

KFK-Ext. Ber.
-3/68-10-
(1. Ex.)

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Oktober 1968

Externer Bericht

3/68-10

(1. Ex.)

EINE NEUE ULTRAHOCHVAKUUMAUFDAMPFANLAGE

P. Flécher

Gesellschaft für Kernforschung m. b. H.
Zentralbücherei

Institut für Experimentelle Kernphysik der Universität (TH)
und des Kernforschungszentrums Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt.

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor.

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H.
Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Oktober 1968

Externer Bericht

3/68-10

EINE NEUE ULTRAHOCHVAKUUMAUF-DAMPFANLAGE

P. Flécher

| | |
|--|----------|
| Büroexemplar Gesellschaft für Kernforschung m.b.H. Karlsruhe | Nr. 1 |
|--|----------|

Institut für Experimentelle Kernphysik der Universität (TH)
und des Kernforschungszentrums Karlsruhe

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H.
Karlsruhe

Eine neue Ultrahochvakuumaufdampfanlage

Das Ziel dieser Arbeit war der Bau einer ungewöhnlichen großen und zuverlässigen Ultrahochvakuumanlage zur Bedampfung größerer Bauteile mit Supraleitern.

Diese Apparatur ist nach dem Doppelwandverfahren aufgebaut. Sie besteht aus zwei konzentrisch stabilen Edelstahlglocken in horizontaler Anordnung. Der UHV-Behälter ist ausheizbar und metallabgedichtet; das Nutzvolumen beträgt ca. 450 l. Der Hochvakuumrezipient ist konventionell hergestellt.

Das Ultrahochvakuum wird mit zwei in Kaskade geschaltene Turbomolekularpumpen und einer Kryopumpe erzeugt. Zwischen den beiden Turbopumpen ist eine Kühlfalle (Ölsperre) eingebaut. Mit der zweiten Turbopumpe wird noch zusätzlich das Hochvakuum im Außenbehälter hergestellt. Die Vorvakuumseite dieser Turbomolekularpumpe ist an eine Drehschieberpumpe angeschlossen.

Die Haupteigenschaften der Apparatur sind folgende:

- Endvakuum, je nach Wahl der Kryoflüssigkeit (N_2 oder He), $1 \cdot 10^{-10}$ Torr bzw. besser als $2 \cdot 10^{-11}$ Torr (Nachweisgrenze)
- Erzeugung eines kohlenwasserstofffreien Vakuums (keine Ölrückströmung)
- sehr hohe Saugleistung der Kryopumpe (mindestens 12000 l/s für Wasserdampf)
- ausheizbar bis $500^\circ C$
- extrem einfacher Aufbau und Bedienung
- lufteinbruchsicher

Die UHV-Glocke

Die Glocke besteht aus poliertem Edelstahl (DIN 4541) und ist an dem Innenflansch angeklammert.

Im Gegensatz zu üblichen Doppelglockenanlagen ist hier die Innenglocke atmosphärendrucksicher. Ein Lufteinbruch in der Außenglocke durch falsche Bedienung oder Betriebsunfall (Glasfenster) kann nicht zur Zerstörung des inneren Behälters führen. Wegen der besseren Zugänglichkeit am Experimentierraum und an den Glocken wurde eine horizontale Anordnung gewählt. Dadurch wird auch erreicht, daß keine Teile oder Schmutz in die Pumpen fallen können.

Die Glocke ist heiz- und kühlbar. Die Heizung erfolgt durch 6 handelsübliche Edelstahl-Rohrheizstäbe. Diese Heizstäbe sind in einem um die Glocke festgeschweißten Edelstahlrohr eingefädelt und deren Ende nach außen führt, um eventuelle Abgase der Isolation im Zwischenraum zu vermeiden. Die 220 V Nennspannungs-Heizstäbe sind paarweise in Serie geschaltet und werden am Drehstromnetz angeschlossen. Je nach Art der Schaltung (Stern oder Dreieck) läßt sich die gesamte Leistung von 3,7 auf 11 kW erhöhen.

Für eine bessere Ausnutzung und Verteilung der Heizleistung ist ein Aluminiumblechmantel um die Glocke geschoben.

