

**Messung des gasartabhängigen
Kompressionsverhältnisses der
Turbomolekularpumpe HiPace 300H**

Henri Pekeler

Bachelorarbeit in Physik
angefertigt im Physikalischen Institut

vorgelegt der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität
Bonn

November 2016

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate kenntlich gemacht habe.

Bonn,
Datum

.....
Unterschrift

1. Gutachter: PD Dr. Wolfgang Hillert
2. Gutachter: Prof. Dr. Klaus Desch

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Konzeption	3
3	Theoretische Grundlagen	9
3.1	Turbomolekularpumpen (TMPs)	9
3.2	Membranpumpen	10
3.3	Quadrupol-Massenspektrometer	11
3.4	Baratron	12
3.5	Inbetriebnahme einer Vakuumanlage	13
3.6	Der Ausheizvorgang	14
4	Kalibrierung des Massenspektrometers	17
4.1	Messung	17
4.2	Auswertung	18
5	Messung des Kompressionsverhältnisses	21
5.1	Messung	22
5.2	Datenanalyse	22
5.3	Interpretation der Messergebnisse	24
5.3.1	Stickstoff	24
5.3.2	Methan	24
5.3.3	Wasserstoff	24
5.3.4	Helium	25
5.3.5	Neon	25
6	Zusammenfassung	27
	Literatur	29
	Danksagung	31

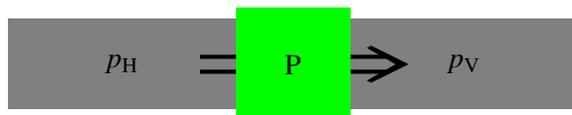
Einleitung

Im Rahmen dieser Bachelorarbeit soll das gasartabhängige Kompressionsverhältnis der Turbomolekularpumpe HiPace 300 H der Pfeiffer Vacuum Technology AG bestimmt werden. Diese ist ein für hohe Kompressionsverhältnisse ausgelegter Prototyp, was dieses zu einer der wichtigsten Eigenschaften der Pumpe macht. Zur Messung des Kompressionsverhältnisses stehen die Gase Stickstoff, Methan, Wasserstoff, Helium und Neon zur Verfügung. Diese wird durch den Aufbau einer Haupt- und Vorvakuumkammer für die HiPace 300 H realisiert, wobei das Testgas in die Vorvakuumkammer eingebracht wird. Durch dessen Rückstromverhalten durch die Turbomolekularpumpe wird das Kompressionsverhältnis bestimmt. Der Hauptvakuumdruck wird hierbei durch ein Massenspektrometer und der Vorvakuumdruck durch ein Baratron bestimmt. Zusätzlich wird eine Kalibrierung des durch das Massenspektrometer ausgegebenen Ionisationsstroms auf den Partialdruck der einzelnen Gase durchgeführt.

Konzeption

Im Rahmen dieser Bachelorarbeit soll das Kompressionsverhältnis der Turbomolekularpumpe (siehe hierzu Abschnitt 3.1) HiPace 300 H, der Pfeiffer Vacuum Technology AG, bestimmt werden.

Das Kompressionsverhältnis K einer Vakuumpumpe P ist definiert als Quotient aus Vorvakuumdruck p_V und Hauptvakuumdruck p_H .



$$K = \frac{p_V}{p_H} \quad (2.1)$$

Die Vakuumpumpe pumpt hierbei Gas aus dem Hauptvakuum in das Vorvakuum. Außerdem ist K gasartabhängig¹, weshalb K für mehrere Gase ermittelt werden soll. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit K von Helium (He), Stickstoff (N_2), Wasserstoff (H_2), Neon (Ne) und Methan (CH_4) bestimmt.

Damit K bestimmt werden kann, wird ein Vorvakuum und ein Hauptvakuum für die HiPace 300 H benötigt. Außerdem muss der Druck in beiden Rezipienten² gemessen werden. Da die Messung von Kompressionsverhältnissen von bis zu 10^{13} möglich sein soll und die HiPace 300 H nur bei einem Vorvakuum von bis zu einigen 10 mbar (siehe Datenblatt [4]) operieren kann, muss ein Partialdruck³ von bis zu 10^{-12} mbar im Hauptvakuum realisiert werden.

Ein so geringer Partialdruck kann über ein Massenspektrometer gemessen werden. Hier wird das Quadrupol-Massenspektrometer QMG 421 der Firma balzers verwendet (siehe dazu Abschnitt 3.3). Es gibt einen zum Druck proportionalen Ionenstrom im Bereich von 10^{-14} A bis 10^{-5} A aus und deckt einen Massenbereich von 1 u bis 100 u ab. Dabei ist u die atomare Masseneinheit mit $1 \text{ u} = 1,66 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$. Das entspricht einem gasartabhängigen Arbeitsbereich von ca. 10^{-14} mbar bis 10^{-5} mbar

Im Vorvakuumbereich hingegen kann kein Massenspektrometer genutzt werden, da die Drücke dort größer als 10^{-4} mbar werden und somit außerhalb dessen Arbeitsbereichs liegen. Deshalb kann der Druck dort nicht massenabhängig bestimmt werden. Eine gute Möglichkeit zur gasunabhängigen Druckbestimmung bietet ein Baratron (siehe Abschnitt 3.4). Dieses misst den Druck kapazitativ über die Auslenkung einer Keramikmembran. Da es gasunabhängig misst, muss sicher gestellt sein, dass sich nur das zu vermessende Gas im Vorvakuum befindet. Deshalb wird eine weitere Turbomolekularpumpe

¹ Da sich die Moleküle verschiedener Gase in Masse und Geometrie unterscheiden, ist das Rückstromverhalten dieser durch die Vakuumpumpe unterschiedlich.

² Oberbegriff für Vakuumbehälter.

³ Der Gesamtdruck p_{ges} eines Systems ist die Summe der Partialdrücke – Druck nur einer Gasart – p_i aller Gasmoleküle $p_{\text{ges}} = \sum_i p_i$.

(TMP) benötigt, um den Vorvakuumbereich zu evakuieren und dann gezielt nur eine Gasart einzulassen. Der beschriebene Aufbau ist in Abbildung 2.1 skizziert.

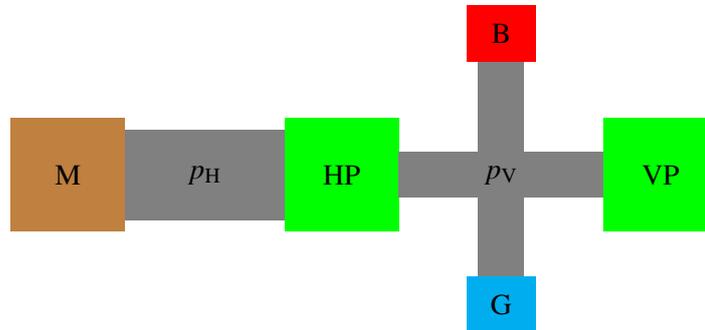


Abbildung 2.1: Erste Idee zur Messung des Kompressionsverhältnisses mit dem Massenspektrometer (M), der Hauptvakuumpumpe HiPace 300 H (HP), dem Baratron (B), einem Gaseinlass (G) und der Vorvakuumpumpe HiPace 80 (VP).

Dazu wird der Pumpstand HiCube 80 Eco der Pfeiffer Vacuum Technology AG genutzt. Er besteht aus der TMP HiPace 80 und einer Membranpumpe (siehe Abschnitt 3.2). Diese wird benötigt, da eine TMP nicht mit einem Vorvakuumdruck von über ≈ 50 mbar und somit nicht gegen den Atmosphärendruck von ca. 10^3 mbar operieren kann.

Eine Möglichkeit zum Gaseinlass und somit zur Druckvariarung des Vorvakuums bietet ein Feindosierventil. Über dieses lässt sich kontrolliert ein Gas einlassen. Da das Baratron einen Druck von 10^{-4} mbar bis 10 mbar messen kann, wird über das Feindosierventil entsprechend viel Gas eingelassen, um diese Drücke zu realisieren.

Nun ergibt sich das Problem, dass das Vorvakuum der HiPace 300 H das Hauptvakuum für die HiPace 80 ist. Je mehr Gasmoleküle sich im Hauptvakuum einer Vakuumpumpe befinden, desto mehr Leistung muss erbracht werden, um diese abzupumpen. Wird die benötigte Leistung zu groß, überhitzt die Pumpe und stellt ihren Betrieb ein. Das hätte eine Kontaminierung der Vakuumapparatur mit Gas aus der Umgebung zur Folge und ist deshalb nicht erwünscht.

Um zu vermeiden, dass der Hauptvakuumdruck der HiPace 80 zu groß wird, muss dieser künstlich herabgesetzt werden, ohne den Vorvakuumdruck zu verändern. Dazu kann ein dünnes Rohr mit einem geringen Leitwert benutzt werden (siehe Abbildung 2.2).

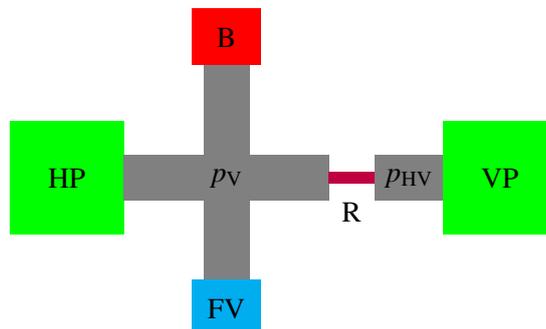


Abbildung 2.2: Möglichkeit zur Herabsetzung des Hauptvakuumdrucks p_{HV} der Hiace 80 gegenüber dem Vorvakuumdruck p_V der HiPace 300 H mithilfe eines Rohres (R). Ferner sind die Hauptvakuumpumpe HiPace 300 H (HP), das Baratron (B), ein Feindosierventil (FV) und die Vorvakuumpumpe HiPace 80 (VP) gezeigt.

Der Leitwert L ist als Kehrwert des Strömungswiderstandes W definiert. Ist der Strömungswiderstand

eines Bauteils hoch, so kann ein Gas nur langsam durch dieses hindurch strömen. Der Druck in einem Behälter ist somit direkt über den Quotienten der Strömungswiderstände am Ein- und Ausgang des Behälters definiert. Soll der Druck im Rezipienten klein gehalten werden, muss der Strömungswiderstand am Gaseinlass deutlich größer sein als der am Gasauslass.

In der Vakuumtechnik wird jedoch mit dem Leitwert und nicht dem Strömungswiderstand eines Bauteils (z.B. Rohr) gerechnet. Der Leitwert eines Bauteils ist über das Verhältnis aus der Druckdifferenz Δp zwischen dessen Anfang und Ende und des Gasstroms q_{pV} definiert. Die folgenden Formeln sind aus [5, Kap. 1.2] entnommen.

$$L = \frac{1}{W} = \frac{q_{pV}}{\Delta p} \quad (2.2)$$

Diese Gesetzmäßigkeit ist analog zum Ohm'schen Gesetz in der Elektrotechnik formuliert, wobei q_{pV} analog zum Strom, Δp zur Spannung und L zum Kehrwert des Widerstandes anzusehen sind.

