GS][

Dipl. 2008 - 02 January

Charakterisierung von kryogenen Sorptionsflächen im variablen Temperaturbereich zwischen 10-50 K für das SIS 100/300

Marc Wengenroth

(Diplomarbeit der Fachhochschule Wiesbaden)

Gesellschaft für Schwerionenforschung mbH Planckstraße 1 · D-64291 Darmstadt · Germany Postfach 11 05 52 · D-64220 Darmstadt · Germany



Fachhochschule Wiesbaden University of Applied Sciences Studienbereich Physik

Charakterisierung von kryogenen Sorptionsflächen im variablen Temperaturbereich zwischen 10-50 K für das SIS 100/300

Diplomarbeit

angefertigt von Marc Wengenroth

aus Hattersheim am Main

bei der Gesellschaft für Schwerionenforschung mbH Helmholtz-Zentrum für Ionenforschung

Darmstadt 2008

Referent:

Koreferent:

Prof. Dr. Friedemann Völklein FH Wiesbaden Dr. Holger Kollmus GSI Darmstadt

Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde bei der Gesellschaft für Schwerionenforschung ein kryogener Probenhalter zur Charakterisierung von Kryosorptionspanels im Temperaturbereich von 7,9 – 50 K aufgebaut. Weiterhin wurde ein bestehender Fischer-Mommsen-Rezipient eingerichtet und in Betrieb genommen, mit dem die Kryosorptionspanels charakterisiert werden konnten.

Es wurde gezeigt, dass die Kryosorptionspanels die schwer kondensierbaren Gase Wasserstoff und Helium auch bei Temperaturen oberhalb der Kondensationstemperaturen binden und somit pumpen. Für Wasserstoff wurde ein Saugvermögen von $7,5l/s \cdot cm^2$ bei 8 K und für Helium von $0,23l/s \cdot cm^2$ bei 7,9 K gemessen. Ein wichtiges Ergebnis der Messungen ist, dass ein Einsatz bei Temperaturen > 9 K nicht sinnvoll erscheint, da die Kryosorptionspanels in diesem Bereich kein nutzbares Saugvermögen mehr gezeigt haben. Die für Helium gemessene Kapazität betrug bei 50 % des ursprünglichen Saugvermögens $Q_{50\%} = 1,4 \, mbar \cdot l/cm^2$. Dies ermöglicht Standzeiten im UHV/XHV-Druckregime, die weit über den üblichen Belüftungszyklen liegen. Daher ist die Einsatzdauer der Panels praktisch kaum limitiert.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitur	ng und Motivation	1
	1.1 Die	Gesellschaft für Schwerionenforschung	1
	1.2 Gro	ßgeräte der GSI	1
	1.3 FAI	R – Die Zukunftspläne der GSI	2
	1.3.1	Forschung und Anwendung	4
	1.4 Die	Synchrotrone SIS 100 und SIS 300	6
	1.4.1	Die Rolle im FAIR Projekt	6
	1.4.2	Die SIS 100/300 Vakuumsysteme	7
	1.4.3	Das Strahlrohr-Vakuumsystem	7
2	Theoreti	sche Grundlagen	10
	2.1 Vak	uum	10
	2.1.1	Mittlere freie Weglänge	11
	2.2 Gru	ndlagen des Kryopumpens	14
	2.2.1	Kryokondensation	15
	2.2.2	Kryotrapping	16
	2.2.3	Kryosorption	16
	2.2.4	Wärmelast	19
3	Konstru	ktion eines kryogenen Probenhalters	24
	3.1 Anf	orderungen	24
	3.1.1	Festforderungen	24
	3.1.2	Mindestforderungen	24
	3.1.3	Wünsche	24
	3.2 Aus	legung und Konzeption	25
	3.2.1	Auswahl der Materialien	25
	3.2.2	Heizung und Temperaturmessung an der 2. Stufe	27
	3.2.3	Befestigung der Panels	30
	3.2.4	Temperaturmessung am Panel	31
	3.2.5	70 K Schild und Baffle	32
	3.2.6	Abschätzung der Wärmelast	33
	3.2.7	Strömungsleitwert des Baffles	34
	3.3 Vor	bereitende Untersuchungen	35
	3.3.1	Messung des Strömungsleitwertes des Baffles	35
	3.3.2	Aufnahme der Heizungskennlinie	36
	3.4 Zus	ammenfassung und Diskussion	37
4	Aufbaut	en und Messverfahren	38
	4.1 Auf	bau und Inbetriebnahme eines Fischer-Mommsen-Rezipienten	38
	4.2 Mes	sprinzip und Auswertung	38
	4.2.1	Blenden und deren Leitwerte	40
	4.3 Auf	bau des Fischer-Mommsen-Rezipienten	41

	4.3.2	Anpumpvorrichtung	41
	4.3.2	2 Totaldruckmessung	41
	4.3.3	B Partialdruckmessung	42
	4.3.4	4 Gaseinlasssystem	42
	4.3.5	5 Ausheizsystem	42
	4.4	Datenerfassung	44
	4.5	Fehlerbetrachtung	46
	4.6	Vorbereitende Untersuchungen	48
	4.6.2	Saugvermögen der EBARA ET300W-TF Turbomolekularpumpe	48
	4.7	Zusammenfassung und Diskussion zum Messverfahren	48
5	Cha	rakterisierung der Kryopanels	49
	5.1	Aufbau der Kryopanels	49
	5.2	Messung des Saugvermögens	51
	5.2.2	l Helium	51
	5.2.2	2 Wasserstoff	52
	5.3	Messung der Kapazität für Helium	53
	5.4	Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse	55
6	Sch	ussbemerkung und Ausblick	56
A	nhang	A – Konstruktionszeichnungen	57
A	bbildu	ngsverzeichnis	68
L	ebensla	nuf	69
E	rklärur	1g	70
D	Danksagung71		

1 Einleitung und Motivation

1.1 Die Gesellschaft für Schwerionenforschung

Die Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) betreibt Beschleunigeranlagen für Ionenstrahlen, um diese Forschern und Anwendern zur Verfügung zu stellen. Das Spektrum der Nutzung von Ionenstrahlen reicht von Kern- und Atomphysik über Plasmaphysik und Materialforschung bis hin zur Tumortherapie.

Gegründet wurde die GSI im Jahre 1969. Gesellschafter sind die Bundesrepublik Deutschland und das Land Hessen. Die GSI ist in die Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungszentren eingegliedert [1,2,3].

Die GSI beschäftigt cirka 1050 Mitarbeiter, davon 300 Wissenschaftler und Ingenieure, sowie bis zu 2000 Gastwissenschaftler. Die Nutzung der Anlage erfolgt überwiegend durch auswärtige Wissenschaftler, vor allem von deutschen Hochschulen. Für den Betrieb steht ein Jahresbudget von cirka 80 Mio. Euro zur Verfügung [1].

1.2 Großgeräte der GSI

Nachfolgend sind, um einen Überblick der bestehenden Anlage darzustellen, die derzeit bei GSI eingesetzten Großgeräte aufgelistet:

Beschleuniger

- UNILAC Ein Linearbeschleuniger, der Ionen auf etwa 20% der Lichtgeschwindigkeit beschleunigen kann
- SIS 12/18 Ein Ringbeschleuniger (Synchrotron), der Ionen auf bis zu 90% der Lichtgeschwindigkeit beschleunigen kann
- ESR Der Experimentspeicherring, der die im SIS beschleunigten Ionen aufnehmen, speichern und Experimenten zuführen kann

Laser

- nhelix Nanosecond High Energy Laser for Heavy Ion Experiments mit bis zu 10 Gigawatt Leistung
- Phelix Petawatt High Energy Laser for Heavy Ion Experiments (im Aufbau) mit einer Leistung von bis zu 1 Petawatt

Experimentelle Systeme

- FRS Fragmentseparator
- Mehrere Spektrometer- und Detektorsysteme
- Medizinischer Bestrahlungsplatz zur Krebstherapie

1.3 FAIR – Die Zukunftspläne der GSI

Am Standort der GSI in Darmstadt entsteht in den nächsten Jahren eine Beschleunigeranlage der nächsten Generation, die Ionenstrahlen mit bisher unerreichter Intensität sowie höheren Energien liefert. Das gesamte Projekt ist gekennzeichnet durch viele technologische Neuerungen und Herausforderungen die notwendig sind um dieses Ziel zu erreichen.

Die Planungsphase für die Facility for Antiproton and Ion Research (FAIR) begann bereits Ende der neunziger Jahre. Der Projektstart für FAIR erfolgte am 7. November 2007 [1].

Die bestehende GSI-Anlage mit dem Schwerionen-Synchrotron SIS 12/18 dient als Injektor für den neuen Beschleunigerkomplex FAIR. In dessen Zentrum steht die Synchrotron-Doppelring-Anlage SIS 100/300.

An diese schließen sich an: der Hochenergie-Speicherring HESR, der Collector-Ring CR und der Recycled-Experimental-Storage-Ring RESR, der Neue-Experimentier-Speicherring NESR sowie der Super-Fragment-Separator Super-FRS. Die gesamte Anlage ist Abbildung 1 schematisch dargestellt.



Abbildung 1: Der FAIR Beschleuniger-Komplex. Auf der linken Seite ist in blau der bestehende Anlagekomplex der GSI dargestellt. Im rechten Teil der Abbildung ist in rot die zukünftige Beschleunigeranlage FAIR skizziert.

Dabei können bis zu vier verschiedene Forschungsprogramme zeitlich parallel mit unterschiedlichen Ionensorten betrieben werden. Dieser hocheffiziente Parallelbetrieb war grundlegende Anforderung in der Planung der neuen Beschleunigeranlage.

	0 1		
Anlage	Strahl	Energie	Intensität
SIS 100	Protonen	30 GeV	$4 \cdot 10^{13}$
	²³⁸ U	1 GeV/u	$< 10^{12}$
SIS 300	²³⁸ U	34 GeV/u	$2 \cdot 10^{9}$
	⁴⁰ Ar	45 GeV/u	$2 \cdot 10^{9}$
CR RESR NESR	Speicher- und Experimentierringe für Ionen und Antiprotonen		
HESR	Antiprotonen	14 GeV	~10 ¹¹
SFRS	Ionen seltener Isotope	1 GeV/u	< 10 ⁹

Tabelle 1: FAIR Beschleunigerkomponenten und deren Schlüsselcharakteristika

Tabelle 1 gibt einen Überblick über die FAIR Beschleunigerkomponenten und deren Schlüsselcharakteristika. Die Strahlintensitäten für die primären Schwerionenstrahlen werden um den Faktor 100 bis 1000 größer sein als die zurzeit verwendeten. Die Intensitäten von Sekundärstrahlen, die mittels Produktionstargets aus dem primären Strahl erzeugt werden, liegen um bis zu einem Faktor von 10000 über den derzeit erreichbaren. Die Strahlenergie der von FAIR bereitgestellten Schwerionen erreicht einen um den Faktor 30 höheren Wert [2].

1.3.1 Forschung und Anwendung

Im letzten Jahrhundert hat die Wissenschaft viele Fragen über die Zusammensetzung der Materie und den dabei wirkenden Kräften beantworten können. In den letzten Jahrzehnten wurden überwältigende Theorien entwickelt, die die Entstehung und Beschaffenheit von Materie beschreiben. Trotzdem gibt es noch viele Wissenslücken. Fundamental wichtige Fragen sind immer noch unbeantwortet:

- Wie entwickelte sich die Materie wie wir sie heute wahrnehmen aus dem frühen Universum?
- Wie verhält sich Materie über den weiten Temperatur- und Druckbereich, von der Entstehung des Universums bis heute?
- Wie funktioniert die Starke Kraft, die die Konstituenten der Atomkerne zusammenhält und wo kommt deren Masse her?
- Woher kommen die Konstituenten der Atomkerne?
- Wie funktioniert die elektromagnetische Kraft, die Atome und Moleküle zusammenhält, unter extremen Bedingungen?