Im UHV-Raum können Temperaturen über 500°C erreicht werden. Der Flansch, der keine Heizkörper besitzt, läßt sich dabei noch über 350°C ausheizen.

Die Glocke kann man je nach Bedarf nach dem Ausheizen mittels einer um sie geschweißte Kühlschlange schneller abkühlen. Die Durchführungen der Kühlschlange ermöglichen den Betrieb mit flüssigen Gasen. Beim Abkühlen der Glocke werden die Strahlungswärmeverluste der Kryopumpe wesentlich reduziert und eine zusätzliche Pumpenwirkung erzeugt.

Da das Ausheizen im Vakuum geschieht, ist die Oxydation stark reduziert; die Dichtflächen brauchen nicht nachbearbeitet zu werden, wie es sonst beim Einglockensystem üblich ist.

Der HV-Behälter

Der Hochvakuumbehälter ist aus Edelstahl gebaut und konventionell mit elastischen Dichtungen (Viton) abgedichtet. Mittels einer Kühlschlange wird die Glocke während des Ausheizens mit Wasser gekühlt, damit die Dichtungen nicht unnötig beansprucht werden und keine Verbrennungsgefahr an der Glocke entsteht.

Die Glocke hängt an einer Schiene fest und wird einfach geschoben. Beim Betrieb saugt sie sich fest, so daß keine Klammern nötig sind.

UHV-Dichtungen

Bei dem Doppelwandverfahren ist der UHV-Rezipient von einem Vakuum von 10^{-5} bis 10^{-6} Torr umgeben. Dadurch sind die Anforderungen an Dichtigkeit des UHV-Teils extrem reduziert. Die zulässige Leckrate darf 10^8 bis 10^9 mal größer sein als beim Einglockensystem. Deshalb konnte bei handelsüblichen Doppelglockenanlagen die sogenannte Spaltdichtung angewendet werden: Die Flanschen sind mit langen dünnen Spalten ohne Dichtmaterial an den Behältern angebracht. Diese Abdichtungsart ist zwar billiger, aber dafür nicht sehr sicher; außerdem lassen sich beim Ausheizen die engen Spalten schwer entgasen.

Für den UHV-Behälter haben wir konventionelle Drahtdichtungen verwendet. Ein Drahttring wird zwischen glatte Flansche gepresst und verformt. Wenn die Dichtung richtig gewählt ist und der Flansch nachgezogen wird, sind im allgemeinen

diese Dichtungen - auch nach dem Ausheizen - UHV-dicht (Für unsere bescheidenen Ansprüche sind sie immer dicht genug). Als Dichtmaterial für die kleineren UHV-Flansche wurde 1 mm \emptyset Feingolddraht verwendet. Diese Dichtungen oxydieren nie und bedürfen in unserem Falle keinerlei Beobachtung. Für die Hauptdichtung wäre diese Golddichtung zu teuer - auch wenn man den Wiederverkaufswert von Gold betrachtet. Da die Dichtung sich im Vakuum befindet, verwenden wir einfachen Kupferleitungsdraht, gegläht und stumpf geschweißt (kein OFHC). Der geringe Mehraufwand, der durch Verwendung von Metall-Dichtung entsteht, macht sich in der Betriebssicherheit bezahlt. Wir haben kein einziges Mal irgendein Leck an dem UHV-Teil beobachtet.

HV-Dichtungen

Die Hauptdichtung im Hochvakuumteil besteht aus einem Silikongummi O-Ring 950 x 10. Die Flansche (NW 50) können wahlweise mit O-Ringen oder Al-Ultradichtscheiben abgedichtet werden.

UHV-Durchführungen

Das Doppelwandverfahren wurde systematisch voll ausgenutzt. Keine Teile des UHV-Raumes, bis auf die Pumpenanschlüsse, sind in direkter Berührung mit der Außenluft. Trotzdem wurden hier wie bei den Dichtungen nur reine UHV-Komponente verwendet.

Das große Schauglas (155 mm \emptyset), die Meßröhren und alle Stromdurchführungen sind laut Werksangabe bis auf 400°C ausheizbar. Da die Komponenten für normale Atmosphäre gebaut sind, lassen sie sich im Vakuum ohne Bedenken auf 500°C erhitzen.