Analog zur Elektrotechnik addieren sich damit die Kehrwerte der Leitwerte bei einer Reihenschaltung von n Bauteilen zum Gesamtleitwert L_{ges} .

$$\frac{1}{L_{ges}} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} + \dots + \frac{1}{L_n} \quad (2.3)$$

Das Saugvermögen S beschreibt das Gasvolumen, welches eine Vakuumpumpe pro Sekunde aus ihrem Hauptvakuum in ihr Vorvakuum befördern kann. Damit entspricht S dem Leitwert einer Vakuumpumpe.

Der Leitwert eines Rohres, mit einem zu seiner Länge l kleinen Durchmesser d , ist bei molekularer Strömung⁴ durch

$$L_{\text{Rohr,mol}} = \frac{\bar{c} \cdot \pi \cdot d^3}{12 \cdot l} \quad \text{mit} \quad \bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot k_B \cdot T}{\pi \cdot m}} \quad (2.4)$$

gegeben, wobei \bar{c} die mittlere thermische Geschwindigkeit, m die Masse des durchströmenden Gases, T dessen absolute Temperatur und k_B die Boltzmannkonstante ist.

Durch die Unterbrechung des Vorvakuumtraktes durch ein Rohr, welches lang gegenüber seinem Durchmesser ist und somit nach Gleichung (2.4) einen geringen Leitwert besitzt, strömen weniger Gasmoleküle zur HiPace 80. Dadurch ist das Hauptvakuum p_{HV} der HiPace 80 kleiner als das Vorvakuum p_V der HiPace 300 H und diese kann auch bei höheren Vorvakuumdrücken operieren (siehe Abbildung 2.2).

Am Ende einer Messung muss der Vorvakuumbereich wieder vollständig evakuiert werden, damit am Anfang einer neuen Messung der Rezipient nicht mehr vom Gas der vorherigen kontaminiert ist. Das wäre über das kleine Rohr in einem zeitlich verträglichen Rahmen nicht praktikabel. Deshalb wird ein durch ein Ventil verschließbarer zweiter Arm hinzugefügt, über den die Vorvakuumkammer außerhalb der Messung evakuiert wird.

Damit die Apparatur in Betrieb genommen und der Aufbau auf eventuell vorhandene Vakuumlecks untersucht werden kann, wird noch ein Anschluss für einen Lecksucher⁵ benötigt. Ein Leck beschreibt eine undichte Stelle in einem Vakuumbehälter, durch die Luft aus der Atmosphäre in das Vakuumsystem eindringen kann (siehe dazu Abschnitt 3.5). Der komplette Aufbau ist in Abbildung 2.3 gezeigt. Damit kann die Messung des Kompressionsverhältnisses realisiert werden.

⁴ Die molekulare Strömung beschreibt den Zustand eines Gases in einem Bauteil, in dem seine mittlere freie Weglänge deutlich größer ist als die Bauteilabmessungen. Die mittlere freie Weglänge ist die durchschnittliche gerade Strecke, die ein Gasteilchen zurücklegen kann, ohne mit einem anderen zu stoßen. Molekulare Strömung tritt bei $p \cdot d < 0,01 \text{ mbar cm}$ auf. Dabei ist der Druck mit p und der Bauteildurchmesser mit d bezeichnet.

⁵ Der Lecksucher ist eine eigenständige Einheit, welche über eine leistungsstarke Vakuumpumpe und einen Gasdetektor für die Registrierung eines Prüfgases verfügt.

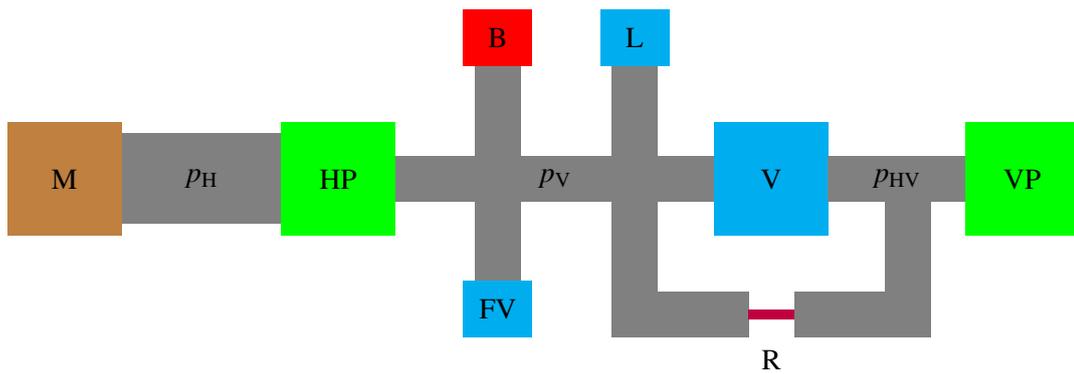


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Messapparatur zur Messung des Kompressionsverhältnisses. Dargestellt sind das Massenspektrometer (M), die Turbomolekularpumpe HiPace 300 H (HP), das Baratron (B), der Lecksucher (L) und das Feindosierventil (FV); außerdem das Kapillarrohr (R), das Ventil (V) zum Öffnen und Schließen des Evakuierungsarmes und der Pumpstand zum Erzeugen des Vorvakuums (VP).

Das Massenspektrometer misst einen von der Masse abhängigen Ionenstrom. Um das Kompressionsverhältnis nach Gleichung (2.1) bestimmen zu können, muss der Druck im Hauptvakuum p_H bekannt sein. Deshalb ist es nötig eine Kalibrierung des Ionenstroms auf den Partialdruck durchzuführen.

Der Messbereich des Massenspektrometers (10^{-5} mbar bis 10^{-14} mbar) liegt deutlich unter dem des Baratrons (10^{-4} mbar bis 10 mbar). Deshalb ist eine Konfiguration zum Einlassen des Gases in einen Vakuumbereich, in dem sowohl das Baratron als auch das Massenspektrometer messen, nicht möglich.

Aufgrund dessen muss der Vakuumbereich des Massenspektrometers von dem des Baratrons abgetrennt werden. Dies geschieht über ein Kapillarrohr, dessen Durchmesser klein gegenüber seiner Länge ist und nach Gleichung (2.4) damit einen kleinen Leitwert besitzt. Die HiPace 300 H wird hierbei genutzt, um den Hauptvakuumbereich zu evakuieren.

Da diese ein sehr großes Saugvermögen von ca. 260 ls^{-1} besitzt (siehe Datenblatt [4]), würde die geringe Gasmenge, welche durch das Rohr strömt, direkt abgepumpt werden. Deshalb wäre der vom Massenspektrometer detektierte Anstieg des Ionenstroms sehr gering bzw. gar nicht vorhanden. Daher wird vor der Pumpe eine Blende angebracht, um das effektives Saugvermögen zu verkleinern. Für eine Blende mit der Öffnungsfläche A ergibt sich der Leitwert $L_{\text{Blende,mol}}$ zu:

$$L_{\text{Blende,mol}} = A \cdot \frac{\bar{c}}{4}. \quad (2.5)$$

Abbildung 2.4 zeigt eine schematische Darstellung des Messaufbaus zur Kalibrierung des Massenspektrometers. Ein geeignetes Rohr, um den Hauptvakuumdruck zu verkleinern, besitzt den Durchmesser $d = (1,00 \pm 0,01) \text{ mm}$ und die Länge $l = (100 \pm 1) \text{ mm}$. Mit der Temperatur $T = (300 \pm 5) \text{ K}$ und $m = M \cdot 1 \text{ u}$, wobei M die Massenzahl des durchströmenden Gases ist, ergibt sich ein gasartabhängiger Leitwert von:

$$L_{\text{Rohr}} = \frac{1}{\sqrt{M}} \cdot (6,60 \pm 0,09) \cdot 10^{-3} \text{ ls}^{-1}. \quad (2.6)$$

Für eine geeignete Blende mit einem kreisrunden Ausschnitt vom Radius $r = (18,0 \pm 0,1) \text{ mm}$ ergibt sich ein Leitwert von:

$$L_{\text{Blende}} = \frac{1}{\sqrt{M}} \cdot (6,410 \pm 0,007) \cdot 10^2 \text{ ls}^{-1}. \quad (2.7)$$

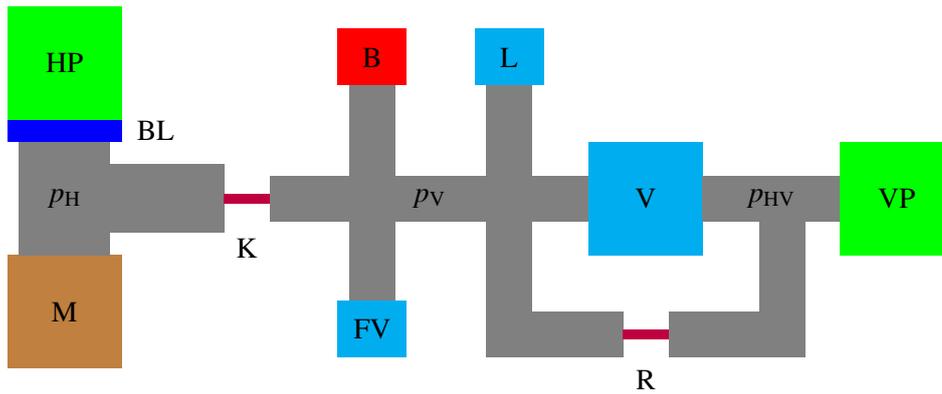


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der Messapparatur zur Messung des Kalibrierungsfaktors κ . Dargestellt sind das Massenspektrometer (M), die Turbopumpe HiPace 300 H (HP), das Kapillarrohr (K), die Blende (BL), das Baratron (B) und der Lecksucher (L); außerdem das Feindosierventil (FV), das Kapillarrohr (R), das Ventil zum Öffnen und Schließen des einen Armes (V) und der Pumpstand zum Erzeugen des Vorvakuums (VP).

Um den Druck im Hauptvakuum p_H zu bestimmen, muss der Leitwertquotient ℓ sowohl von den Bauteilen, durch welche das Gas in das Hauptvakuum strömt, als auch von denen, welche das Gas aus dem Hauptvakuum herauspumpen, bestimmt werden. Dieser Faktor führt zusammen mit dem Vorvakuumdruck p_V zum Druck im Hauptvakuum.

$$p_H = \ell \cdot p_V = \frac{L_{\text{Ein}}}{L_{\text{Aus}}} \cdot p_V \quad (2.8)$$

Somit ergibt sich mit dem Saugvermögen S_{HP} der HiPace 300 H ein Leitwertquotient von:

$$\ell = L_{\text{Rohr}} \cdot \left(\frac{1}{L_{\text{Blende}}} + \frac{1}{S_{\text{HP}}} \right). \quad (2.9)$$

Dieser wurde unter Vernachlässigung der Leitwerte anderer Bauteile berechnet, da diese mindestens drei Größenordnungen kleiner sind. Für Wasserstoff ($M = 2$) mit $S_{\text{HP}}^{\text{H}_2} = 245 \text{ ls}^{-1}$ [4] folgt:

$$\ell_{\text{H}_2} = (3,15 \pm 0,05) \cdot 10^{-5}. \quad (2.10)$$

Deshalb ist für Wasserstoff und unter Benutzung des Rohres, der Blende und der HiPace 300 H der Hauptvakuumdruck $3,15 \cdot 10^{-5}$ mal größer als der Vorvakuumdruck. Das bedeutet, dass Vorvakuumdrücke bis 10^{-1} mbar vom Massenspektrometer ohne Probleme detektiert werden können und dies eine sinnvolle Konfiguration zum Messen des Kalibrierungsfaktors ist.