Die Experimente, die mit FAIR durchgeführt werden können, ermöglichen es, die bei der Entstehung des Universums und die noch heute stattfindenden Prozesse der Entwicklung unseres Universum zu erforschen. Eine Reihe von Experimenten beschäftigt sich mit der Erzeugung von komprimierter Materie, Bedingungen wie im frühen Universum und in ultradichten Sternen, sowie den Kernen von Riesenplaneten wie der Jupiter. Während die leichten Elemente in der Lebenszeit eines Sternes entstehen, so werden die schweren Elemente über Eisen hinaus bei Supernovaexplosionen ultradichter Sterne erzeugt. Antiprotonenstrahlen ermöglichen die Erforschung der Starken Kraft (Quantenchromodynamik (QCD)) und ihren Einfluss auf die Masse der Protonen und Neutronen und warum sie cirka 50-mal schwerer sind als ihre bisher bekannten Bausteine.

Experimente mit Antiprotonen sollen klären, warum bei der Entstehung des Universums, Materie und Antimaterie zwar mit gleichen Anteilen gebildet wurde, es jedoch in unserem Universum heute kaum Antimaterie gibt.

Schwerionenstrahlen des Urans können benutzt werden, um seltene Isotope zu erzeugen, die nur für Sekundenbruchteile existieren, aber eine wichtige Rolle bei der Entstehung der Elemente in Sternen spielen.

Im Bereich der angewandten Wissenschaften spielt die Erforschung und Nutzbarmachung der Kernfusion eine wichtige Rolle. Ein Ansatz ist der Beschuss eines Pellets, das Deuterium und Tritium beinhaltet, mit schweren Ionen. Durch die ausgeübte Kompression und intensive Erwärmung wird die Fusionsreaktion gezündet (inertial confinement fusion). Die geplanten Experimente ermöglichen das Studium der Prozesse der Trägheitsfusion.

Bei der Raumfahrt eingesetzte Werkstoffe sind im Weltraum der kosmischen Strahlung in Form von hochenergetischen Ionen ausgesetzt. Unter diesem Beschuss können sie Schaden nehmen und somit Missionen gefährden. Mit einem geplanten Bestrahlungsplatz können diese Bedingungen auf der Erde nachgestellt werden, um Materialen zu erforschen und weiterzuentwickeln. Ein weiterer Schwerpunkt ist die Konzeption eines Schutzschildes, der Astronauten auf einem langen Flug, z.B. einer Marsmission, vor der kosmischen Strahlung schützen soll [2].

1.4 Die Synchrotrone SIS 100 und SIS 300

1.4.1 Die Rolle im FAIR Projekt

Die Schwerionen-Synchrotrone SIS 100 und SIS 300 sind die primären Beschleuniger des FAIR Projekts. Sie liefern hochenergetische Protonen- und Schwerionenstrahlen bei hohen Strahlintensitäten. Beide Synchrotrone haben einen identischen Umfang von 1084 m und werden im gleichen Tunnel installiert. Die maximale magnetische Steifigkeit beträgt 100 Tm bzw. 300 Tm. Zum Einsatz kommen beim SIS 100 gekrümmte, supraleitende Dipolmagnete mit einem Eisenjoch und einer maximalen Feldstärke von 2 T bei einer Rampgeschwindigkeit von 4 T/s, beim SIS 300 gekrümmte, supraleitende Magnete mit 4,5 T bei 1 T/s. Die typischen Strahlenenergien liegen für das SIS 100 bei 2,7 GeV/u für U²⁸⁺ bzw. 30 GeV/u für Protonen und bei 34 GeV/u für U⁹²⁺für das SIS 300 [4].

Der Bau der Doppelringanlage stellt an die Konstruktion besondere Herausforderungen. Schwerionenstrahlen höchster Brillanz und hohe Ströme in der Nähe der Raumladungsgrenze erfordern niedrige Impedanzen der Ringe und die Kontrolle von Strahlinstabilitäten über das bisher Mögliche hinaus.

Die schnellen Rampgeschwindigkeiten der Magnete und die Anforderung an die Qualität des magnetischen Feldes, bei hohen Strahlströmen und maximaler Ausnutzung der Akzeptanz, stellt ebenfalls eine technologische Herausforderung dar. Grundlegend notwendig für das Erreichen der angestrebten Strahlparameter ist ein Betriebsvakuum von höchster Güte im UHV/XHV-Bereich, um Strahlverluste so gering wie möglich zu halten.

1.4.2 Die SIS 100/300 Vakuumsysteme

Der Aufbau der Vakuumsysteme der beiden Schwerionen-Synchrotrone ist bis auf Details und Einbauorte gleich und wird aus diesem Grund hier nicht getrennt betrachtet.

Für jedes Synchrotron besteht das Vakuumsystem aus zwei unabhängigen Systemen, dem Strahlrohr-Vakuumsystem und dem Isolationsvakuumsystem der Kryostate, auf das hier nicht näher eingegangen wird.

Das Strahlrohr-Vakuumsystem ist geteilt in in-situ ausheizbare Teile, die bei Raumtemperatur arbeiten, und kryogene Teile, die bei Temperaturen im Bereich von 4,2-15 K betrieben werden. Um eine hinreichend lange Strahllebensdauer zu erreichen, ist ein Druck im Bereich von 10⁻¹² mbar notwendig [4].

1.4.3 Das Strahlrohr-Vakuumsystem

Das Strahlrohr-Vakuumsystem unterteilt sich in Raumtemperatur- und kryogene Sektionen. Die Raumtemperatursektionen bestehen konventionellen, aus ausheizbaren Vakuumkammern. Zum Anpumpen werden ölfreie Turbomolekularpumpen mit trockenen Vorpumpen verwendet, welche dann über Ventile vom Strahlrohr abgetrennt werden. Weiteres Pumpen erfolgt dann mittels Ionengetter- und Titansublimationspumpen bzw. NEG-Pumpen¹ entlang des Strahlrohrs. Weiterhin kommen, wo der Einsatz möglich ist, NEG beschichtete Strahlrohre und Kammern zum Einsatz.

Das kryogene Vakuumsystem wiederum unterteilt sich in 6 große Bogenelemente mit einer Länge von cirka 135 m. Diese beinhalten die supraleitenden Dipol- und Quadrupolmagnete des Beschleunigers und arbeiten komplett bei kryogenen Temperaturen. Die großen Oberflächen der in den Bogenelementen installierten

¹ Die Abkürzung NEG steht für Non Evaporable Getter. Dabei handelt es sich um so genannte Volumengetter die Gase chemisch binden.

Strahlrohre und Kammern wirken im Temperaturbereich von 4,2 - 15 K wie große Kryopumpen für alle Gase, die durch Kryokondensation gepumpt werden können [4]. Für diese Gase ist das zu erwartende Saugvermögen so groß (mehrere tausend l/s je Meter), dass ihre Partialdrücke vernachlässigbar klein werden. Der vorherrschende Restgasdruck wird nur noch durch die in diesem Temperaturbereich nicht kondensierbaren Gase Wasserstoff und Helium bestimmt.

Damit in den kryogenen Sektionen auch Saugvermögen für diese schwer kondensierbaren Gase Verfügung steht, sollen Strahlrohr zur am Kryosorptionspumpen installiert werden, in denen aktivkohlebeschichtete Kryosorptionspanels untergebracht sind. Die Kryosorptionspanels pumpen bei der angestrebten Temperatur alle Gase durch Kryosorption und sind somit geeignet, den Partialdruck für Wasserstoff und Helium zu senken.



Abbildung 2: Dargestellt ist ein Bogenelement des SIS 100 mit Einbauorten der Kryosorptionspumpen [5]. Auf der linken unteren Seite ist eine Untersektion zwischen zwei Kryoadsorptionspumpen vergrößert zu sehen.

Eine entsprechend geeignete Beschichtung für Adsorptionspanels wurde vom Forschungszentrum Karlsruhe für den Tokamak-Fusionsreaktor ITER-FEAT [6] entwickelt. Deren Untersuchungen unter den geplanten Einsatzbedingungen am SIS 100/300 ist Gegenstand der vorliegenden Diplomarbeit.

Zur Durchführung der Untersuchungen wurde im Rahmen dieser Diplomarbeit ein kryogener Probenhalter zum Kühlen der Panels konstruiert.

Weiterhin wurde ein vorhandener Fischer-Mommsen-Rezipient in einen Messaufbau zur Bestimmung des Saugvermögens integriert und die notwendige Anpassung vorgenommen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Vakuum

Als Vakuum wird ein Zustand bezeichnet, der im Wesentlichen frei von Materie ist. In diesem Zustand ist der Gasdruck viel geringer als in der Atmosphäre. Das Wort stammt aus dem Lateinischen und leitet sich von vacuus "leer" ab.

Der Druck des Restgases ist ein Maß für die Güte des erreichten Vakuums. Technisch wird für unterschiedliche Anforderungen eine zweckmäßige Einteilung in verschiedene Gütebereiche vorgenommen:

Tabene 2. Entenung Vakua [7]		
Druckbereich	p [mbar]	
Umgebungsdruck	1013	
Grobvakuum	3001	
Feinvakuum	110-3	
Hochvakuum (HV)	10-310-7	
Ultrahochvakuum (UHV)	10-710-12	
extremes Ultrahochvakuum (XHV)	<10-12	

Tabelle 2: Einteilung Vakua [7]

Der folgende Teil dient zum besseren Verständnis darüber, warum bei Ringbeschleunigeranlagen das Vakuum von solch hoher Güte sein muss.

2.1.1 Mittlere freie Weglänge

Als mittlere freie Weglänge wird die Strecke bezeichnet, die ein Molekül im Mittel zwischen zwei Zusammenstößen zurücklegt.

2.1.1.1 Gasmoleküle

Für die Gasmoleküle errechnet sich die mittlere freie Weglänge \overline{l} unter Berücksichtigung der thermischen Bewegung wie folgt [8]:

$$\bar{l} = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot n \cdot \sigma} = \frac{k_B \cdot T}{\sqrt{2} \cdot p \cdot \sigma}$$
(1)

Hierbei ist *n* die Teilchenzahldichte, *p* der Druck, k_B die Boltzman-Konstante, *T* die absolute Temperatur und σ der Stoßquerschnitt.

Druck [mbar]	mittlere Freie Weglänge \overline{l} [m]
1013	88·10 ⁻⁹
100	89·10 ⁻⁸
1	89.10-6
1.10-3	89 ·10 ⁻³
1.10-6	89
1.10-9	89·10 ³
1.10-12	89.106
1.10^{-14}	89·10 ⁸

Tabelle 3: Mittlere freie Weglänge für Stickstoff bei Raumtemperatur

In Tabelle 3 ist die mittlere freie Weglänge für Stickstoff bei Raumtemperatur für verschiedene Drücke dargestellt. Sie dient zur Veranschaulichung der Größenordnungen, da die mittlere freie Weglänge bei Atmosphärendruck vernachlässigbar klein ist und im Bereich des UHV/XHV mehrere tausend Kilometer beträgt.

2.1.1.2 Ionen im Vakuum

Für die mittlere freie Weglänge \bar{l}_{ion} beschleunigter Ionen im Vakuum gilt unter der Annahme $v_{ion} \gg \bar{c}$ nach [8] folgende Beziehung:

$$\bar{l}_{ion} = \frac{k_B \cdot T}{p \cdot \pi \cdot (r_{ion} + r_{gas})^2}$$
(2)

Hierbei ist \overline{c} die mittlere Geschwindigkeit der Gasmoleküle, k_B die Boltzmann-Konstante, T die absolute Temperatur, p der Druck, r_{ion} der Radius des Ions und r_{gas} der Radius des Gasmoleküls.

Im Vergleich dieser Abhängigkeit mit der, der mittleren freien Weglänge für Gasmoleküle, ist zu sehen, dass beide reziprok vom Druck abhängen.

Der Vergleich zeigt weiterhin, warum es gerade bei Ringbeschleunigern auf niedrige Enddrücke im Strahlführungssystem ankommt. Liegen bei typischen Linearbeschleunigern die Längen zwischen cirka 5 – 1000 m, so wird zum Beispiel beim SIS12/18 der Umfang von 216 m etliche 1000 – 200000-mal durchlaufen, was in Summe durchaus dem Erdumfang von 40000 km entsprechen kann.