Das Belüftungsventil des UHV-Rezipienten mündet ebenfalls im Hochvakuumraum; die Betriebssicherheit und die Lebensdauer der Metalldichtung steigen dadurch beträchtlich.

Es besteht auch die Möglichkeit, den UHV-Behälter durch die Vorvakuumleitung der TVP zu belüften. Auf diesen Weg wurde im allgemeinen verzichtet, so daß die Flutluft keine Berührung mit dem Vorvakuumraum haben kann und stets ölfrei bleibt (Einfachhalber und nur für die automatische Fluteinrichtung bei Betriebsstörung wurde von dieser Möglichkeit Gebrauch gemacht).

HV-Durchführungen

Hier wurden handelsübliche oder selbstgebaute gute Hochvakuumkomponente verwendet, die auch eine Temperatur von 150°C ohne Schaden bestehen können. Die Verbindung mit den UHV-Durchführungen stellte keinerlei Schwierigkeit dar.

Das Schaufenster aus einer Tempax-Tafelglasscheibe von $300 \text{ } \varnothing \times 15$ ist zwischen zwei O-Ringen eingebettet und darf auch über 150°C ausgeheizt werden. Jedoch treten solche Temperaturen auch ohne Glockenkühlung nicht auf.

UHV-Pumpensystem

Das UHV-Pumpensystem besteht aus zwei in Kaskade geschaltene Turbomolekularpumpen und einer Kryopumpe.

Als primäre Bedienung wurde die absolute Ölfreiheit des UHV-Raumes gestellt. Damit schieden alle mit Öldiffusionspumpen ausgestatteten Systeme aus. Trotz allen Vorsichtsmaßnahmen (Kühlfallen und Kriechsperrern etc.) sind bekanntlich diese Art von Anlagen auf die Dauer nie ölfrei.

Es kamen als Hauptpumpen nur Ionengetterpumpen und Turbomolekularpumpen in Frage. Die Getterpumpen sind keine Förderpumpen; sie haben vorzügliche Eigenschaften beim Erhalten eines schon sehr guten Vakuums, solange keine größeren Dampfanfälle zu befürchten sind. Ihre Lebensdauer ist dem Druck umgekehrt proportional. Bei 10^{-6} Torr ist die mittlere Lebensdauer mit 40000 Std. recht hoch, aber bei dem üblichen Startdruck von 10^{-2} Torr eben nur 4 Std. Wenn man bedenkt, daß in diesem Druckbereich die Saugleistung noch dazu nur einen Bruchteil der Nennleistung ist, müssen die Pumpen relativ lange nach jedem Start in den Bereich bleiben. Ihre Lebensdauer bei Aufdampfanlagen, die oft belüftet werden müssen, ist entsprechend geringer.

Wir haben uns für Turbomolekularpumpen entschieden, jedoch in einer neuen Anordnung, die die Eigenschaften der Pumpen voll ausnützt.

1) Turbomolekularpumpe

Die Turbomolekularpumpe (TVP 900 der Fa. Pfeiffer) hat folgende Eigenschaften:

- absolutes ölfreies Vakuum an der Saugseite
- konstante Sauggeschwindigkeit von 250 l/s für Stickstoff ab 10^{-2} Torr. Die Sauggeschwindigkeit ist etwas höher für leichte Moleküle (H_2 , He etc.), etwas geringer für schwere Moleküle.
- enormes Kompressionsverhältnis für alle Gase bis auf Wasserstoff 1:1000 und Helium 1:10000
- atmosphärendrucksicher.

Bei dem Entwurf wurden alle diese Punkte berücksichtigt.

Die Turbopumpe ist ohne Ventil direkt an den UHV-Stutzen angeflanscht. Ausheizbare Ventile dieser Nennweite (150) sind sehr teuer und nicht besonders betriebssicher. Daß wir keine Ventile brauchen, ist daher erfreulich.

Die beiden TVP werden mit der Vorpumpe gleichzeitig eingeschaltet. Es entsteht dadurch keine direkte Verbindung zwischen Vor- und Hochvakuumraum, jegliche Rückströmungen von der Vorpumpe her sind ausgeschlossen. Der Start beim Atmosphärendruck schadet den TVP nicht im geringsten, dabei wird der Behälter noch schneller evakuiert (3 % der Nennleistung der TVP entsprechen schon der vollen Saugleistung der Vorpumpe).