Hierbei ist zu beachten, dass die Voraussetzung für die Berechnung der Leitwerte molekulare Strömung war. Für dieses Rohr gilt $p \cdot d = p \cdot 0,1 \text{ cm}$. Aus $p \cdot d < 0,01 \text{ mbar cm}$ für molekulare Strömung folgt, dass für den Vorvakuumdruck bei der Kalibrierung $p < 10^{-1} \text{ mbar}$ gelten muss.

Nach Gleichung (2.9) ergibt sich, mit gegebenem Saugvermögen S der HiPace 300 H [4], für Neon ein Leitwertquotient von $\ell_{\text{Ne}} = (1,61 \pm 0,05) \cdot 10^{-5}$, für Methan von $\ell_{\text{CH}_4} = (1,68 \pm 0,05) \cdot 10^{-5}$, für Helium von $\ell_{\text{He}} = (2,32 \pm 0,05) \cdot 10^{-5}$ und für Stickstoff von $\ell_{\text{N}_2} = (1,51 \pm 0,05) \cdot 10^{-5}$.

Theoretische Grundlagen

3.1 Turbomolekularpumpen (TMPs)

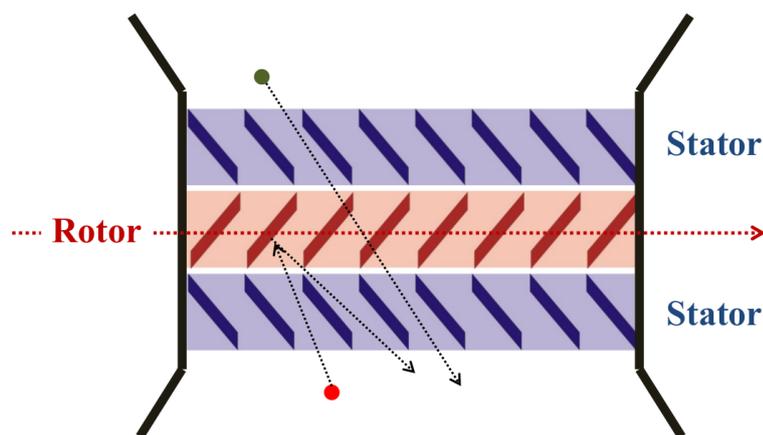


Abbildung 3.1: Funktionsweise einer Turbomolekularpumpe [2]

Eine Turbomolekularpumpe ist eine mechanische Vakuumpumpe zur Erzeugung von sehr niedrigen Vakuumdrücken ($p < 10^{-9}$ mbar). Sie arbeitet nach dem Prinzip der Impulsübertragung an Flächen. Wie in Abbildung 3.1 zu sehen, ist sie aus Stator- und Rotoren aufgebaut. Die Neigung der Rotorscheiben ist spiegelbildlich zu der der Statorscheiben. Dadurch kann ein Gasteilchen, welches vom Bereich oberhalb der TMP kommt, durch den Stator und den Rotor in den Bereich unterhalb der TMP gelangen. Ein Gasteilchen, welches von unterhalb der TMP kommt, stößt mit den Rotorblättern und wird in Richtung des unteren Bereiches reflektiert.

Die Rotoren drehen sich mit einer Frequenz von mehr als 1 000 Hz. Mit ein Vorvakuum von min. 50 mbar lässt sich diese, bei geringer Leistung von ca. 40 W, bewerkstelligen. Wird der Vorvakuumdruck zu hoch, so muss die Pumpe zunehmend gekühlt werden.

Durch die Anordnung vieler Rotor- und Statorblätter werden gasartabhängige Kompressionsverhältnisse von ca. 10^5 bis 10^{11} erreicht [6].

Damit hohe Vakua erstellt werden können, muss der Vorvakuumdruck somit gering sein und es wird eine Vorvakuumpumpe benötigt, um den Vorvakuumdruck gering zu halten.

3.2 Membranpumpen

Eine Membranpumpe befördert ein Gas von einem Behälter in einen anderen. Dies wird durch eine Kammer realisiert, die einen Anschluss zu jedem der beiden Behälter hat. Diese sind mit einem Einlass- und einem Auslassventil versehen. Das obere Ende der Kammer besteht aus einer Membran, welche mechanisch bewegt werden kann. Geschieht dies in Richtung des Kammerinneren, so verringert sich das Kammervolumen. Nach dem Idealen Gasgesetz, mit dem Druck p , dem Volumen V , der Temperatur T und der Boltzmann-Konstanten k_B ,

$$pV = Nk_B T \quad (3.1)$$

erhöht sich durch eine Volumenverkleinerung der Druck in der Kammer. Dieser Überdruck öffnet das Auslassventil, wodurch das Gas aus dem Inneren der Kammer in den Behälter hinter dem Auslassventil strömt. Wird die Membran in die andere Richtung bewegt, so wird das Gas aus dem Behälter hinter dem Einlassventil durch einen Unterdruck in die Kammer gesogen.

Durch eine periodische Auf- und Abbewegung der Membran, wird so Gas von dem Behälter vor dem Einlassventil in den hinter dem Auslassventil befördert.

Dieser Vorgang ist in Abbildung 3.2 dargestellt.

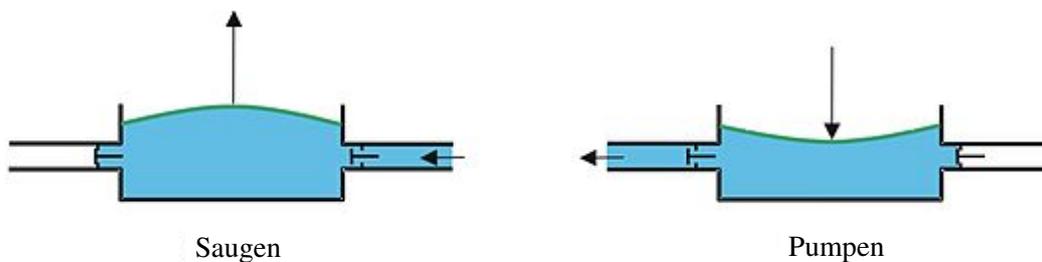


Abbildung 3.2: Veranschaulichung des Pumpprinzips einer Membranpumpe[7].

Wird der Unterdruck in dem Einlassbehälter geringer als der maximal erstellbare Druck in der Kammer, kann das Ventil zu diesem nicht mehr geöffnet werden und somit wird der Druck im Einlassbehälter nicht weiter verringert.

Aufgrund dessen können die meisten Membranpumpen nur ein Vakuum von wenigen 10 mbar erzeugen und werden deshalb meist als Vorpumpen verwendet.

3.3 Quadrupol-Massenspektrometer

Ein Quadrupol-Massenspektrometer detektiert einen zum Partialdruck proportionalen Ionenstrom. Um dies zu realisieren, besteht es aus einer UHV-Gitter-Ionenquelle, einem Massenfilter, einem Verstärker und einem Analysator.

Die Gitter-Ionenquelle besteht aus einem Gitterkäfig und einer sich außerhalb des Käfigs angeordneten Ringkathode aus Wolfram. Diese wird durch einen Heizstrom zum Glühen gebracht und emittiert somit Elektronen, welche durch ein elektrisches Feld zum Gitter hin beschleunigt werden. Die Elektronen stoßen mit den Gasteilchen im Vakuum und ionisieren diese. Durch eine hohe Potentialdifferenz zwischen dem Gitter und der Blende, werden Ionen, welche innerhalb des Gitters durch Elektronenstoß erzeugt wurden, zur Blende hin beschleunigt, durch welche die Ionen zum Massenfilter gelangen (siehe Abbildung 3.3).

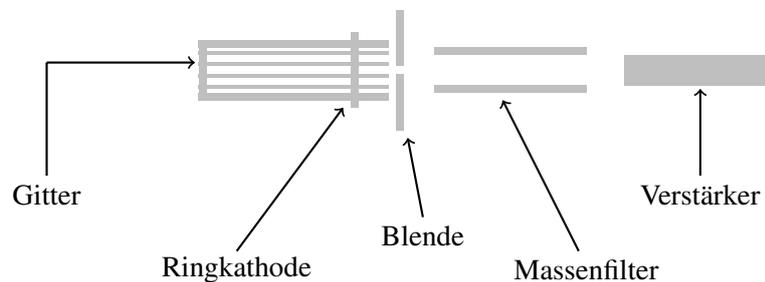


Abbildung 3.3: Prinzipskizze des Massenspektrometers.

Ionen mit einer kleinen Masse m werden, bei konstanter Spannung U , auf höhere Geschwindigkeiten v beschleunigt als solche mit größerer Masse.

$$v = \sqrt{\frac{2 \cdot e \cdot U}{m}} \quad (3.2)$$

Nach der Blende treffen die Ionen auf das Massenfilter. Dieses besteht aus vier zylindrischen Stabelektroden, an welche eine Hochfrequenzspannung $V \cos \omega t$ und eine zu deren Amplitude V proportionale Gleichspannung V_0 angelegt wird (siehe Abbildung 3.4).

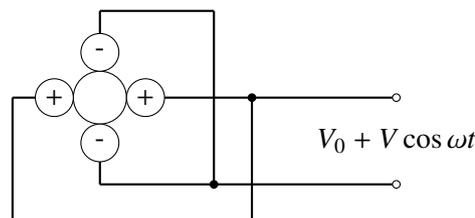


Abbildung 3.4: Prinzipskizze des Massenfilters. Mit + und - sind die jeweils gleich gepolten Stabelektroden gekennzeichnet. Zwischen den Elektroden ist eine Spannung $V_0 + V \cos \omega t$ angelegt.

Fliegt ein Ion durch das resultierende Quadrupolfeld, wird es von der Gleichspannung zu einer Elektrode hin beschleunigt und gleichzeitig wird durch die Hochfrequenzspannung das Ion auf eine sinusartige Bahn gelenkt. Je nach der Geschwindigkeit des Ions, wird es stärker von dem einen als dem anderen Effekt beeinflusst. Leichte und somit schnellere Ionen werden von der Offsetspannung kaum beeinflusst. Das Wechselfeld hingegen zwingt sie auf eine sinusartige Bahn mit sehr hoher

Amplitude. Dadurch kann es passieren, dass diese Ionen von den Elektroden sorbiert werden und nicht zum Signalverstärker gelangen.

Schwere Ionen fliegen langsam durch das Quadrupolfeld und werden deshalb von dem Wechselfeld kaum beeinflusst. Doch die Gleichspannung beschleunigt sie in Richtung einer Elektrode, wo sie sorbiert werden.