Wäre der Druck zu hoch, würde infolge der Wechselwirkung zwischen den Ionen und den Restgasmolekülen die Strahlintensität rasch abnehmen, was zum Verlust des Strahls führen würde.

Über Gleichung (2) kann die Lebensdauer jedoch nicht direkt bestimmt werden. Sie geht von einem rein geometrischen Wirkungsquerschnitt aus, ohne Querschnitte für Reaktionen wie Ionisation, Elektroneneinfang oder Kernstreuung. Nicht jeder Stoß zwischen einem Strahlion und Restgasmolekül führt zum Strahlverlust. Die Lebensdauer eines Ionenstrahls im Ringbeschleuniger wird durch einen exponentiellen Verlustprozess beschrieben.

Die Abbaukonstante τ ergibt sich aus [9]:

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{N} \cdot \frac{dN}{dt} = \beta \cdot c \cdot n \cdot \sigma_{loss}$$
(3)

Hierbei ist β die relative Geschwindigkeit, *c* die Lichtgeschwindigkeit, *n* die Gasdichte und σ_{loss} der Wirkungsquerschnitt für den Verlust. Er setzt sich im Wesentlichen aus den verschiedenen Prozessen wie Ionisation, Elektroneneinfang oder Kernstreuung zusammen.

Die in Tabelle 4 dargestellten Partialdrücke würden jeweils für U²⁸⁺ Ionen bei einer Energie von 10 MeV/u zu einer Lebensdauer von 10 s führen. Berücksichtigt wurde nur die Umladung der U²⁸⁺ zu U²⁹⁺ Ionen. Die in Tabelle 4 dargestellten Partialdrücke sind jeweils für nur eine Gasart berechnet und stellen eine Näherung dar.

 Tabelle 4: Partialdrücke für U²⁸⁺ Ionen mit 10 MeV/u

 und einer Lebenszeit von 10 s [9]

 H2
 N2

	H ₂	N_2	Ar
Partialdruck	2.7·10 ⁻¹⁰	3 <i>.</i> 9·10 ⁻¹¹	2 <i>.</i> 3·10 ⁻¹¹
[mbar]		0,7 10	

2.2 Grundlagen des Kryopumpens

Kryopumpen sind als Vakuumpumpsysteme definiert, die Gasmoleküle durch Flächen einfangen, die auf Temperaturen unter 120 K gekühlt werden [10].

Treffen Gasmoleküle auf eine hinreichend kalte Fläche, verlieren sie dabei soviel kinetische Energie, dass sie abhängig von den jeweiligen Bedingungen durch Kondensation, Kryosorption oder Kryotrapping an diese Fläche gebunden werden [11]. Die wirkende Kraft ist die van der Waals-Kraft. Es kommt nicht zu chemischen Bindungen [12]. Kryopumpen arbeiten auf diese Art kontinuierlich bis zur Sättigung. Da die Gasmoleküle gebunden werden, hat die Kryopumpe keinen Gasauslass. Für den Einsatz im UHV und XHV Bereich sind die anfallenden Gasmengen jedoch so klein, dass dies kein Nachteil ist. Weil die Ausgestaltung der Kryoflächen an den Rezipienten angepasst werden kann, ist das Kryopumpen immer dann von Vorteil, wenn es sich um schwer zugängliche Systeme handelt.

Handelt es sich bei dem entsprechenden System um einen Kryostaten eines supraleitenden Magneten, wird die an der Rezipientenwand vorherrschende kryogene Temperatur in vorteilhafter Weise gleichzeitig als ausgedehnte Kaltfläche einer Kryopumpe zu Pumpzwecken ausgenutzt.

Eine weiterführende Betrachtung in Kapitel 2.2.1 bis 2.2.3 zeigt jedoch schnell, dass dies nicht für die schwer kondensierbaren Gase Wasserstoff, Helium und Neon gilt.

2.2.1 Kryokondensation

Bei der Kondensation von Gasmolekülen kommt es durch van der Waals-Kräfte zu einer Anlagerung von Teilchen auf die mit gleichen Teilchen vorbelegte, kalte Fläche [11]. Bei Übersättigung in der Gasphase und genügend tiefer Temperatur ist der Kondensationskoeffizient gleich 1 (für das gewählte Gas) [13]. Damit ist es möglich, hohe Saugvermögen, die nur von der Flächenstoßrate abhängen, zu realisieren. Maßgeblich für den erreichbaren Druck ist der Dampfdruck des Gases für die gewählte Temperatur. In Abbildung 3 ist der Dampfdruck verschiedener Gase als Funktion der Temperatur dargestellt.



Abbildung 3: Exemplarisch sind die Dampfdruckkurven verschiedener Gase [12] dargestellt. Hierbei sind der Dampfdruck und die Temperatur logarithmisch aufgetragen.

Wie zu sehen ist, lässt sich bei 10 K der Dampfdruck fast aller Gase auf einen Wert $< 10^{-12}$ mbar absenken. Für die schwer kondensierbaren Gase Wasserstoff, Helium und Neon müssen jedoch tiefere Temperaturen erreicht werden und zwar T < 6 K für Neon, T < 2,5 K für Wasserstoff und T < 0,2 K für Helium [11]. Da diese niedrigen Temperaturen technisch schwierig zu realisieren sind, muss anderweitig

versucht werden, auch bei Temperaturen > 6 K Neon, Wasserstoff und Helium zu pumpen. Dies kann durch Kryotrapping oder Kryosorption erfolgen.

2.2.2 Kryotrapping

Beim Kryotrapping wird der Effekt genutzt, dass sich bei den vorherrschenden Temperaturen nicht kondensierbare Gase durch Einlassen eines kondensierbaren Gases als Mischkondensat niederschlagen. Von den insgesamt gebundenen Molekülen wird nur ein Teil an der Oberfläche des auskondensierten Zusatzgases adsorbiert, der andere Teil in den wachsenden Kristallit inkorporiert. Das Kryotrapping beruht ebenfalls auf van der Waals-Kräften [11].

2.2.3 Kryosorption

Als Kryosorption wird die Sorption von Gas an einer Kryofläche bezeichnet, welche mit einem speziellen Material (Adsorbens) beschichtet ist. Durch Kryosorption gebundene Gasmoleküle werden physikalisch adsorbiert. Diese Physisorption der Teilchen beruht auf van der Waals-Wechselwirkung zwischen Adsorptiv und Adsorbens [11]. Kennzeichnend für die Physisorption ist, dass es keine chemische Veränderung der Wechselwirkungspartner gibt. Lediglich die Bindungsverhältnisse der Adsorbensmoleküle in der Wechselwirkungszone werden durch die van der Waals-Kraft beeinflusst.

Die Bindungsenergien zwischen Adsorptiv- und Adsorbensteilchen sind wesentlich größer als die gleicher Gasteilchen untereinander, wenn die Adsorbenssubstanz eine höhere charakteristische Temperatur (z.B. Schmelzpunkt) aufweist [11]. Daraus resultierend ist der Druck im Adsorptionsgleichgewicht um ein vielfaches niedriger als der entsprechende Sättigungsdampfdruck des Adsorptivs, so dass die schwer kondensierbaren Gase Wasserstoff, Helium und Neon auch bei höheren Temperaturen gebunden und damit gepumpt werden können. Der für die jeweilige Adsorptiv- / Adsorbenskombination erreichbare Gleichgewichtsdruck wird durch eine entsprechende Adsorptionsisotherme beschrieben. Zum Anwenden der Kryosorption im UHV/XHV Bereich muss das Adsorbens auf die Kryofläche aufgebracht werden, was so zu erfolgen hat, dass es den üblichen Ansprüchen an ein UHV System genügt. Weiterhin dürfen die Poren des Adsorbens nicht durch das Bindemittel blockiert werden. Üblicherweise werden hierzu bei kommerziellen Systemen Zeolithe oder Aktivkohle auf entsprechende Panels als Granulat aufgeklebt bzw. mit einem Bindemittel versehen aufgewalzt [11].

Die so hergestellten Panels müssen vor leicht kondensierbaren Gasen geschützt werden, da eine Kondensatschicht das Porensystem verschließt, und damit die Adsorption der schwer kondensierbaren Restgase verhindern würde.

Realisiert wird dies durch die quasi versteckte Anordnung der Panels innerhalb eines kyrogenen Schildes unter einem Baffle². Schnell kondensierbare Gaskomponenten müssten dann auf diese Art und Weise viele Wandstöße durchführen, um das Panel zu erreichen. Auf diesem Weg werden sie jedoch vorher durch Kondensation gebunden. Eine typische Anordnung ist in Abbildung 4 skizziert.



Abbildung 4: Dargestellt ist ein typischer Aufbau einer zweistufigen Kryopumpe [14]. In rot dargestellt ist die Adsorptionsschicht zum Pumpen schwer kondensierbarer Gase.

² Baffle – Englisches Wort für eine Blende bzw. Schikane.

Die verwendeten Adsorbenzien weisen eine hochporöse Struktur kleinster Porendurchmesser (d < 2 nm) auf, die als Mikroporen bezeichnet werden. Die im Adsorptionsprozess auf das Adsorptivteilchen wirkenden Kräfte sind groß im Vergleich zu flachen Oberflächenstrukturen von Meso- und Makroporensystemen. Der Grund für diesen Unterschied liegt darin, dass die Größe der Mikroporen und Adsorptivteilchen nahezu gleich ist, so dass das in der Pore von mehreren Seiten umschlossene Adsorptivteilchen mit einer viel größeren Anzahl von Adsorbensmolekülen wechselwirken kann.

Zur Beschreibung dieser Adsorptionsphänomene wurde von Dubini und Radushkevich eine volumenbezogene Theorie vorgeschlagen, die von gleichen Porendurchmessern ausgeht. Sie wurde später von Stöckli erweitert, dessen Theorie gaussverteilte Porendurchmesser annimmt [15]. Im Gegensatz zur Kondensation ist der Beladungszustand des Adsorbens mitbestimmend für den erreichbaren Gleichgewichtsdruck. Für eine Abschätzung der Leistungsfähigkeit ist demnach der Zusammenhang zwischen p, T und dem Beladungszustand, also der adsorbierten Menge, zu betrachten [12]. In Abbildung 5 ist die Beladung mit Helium auf mikroporöser Aktivkohle als Funktion des Gleichgewichtdrucks für unterschiedliche Temperaturen dargestellt.



Abbildung 5: Gleichgewichtsdruck für Helium auf mikroporöser Aktivkohle [12]. Dargestellt ist die Beladung bei Standardbedingungen (1013,25 mbar, 273,15 K). Druck und Beladung sind logarithmisch aufgetragen.

2.2.4 Wärmelast

Mit der Konstruktion einer Kryopumpe wird Vakuum durch kryogene Temperaturen erzeugen. Da sich das Gehäuse bzw. der Rezipient meist auf Raumtemperaturniveau befindt, kommt es zu einem Wärmeübertrag entlang des Temperaturgradienten. Dieser setzt sich zusammen aus Anteilen durch Wärmeleitung, Wärmestrahlung und der Enthalpiedifferenz durch die Temperaturänderung der Gasmoleküle, die gepumpt werden, sowie der Enthalpiedifferenz des Phasenübergangs selbst [12].

$$\dot{Q} = \dot{Q}_F + \dot{Q}_G + \dot{Q}_S + \Delta H_{Ab} + \Delta H_{Ph} \tag{4}$$

Hierbei ist \dot{Q} die gesamte Wärmeleistung, \dot{Q}_F die Wärmeleistung infolge Wärmeleitung durch Festkörper, \dot{Q}_G die Wärmeleistung infolge Wärmeleitung durch Gas, \dot{Q}_S die Wärmeleistung infolge Wärmestrahlung, ΔH_{Ab} die Enthalpiedifferenz der Abkühlung und ΔH_{Ph} die Enthalpiediffernz des Phasenübergangs.

2.2.4.1 Wärmeleitung in Festkörpern

Konstruktiv bedingt kommt es durch Anlagenteile und elektrische Zuleitungen zu Wärmeübergängen und damit zu Wärmeleitung. Diese beträgt für einen Leiter konstanten Querschnitts [11]:

$$\dot{Q}_{F} = \frac{A}{l} \int_{T_{2}}^{T_{1}} \lambda \cdot dT$$
(5)

wobei \dot{Q}_F die Wärmeleistung infolge Wärmeleitung durch Festkörper, *A* der Leiterquerschnitt, *l* die Länge des Leiters und λ die Wärmeleitfähigkeit ist.