Als Vorpumpe für die UHV-TVP konnte man wahlweise die gemeinsame Drehschieberpumpe oder die andere TVP verwenden (Parallel- oder Kaskade-Schaltung). Seitdem wir die vorzügliche Eigenschaft der Kaskadeanordnung festgestellt hatten, wurde auf die andere Möglichkeit ganz verzichtet; damit haben wir zwei weitere Ventile gespart.

Will man Drücke unter 10^{-10} Torr erreichen, muß dafür gesorgt werden, daß an der Vorvakuumseite der TVP ein Partialdruck für Wasserstoff unter 10^{-7} Torr herrscht (Kompressionsverhältnis 1:1000).

Dies kann auch nach längerem Pumpen eine konventionelle Vorpumpe nicht erreichen (Der Wasserstoff entsteht durch Diffusion an den Lagersimmerringen der TVP).

Schaltet man dagegen eine andere TVP als Vorpumpe an, steigt das Kompressionsverhältnis auf 10^6 und die Wasserstoffgrenze bis 10^{-13} Torr (Sollte es immer noch stören, wäre es keine Schwierigkeit, den Wasserstoff an der Vorvakuumseite zu gettern, da an dieser Stelle das Vakuum mit 10^{-6} Torr recht gut ist). Mit der zweiten Turbopumpe wird noch der Außenbehälter evakuiert, so daß keine Mehrkosten

entstehen. Zwischen den beiden TVP ist noch eine Kühlfalle eingebaut. Der hohe Dampfdruck des Lageröls im Vorvakuumraum der ersten TVP könnte das Vakuum im Zwischenraum verschlechtern, durch diese Kühlfalle wird es vermieden. Zusätzlich wird dabei die zweite TVP erheblich entlastet: Der gesamte Wasserdampf, der aus dem UHV-Rezipient gepumpt wird, friert in der Falle ein. Eine Füllung (8 l) reicht über 30 Stunden. Da wir keine Stickstoff-Versorgungsschwierigkeit haben, wurde diese Methode als einfachste empfunden.

Bei Trockenlauf der Kühlfalle passiert weiter nichts als eine gesamte Verschlechterung des Vakuums, das nach weniger als einer 1/2 Std. nach dem Einfüllen vollständig beseitigt ist. Trotz besseren Vorvakuums für die UHV-TVP konnte kein Mehrverbrauch an Öl festgestellt werden.

2) Kryopumpe

In dem notwendigen Stutzen zwischen Innen- und Außenflansch (Wärmebrücke beim Ausheizen) ist platzsparend die Kryopumpe eingebaut in einer Weise, daß die Saugleistung der TVP nicht beeinflußt wird.

Die Kryopumpe besteht aus zwei konzentrischen Behältern, sie ist denkbar robust, läßt sich beliebig ausheizen und hat eine so gut wie unbegrenzte Lebensdauer. Diese Kryopumpe wurde für den Betrieb mit flüssigem Helium gebaut, kann jedoch mit anderen flüssigen Gasen betrieben werden.

a) Betrieb mit flüssigem Helium

Bei der Temperatur des flüssigen Heliums haben alle Gase bis auf H_2 und He einen Dampfdruck unter 10^{-20} Torr. Die Sauggeschwindigkeit ist praktisch die größtmögliche, entsprechend der kinetischen Gastheorie. Dabei ist die Sauggeschwindigkeit von der Gasart abhängig. Bei unserer wirksamen Oberfläche beträgt die Sauggeschwindigkeit ca. 5000 l/s

für Luft und 12000 l/s für Wasserdampf. Durch diese enorme Saugleistung bleibt das Vakuum auch während des Aufdampfens noch recht gut.

Es ist zu bemerken, daß Kryo- und Turbomolekularpumpen sich sehr gut ergänzen, gerade für He und H₂, was die Kryopumpe nicht saugt, ist die Sauggeschwindigkeit der TVP am höchsten.