Durch präzises Einstellen von Gleich- und Wechselfspannung ist es somit möglich, nur Ionen mit einem ganz bestimmten Masse zu Ladungsverhältnis m/q durch das Massenfilter propagieren zu lassen.

Hinter dem Massenfilter werden diese Ionen verstärkt und vom Analysator detektiert. Der resultierende Strom wird, unter Berücksichtigung des Verstärkerfaktors, zusammen mit der eingestellten Masse ausgegeben. [1]

3.4 Baratron

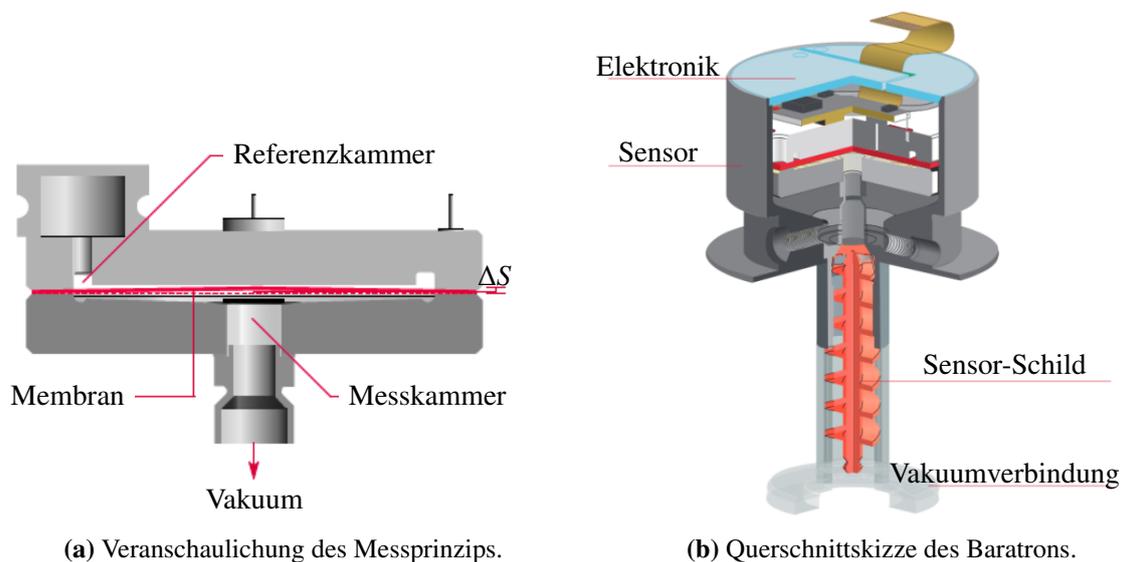


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung eines Baratrons [3].

Das in dieser Bachelorarbeit verwendete Baratron ist das CMR 374 der Pfeiffer Vacuum Technology AG. Es ist ein temperatureregelter kapazitiver Transmitter¹. In Abbildung 3.5 ist der Schematische Aufbau des Baratrons zu sehen. Das Baratron misst den Druck unabhängig von der Art der Vakuumkonstituenten². Der Druck p ist definiert durch eine Kraft F , welche auf eine Fläche A wirkt $p = F/A$. Das Baratron misst den Druck über die Auslenkung einer Keramikmembran. Diese trennt das zu vermessene Gas von einer Referenzkammer. Der Druck in dieser ist sehr viel kleiner als der zu vermessene Gasdruck, der innerhalb des Messbereiches von 10^{-4} mbar bis 10 mbar liegen darf. Auf die Messwerte des Baratrons kommt ein Fehler von 0,15 %. Auf die Membran ist ein elektrischer Leiter aufgedampft, wodurch ihre Auslenkung kapazitiv gemessen werden kann.

Über die Elektronik wird die Veränderung der Kapazität in einen Druck umgerechnet und an eine Kontrolleinheit ausgegeben.

¹ Gerät zur Umwandlung einer zu messenden elektrischen Größe.

² Jedes Restgas im Vakuum ist ein Vakuumkonstituent.

Zum Schutz vor Verschmutzung befindet sich zwischen der Kammer und der Vakuumverbindung ein Sensor-Schild.

Das Baratron wird auf 45 °C stabilisiert, damit eventuelle Temperaturschwankungen keinen Einfluss auf die Messung haben und benötigt deshalb eine Aufwärmphase von ca. 2 h. Der Maximaldruck, der auf die Membran wirken darf liegt bei 2 bar. [3]

3.5 Inbetriebnahme einer Vakuumpumpe

Eine Vakuumpumpe besteht aus Metallbauteilen (Kammern, Flansche), Messgeräten und Vakuumpumpen. Diese werden über Flansche miteinander verbunden. Zwischen diesen werden Dichtungen angebracht, damit kein Gas von außen in den Vakuumbereich strömen kann.

In Feststoffen können sich Gase anreichern (Sorption) oder sorbierte Gase können abgegeben werden (Desorption). Ist der Druck in einem Vakuumbehälter nun gering, so wird die Desorption größer als die Sorption und der Behälter gibt Gas in das Vakuum ab. Dadurch steigt der Druck im Behälter an. Der Desorptionsstrom Q_{des} in Metallen lässt sich über die Zeit t , der Oberfläche des Behälters A und der Desorptionsstromdichte q_{des} , nach einer gewissen Zeit t_0 , welche typischerweise bei einer Stunde liegt, folgendermaßen beschreiben [5, Kap. 1.3]:

$$Q_{\text{des}} = q_{\text{des}} \cdot A \cdot \frac{t_0}{t} \quad (3.3)$$

Kunststoffe absorbieren verhältnismäßig wenig Gas. Sie geben hauptsächlich die in ihnen gelösten Gase ab. Diese müssen erst per Diffusion an die Oberfläche gelangen. Deshalb fällt der Desorptionsstrom in Kunststoffen $Q_{\text{des}}^{\text{K}}$ langsamer mit der Zeit, als der in Metallen [5, Kap. 1.3].

$$Q_{\text{des}}^{\text{K}} = q_{\text{des}} \cdot A \cdot \sqrt{\frac{t_0}{t}} \quad (3.4)$$

Damit dominiert nach längerer Pumpzeit die Desorption von Kunststoffen über die von Metallen. Soll nun ein Ultrahochvakuum von bis zu 10^{-12} mbar erreicht werden, sollten keine Kunststoffteile im Vakuumbehälter eingesetzt werden. Deshalb werden unter diesen Bedingungen nur Metalledichtungen genutzt.

Zusätzlich können Feststoffe von Gasen durchdrungen werden. Der Permeationsstrom Q_{perm} ist abhängig von der Dicke d der Wand des Vakuumbehälters, der Oberfläche A desselben sowie des Druckes p_a außerhalb und einer materialabhängigen Permeationskonstante k_{perm} . [5, Kap. 1.3]

$$Q_{\text{perm}} = k_{\text{perm}} \cdot A \cdot \frac{p_a}{d} \quad (3.5)$$

Für Vakuumdrücke $p > 10^{-6}$ mbar können Kunststoffdichtungen eingesetzt werden. Kunststoffdichtungen bestehen meist aus einem Gummiring, welcher zwischen zwei Flanschen eingeklemmt wird. Der Ring wird hierbei nicht zerstört und kann daher mehrmals verwendet werden. Metalledichtungen sind meist Kupferringe. Für diese werden spezielle Flansche benötigt, welche im Bereich, in dem die Kupferdichtung angebracht werden soll, eine keilartige Form besitzen. Dieser Keil schneidet in die Kupferdichtung und bildet somit eine gasundurchlässige Verbindung. Somit können Kupferdichtungen nur einmal verwendet werden.

Beim Zusammenbauen der Vakuumpumpe ist es wichtig, sauber zu arbeiten, damit sich keine Stoffe an der Oberfläche der Bauteile festsetzen und später das Vakuum verunreinigen. Anschließend kann die

Apparatur evakuiert werden. Dies geschieht vorerst über einen Lecksucher, welcher eine eigenständige Einheit mit einer leistungsstarken Vakuumpumpe ist und über einen Gasdetektor für die Registrierung eines Prüfgases verfügt. Durch die Besprühung des Äußeren der Vakuumanlage mit dem Prüfgas lässt sie sich auf Lecks testen. Registriert der Lecksucher das Prüfgas, so ist ein Leck vorhanden. Je nach Druckanstieg innerhalb des Gasdetektors, wird entschieden ob das Leck behoben werden muss. Liegt die Leckrate in derselben Größenordnung, wie der zu erreichende Druck im Rezipienten oder ist größer als dieser, so muss das Leck behoben werden.

Die Leckrate Q_L ist definiert, als ein Druckanstieg Δp über die Zeit Δt in einem gegebenen Volumen V [5, Kap. 1.3].

$$Q_L = \frac{\Delta p \cdot V}{\Delta t} \quad (3.6)$$

Nachdem alle nennenswerten Lecks entfernt sind kann die Vakuumanlage über die angeschlossenen Pumpen evakuiert werden und der Lecksucher wird entfernt.

Damit ein Vakuumdruck von $p < 10^{-8}$ mbar erreicht werden kann, muss der Desorptionsstrom klein werden. Zusätzlich muss ein niedriger Vorvakuumdruck herrschen, damit die Vakuumpumpe nach Gleichung (2.1) in der Lage ist, ein hohes Vakuum zu erzeugen. Um den Desorptionsstrom zu verkleinern, kann die Apparatur ausgeheizt werden.

3.6 Der Ausheizvorgang

Das Ziel des Ausheizvorgangs ist die dauerhafte Verbesserung des Vakuumdrucks im einem Rezipienten. Das heißt jeder Partialdruck sollte nach dem Ausheizvorgang geringer sein als vorher. Wird ein Feststoff erhitzt, so erhöht sich die Desorptions- und Diffusionsrate in diesem. Dadurch gibt dieser die in ihm, bzw. auf seiner Oberfläche, sorbierten Gase deutlich schneller ab als bei Raumtemperatur und nach langen Heizzeiten von ca. 5 Tagen hat sich die Desorptions- und Diffusionsrate um ca. 3 Größenordnungen verkleinert [8].

Wird nun ein Vakuumrezipient Temperaturen von 100 °C bis 300 °C ausgesetzt, so wird der Desorptions- und Diffusionsstrom nach dem Ausheizvorgang deutlich kleiner als vorher und es werden kürzere Pumpzeiten benötigt, um ein Ultra-Hoch-Vakuum³ (UHV) zu erzeugen. Manche Gase lösen sich ausschließlich durch den Ausheizprozess, bzw. nur nach sehr langen, im experimentalen Zeitraum nicht erreichbaren, Pumpzeiten.

Eine Vakuumanlage besteht nicht nur aus dem Rezipienten, sondern auch aus Messgeräten und Pumpen. Im Rahmen dieser Arbeit sind diese das Massenspektrometer und die HiPace 300 H. Sämtliche Elektronikbauteile können bei hohen Temperaturen Schaden nehmen und werden vor dem Ausheizprozess entfernt. Für das Massenspektrometer und die Gitterionenquellen sind Temperaturen von 100 °C bis 300 °C unbedenklich.