Der Eintrag von Wärmeleistung durch Festkörper muss, durch eine geeignete Auswahl an Materialien und der Konstruktion selbst, auf ein notwendiges Minimum reduziert werden. Der in der Vakuumtechnik übliche Edelstahl weisst eine geringe Wärmleitfähigkeit auf und ist deshalb gut geeignet um parasitäre Wärmeleitung zu minimieren. Querschnitte elektrischer Leiter müssen ebenfall möglichst klein und Leiterlängen möglichst groß gewählt werden. Wenn nötig, muss die Wärmeleistung durch elektrische Leiter thermisch abgefangen werden. Dies kann z.B. durch ein mit flüssigem Stickstoff gekühltem Schild erfolgen. In Abbildung 6 sind die Wärmeleitfähigkeiten verschiedener Materialien in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Im Vergleich der bei Raumtemperatur üblicherweise eingesetzten Wärmeleiter Kupfer und Aluminium, ist zu sehen, dass Aluminium bei Temperaturen T < 50 K seine gute Wärmeleitfähigkeit verliert.



Abbildung 6: Dargestellt sind die Wärmeleitfähigkeiten verschiedener Materialien in Abhängigkeit von der Temperatur [16]. Bei tiefen Temperaturen nimmt die Wärmeleitfähigkeit ab. Der sonst gute Wärmeleiter Aluminium, verliert bei Temperaturen < 50 K diese Eigenschaft.

2.2.4.2 Wärmeleitung im Gas

Bei der Wärmeleitung im Gas wird kinetische Energie der Gasmoleküle durch Wandstöße mit den umgebenden Oberflächen übertragen. Sie kann durch Konvektion nur stattfinden, wenn die Gasmoleküle viel häufiger untereinander stoßen als mit der Wand. Auf diese Art und Weise ist ein schneller Energieübertrag entlang eines Temperaturgradienten möglich.

Die mittlere freie Weglänge wird dann zum entscheidenden Faktor, wenn der Druck hinreichend klein ist, und Wandstöße wahrscheinlicher werden als das Aufeinandertreffen zweier Gasmoleküle.

Anschaulich lässt sich die druckabhängige Wärmeleitung anhand der Knudsen-Zahl zeigen, die das Verhältnis zwischen mittlerer freier Weglänge und einer charakteristischen Abmessung des Rezipienten beschreibt.

$$Kn = \frac{\bar{l}}{d} \tag{6}$$

Hierbei ist Kn die Knudsen-Zahl, \overline{l} die mittlere freie Weglänge und d ein charakteristisches Maß des Rezipienten.

In Abbildung 7 wird schematisch die Wärmeleitung durch ein Gas als Funktion des Drucks in arbiträren Einheiten dargestellt.

Für die hier beschriebene Anwendung im UHV, im Bereich der molekularen Strömung, kann die Wärmeleitung durch das Gas vernachlässigt werden [17].



Druck (log)

Abbildung 7: Schematische Darstellung der Gaswärmeleitung als Funktion des Drucks bei unterschiedlichen Knudsen-Zahlen (arbiträre Einheiten) [12].

2.2.4.3 Enthalpiedifferenz

Beim Binden von Gasmolekülen auf einer Kryofläche muss die kinetische Energie der Gasmoleküle, d.h. die Enthalpiedifferenz, adsorbiert werden. Hierbei ist das Baffle eine gute Hilfe, da Gasmolekülen bereits nach einem Wandstoß mit dem Baffle ein erheblicher Anteil der kinetischen Energie verloren geht. So werden Argonatome mit 1400 K an einer 77 K Kryofläche mit einer Temperatur von 94 K reflektiert [18]. Die freiwerdende Energie der Enthalpiedifferenz bei der Kondensation (Phasenübergang) und der Adsorption muss ebenfalls abgeführt werden.

2.2.4.4 Wärmestrahlung

Im Druckregime molekularer Strömung wird die Wärmelast auf die kryogenen Flächen hauptsächlich durch Wärmestrahlung eingebracht.

$$\dot{Q}_{S} = f \cdot a_{K} \cdot A_{K} \cdot \sigma \cdot \left(T_{W}^{4} - T_{K}^{4}\right)$$

$$f = \frac{A_{W}}{1 + A_{K} \cdot a_{K} \cdot \left(\frac{1}{e_{W}} - 1\right)}$$
(8)

Hierbei ist A_{κ} die kryogene Oberfläche, A_{W} die Oberfläche des Rezipienten, T_{κ} die Temperatur der Kryofläche, T_{W} die Temperatur der Rezipientenwand, e_{W} der Emissionsgrad der Rezipientenwand, a_{κ} der Adsorptionsgrad der Kryofläche und $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} W/m^2 \cdot K^4$ die Stefan-Boltzmann-Konstante. Eine nicht abgeschirmte Kryofläche von < 20 K wird durch die Wärmestrahlung des Rezipienten bei Raumtemperatur mit einer untragbar hohen Strahlungsleistung von cirka 230 W/m² belastet [11].

Aus diesem Grund muss sie durch ein Baffle abgeschirmt werden, der auf der Temperatur von flüssigem Stickstoff (77 K) liegt. Durch diese Maßnahme lässt sich die Intensität um einen Faktor von ~ 600 reduzieren, da die Temperaturdifferenz zur vierten Potenz eingeht. Die gesamte Strahlungsleistung setzt sich dann aus zwei Anteilen zusammen:

$$\dot{Q}_{Strahlung} = \dot{Q}_{S,Baffle} + \dot{Q}_{Streu} = A_K \cdot a_K \cdot f_{Baffle} \cdot \left(T_{Baffle}^4 - T_K^4\right) + A_K \cdot a_K \cdot t_{Baffle} \cdot \left(T_W^4 - T_K^4\right)$$
(9)

Wobei $\dot{Q}_{S,Baffle}$ die direkte Wärmestrahlung des Baffles und \dot{Q}_{Streu} der den Baffle durchsetzende Anteil der Raumtemperaturstrahlung ist. Hierbei ist f_{Baffle} analog zu (8) definiert, T_{Baffle} die Temperatur des Baffles und t_{Baffle} der Transmissionskoeffizient des Baffles [11].

3 Konstruktion eines kryogenen Probenhalters

3.1 Anforderungen

Die Konstruktion des Probenhalters soll prinzipiell in Anlehnung an kommerziell erhältliche Kryopumpen erfolgen.

3.1.1 Festforderungen

- Aufnahme der Panels
- Verwendung des Kaltkopfs Leybold Coolpower 7/25
- Temperaturmessung an der 2. Stufe des Kaltkopfs mit einer Diode
- Temperaturmessung am Panel mit einer Diode
- DN160 CF Flansch als Vakuumanbindung
- Widerstandsheizung

3.1.2 Mindestforderungen

- Temperatur einstellbar zwischen 10 50 K
- Panel vor Kondensation schützen

3.1.3 Wünsche

- Temperatur < 10 K
- Einfache Umbaumöglichkeit für Desorptionsmessungen
- Nutzung vorhandener Komponenten

3.2 Auslegung und Konzeption

3.2.1 Auswahl der Materialien

3.2.1.1 Kaltkopf Leybold Coolpower 7/25

Laut Anforderung ist der Kaltkopf Leybold Coolpower 7/25 zu verwenden, zu dessen Betrieb eine Kompressoreinheit Leybold Coolpak 4000D zur Verfügung steht. Die Kompressoreinheit muss an ein Kühlwassersystem angebunden werden. Die Stromversorgung erfolgt mit Dreiphasenwechselstrom mit 32 A pro Phase. Der Kaltkopf arbeitet als zweistufiger Gifford-McMahon-Refrigerator. Die Kälteleistung beträgt durchschnittlich 7 W an der 2. Stufe und 25 W an der 1. Stufe [14]. Die erreichbare Temperatur des Kaltkopfes in Abhängigkeit der Kälteleistung zeigt Abbildung 8:



Abbildung 8: Dargestellt sind die erreichbaren Temperaturen der 1. Stufe auf der Ordinate und der 2. Stufe auf der Abszisse in Abhängigkeit der Kühlleistung für den Kaltkopf Leybold Coolpower 7/25 [14].

3.2.1.2 Temperaturmessung

Zur Messung der Temperaturen werden laut Anforderung Dioden vom Typ DT-470-CU-12A von LakeShore Inc. eingesetzt. Sie basieren auf dem negativen Temperatur-Koeffizienten des Widerstandes des pn-Übergangs mit einer großen Steigung im Bereich < 30 K. Typischerweise wird über die Diode ein konstanter Strom von 10 μ A geleitet und der Spannungsabfall gemessen. Die Dioden sind von ~ 1,4 K bis 500 K einsetzbar. Zum Ansteuern und Auswerten werden Messgeräte von Scientific Instruments des Typs 1901M eingesetzt.

3.2.1.3 Vakuumsystem

Für das Vakuumsystem sowie die Flansche und Schrauben ist der bevorzugte Werkstoff Edelstahl. Er zeichnet sich durch hinreichend gut passivierte Oberflächen aus, die Schutz gegen Korrosion im Vakuumbetrieb und beim Ausheizen bieten. Schweißnähte und Flanschverbindungen werden nach der Montage mit einem Heliumlecktester geprüft (Anforderung Leckrate < $10^{-10} mbar \cdot l/s$).

3.2.1.4 Kryogene Bauteile

Für Bauteile und Baugruppen, die auf kryogene Temperatur gekühlt werden, eignet sich Kupfer wegen seiner guten Wärmeleitfähigkeit in diesem Temperaturbereich. Es ist ebenfalls bei entsprechender Materialgüte für das UHV geeignet. Hierbei wird so genanntes OFHC ³-Kupfer (Oxygen Free High Conducitivity) eingesetzt, welches sauerstofffrei ist.

3.2.1.5 Kraftschlüssige Verbindungen

Bei kraftschlüssigen Verbindungen zwischen zwei Bauteilen, die bei kryogenen Temperaturen eingesetzt werden, wird ein guter Wärmeübergang erreicht, indem Indiumfolie zwischen den Stoßstellen eingelegt wird. Der auch bei kryogenen Temperaturen duktile Werkstoff mit guter Wärmeleitfähigkeit gleicht beim Verspannen der Verbindung Oberflächenrauheiten aus.

³ OFHC-Kupfer ist ein hochreines und sauerstofffreies Kupfer, das keine im Vakuum verdampfbaren Elemente beinhaltet und eine hohe Leitfähigkeit für Elektrizität und Wärme aufweist.

3.2.2 Heizung und Temperaturmessung an der 2. Stufe

Zur Anbindung an das Vakuumsystem wurde der Kaltkopf in einen DN160 CF Flansch eingeschweißt, der mit 6 Vakuum-Einzeldurchführungen zum Anschluss der Sensoren und der Heizung versehen wurde.

Die Temperaturmessung soll nach Anforderung mittels einer Diode erfolgen. Hierzu wurde auf der 2. Stufe des Kaltkopfs ein Flansch angebracht, der die Diode und die Heizung aufnimmt und gleichzeitig die Panels hält.

In Abbildung 9 sind beide Stufen des Leybold Kaltkopfs 7/25 dargestellt. Abbildung 10 zeigt den Flansch (OFHC Kupfer) für die 2. Stufe. Er dient einerseits zur Aufnahme der Diode und andererseits zum Befestigen des Galgens. In den umlaufenden Absatz wird die Widerstandsheizung eingesetzt.



1. und 2. Stufe des Leybold Kaltkopfs 7/25. Sie dienen der Aufnahme der weiteren Aufbauten. Die Maße sind in mm angegeben.

Abbildung 9: Dargestellt ist eine Skizze der Abbildung 10: Dargestellt ist der Flansch, der auf der Stufe montiert wurde, um die Diode zur 2. Temperaturmessung zu integrieren und den Galgen zur Aufnahme der Kryopanels zu befestigen. Das Bauteil besitzt eine Durchmesser von 50 mm.