Das erreichbare Endvakuum liegt unter $2 \cdot 10^{-11}$ Torr (Meßgrenze).

b) Betrieb mit flüssigem Stickstoff

Bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffes haben nur schwere Moleküle und Wasserdampf einen genügend tiefen Dampfdruck.

Die Sauggeschwindigkeit der Kryofalle bleibt für Wasserdampf mit über 12000 l/s dabei unverändert.

Sollte der Enddruck nicht unter $1 \cdot 10^{-10}$ Torr sein, genügt der Betrieb mit flüssigem Stickstoff vollauf (Einfacher und billiger geht es nicht).

Reicht die Sauggeschwindigkeit der Stickstoffkühlfalle nicht aus und scheut man sich den Betrieb mit Helium, so wäre auch der Einbau eines Titanverdampfers nicht sehr schwer. Die Pumpenleistung dürfte zwischen beiden liegen.

Hochvakuumherzeugung

Das Hochvakuum wird mit der zweiten Turbomolekularpumpe und einer Vorpumpe erzeugt.

Die zweite TVP 900 ist ebenfalls ventillos an dem Außenbehälter angeflanscht. Im Saugstutzen mündet die Vorvakuumleitung der ersten TVP.

Trotz großer, nicht ausreichend entgaster Oberfläche ist das Vakuum im Zwischenraum mit 10^{-6} Torr recht gut.

Als Vorpumpe dient eine 25 m³/Std. Balzers-Drehschieberpumpe. Zwischen Vorpumpe und Turbopumpe liegt sicherheits- halber ein Magnetventil (das einzige im Pumpstand außer Belüftungsventile), das sich nach Einschalten der Anlage mit Verzögerung öffnet. Damit wird die Vakuumleitung eva- kuiert und eventuelle Rückströmungen in den Zwischenraum untersagt.

Bei Strom- oder Wasserausfall schließt das Ventil ab; die Anlage wird ausgeschaltet und auf ca. 1 Torr belüftet. Nach Wunsch wird ebenfalls der ganze Pumpstand ausgeschal- tet und auf 1 Torr belüftet, wenn der Druck eine einstell- bare Grenze überschritten hat. Mit dieser Einrichtung kann die Anlage über Tage ohne Aufsicht durchlaufen.

Technische Daten

Maße: UHV-Glocke 80 \varnothing x 100 cm, Vol. ca. 450 l
HV-Glocke 95 \varnothing x 130 cm, Vol. ca. 750 l

TVP-Heizung: 2 x 500 W

Glockenheizung: a) Sternschaltung 3,7 kW, max. Temp. 230°C
b) Dreieckschaltung 11 kW, max. Temp. über 500°C