Die Pfeiffer Vacuum Technology AG schreibt in dem Datenblatt der HiPace 300 H (siehe [4]) eine maximale Temperatur am Flansch der Pumpe von 120 °C vor.

Damit die Temperatur der einzelnen Komponenten während des Heizprozesses kontrolliert werden kann, werden Temperatursensoren an den kritischen Stellen (Massenspektrometer, HiPace 300 H) angebracht.

Der Apparatur wird über eine eine Heizschleife⁴ Wärme zugeführt. Dazu wird der Rezipient mit

³ In einem UHV beträgt der Gesamtdruck höchstens 10^{-7} mbar.

⁴ Eine Heizschleife ist ein von Glaswolle umschlossener Draht, welcher von einem einstellbaren Strom durchflossen wird und dadurch kontrolliert Wärme abgibt.

Aluminiumfolie umwickelt und die Heizschleife auf diese gelegt. Zusätzlich wird auch die Apparatur mit Aluminiumfolie umwickelt, welche als Wärmeschild dient, sodass die entstehende Wärme gleichmäßig über den Rezipienten verteilt wird.

Da am Flansch der HiPace 300 H eine kleinere Temperatur erreicht werden soll als am restlichen Teil der Apparatur, muss ein Wärmegradient realisiert werden. Dieser ergibt sich durch eine unterschiedliche Wicklungsdichte der Heizschleife.

Durch das Erhitzen dehnt sich die Apparatur aus. Geschieht dies zu schnell, können Lecks entstehen. Deshalb muss der Aufheizprozess sowie das Abkühlen nach dem Ausheizvorgang so langsam durchgeführt werden, dass eine Ausdehnung, bzw. Kontraktion keine Lecks hervorrufen kann.

Nach dem Ausheizvorgang dominiert der Permeationsstrom über den Diffusions- und Desorptionstrom. Ein typisches Restgasspektrum ist in Abbildung 3.6 zu sehen.

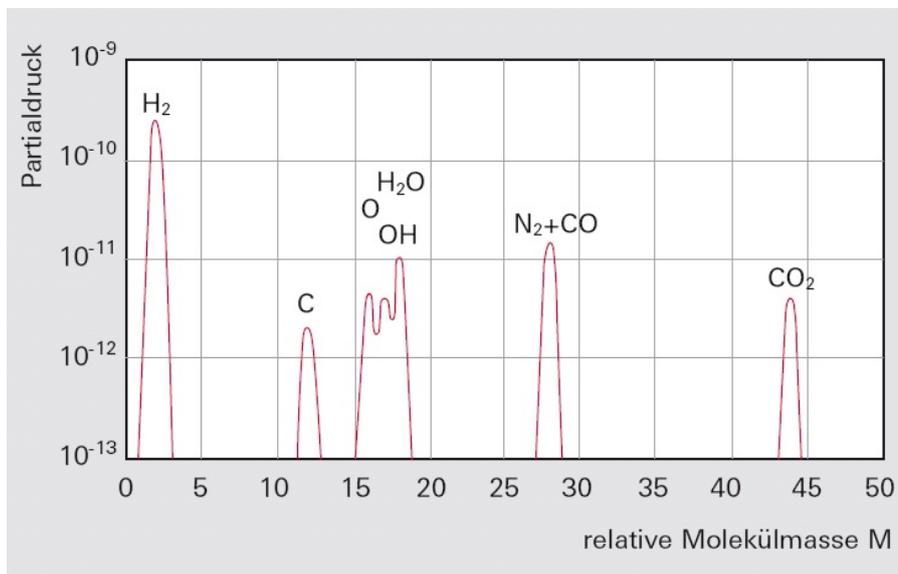
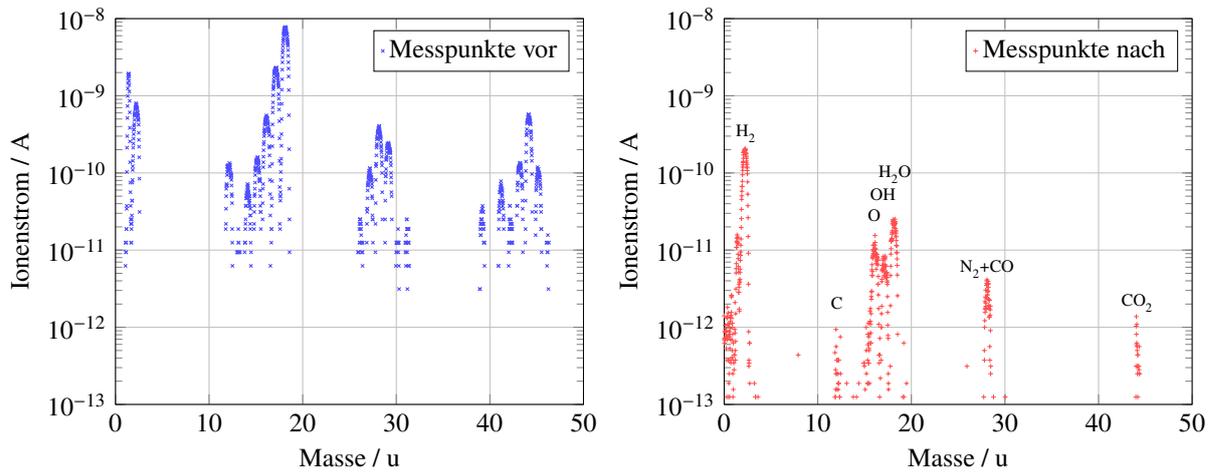


Abbildung 3.6: Typisches Restgasspektrum eines sauberen, ausgeheizten und von einer Turbomolekularpumpe evakuierten Behälters [5, S. 20].

Wie in Abbildung 3.7 zu sehen, dominiert nach dem Ausheizen Wasser ($m/q = 18 \text{ ue}^{-1}$) zusammen mit dessen Fragmenten OH ($m/q = 17 \text{ ue}^{-1}$) das Restgasspektrum. Durch die Zuführung von Wärme lässt sich dies zu einem großen Teil aus dem Restgasspektrum entfernen. Kohlenwasserstoffe, u.a. Methan (CH_4), werden von TMPs aufgrund ihrer hohen Masse gut aus dem Vakuumbereich ferngehalten, weshalb sie nach einer Pumpzeit von einigen Tagen im Restgasspektrum kaum mehr zu finden sind.

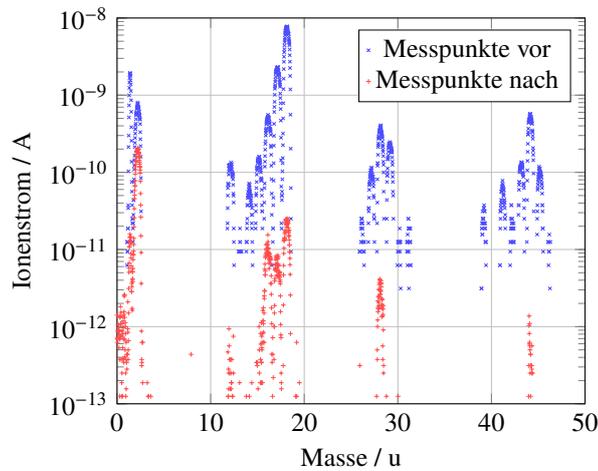
Nach dem Ausheizen dominiert Wasserstoff (H_2) das Restgasspektrum, da es durch Edelstahl durchdiffundieren kann. Außerdem findet man Kohlenstoffmonooxid (CO) und Kohlenstoffdioxid (CO_2).

Durch das Ausheizen der Vakuumapparatur dieser Bachelorarbeit, wurden die Partialdrücke im Restgasspektrum um bis zu 3 Größenordnungen reduziert.



(a) Spektrum vor dem Ausheizen.

(b) Spektrum nach dem Ausheizen.



(c) Spektrum vor und nach dem Ausheizen.

Abbildung 3.7: Darstellung des zum Druck proportionalen Ionenstroms im Hauptvakuum vor und nach dem Ausheizvorgang.

Kalibrierung des Massenspektrometers

Da das Massenspektrometer einen zum Partialdruck eines Gases proportionalen Ionisationsstrom misst, muss eine Kalibrierung vorgenommen werden. Hierbei wird wie in Abschnitt 2 beschrieben vorgegangen. Der Aufbau ist in Abbildung 4.1 gezeigt.

Wie in Abschnitt 3.5 beschrieben wird die Vakuumanlage in Betrieb genommen. Auf das Ausheizen kann allerdings verzichtet werden, da keine Drücke $p < 10^{-7}$ mbar gemessen werden sollen und ein hohes Restgasspektrum deshalb keine Rolle spielt.

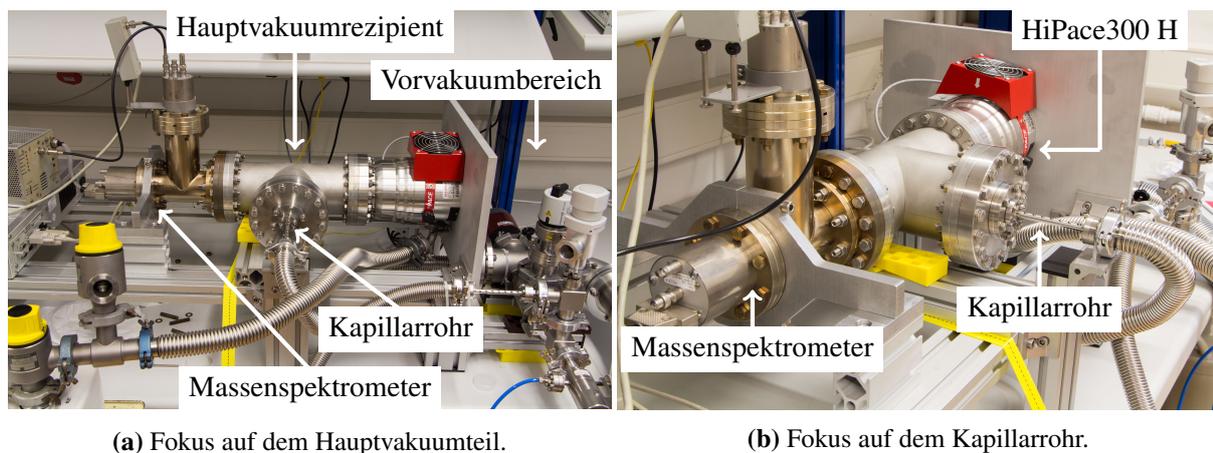


Abbildung 4.1: Realisierung des Aufbaus zur Kalibrierung des Massenspektrometers.