Der Kaltkopf arbeitet mit einer konstanten Kühlleistung von 25 W auf der 1. Stufe (~ 70 K) und 7 W auf der 2. Stufe. Die auf der 2. Stufe erreichbare Temperatur liegt bei einem typischen Aufbau als Kryopumpe im Bereich von 10 K. Um die Temperatur der 2. Stufe und damit die Probentemperatur im Bereich bis 50 K zu regeln, wird eine zusätzliche Wärmequelle in Form einer Widerstandsheizung auf dem Flansch (siehe Abbildung 10) aufgesetzt. Sie kann weiterhin zum schnellen Erwärmen bei Abschaltung des Systems und zum Regenerieren der Kryopanels verwendet werden.

In Abbildung 11 ist der Aufbau der Widerstandsheizung dargestellt. Das Heizungsgehäuse (OFHC Kupfer) fasst die Heizwendel aus Isotan⁴ welche mit den Kontakten (Edelstahl) mittels Punktschweißen verbunden wurden. Die Kontakte werden im Heizungsgehäuse durch Macor-Hülsen geführt und elektrisch isoliert. Nach der Montage wurde das Gehäuse mit Cermabond 552 (Oxidkeramikkleber) aufgefüllt und 2 Tage bei 250 °C im Vakuumofen ausgehärtet und entgast.





Abbildung 11: Dargestellt ist schematisch die Widerstandsheizung zur Regelung der Temperatur der 2. Stufe. Die Heizwendel sind vereinfacht durch den grünen Ringleiter abgebildet. Nach dem Zusammenbau ist die Nut, in der die Heizwendel eingelegt ist, mit einem Oxidkeramikkleber aufgefüllt worden.

⁴ Isotan[®] - Widerstandwerkstoff der Firma Isabellenhütte. Auch bekannt als Konstantan[®].

⁵ Macor[®] - Die Glaskeramik Macor ist ein weißer, porzellanartig aussehender Werkstoff der Firma Corning. Sie ist spanend bearbeitbar und tauglich für UHV-Anwendungen.
Die Heizwendel aus Isotan hat einen Durchmesser von 0,5 mm und eine aufgewickelte Länge von 1 m. Dadurch ergibt sich ein Widerstand von ~ 2,5 Ω bei Raumtemperatur ($\delta_{isotan} = 49 \cdot 10^{-8} \Omega m$ [19]). Isotan besitzt einen positiven Temperaturkoeffizienten des Widerstandes von $\alpha_{isotan} = 1 \cdot 10^{-5} K^{-1}$ [19] und ändert somit in der verwendeten Konfiguration ($\Delta T \sim 300$ K) sein Wert im hier vernachlässigbaren Promillebereich. Bei einem Heizstrom von 5 A können somit ~ 62,5 W Heizleistung auf die 2. Stufe eingebracht werden und damit der gewünschte Temperaturbereich abgefahren werden (siehe Abbildung 8). Abbildung 12 zeigt den auf der 2. Stufe montierten Flansch und die eingesetzte und angeschlossene Heizung.



Abbildung 12: Abgebildet sind der Flansch und die Heizung, die auf der 2. Stufe montiert sind. Im linken Teil des Bildes sind die elektrischen Verbindungen der Heizung zu erkennen. Die Diode ist in den Flansch eingelegt. Die Anschlussleitungen sind durch den Flansch zur rechten Seite herausgeführt. Im Vordergrund des Bildes links und hinten in der Mitte ist die Befestigungen zur Aufnahme des Baffles zu sehen.

3.2.3 Befestigung der Panels

Zur Messung stehen zwei Panels (44 mm x 85 mm) zur Verfügung, die mittels Klemmbacken auf einen Galgen aufgespannt werden. Für einen guten thermischen Übergang sind die Klemmstellen mit Indiumfolie belegt. Die Anordnung der Panels ist nach innen zum Kaltkopf hin gerichtet, damit möglichst viele leicht kondensierbare Restgaskomponenten an der 2. Stufe und am Galgen ausfrieren können, um so deren Flächenstoßrate auf die Panels zu minimieren. Abbildung 13 zeigt den fertig montierten Galgen mit Panels vor der Montage auf dem Kaltkopf.



Abbildung 13: Abgebildet ist der Galgen mit den montierten Panels. An den unteren Klemmbacken ist die eingelegte Indiumfolie zu erkennen. Die sichtbaren Schlitze ermöglichen das Abpumpen von sonst in der Schraubenbohrung eingeschlossenem Gas.

3.2.4 Temperaturmessung am Panel

Zur Temperaturmessung am Panel wurde eine Diode an einer unteren Klemmbacke befestigt. Eine direkte Messung an der Adsorptionsschicht war nicht möglich, da die Diode nicht ohne Zerstörungen der Panels angebracht werden konnte. Abbildung 14 zeigt die auf einer Indiumunterlage montierte Diode auf der unteren Klemmbacke eines Panels.



Abbildung 14: Zu sehen ist die auf unterer Klemmbacke montierte Diode zur Temperaturmessung am Panel. Im Hintergrund ist die Indiumfolie zu erkennen, die für den thermischen Übergang auf dem Flansch aufgelegt wurde.

3.2.5 70 K Schild und Baffle

Zum Abschirmen der 300 K Wärmestrahlung des Rezipienten wurde ein Schild und dazugehöriger Streifenbaffle einer gebrauchten Kryopumpe verwendet. Dieser musste mittels eines Distanzstückes um 15 mm nach oben versetzt werden. Der Kupferschild ist galvanisch vernickelt und auf der Innenseite mit einem schwarzen Lack zur Absorption eindringender Wärmestrahlung versehen. Durch diesen ist die Emissivität des 70 K Schildes nach innen zwar größer, jedoch ist es in der Wärmelastbilanz günstiger den Wärmestrahlungsanteil durch 300 K Streustrahlung zu minimieren, da die Temperatur in der vierten Potenz eingeht (Stefan-Boltzmann-Gesetz). Abbildung 15 zeigt den Schild, der mittels Distanzstück auf der 1. Stufe des Kaltkopfes montiert ist. Abbildung 16 zeigt das in der Baugruppe verwendete Baffle.





Abbildung 15: Dargestellt ist der Schild zum Abschirmen der Raumtemperaturstrahlung der mittels eines Distanzstücks auf der 1. Stufe des Kaltkopfs montiert ist.

Abbildung 16: Abgebildet ist das Baffle zur Abschirmung der Raumtemperaturstrahlung, das von oben in den Schild eingesetzt ist. Sein Durchmesser beträgt 140 mm.

3.2.6 Abschätzung der Wärmelast

Die Abschätzung der Wärmelast durch Wärmestrahlung nach Kapitel 2.2.4.4 wird für beide Stufen getrennt durchgeführt. Da die sich einstellenden Stufentemperaturen voneinander anhängen, ist hier nur eine konservative Abschätzung der Wärmlast möglich. Die Emissions- und Absorptionskoeffizienten werden mit 0,5 angenommen, da die exakten Werte stark von der Oberflächenbeschaffenheit abhängen und nicht hinreichend bekannt sind. Der Transmissionskoeffizient des Baffles wurde analog zu Kapitel 3.2.7 bestimmt. Er beträgt somit 0,33. Die Temperatur der 1. Stufe beträgt 70 K, der 2. Stufe 10 K und die Rezipientenoberfläche 293 K.

Eine Abschätzung der Wärmelast durch die verwendeten elektrischen Verbindungen der Heizung und Dioden nach Kapitel 2.2.4.1 erfolgt unter Vernachlässigung der Wärmeübergänge an der Anbindung der Kontaktdrähte zur Heizung bzw. den Dioden.

Somit ergeben sich die Gesamtwärmelasten zu

$$\dot{Q}_{1.Stufe} = \dot{Q}_S = 19,3 \ W \ \text{und} \quad \dot{Q}_{2.Stufe} = \dot{Q}_F + \dot{Q}_S = 273 \ mW + 90 \ mW = 363 \ mW$$

für die beiden Stufen des Kaltkopfes.

3.2.7 Strömungsleitwert des Baffles



Abbildung 17: Durchtrittswahrscheinlichkeit für ein 30° Streifenbaffle [11], in Abhängigkeit der Länge der Streifen (A) und des Abstandes der Streifen (B), wobei die Streifen in der Projektion nicht überlappen. Dies bedeutet, dass mit kleiner werdendem Abstand B - bei sonst konstanten Werten - auch die gesamte Höhe abnimmt. Markiert ist der Wert A/B für das verwendete Baffle.

In Abbildung 17 ist die Durchtrittswahrscheinlichkeit bei molekularer Strömung durch ein Streifenbaffle mit 30° Streifenwinkel zur Durchtrittsnormalen dargestellt. Die Kurve wurde von Haefer [11] durch eine Monte Carlo Simulation erstellt. Daraus ergibt sich die Durchtrittswahrscheinlichkeit zu W = 0,33.

Der Strömungsleitwert errechet sich dann nach [8] zu:

$$L = \frac{\overline{c}}{4} \cdot A \cdot W \tag{10}$$

Wobei \bar{c} die mittlere Geschwindigkeit der Gasmoleküle, *A* die Durchtrittsfläche und *W* die Durchtrittswahrscheinlichkeit ist. Hiernach ergibt sich bei Raumtemperatur (T = 293 K) der Leitwert für folgende Gase:

Wasserstoff L = 2392 l/s

Helium L = 1692 l/s

3.3 Vorbereitende Untersuchungen

3.3.1 Messung des Strömungsleitwertes des Baffles

Um die nach Kapitel 3.2.7 bestimmten Strömungsleitwerte zu verifizieren, wurde der Strömungsleitwert exemplarisch für Wasserstoff bestimmt. Hierzu wurde das Saugvermögen einer Turbomolekularpumpe direkt und mit vorgeschaltetem Baffle gemessen. Aus der sich ergebenden Differenz des Saugvermögens konnte somit der Strömungsleitwert berechnet werden.

Bestimmung mittelsMessungMonte-Carlo-Simulation nach 3.2.7

 $L_{H_2} = 2392 \ l/s$ $L_{H_2} = 3167 \ l/s \pm 40\%^6$

Somit ist der Strömungsleitwert der Monte-Carlo-Simulation für Wasserstoff in der Messung, im Rahmen der Messunsicherheit, verifiziert. Zur Auswertung werden die mittles Monte-Carlo-Simulation bestimmten Strömungsleitwerte herangezogen, da die Messung nur für Wasserstoff durchgeführt wurde.

⁶ Fehlerangabe in Bezugnahme auf Kapitel 4.5 (Seite 46). Bei der Berechnung addieren sich die relativen Fehler der Einzelmessung mit und ohne Baffle.

3.3.2 Aufnahme der Heizungskennlinie

Um mittels der Heizung eine gewünschte Temperatur am Probenhalter einzustellen, wurde eine leistungsabhängige Temperaturkennlinie vermessen. Hierzu wurde die Heizleistung schrittweise erhöht und für jeden Messpunkt das sich einstellende Equilibrium abgewartet. Die Temperatur wurde am Panel und nahe der Heizung gemessen. Abbildung 18 zeigt die Temperatur am Panel in Abhängigkeit der Heizleistung. Die Punkte geben die Messwerte wieder. Die Linie ist ein Fit durch diese Messpunkte.



Abbildung 18: Dargestellt ist die Temperatur am Panel als Funktion der Heizleistung. Die Punkte stellen die Messwerte dar. Der Fehler der Heizleistung ergibt sich entsprechend der Messunsicherheit der Strom- und Spannungsmessung. Die Messunsicherheit der Temperaturmessung führt zu einem Fehler, der so klein ist, dass er in dieser Darstellung nicht zu erkennen ist.

3.4 Zusammenfassung und Diskussion

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein Probenhalter entsprechend der Anforderungen konstruiert und aufgebaut. Die Funktion und das Erreichen des gewünschten Temperaturbereichs wurden gezeigt. Somit steht nun ein System zur Verfügung, mit dessen Hilfe Kryopanels auf Temperaturen zwischen 8 und 50 K gebracht und charakterisiert werden können. Infolge des vorgeschalteten Baffles wird lediglich das effektive Saugvermögen (auch Nennsaugvermögen genannt) der Kryopanels gemessen. Bei der Auswertung ist somit der Strömungsleitwert zu berücksichtigen.