Mittlere Leistungsaufnahme ohne Heizung: insgesamt 0,9 kW

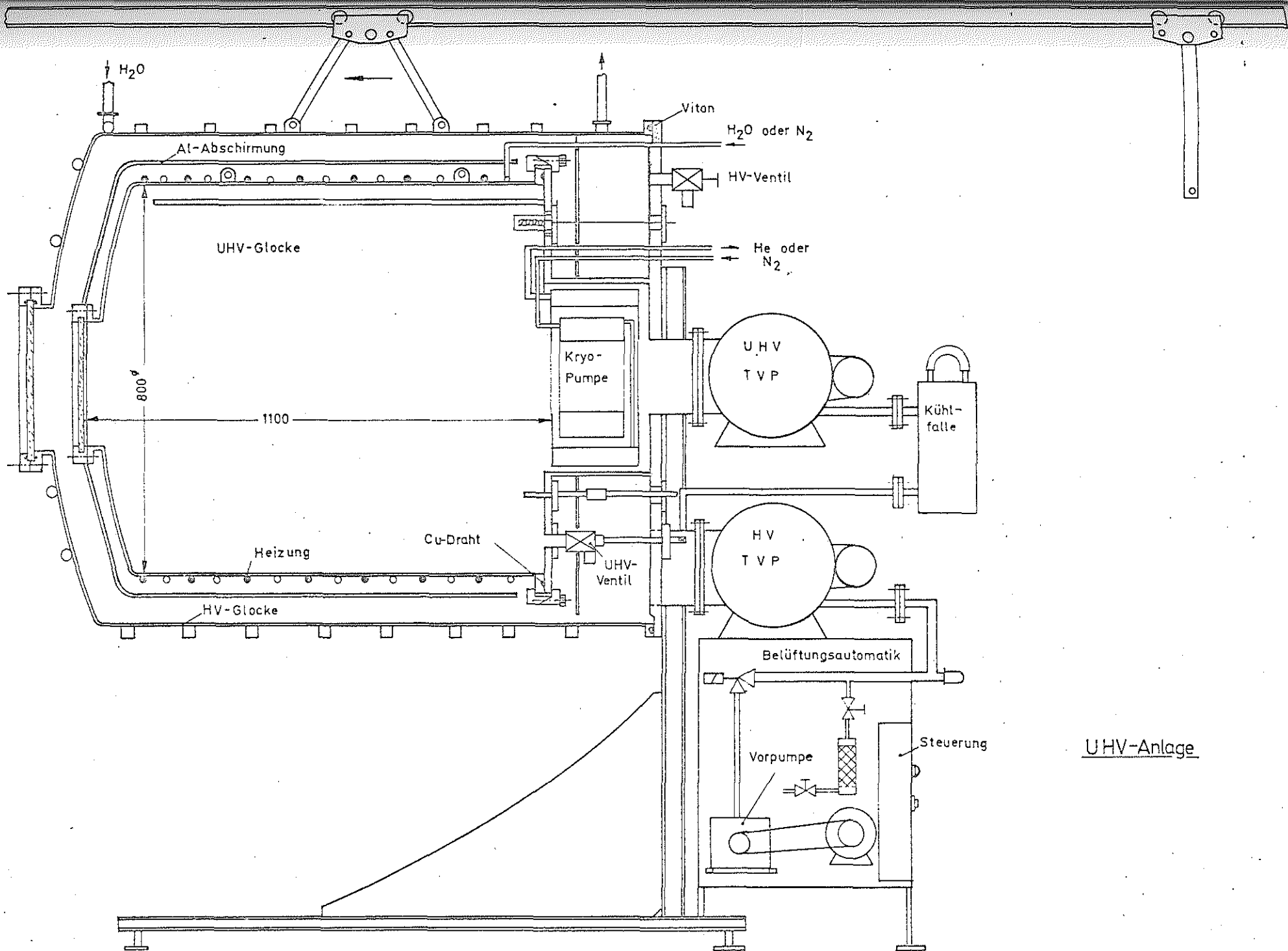
Sauggeschwindigkeit der Pumpen:

| | |
|----------------------------------|------------------------------------|
| Drehschieberpumpe | 25 m ³ /Std. |
| TVP 900 | 260 l/s |
| Kryopumpe mit Stickstoff gekühlt | ca. 12000 l/s für H ₂ O |
| Kryopumpe mit Helium gekühlt | ca. 12000 l/s für H ₂ O |
| | ca. 5000 l/s für N ₂ |

Erreichbares Endvakuum:

| | |
|--|------------------------------------|
| ohne Kryopumpe | $\leq 1.10^{-9}$ Torr |
| Kryopumpe mit flüssigem N ₂ gekühlt | $\leq 1.10^{-10}$ Torr |
| Kryopumpe mit flüssigem He gekühlt | $\leq 2.10^{-11}$ Torr (Meßgrenze) |

| <u>B e n e n n u n g</u> | <u>Lieferant</u> | <u>Preis DM</u> |
|--|------------------|-----------------|
| Glocke, Flansche, Kryopumpe, Gestell | Hpt.-Werkstatt | 32.300,-- |
| Laufschiene, Kühlfalle, kleine Teile | Inst.-Werkstatt | 820,-- |
| Pumpstand, komplett mit Steuerung und Automatik | Pfeiffer/Balzars | 27.850,-- |
| UHV-Fenster und Flansch dazu | Ultek | 3.140,-- |
| HV-Fenster | Schott und Gen. | 100,-- |
| Belüftungsventile | Varian | 2.600,-- |
| Heizstäbe 6 St. | Eichenauer | 150,-- |
| Dichtungen | Freudenberg | 170,-- |
| betriebsfertige Anlage, jedoch ohne Meß- und Aufdampfgeräte: | | 67.130,-- |



UHV-Anlage