4.1 Messung

Nachdem die Vakuumanlage bei geöffnetem Ventil mindestens 1 h über die Vakuumpumpen evakuiert wurde, kann davon ausgegangen werden, dass im Vorvakuumbereich Partialdrücke von $p < 10^{-6}$ mbar erreicht sind. Da der Vorvakuumdruck bei der Messung zwischen 10^{-4} mbar und 10 mbar liegen wird, ist ein solcher Partialdruckuntergrund für die Messung unbedenklich und kann vernachlässigt werden. Somit ist dort der Partialdruck eines Gases, welches über das Feindosierventil eingelassen wird, gleich dem Gesamtdruck. Dies ist eine wichtige Voraussetzung, da das Baratron den Gesamtdruck gasartunabhängig misst (vgl. Abschnitt 3.4). Somit wird ein durch das Baratron aufgenommener Druckwert als Partialdruck

des eingelassenen Gases angesehen.

Über den Leitwertquotienten ℓ (vgl. Gleichung (2.9)) kann der Hauptvakuumdruck errechnet werden. Zusätzlich wird mit dem Massenspektrometer der Ionisationsstrom I_H im Hauptvakuum gemessen. Im Vorvakuumbereich wird ein Druckbereich von 10^{-3} mbar bis 10^{-1} mbar abgedeckt, um im Bereich der molekularen Strömung (siehe Seite 5) zu bleiben.

4.2 Auswertung

Die Messergebnisse werden in einem Diagramm dargestellt. Auf der x -Achse wird der Ionisationsstrom I_H und auf der y -Achse der über den Leitwertquotienten ℓ und den durch das Baratron gemessene Vorvakuumdruck P_V errechnete Hauptvakuumdruck P_H^e aufgetragen.

$$P_H^e = \ell \cdot P_V$$

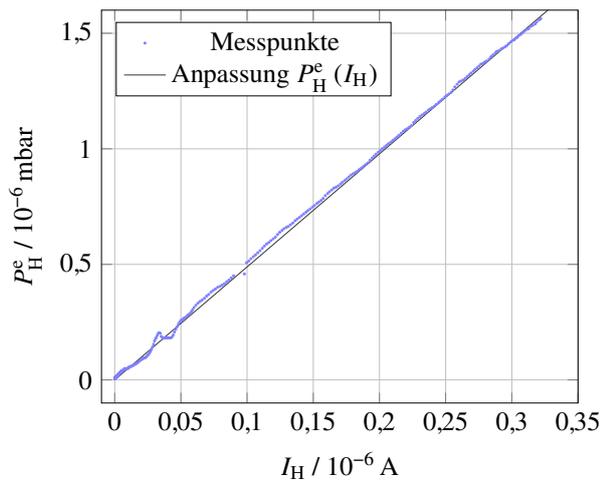
An diesen Messwerten wird eine Geradenanpassung durchgeführt. Die resultierende Steigung a entspricht dem Kalibrierungsfaktor κ . Die Messergebnisse für die einzelnen Gase befinden sich in den Abbildungen 4.2(a) bis 4.2(e). Die Anpassungsfunktion ist: $P_H^e(I_H) = a \cdot I_H$.

Dadurch ergeben sich die folgende Kalibrierungsfaktoren:

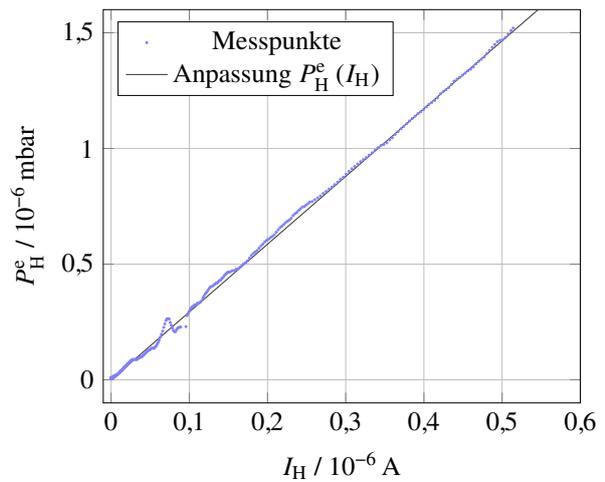
	Stickstoff	Methan	Wasserstoff	Helium	Neon
$\kappa / \text{mbarA}^{-1}$	$4,89 \pm 0,03$	$2,93 \pm 0,03$	$1,21 \pm 0,02$	$3,83 \pm 0,02$	$9,87 \pm 0,03$

Tabelle 4.1: Kalibrierungsfaktoren der einzelnen Gase.

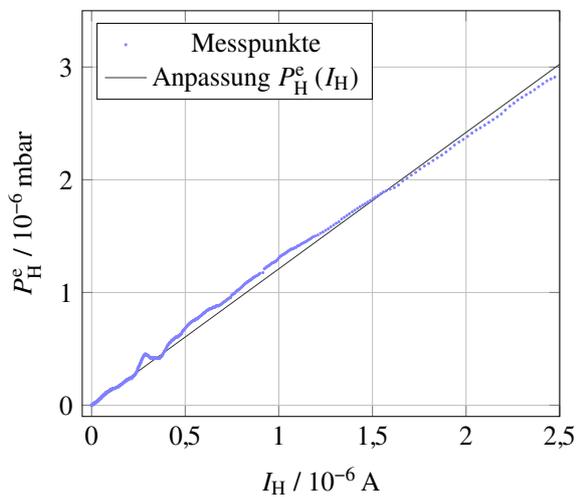
In Abbildung 4.2(a) bis 4.2(e) ist eine Unregelmäßigkeit am Anfang des Kurvenverlaufs zu erkennen. Diese kommt durch das Baratron zustande. Während einer Messung viel auf, dass bei ca. $2 \cdot 10^{-2}$ mbar Vorvakuumdruck, das Baratron einen geringeren Druck gemessen hat. Jedoch war dies beim Massenspektrometer nicht beobachtbar. Eine Erklärung konnte bisher nicht gefunden werden.



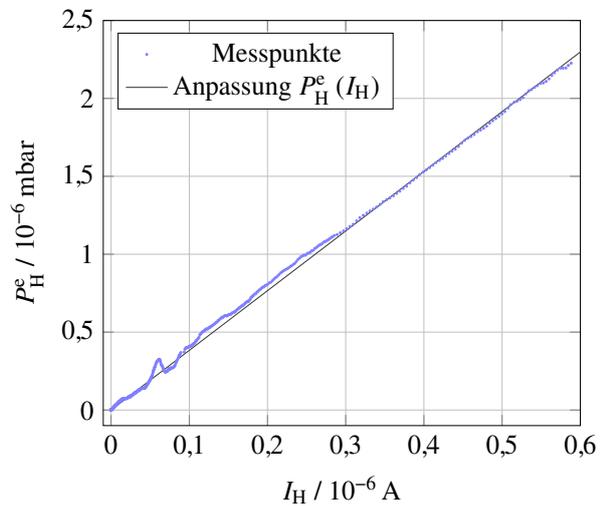
(a) Bestimmung des Kalibrierungsfaktors für Stickstoff.



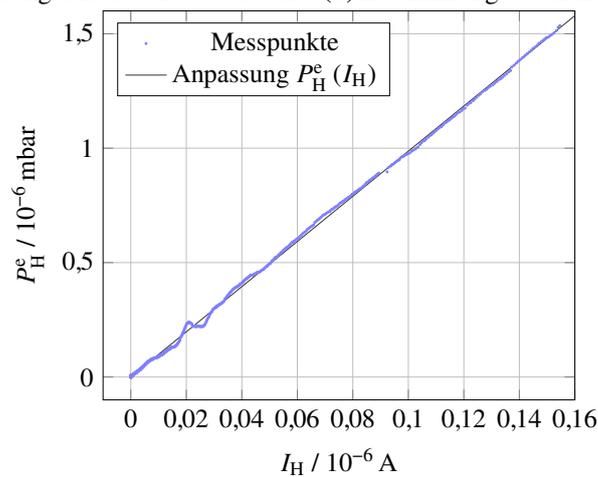
(b) Bestimmung des Kalibrierungsfaktors für Methan.



(c) Bestimmung des Kalibrierungsfaktors für Wasserstoff.



(d) Bestimmung des Kalibrierungsfaktors für Helium.

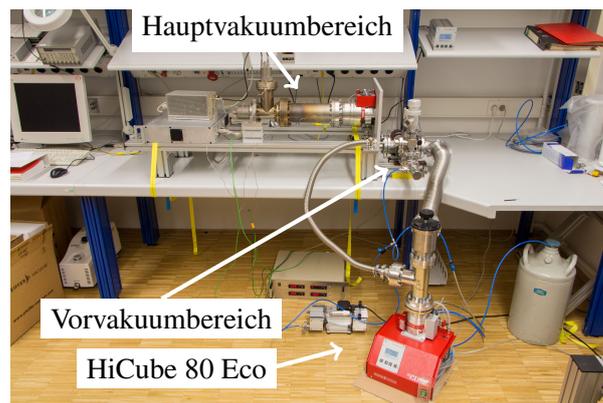


(e) Bestimmung des Kalibrierungsfaktors für Neon.

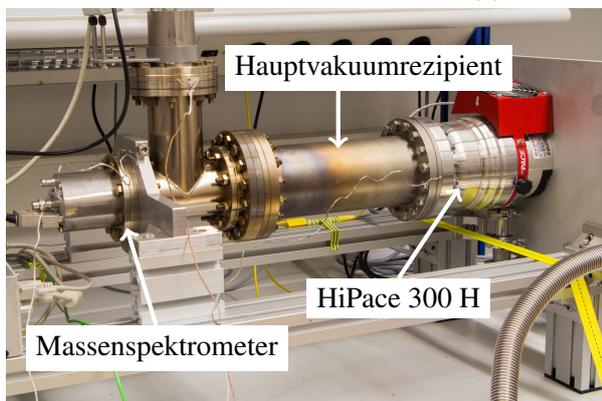
Abbildung 4.2: Bestimmung der Kalibrierungsfaktoren des Quadrupolmassenspektrometers für verschiedene Gasspezies. Die Fehlerbalken sind in der Darstellung nicht zu sehen, da sie zu klein sind.

Messung des Kompressionsverhältnisses

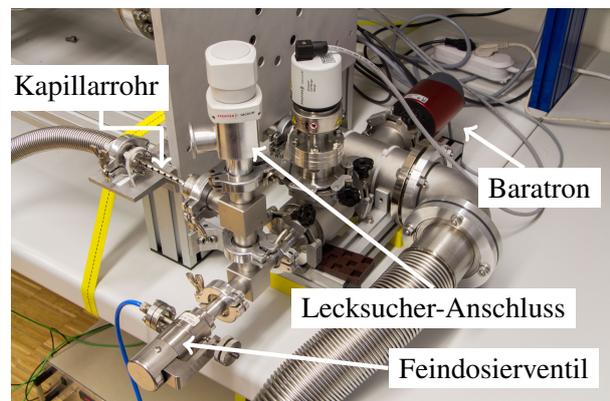
Damit das gasartabhängige Kompressionsverhältnis nach Gleichung (2.1) berechnet werden kann, werden zwei durch die HiPace 300 H getrennte Vakuumbereiche nach Abschnitt 2 realisiert. Dies geschieht, indem der Vorvakuumdruck durch ein Baratron aufgenommen und der Hauptvakuumdruck aus dem Strom des Massenspektrometers abgeleitet wird. Die Proportionalitätsfaktoren sind aus Abschnitt 4.2 bekannt. In Abbildung 5.1 ist die Realisierung des Messaufbaus gezeigt.