4 Aufbauten und Messverfahren

4.1 Aufbau und Inbetriebnahme eines Fischer-Mommsen-Rezipienten

Ein bei GSI vorhandener Fischer-Mommsen-Rezipient wurde im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaut und in Betrieb genommen. Hierzu wurde der Rezipient mit einer Haltevorrichtung versehen, die eine vertikale Montage in einem Rahmen zulässt. Weiterhin wurde eine zusätzliche Blende zur Reduzierung des Leitwertes angefertigt.

4.2 Messprinzip und Auswertung

Zum Messen des Saugvermögens einer Pumpe wird diese an einem Rezipienten angebaut, bei dem über eine wohl definierte Blende Gas eingelassen wird und die Drücke vor und nach der Blende gemessen [20] werden. Der Fischer-Mommsen-Rezipent ist ein durch E. Fischer und H. Mommsen mittels Monte-Carlo-Simulationen optimierter Aufbau nach diesem Prinzip [21].



Abbildung 19: Die Prinzipskizze zeigt einen Rezipienten nach Fischer und Mommsen. Eingetragen sind die charakteristischen Verhältnisse dieses Systems zur Bestimmung des Saugvermögens.

In Abbildung 19 ist der Rezipient mit den charakteristischen Verhältnissen nach Fischer und Mommsen dargestellt.

Wird Gas über das Dosierventil eingelassen, so lässt sich über das sich einstellende Druckverhältnis und den Leitwert der Blende das Saugvermögen bestimmen.

$$S = L \cdot \left(\frac{P_1}{P_2} - 1\right) \tag{11}$$

Wobei *S* das Saugvermögen, *L* der Leitwert der Blende bei molekularer Strömung, P_1 der Druck vor der Blende am Gaseinlass und P_2 der Druck hinter der Blende an der Pumpe ist. In Abbildung 20 ist der Aufbau des GSI Fischer-Mommsen-Rezipienten mit allen im Folgenden beschriebenen Komponenten dargestellt.



Abbildung 20: Dargstellt ist der Leitungsplan des aufgebauten Fischer-Mommsen-Rezipienten. Im linken Teil ist das Gaseinlasssystem dargestellt. Auf der rechten Seite befindet sich die Anpumpvorrichtung und die beiden Extraktor-Röhren. Im unteren Teil ist die zu vermessende Pumpe abgebildet.

4.2.1 Blenden und deren Leitwerte

Die Blende des Rezipienten besitzt einen Durchmesser von 10 mm bei einer Wandstärke von 1 mm. Der zugehörige Leitwert errechnet sich durch

$$L = \sqrt{\frac{R \cdot T \cdot \pi}{32 \cdot M}} \cdot \frac{d^2}{1 + e/d}$$
(12)

wobei R die universelle Gaskonstante, T die absolute Temperatur, M die molare Masse des Gases, *d* der Durchmesser und *e* die Länge (Dicke) der Blende ist [22]. Das Verhältnis der beiden gemessenen Drücke sollte im Bereich von 10 bis 100 für das zu erwartende Saugvermögen liegen [22]. Damit dieses Verhältnis auch bei kleinem Saugvermögen aufrechterhalten werden kann, wurde eine Einsatzblende mit geringerem Leitwert angefertigt. Sie kann mittels eines Gestänges in die intrinsische Blende eingesetzt werden und hat einen Durchmesser von 4 mm bei einer Länge von 15 mm.





mm.

Abbildung 21: Zu sehen ist die Blende des Abbildung 22: Dargestellt ist die Blende, deren Rezipienten mit den entsprechenden Maßen in Leitwert mittels eines Einsatzes verringert wurde. Die Maße sind in mm angegeben.

Damit ergeben sich für die hier relevanten Gase folgende Leitwerte bei Raumtemperatur (T = 293 K)):

Tabelle 5: Leitwerte der Biende mit und öhne Einsatz			
	Leitwert [l/s]		
Gas	Blende	mit Einsatz	
	d=10 mm/e=1 mm	d=4 mm/e=15 mm	
H ₂	31,4	1,2	
He	22,2	0,8	
N_2	8,4	0,3	

Taballa E. Laiturante dan Planda mitund ahna Eineat

4.3 Aufbau des Fischer-Mommsen-Rezipienten

4.3.1 Anpumpvorrichtung

Gasbindende Pumpen, wie z.B. Kryopumpen, Ionisationszerstäuberpumpen und Titansublimationspumpen können erst bei einem hinreichend niedrigen Druck ($p < 10^{-6}$ mbar) im Dauerbetrieb eingesetzt werden, da sonst zu schnell eine Sättigung der gasbindenden Flächen eintreten würde. Daher kann der Rezipient über einen zusätzlichen DN40 CF Flansch mittels einer Turbomolekularpumpe (Turbo-V 70LP der Firma Varian) in Kombination mit einer Scrollpumpe (XDS10 der Firma BOC Edwards) angepumpt werden. Bei hinreichend niedrigem Druck wird die Anpumpvorrichtung durch ein Ganzmetalleckventil vom Rezipienten getrennt und die Pumpleistung der gasbindenden Pumpe kann charakterisiert werden.

4.3.2 Totaldruckmessung

Die Messung der Totaldrücke in den beiden durch die Blende getrennten Vakuumkammerhälften erfolgt mittels zweier Extraktor-Röhren vom Typ IONIVAC IE 514 in Kombination mit Controller IONIVAC IM 520 der Firma Oerlikon Leybold. Die Röhre arbeitet im Druckbereich von $1 \cdot 10^{-4}$ bis 10^{-12} *mbar* und einer Messunsicherheit von $\pm 10\%$ des angezeigten Wertes [23], wobei bei Drücken $< 5 \cdot 10^{-11}$ mbar der Fehler kontinuierlich ansteigt.

An der Anpumpvorrichtung dient ein IONIVAC Typ ITR 90 der Firma Oerlikon Leybold zur Überwachung des Totaldrucks. Dieses Vakuummeter ist eine Kombination eines Pirani- und eines Bayard-Alpert-Sensors und erlaubt damit die kontinuierliche Totaldruckmessung von Atmosphärendruck bis $5 \cdot 10^{-10} mbar$.

Zur Messung des Vordrucks im Anpumpsystem sowie zur Drucküberwachung im Gaseinlasssystem dient jeweils ein TTR 91 der Firma Oerlikon Leybold der als Pirani-Sensor im Druckbereich von Atmosphärendruck bis $5 \cdot 10^{-4}$ mbar arbeitet.

Das ITR 90 und die beiden TTR 91 werden durch das Messgerät Combivac IT23 der Firma Oerlikon Leybold ausgelesen. Da diese Messungen nur der Überwachung dienen, ist deren Messunsicherheit für eine spätere Fehlerbetrachtung nicht relevant.

4.3.3 Partialdruckmessung

Eine Partialdruckmessung erfolgt mittels eines Quadrupolmassenspektrometers vom Typ QMA 200 der Firma Pfeiffer. Es dient zur Überwachung der Partialdruckverhältnisse und wird ausschließlich dazu eingesetzt, überprüfen zu können, ob während des Messvorgangs die Restgasatmosphäre im Rezipienten tatsächlich vom Messgas dominiert wird.

Die Partialdruckverhältnisse dienen zur Kontrolle, somit spielt deren Messunsicherheit für eine spätere Fehlerbetrachtung keine Rolle.

4.3.4 Gaseinlasssystem

Das Gaseinlasssystem besitzt eine Membranpumpe vom Typ MVP 015-2 der Firma Pfeiffer zum Abpumpen des enthaltenen Gases, bevor das Messgas eingeleitet wird. Es verfügt über eine Kühlfalle, die mittels flüssigen Stickstoffs (LN₂) leicht kondensierbare Gasbestandteile wie Wasser ausfriert. Bei entferntem Dewargefäß kann das gesamte Gaseinlasssystem mit 120 °C ausgeheizt werden. Zum Einlass in den Rezipienten kommen saphirgedichtete Dosierventile vom Typ Variable Leak Valve Model 1000 der Firma Duniway Stockroom zum Einsatz.

4.3.5 Ausheizsystem

Um einen hinreichend kleinen Enddruck im Rezipienten zu erzeugen, muss dieser ausgeheizt werden. Hierzu wurde der Rezipient mit in der Vakuumtechnik üblichen Heizmanschetten und Heizbändern versehen. Der ausheizbare Teil des Rezipienten ist in Abbildung 23 rot unterlegt dargestellt.



Abbildung 23: Schematisch dargestellt sind die ausheizbaren Teile des Rezipienten. Auf der linken Seite ist das Gaseinlasssystem zu erkennen. Eine weitere Unterteilung der Heizkreise und deren Zuordnung ist in Tabelle 6 aufgeführt.

Da die einzelnen Komponenten nicht alle auf die gleiche Temperatur geheizt werden können, wurden unterschiedliche Regelkreise eingerichtet. Die Heizkreise und die entsprechenden Temperaturen sind in Tabelle 6 verzeichnet.

Kanal Nr.	Heizkreis	Temperatur [°C]
1	Heizjacke Rezipient	250
2	DN160 CF Flansch	250
3	DN40 CF Flansche	250
4	TM-Pumpe & Eckventil	150
5	Kryo-Rohr	120
6	RGA	250
7	Gaseinlass	120

 Tabelle 6: Zuordnung der Heizkreise

Zur Regelung der Heizkreise wurde ein 16 Kanal Regelgerät RSA 1616 der Firma Feller Engineering eingesetzt. Es ist mit zwei 8 Kanal Reglern vom Typ CR10+ der gleichen Firma ausgerüstet.

4.4 Datenerfassung

Die Datenerfassung erfolgt über ein im Rahmen der vorliegenden Arbeit neu aufgebautes System. Die Integration der einzelnen Komponenten zum Messsystem ist in Abbildung 24 schematisch dargestellt.



Abbildung 24: Blockschaltbild der Datenerfassung und Steuerung am Messrezipienten.

Da die Messungen, speziell der Kapazität, über einen Zeitraum von mehreren Tagen laufen, wurden LabView Anwendungen zur Erfassung der Messdaten und zur Fernsteuerung im Rahmen dieser Arbeit programmiert. Die Anwendung zur Erfassung der Daten liest die Messgeräte aus und schreibt die so akquirierten Daten, versehen mit einem Zeitstempel, in eine ASCII-Datei. Das Schreiben der Daten erfolgt in frei wählbaren Zeitintervallen. Gleichzeitig wird das Saugvermögen anhand eines eingegeben Blendenleitwertes ermittelt. Abbildung 25 zeigt die Benutzeroberfläche der LabView Anwendung zur Erfassung der Daten.

Obersicht Setup	
FM-Rezipient: Gaseinlass 1,8 · 10 ⁻⁹ mbar FM-Rezipient: Pumpe 1,6 · 10 ⁻¹⁰ mbar	Druck Turbo 5E-10 1E-10 1
Temperatur Panel [K] Temperatur Flansch [K] 10- 9- 9- 9- 8- 7- 6- 5- 5- 5- 5- 4- 3- 2- 2- 1- 0- 8- 8- 2- 1- 0- 8- 8- 8- 8- 8- 8- 8- 8- 8- 8- 8- 8- 8-	Leitwert Saugvermögen 0.0 Spannung Strom 0.00 0.00
Interval [ms] Datei	nd Settings\uhv-lab\Desktop

Abbildung 25: Abgebildet ist die Benutzeroberfläche der LabView Anwendung zum Erfassen der Messdaten. Alle akquirierten Werte werden angezeigt und das Saugvermögen mittels des eingegebenen Blendenleitwertes ermittelt. Die nicht sichtbare Setup-Oberfläche im Hintergrund dient zur Einstellung der Kommunikationsparameter der Messgeräte.

Die LabView Anwendung zur Steuerung des Kompressors (Coolpak 4000D) ermöglicht dessen Fernbedienung und das Auslesen von Status- bzw. Fehlermeldungen. Das Quadrupolmassenspektrometer (QMA 200) wurde mittels der proprietären Software des Herstellers ausgelesen.

4.5 Fehlerbetrachtung

Der bei der Messung auftretende Fehler wird durch Fehlereinflüsse des Blendenleitwertes, der Druckmessung und der Gaszusammensetzung bestimmt.

Der Fehler bei der Bestimmung des Blendenleitwertes nach Kapitel 4.2.1 ergibt sich aus den Maßtoleranzen Δd , Δe und möglicher Temperaturschwankungen ΔT .

Bei der Fehlerbestimmung des Blendeleitwertes mittels des totalen Differentials (13) mit der Annahme für $\Delta d = \Delta e = \pm 0,01 \ mm$ und $\Delta T = \pm 3 \ K$, ergibt sich ein relativer Fehler im Bereich < 10⁻⁵.

$$\Delta L = \pm \left\{ \left| \frac{\partial L}{\partial d} \right| \cdot \Delta d + \left| \frac{\partial L}{\partial e} \right| \cdot \Delta e + \left| \frac{\partial L}{\partial T} \right| \cdot \Delta T \right\}$$
(13)

Die Gaszusammensetzung während der Messung wird mittels Massenspektrometer überwacht und so eingestellt, dass der Partialdruck des Messgases mindestens zwei Größenordnungen über dem der restlichen Gaskomponenten liegt. In Abbildung 26 ist ein typisches Massenspektrum aufgetragen. Es wurde bei der Messung des Wasserstoffsaugvermögens einer Turbomolekularpumpe am nicht ausgeheizten Rezipienten aufgezeichnet. Der Ionenstrom des Wasserstoffpeaks dominiert den des Wasserpeaks um einen Faktor von 50. Hier ist die Nachweiswahrscheinlichkeit der verschiedenen Gase noch nicht berücksichtigt, wodurch sich der Peak des Wasserstoffs noch einmal um einen Faktor von 2,7 erhöhen würde (siehe Tabelle 7). Die Korrekturfaktoren der Extraktor-Röhren beruhen auf den Ionisationswahrscheinlichkeiten für die unterschiedlichen Gase. Sie können hier herangezogen werden, da die Ionenquelle des Massenspektrometers nach dem gleichen Prinzip aufgebaut ist, und mit vergleichbaren Beschleunigungsspannungen für die Elektronen arbeitet.



Abbildung 26: Dargestellt ist ein typisches Massenspektrum bei Wasserstoffeinlass, das bei der Messung mit einer Turbomolekularpumpe aufgezeichnet wurde. Der Druck am Gaseinlass betrug $8\cdot10^{-7}$ mbar, ausgehend von einem Basisdruck von $4\cdot10^{-9}$ mbar. Der Rezipient war nicht ausgeheizt, was den hohen Wasserpeak erklärt. Der Wasserstoffpeak ist jedoch um einen Faktor 50 größer. Die Nachweiswahrscheinlichkeiten der unterschiedlichen Gase sind nicht berücksichtigt.

Somit kann der Einfluss der Messgaszusammensetzung auf das Ergebnis der Leitwertbestimmung und der Totaldruckmessung vernachlässigt werden.

Bei der Bestimmung des Saugvermögens nach Kapitel 4.2 ergibt sich ein relativer Fehler von $\pm 20\%$, der durch die Fehler der beiden Extraktor-Messröhren bedingt wird.

Der Einfluss der Druckmessung überwiegt also alle anderen Fehlereinflüsse und somit kann die Gesamtmessunsicherheit mit ± 20 % angenommen werden.

Die Korrekturfaktoren der Extraktor-Messröhren für unterschiedliche Gase können vernachlässigt werden, da sie sich nach (11) herauskürzen (siehe Seite 39). Sie sind jedoch bei der Berechnung der Kapazität zu berücksichtigen.

Tabelle 7: Korrekturfaktoren für unterschiedliche Gase der Extraktor-Messröhren [24]

Gase	Korrekturfaktor
N2	1
He	5,7
H_2	2,7
CO ₂	0,75

4.6 Vorbereitende Untersuchungen

4.6.1 Saugvermögen der EBARA ET300W-TF Turbomolekularpumpe

Zur Überprüfung des Messverfahrens wurde eine Turbomolekularpumpe mit bekanntem Saugvermögen vermessen. Die Messung wurde ohne Ausheizen des Rezipienten mit Stickstoff durchgeführt. In Abbildung 27 ist der zeitliche Verlauf des Saugvermögens und der beiden Rezipientendrücke dargestellt. Sobald sich der Einlassdruck deutlich vom Basisdruck abhebt, stellt sich ein konstantes Saugvermögen von 265 l/s ein. Dies stimmt sehr gut mit dem vom Hersteller angegeben Saugvermögen von 270 l/s im entsprechenden Druckregime überein.



Abbildung 27: Abgebildet ist die Messung des Saugvermögens der EBARA ET300W-TF Turbomolekularpumpe. Rot dargestellt ist der Druckverlauf im unteren Rezipiententeil. Der Druck am Gaseinlass ist schwarz dargestellt. Das sich aus diesem Druckverhältnis ergebende Saugvermögen ist blau geplottet.

4.7 Zusammenfassung und Diskussion zum Messverfahren

Ein Messsystem zur Charakterisierung des Saugvermögens von Vakuumpumpen wurde aufgebaut und dessen Funktion dargestellt. Somit ist es nun möglich, unterschiedlichste Pumpen, die bei GSI eingesetzt werden, zu vermessen.

5 Charakterisierung der Kryopanels

5.1 Aufbau der Kryopanels

Die zu charakterisierenden Kryopanels wurden im Forschungszentrum Karlsruhe mittels einer für ITER entwickelten Beschichtungsanlage hergestellt. Sie bestehen aus einem 1 mm Substratblech, auf das mit einem aufgesprühten anorganischem Zement granulierte Aktivkohle aufgebracht wurde. Verwendung findet eine hochmikroporöse Aktivkohle vom Typ SCII (Chemviron), die aus Kokosnussschalen gewonnen wird [25].



Abbildung 28: Abgebildet ist eine Fotografie eines Kryopanels. Zu erkennen ist das Substratblech aus Aluminium. Die unbeschichteten Überstände dienen zur Befestigung des Panels auf der Probenhalterung. Die beschichtete Fläche beträgt 56 cm².

In Abbildung 29 ist das im Zement (hellgrau) gebundene Aktivkohlegranulat zu sehen. Abbildung 30 zeigt eine Detailaufnahme eines Granulatkorns. Sie wurden mittels Rasterelektronenmikroskop erstellt.



Abbildung 29: Abgebildet ist eine mikroskopische Aufnahme (Rasterelektronenmikroskop) der im Zement gebundenen Aktivkohle. Der Zement ist hellgrau als Fuge zwischen den Granulatteilchen zu erkennen.



Abbildung 30: Diese mikroskopische Aufnahme (Rasterelektronenmikroskop) zeigt eine Detailansicht eines Aktivkohle-Granulatteilchens. Zu erkennen ist die zerklüftete, poröse Oberfläche.

5.2 Messung des Saugvermögens

Das Saugvermögen für Helium und Wasserstoff wurde in Abhängigkeit der Temperatur der Panels gemessen. Hierzu wurde die Temperatur inkrementiert und das sich jeweils einstellende Equilibrium abgewartet.

5.2.1 Helium

Der Basisdruck bei Beginn der Heliummessung betrug $7 \cdot 10^{-11}$ mbar. In Abbildung 31 ist das Helium-Saugvermögen der Kryopanels als Funktion der Temperatur dargestellt. Die Punkte stellen die Messwerte dar, die Linie ist ein exponentieller Fit durch die Messpunkte. Bei 7,9 K beträgt das Saugvermögen $0,23 \ l/s \cdot cm^2$, was einem gesamten Saugvermögen der beiden Panels von $12 \ l/s$ entspricht. Weiterhin ist zu sehen, dass bei Temperaturen T > 8,5 K das Saugvermögen drastisch absinkt und bei T > 10 K praktisch nicht mehr zur Verfügung steht.



Abbildung 31: Dargestellt ist das temperaturabhängige Saugvermögen der Adsorptionsschicht für Helium. Die Auflösung der Temperaturmessung beträgt 0,1 K, was zu einer diskreten Darstellung der Messpunkte führt.

5.2.2 Wasserstoff

Der Basisdruck bei Beginn der Wasserstoffmessung betrug $2 \cdot 10^{-10} mbar$. In Abbildung 32 ist das Wasserstoff-Saugvermögen der Kryopanels als Funktion der Temperatur dargestellt. Die zwischen den Messpunkten eingezeichnete Linie stellt einen exponentiellen Fit dar. Bei 8 K beträgt das Saugvermögen 7,5 $l/s \cdot cm^2$, was einem gesamten Saugvermögen der beiden Panels von 422 l/s entspricht. Ähnlich wie bei der Messung für Helium ist zu sehen, dass bei Temperaturen T > 8,5 K das Saugvermögen schnell absinkt und bei T > 10 K praktisch nicht mehr zur Verfügung steht.



Abbildung 32: Dargestellt ist das temperaturabhängige Saugvermögen der Adsorptionsschicht für Wasserstoff. Die Auflösung der Temperaturmessung beträgt 0,1 K, was zu einer diskreten Darstellung der Messpunkte führt.

5.3 Messung der Kapazität für Helium

Zur Messung der Kapazität der Adsorptionsschicht wurde diese mit einer konstanten Gaslast am Fischer-Mommsen-Rezipient beaufschlagt. Diese wurde am oberen Arbeitslimit der Extraktor-Röhren gewählt, um die Messzeit zu verkürzen. Dadurch wird diese Messung zu einer konservativen Abschätzung der eigentlichen Kapazität, da Diffusionsvorgänge im Adsorbens auf Grund der kurzen Messzeit kaum stattfinden können [11].



Abbildung 33: Dargestellt ist das Saugvermögen der Adsorptionsschicht in Abhängigkeit der Zeit bei konstanter Helium-Gaslast. Das Saugvermögen ist logarithmisch aufgetragen. Die Zeit ist in Tagen angegeben. Ein linearer Fit ist als schwarze Linie durch die Messpunkte dargestellt.

Um einen praktisch verwendbaren Wert der Kapazität errechnen zu können, ist es notwendig, einen technisch sinnvollen Bruchteil des ursprünglichen Saugvermögens zu definieren, bis zu dem der Einsatz möglich ist. Dies muss für die jeweilige Situation und Anforderung an das Saugvermögen geschehen.

$$Q_{50\%} = 1.4 \frac{mbar \cdot l}{cm^2}$$
 $Q_{10\%} = 3.9 \frac{mbar \cdot l}{cm^2}$

Die Kapazität wurde für 10 % und 50 % des ursprünglichen Saugvermögens integriert.

Ausgehend von der Kapazität für 50 % des ursprünglichen Saugvermögens ist in Abbildung 34 die zu erwartende Standzeit der Panels dargestellt. Wie zu sehen ist beträgt die Standzeit bei einer Gaslast von $1 \cdot 10^{-9} mbar \cdot l/s$ bereits über 50 Jahre pro cm² und ist somit viel größer als typische Belüftungszyklen von 1 bis 2 Jahren. Bei einem angestrebten Totaldruck von $1 \cdot 10^{-12} mbar$ gibt es somit keine Einschränkung seitens der Kapazität.



Abbildung 34: Standzeit bei 50 % Kapazität pro cm² als Funktion der Helium-Gaslast.

Die Messung der Kapazität wurde nur für Helium durchgeführt, da sie für Wasserstoff cirka 40-mal größer erwartet wird [26] und somit nicht in einem vertretbaren Zeitrahmen zu messen ist. Sie ist daher nicht der limitierende Kapazitätsfaktor und eine konservative Abschätzung ist sehr gut anhand der Helium-Daten möglich.

5.4 Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

Die Messungen haben gezeigt, dass mit den Prototypen der Kryopanels die schwer kondensierbaren Gase Helium und Wasserstoff auch bei Temperaturen oberhalb der Kondensationstemperatur gepumpt werden können. Sie zeigen ein deutlich höheres Saugvermögen für Wasserstoff im Vergleich zu Helium. Die gesamte Restgasatmosphäre in den kryogenen Sektionen des SIS 100 und SIS 300 wird hauptsächlich aus Helium und Wasserstoff bestehen. Aus diesem Grund werden die Kryopanels benötigt, um die Partialdrücke dieser beiden Gase herabzusetzen. Ein wichtiges Ergebnis ist, dass über einer Temperatur von 9 K kein nutzbares Saugvermögen zur Verfügung steht.