(a) Gesamter Messaufbau



(b) Hauptvakuumbereich



(c) Vorvakuumbereich

Abbildung 5.1: Realisierung des Aufbaus zur Messung des Kompressionsverhältnisses.

5.1 Messung

Für eine sinnvolle Messung muss analog zu Abschnitt 4.1 folgendes gewährleistet sein:

- Der Vorvakuumbereich muss bei offenem Ventil über einen Zeitraum von mindestens 1 h seit der letzten Messung, bzw. zwei Tage nach dem Ausheizen evakuiert worden sein. Dadurch ist gewährleistet, dass der Restgasdruck im Vorvakuum viel niedriger ist als der durch das eingelassene Gas hervorgerufene Partialdruck.
- Das Ventil wird verschlossen, wodurch die HiPace 80 den Vorvakuumbereich nun über das Kapillarrohr evakuiert.
- Nun wird der Vorvakuumdruck durch stückweises Öffnen des Feindosierventils immer weiter erhöht, bis ein Druckbereich von 10^{-4} mbar bis 10 mbar durchschritten wurde.
- Über den Zeitraum der Druckvariation wird der Gesamtdruck im Vorvakuumbereich über das Baratron und der Partialdruck im Hauptvakuumbereich über das Massenspektrometer gemessen.
- Danach wird das Feindosierventil geschlossen und das Ventil geöffnet, damit die HiPace 80 das Vorvakuum zügig evakuieren kann.

5.2 Datenanalyse

Die Ausleseelektronik des Massenspektrometers speichert die Messergebnisse in einem Textdokument. Wird nun der Strom gegen eine bestimmte Masse gemessen, werden der Strom sowie die Computerzeit und das Datum abgespeichert. Alle 1,25 s wird ein Messwert genommen.

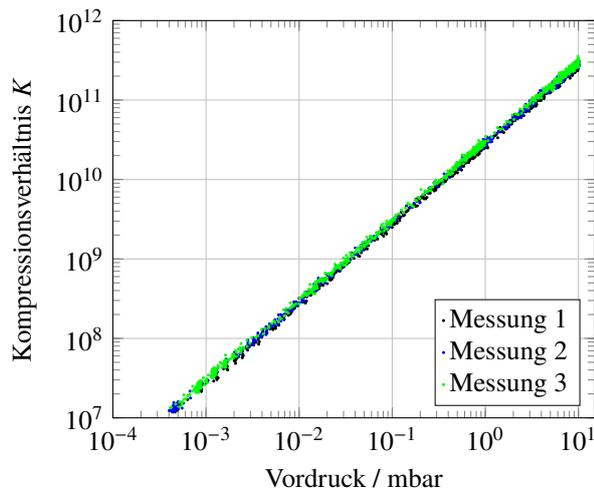
Das Baratron wird über eine Steuereinheit ausgelesen. Diese wird über die Schnittstelle RS232 mit einem Computer verbunden und mit Hilfe eines Programms lässt sich der gemessene Druck am Baratron in eine Textdatei schreiben. Zusätzlich wird die aktuelle Computerzeit gespeichert.

Pro Messung werden somit zwei Textdateien erstellt. Damit das Kompressionsverhältnis bestimmt werden kann, muss der Strom aus der Datei des Massenspektrums mit Hilfe des Kalibrierungsfaktors in einen Druck umgerechnet werden. Der Faktor wurde in Abschnitt 4.2 gasartabhängig bestimmt.

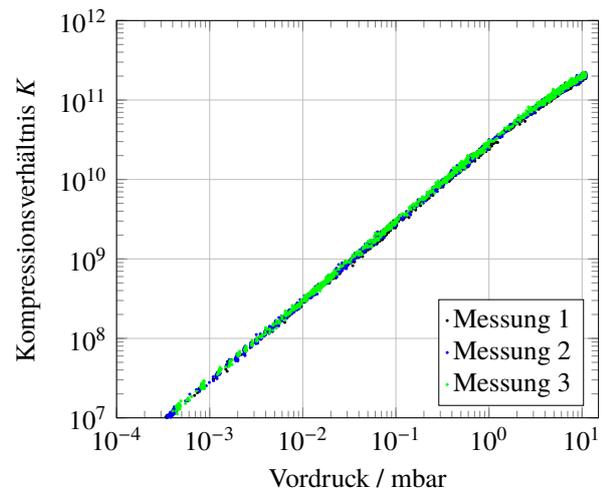
Damit sind nun die Drücke im Vorvakuum (Baratron) und im Hauptvakuum (Massenspektrometer) zu einer gewissen Computerzeit bekannt. Da das Kompressionsverhältnis nur physikalisch relevant ist, wenn die zwei zur Bestimmung nötigen Drücke zum selben Zeitpunkt aufgenommen wurden, muss ein Abgleich der Messwerte nach der Computerzeit vorgenommen werden¹. Dies übernimmt ein Programm, welches zuerst die Computerzeit, zusammen mit dem Datum, in einen Zeitwert in Sekunden umwandelt. Dieser beschreibt die vergangene Zeit in Sekunden seit dem 1. Januar 1970 00:00:00 Uhr (Greenwich Mean Time).

Daraufhin wird der erste, mit einem Messwert versehene Zeitwert in der Massenspektrometerdatei gesucht und die zwei, um diesen Zeitwert herum liegenden Messwerte in der Baratrondatei gespeichert. Nun wird der Druck zwischen den beiden Messwerten linear interpoliert. Der daraus entstehende Druckwert beim Zeitpunkt der Datenaufnahme des Massenspektrometers wird, zusammen mit dem Druckwert aus der Massenspektrometerdatei und dessen Zeitwert, in einer neuen Datei gespeichert.

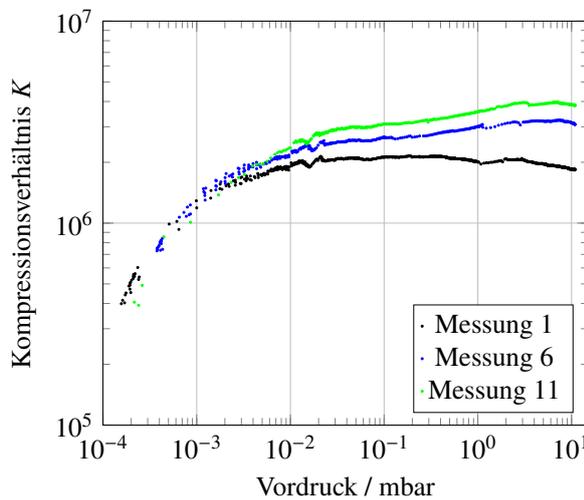
¹ Bei einem Druckanstieg im Rezipienten durch ein eingelassenes Gas, breitet sich dieses mit Schallgeschwindigkeit (ca. 300 ms^{-1}) aus. Der Rezipient ist nicht länger als 3 m. Damit kann, mit einer Datenaufnahme pro Sekunde, davon ausgegangen werden, dass Drücke, die zur selben Zeit aufgenommen werden, gut zur Berechnung des Kompressionsverhältnisses verwendet werden können.



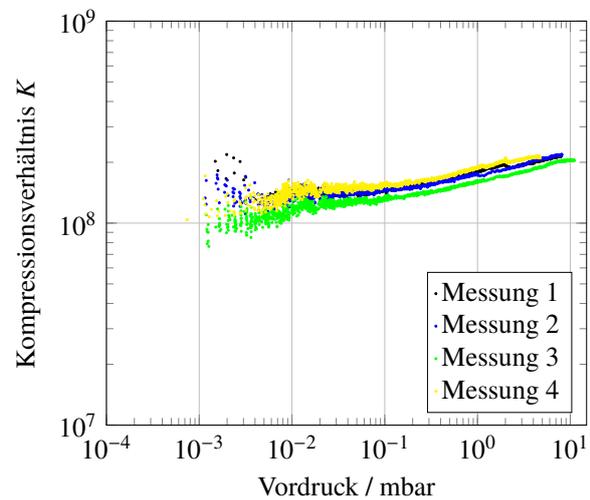
(a) Messung des Kompressionsverhältnisses für Stickstoff.



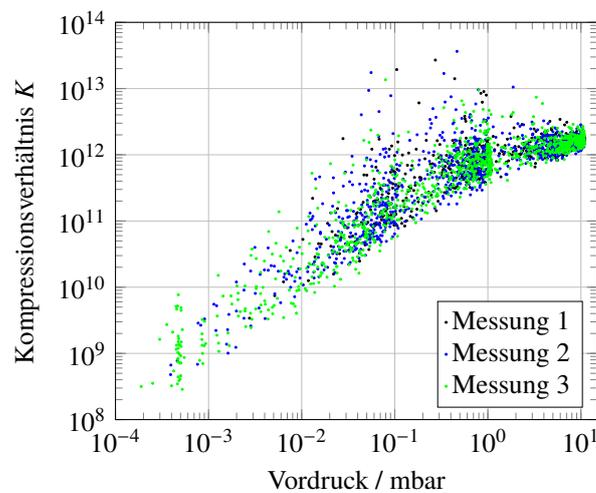
(b) Messung des Kompressionsverhältnisses für Methan.



(c) Messung des Kompressionsverhältnisses für Wasserstoff.



(d) Messung des Kompressionsverhältnisses für Helium.



(e) Messung des Kompressionsverhältnisses für Neon.

Abbildung 5.2: Messung des Kompressionsverhältnisses K für verschiedene Gase. Die Fehlerbalken sind in der Darstellung nicht zu sehen, da sie zu klein sind.

Das wird für alle Messdaten aus der Massenspektrometerdatei wiederholt. Dadurch entsteht eine Textdatei mit Zeitwerten und den dazugehörigen Drücken. Diese können nach Gleichung (2.1) in das Kompressionsverhältnis K umgerechnet werden.

5.3 Interpretation der Messergebnisse

5.3.1 Stickstoff

Das Massenspektrometer detektiert von der Masse abhängige Ionisationsströme. Haben zwei Stoffe die gleiche Masse, so kann über die Messwerte des Massenspektrometers nicht zwischen diesen unterschieden werden. Der ausgegebene Ionisationsstrom hängt somit von beiden Stoffen ab und es kann keine Aussage über den Anteil der verschiedenen Massen im gemessenen Strom getroffen werden. Stickstoff hat, genau wie Kohlenstoffmonooxid eine Masse von 28 u. Im Restgasspektrum (siehe Abbildung 3.7(b)) ist zu erkennen, dass bei $m = 28$ u ein Strom von etwa $8 \cdot 10^{-12}$ A gemessen wurde. Nun lässt sich nicht feststellen wie groß der Anteil an Stickstoff und wie groß der an Kohlenstoffmonooxid ist.

Nun wurde bei der Messung des Kompressionsverhältnisses Stickstoff in das Vorvakuum eingelassen. Abhängig vom Kompressionsverhältnis der HiPace 300 H steigt damit der Partialdruck von Stickstoff im Hauptvakuum an. In Abbildung 5.2(a) sind drei Messkurve für das Kompressionsverhältnis von Stickstoff zu sehen. Hier ist erkennbar, dass das Kompressionsverhältnis linear mit dem Vordruck ansteigt. Nach Gleichung (2.1) ist es als Quotient aus Vorvakuumdruck und Hauptvakuumdruck definiert. Ein linearer Anstieg der Kurve kann dadurch entstehen, wenn der Hauptvakuumdruck bei einer Variierung des Vorvakuumdrucks konstant bleibt.

Daraus lässt sich schließen, dass der Anteil an Stickstoffmolekülen, welche aus dem Vorvakuum durch die HiPace 300 H ins Hauptvakuum gelangen, viel zu gering ist, als dass sie einen Einfluss auf die Messung des Massenspektrometers hätten. Somit muss der durch die Stickstoffmoleküle hervorgerufene Partialdruck, solange der Anstieg des Kompressionsverhältnisses linear ist, mindestens zwei Größenordnungen unter dem gemessenen Partialdruck der Moleküle der Masse 28 u liegen.

Daraus folgt, dass das Kompressionsverhältnis für Stickstoff mindestens um diese zwei Größenordnungen größer sein muss, als das gemessene. Daraus folgt: $K_{\text{Stickstoff}} > 2 \cdot 10^{13}$.

Für eine genauere Messung des Kompressionsverhältnisses könnte der Partialdruck der Masse $m = 28$ u im Hauptvakuum durch längere Pump- und Ausheizzeiten erniedrigt werden. Im Rahmen dieser Arbeit war dies nicht möglich.

5.3.2 Methan

In Abbildung 5.2(b) sind drei Messkurven zum Kompressionsverhältnis von Methan ($m = 16$ u) gezeigt. Analog zu den Messungen für das Kompressionsverhältnis von Stickstoff lässt sich sagen, dass der Partialdruck im Hauptvakuum bei $m = 16$ u zu groß war, um eine Veränderung desselben durch eine Erhöhung des Vorvakuumdrucks zu erzielen. Dennoch ist im Bereich ab 10 mbar Vordruck ein leichtes Sättigungsverhalten der Messwerte zu erkennen. Damit wird der Einfluss des Vorvakuumdrucks durch die Methanmoleküle ab 10 mbar Vordruck messbar.

Daraus folgt, dass das Kompressionsverhältnis von Methan höchstens zwei Größenordnungen besser ist als der gemessene Endwert $10^{11} < K_{\text{Methan}} < 10^{13}$.

5.3.3 Wasserstoff

Wasserstoff ist im Restgasspektrum jeder Vakuumapparatur mit einem recht hohen Partialdruck vertreten. Wie in Abbildung 3.7(b) zu sehen, beträgt der Ionisationsstrom im Restgasspektrum dieser Vakuumapparatur $2 \cdot 10^{-10}$ A. Wasserstoff durchdringt jegliche Metalle, weshalb der hohe Restgaspartialdruck entsteht. Wird nun Wasserstoff in das Vorvakuum eingelassen, treten vorerst dieselben Effekte wie bei Stickstoff auf. Das Kompressionsverhältnis der HiPace 300 H ist für Wasserstoff bei 10^{-4} mbar Vorvakuumdruck zu hoch, als dass eine Veränderung im Hauptvakuumdruck sichtbar wäre. Im Bereich zwischen 10^{-3} mbar bis $5 \cdot 10^{-2}$ mbar Vordruck tritt ein Sättigungsverhalten auf. In diesem Bereich haben der Rückstroms durch die Pumpe und der Permeationsstroms ähnliche Anteile am Wasserstoffpartialdruck im Hauptvakuum.

Ab 10^{-1} mbar Vordruck dominiert der Rückstrom den Permeationsstrom und das gemessene Kompressionsverhältnis wird als solches der HiPace 300 H für Wasserstoff interpretiert. In Abbildung 5.2(c) sind drei Messungen zur Bestimmung des Kompressionsverhältnisses von Wasserstoff gezeigt. Insgesamt wurden 14 Messungen durchgeführt. Es ist zu erkennen, dass die Kurven ein von Messung zu Messung schlechteres Sättigungsverhalten aufweisen. Dies wurde, bei jeder der 14 Messungen beobachtet, konnte jedoch im Rahmen der Arbeit nicht weiter untersucht werden.

Die Änderung des Kurvenverlaufs bei einem Vordruck von $2 \cdot 10^{-2}$ mbar ist dieselbe wie bei jeder Kalibrierungsmessung. Wie in Abschnitt 4.2 erläutert wurde könnte dies am Baratron liegen. Eine tiefere Erklärung wurde bisher jedoch nicht gefunden.

Somit lässt sich das Kompressionsverhältnis der HiPace 300 H für Wasserstoff $K_{\text{Wasserstoff}}$ auf $(3 \pm 1) \cdot 10^6$ abschätzen. Jedoch ist dies aufgrund des sich von Messung zu Messung verändernden Sättigungsverhaltens mit einer relativ großen Unsicherheit verbunden.

5.3.4 Helium

Vier Messungen zum Kompressionsverhältnis von Helium sind in Abbildung 5.2(d) dargestellt. Dort ist analog zu der Wasserstoff- und den Kalibrierungsmessungen die Änderung im Kurvenverlauf bei einem Vorvakuumdruck von 10^{-2} mbar zu erkennen.

Zusätzlich ist außer bei Messung 3 kein Sättigungsverhalten zu erkennen. Deshalb wird davon ausgegangen, dass das Kompressionsverhältnis für Helium vom Vorvakuumdruck abhängt. Es lässt sich auf $K_{\text{Helium}} = (1,5 \pm 0,5) \cdot 10^8$ abschätzen.

5.3.5 Neon

In Abbildung 5.2(e) ist das aus drei Messungen erhaltene Kompressionsverhältnis von Neon gezeigt. Leicht zu erkennen ist eine hohe Fluktuation der Messwerte. Dies ist darauf zurückzuführen, dass das Massenspektrometer Ströme im Bereich von 10^{-12} A mit einem hohen Fehler misst. Dennoch lässt sich der Trend erkennen, dass das Kompressionsverhältnis in Sättigung geht. Deshalb kann es auf $K_{\text{Neon}} = 10^{12} - 10^{13}$ abgeschätzt werden.

Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Bachelorarbeit wurde ein Aufbau zur Messung des gasartabhängigen Kompressionsverhältnisses K der HiPace 300 H und zur Bestimmung der Kalibrierungsfaktoren κ des Massenspektrometers realisiert. Mit diesem wurde die Kompressionsverhältnisse wie auch die Kalibrierungsfaktoren bestimmt.

Die gasartabhängigen Kalibrationsfaktoren κ des Massenspektrometers wurden auf

- $\kappa_{\text{Stickstoff}} = (4,89 \pm 0,03) \text{ mbarA}^{-1}$
- $\kappa_{\text{Methan}} = (2,93 \pm 0,03) \text{ mbarA}^{-1}$
- $\kappa_{\text{Wasserstoff}} = (1,21 \pm 0,02) \text{ mbarA}^{-1}$
- $\kappa_{\text{Helium}} = (3,83 \pm 0,02) \text{ mbarA}^{-1}$
- $\kappa_{\text{Neon}} = (9,87 \pm 0,03) \text{ mbarA}^{-1}$

bestimmt. Die gasartabhängigen Kompressionsverhältnisse K wurden auf

- $K_{\text{Stickstoff}} > 2 \cdot 10^{13}$
- $10^{11} < K_{\text{Methan}} < 10^{13}$
- $K_{\text{Wasserstoff}} = (3 \pm 1) \cdot 10^6$
- $K_{\text{Helium}} = (1,5 \pm 5,0) \cdot 10^8$
- $K_{\text{Neon}} = 10^{12} - 10^{13}$

abgeschätzt.

Literatur

- [1] balzers, *Betriebsanleitung Quadrupol Analysator*, 1991 (siehe S. 12).
- [2] W. Hillert, *Accelerator Physics – Specialization I (Particle Physics)*, Vorlesungsskript (siehe S. 9).
- [3] Pfeiffer Vacuum GmbH, *ACTIVE LINE*,
URL: https://www.pfeiffer-vacuum.com/filepool/File/Literature/Messroehren-CMR37x-PK0102PD.pdf?referer=1829&request_locale=de_DE (besucht am 08. 11. 2016)
(siehe S. 12, 13).
- [4] Pfeiffer Vacuum GmbH, *Betriebsanleitung HIPACE 300 H*, 2015 (siehe S. 3, 6, 7, 14).
- [5] Pfeiffer Vacuum GmbH, *Vacuum Technology Book Volume II – Band 2 – Know-how Book*, Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013 (siehe S. 5, 13–15).
- [6] Pfeiffer Vacuum GmbH, *Website der Firma Pfeiffer Vacuum*,
URL: <https://www.pfeiffer-vacuum.com> (besucht am 01. 11. 2016) (siehe S. 9).
- [7] Schorschi2, *Membranpumpe*,
URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/Membranpumpe> (besucht am 08. 11. 2016)
(siehe S. 10).
- [8] M. Wutz, H. Adam und W. Walcher, *Theorie und Praxis der Vakuumtechnik*, 2. Aufl., Friedr. Vieweg & Sohn, 1982 (siehe S. 14).

Danksagung

Ich möchte mich ganz herzlich bei allen Personen bedanken, die das Entstehen dieser Arbeit möglich gemacht haben. Besonders hervorheben möchte ich:

- Herrn Priv.-Doz. Dr. Wolfgang Hillert, der mir die Möglichkeit gegeben hat dieses Thema zu bearbeiten und der mir bei physikalischen Fragen stets geholfen hat.
- Herrn Prof. Dr. Klaus Desch für die Übernahme der Zweitkorrektur.
- Die Pfeiffer Vacuum Technology AG für die kostenlose Bereitstellung einiger essenzieller Komponenten, insbesondere der HiPace 300 H und des Baratrons CMR 374.
- Philipp Hänisch für die Hilfe bei der Technischen Umsetzung des Experiments und der Beantwortung vieler Fragen rund um den Vakuumbereich.
- Dennis Proft für die Programmierung sämtlicher Ausleseprogramme, ohne die eine Auswertung der Daten nicht möglich gewesen wäre.
- Jan Schmidt für die professionellen Fotografien des Messaufbaus.
- Nikolas Heurich und Dennis Sauerland für die Betreuung und das Korrekturlesen meiner Arbeit.
- Vitalij Adam, Martin Hoffmann, Nikolas Heurich und Thomas Perlitius für die überaus lustige Arbeitsatmosphäre sowie gute fachliche Gespräche im Büro.
- Meine Familie, besonders meine Mutter Katrin Pekeler und meinen Vater Dr. Michael Pekeler, für die tolle Unterstützung während meines bisherigen Lebens und natürlich der Ermöglichung des Physikstudiums.
- Meine Freundin Lea Krause, welche immer für mich da ist und mir die schönste Zeit meines Lebens beschert.

Danke auch an den Rest der ELSA-Arbeitsgruppe für eine gute und angenehme Arbeitsatmosphäre und die freundliche Aufnahme.

DANKE!!!