6 Schlussbemerkung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde zur Charakterisierung von Kryopanels ein Probenhalter zum Abkühlen und Vermessen des Saugvermögens konstruiert und aufgebaut, wobei die Temperatur zwischen 7,9 K und 50 K variiert werden kann. Mit ihm konnten die vom Forschungszentrum Karlsruhe zur Verfügung gestellten Kryopanel-Prototypen bezüglich ihrer Einsetzbarkeit im SIS 100/300 bei GSI überprüft werden. Es wurde gezeigt, dass die schwer kondensierbaren Gase Wasserstoff und Helium auch bei Temperaturen oberhalb der Kondensationstemperaturen gepumpt werden können.

Ebenfalls konnte gezeigt werden, dass der Temperaturbereich nach oben bei etwa 9 K begrenzt ist, da bei höheren Temperaturen kein nutzbares Saugvermögen mehr zur Verfügung steht.

Damit ist der Einsatz einer nur passiv gekühlten Kryopanelfläche am SIS 100 im dort erwarteten Temperaturbereich von 10 – 20 K nicht sinnvoll. In dieser Konfiguration müssen die Panels aktiv an den Kühlkreislauf mit flüssigem Helium (LHe) angebunden werden. Gegenüber dem Kryostataufbau beim SIS 100 liegt jedoch beim SIS 300 das komplette Strahlrohr in einem LHe-Bad und bei einer dort angebrachten Kryopanelfläche würde die Temperatur bei 4,2 K niedrig genug sein.

Da in der vorliegenden Arbeit nur bis auf 7,9 K abgekühlt werden konnte, wäre eine weitere Charakterisierung der Kryopanels bei üblichen LHe-Badtemperaturen (4,2 K bzw. 2 K) wünschenswert.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte erstmals bei GSI gezeigt werden, dass die für das SIS 100 und SIS 300 geplanten Kryopanels bei hinreichend kleinen Temperaturen eingesetzt werden können. Anhang A – Konstruktionszeichnungen





Quellenverzeichnis

- [1] http://www.gsi.de/portrait/index.html Stand: 10. Januar 2008
- [2] http://www.gsi.de/fair/index.html Stand: 10. Januar 2008
- [3] http://de.wikipedia.org/wiki/Gesellschaft_für_Schwerionenforschung Stand: 10. Januar 2008
- [4] FAIR Baseline Technical Report, Volume 2, Accelerator and Scientific Infrastructure
- [5] A. Krämer, Grafik SIS 100 Bogenelement (FAIR Baseline Technical Report)
- [6] http://www.iter.org Stand: 10. Januar 2008
- [7] F. Völklein, Vakuumtechnische Bauelemente (Skriptum, FH Wiesbaden)
- [8] A. Wutz, W. Walcher, Handbuch Vakuumtechnik (Vieweg, 9. Auflage (2006))
- [9] A. Krämer, Beam Lifetimes in SIS 18 (GSI paper, August 2003)
- [10] ISO 3529/1-3, Vacuum Technology: Vocabulary (International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 1981)
- [11] R. A. Haefer, Kryo-Vakuumtechnik (Springer, Berlin, 1981)
- [12] C. Day, Basics and applications of cryopumps (CERN Accelerator School Proceedings, 2007)
- [13] W. Mascher, Dissertation (TU Berlin, 1967)
- [14] Oerlikon Leybold Vacuum Gesamtkatalog Produktkapitel C12 (Kryopumpen und Kryotechnik) (Mai 2007)
- [15] A. W. Marczewski, A Practical Guide to Isotherms of Adsorption on Heterogenous Surfaces (2002)

- [16] Temperatur Measurement and Control Catalog (LakeShore Inc., 2004)
- [17] M. G. Kaganer, Thermal Insulation in Cryogenic Engineering (IPST Press, Jerusalem, 1969)
- [18] R. F. Brown, H. M. Powell, D. M. Trayner, (Proceedings 6th Rarafied Gas Dynamics Symp., 1968)
- [19] Isotan Datenblatt, Isabellenhütte Heusler GmbH & Co KG
- [20] R. Barre, G. Mongodin, F. Prevot, Le Vide (1956)
- [21] E. Fischer, H. Mommsen, Monte Carlo computations on molecular flow in pumping speed test domes, Vacuum Volume 17 Number 6 (1967)
- [22] DIN 28428, Abnahmeregeln für Turbomolekularpumpen (November 1978)
- [23] Oerlikon Leybold Vacuum Gesamtkatalog Produktkapitel C16 (Totaldruck-Messgeräte) (Mai 2007)
- [24] Oerlikon Leybold Vacuum, Information Technik, Korrekturfaktoren für Ionisations-Messsysteme
- [25] C. Day et al., Vacuum 81 (2007)
- [26] A. Krämer, private Mitteilung

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Der FAIR Beschleuniger-Komplex	3
Abbildung 2: Bogenelement des SIS 100 mit Einbauorten der Kryosorptionspumpen	8
Abbildung 3: Dampfdruckkurven verschiedener Gase	. 15
Abbildung 4: Typischer Aufbau einer zweistufigen Kryopumpe	. 17
Abbildung 5: Gleichgewichtsdruck für Helium auf mikroporöser Aktivkohle	. 18
Abbildung 6: Wärmeleitfähigkeit verschiedener Materialien in Abhängigkeit von der Temperatur	. 20
Abbildung 7: Schematische Darstellung der Gaswärmeleitung als Funktion des Drucks	. 22
Abbildung 8: Erreichbaren Temperaturen der 1. und der 2. Stufe für den Kaltkopf	. 25
Abbildung 9: Skizze der 1. und 2. Stufe des Leybold Kaltkopfs 7/25	. 27
Abbildung 10: Flansch, der auf der 2. Stufe montiert wurde	. 27
Abbildung 11: Widerstandsheizung zur Regelung der Temperatur der 2. Stufe	. 28
Abbildung 12: Flansch und die Heizung, die auf der 2. Stufe montiert sind	. 29
Abbildung 13: Galgen mit den montierten Panels	. 30
Abbildung 14: Klemmbacke mit montierte Diode zur Temperaturmessung am Panel	. 31
Abbildung 15: Schild zum Abschirmen der Raumtemperaturstrahlung	. 32
Abbildung 16: Baffle zur Abschirmung der Raumtemperaturstrahlung	. 32
Abbildung 17: Durchtrittswahrscheinlichkeit für ein 30° Streifenbaffle	. 34
Abbildung 18: Temperatur am Panel als Funktion der Heizleistung	. 36
Abbildung 19: Prinzipskizze des Rezipienten nach Fischer und Mommsen	. 38
Abbildung 20: Leitungsplan des aufgebauten Fischer-Mommsen-Rezipienten	. 39
Abbildung 21: Blende des Rezipienten	. 40
Abbildung 22: Blende, deren Leitwert mittels eines Einsatzes verringert wurde	. 40
Abbildung 23: Schematische Darstellung der ausheizbaren Teile des Rezipienten	. 43
Abbildung 24: Blockschaltbild der Datenerfassung und Steuerung am Messrezipienten	. 44
Abbildung 25: Benutzeroberfläche der LabView Anwendung zum erfassen der Messdaten	. 45
Abbildung 26: Typisches Massenspektrum bei Wasserstoffeinlass	. 47
Abbildung 27: Messung des Saugvermögens der EBARA ET300W-TF	. 48
Abbildung 28: Fotografie eines Kryopanels.	. 49
Abbildung 29: Mikroskopische Aufnahme der im Zement gebundenen Aktivkohle	. 50
Abbildung 30: Mikroskopische Aufnahme der Oberfläche	. 50
Abbildung 31: Temperaturabhängiges Saugvermögen für Helium	. 51
Abbildung 32: Temperaturabhängiges Saugvermögen der für Wasserstoff	. 52
Abbildung 33: Saugvermögen der Adsorptionsschicht bei konstanter Helium-Gaslast	. 53
Abbildung 34: Standzeit bei 50 % Kapazität pro cm ² als Funktion der Helium-Gaslast	. 54

Lebenslauf

13. August 1974	Geboren in Flörsheim am Main
1981-1990	Karl-von-Ibell-Schule in Frankfurt am Main
1990-1992	Werner-von-Siemens-Schule in Frankfurt am Main
1992-1996	Henrich-Kleyer-Schule in Frankfurt am Main
1996	Abitur
1996-1999	Studium der Physik an der TU Darmstadt
Seit 2004	Studium der Physikalischen Technik an der FH Wiesbaden

Erklärung

Ich versichere, die vorliegende Arbeit selbstständig unter der Anleitung des Referenten und des Koreferenten durchgeführt und nur die angegebenen Referenzen und Hilfsmittel benutzt zu haben.

Darmstadt, 21. Januar 2008

Marc Wengenroth

Danksagung

An erster Stelle danke ich Herrn Prof. Dr. F. Völklein für die Übernahme des Referats, die Betreuung meiner Diplomarbeit und dafür, dass er mir dieses herausfordernde Thema mit dessen vorwiegender Bearbeitung außer Haus anvertraut hat.

Bei Herrn Dr. H. Kollmus bedanke ich mich für die Übernahme des Koreferates, der Betreuung meiner Arbeit bei der Gesellschaft für Schwerionenforschung und für die engagierte Hilfe, die er mir immer zuteil werden ließ.

Bei Herrn Dr. H. Reich-Sprenger bedanke ich mich für das in mich gesetzte Vertrauen, dass er mich in seine Arbeitsgruppe aufnahm und mir damit die Möglichkeit gegeben hat, meine Diplomarbeit im Rahmen eines internationalen Forschungszentrums anfertigen zu können.

Herrn Dr. A. Krämer danke ich für die zahllosen nützlichen Diskussionen und die Hilfe bei der Durchführung der Experimente.

Den Herren Dr. C. Day und Dr. V. Hauer vom Institut für Technische Physik am Forschungszentrum Karlsruhe danke ich für das Überlassen der Kryopanel-Prototypen.

Der gesamten UHV-Gruppe, Frau Dr. C. Bellachioma, den Herren Dr. S. Wilfert, Dipl. Ing. M. Bender, Dipl. Ing. J. Kurdal danke ich für die zugekommene Hilfe bei der Durchführung und Auswertung der Experimente.

Ebenso bedanke ich mich bei den Herren J. Cavaco da Silva und N. Kischnick für die Unterstützung im Labor. Den Herren G. Savinio und G. Arulnanthee danke ich für die mir zugekommene Hilfe und die fruchtvollen Diskussionen.

Bei Herrn S. Jagsch bedanke ich mich für die Diskussionsbereitschaft bei der konstruktiven Umsetzung der Experimentbaugruppen und deren schnellen Anfertigung in der Werkstatt mit seinem Team. Ebenso bedanke ich mich bei den Herren Dipl. Ing. R. Kaminski und Dipl. Ing. M. Bevcic, deren Hilfe und Diskussionsbereitschaft von großem Wert war.

Für die Unterstützung beim Aufbau der Experimente danke ich den Mitarbeiterinnen des Targetlabors, Frau Dr. B. Lommel und Frau A. Hübner. Mein Dank gilt ebenso Herrn Prof. W. Jacoby, nicht nur für seinen Rat und Hilfe, sondern auch für die vielen hilfreichen Gespräche. Für das Korrekturlesen bedanke ich mich bei Frau I. Kreft. Mein Dank gilt ebenso Frau Dr. S. Richter für die wertvollen Gespräche und Hinweise sowie das Korrekturlesen der Arbeit.

Mein ganz spezieller Dank geht schließlich an Katrin Hofmann, die mich stets voll unterstützt und liebevoll ertragen hat.

Ebenso sei allen denen ein Dankeschön ausgesprochen, die nicht namentlich Erwähnung fanden, aber zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Last - but not least - gilt ein großer Dank meiner Mutter, die stets ein offenes Ohr für mich hatte und mich in jeder Hinsicht immer unterstützt hat.