

R.A.Haefer

# Kryo- Vakuumtechnik

Grundlagen und Anwendungen

Mit 162 Abbildungen

---

Springer-Verlag  
Berlin Heidelberg New York 1981

# Inhaltsverzeichnis

<u>Häufig gebrauchte Formelzeichen und Maßeinheiten</u> . . . . .	XVI
<u>1 Einführung und Übersicht</u> . . . . .	1
1.1 Beziehungen zwischen Kryotechnik und Vakuumtechnik . . . . .	1
1.2 Kühlsysteme für Kryopumpen . . . . .	2
1.3 Mechanismen des Kryopumpens . . . . .	3
1.4 Typen und Eigenschaften von Kryopumpen . . . . .	4
1.5 Gasströmungen in Behältern mit großflächigen Kryopumpen . . . . .	7
1.6 Einige Anwendungen . . . . .	7
<u>2 Gasströmungen im Vakuum</u> . . . . .	9
2.1 Einteilung in Strömungsbereiche . . . . .	9
2.2 Molekularströmungen im "großen" Behälter mit kleinflächiger Pumpe .	11
2.2.1 Einige vakuumtechnische Begriffe . . . . .	11
2.2.2 Die verschiedenen Anordnungen von Ionisationsvakuummetern . .	15
2.2.3 Saugleistung $Q$ , Saugvermögen $S$ . . . . .	18
2.2.4 Zur Messung von $Q$ und $S$ . . . . .	19
2.2.5 Pumpwahrscheinlichkeit $w_p$ , bestenfalls erreichbarer Enddruck $p_e$ . . . . .	20
2.2.6 Strömungsleitwerte $C$ verschiedener Bauelemente . . . . .	22
2.2.6.1 Strömungsleitwert $C$ und Durchtrittswahrschein- lichkeit $w$ . . . . .	22
2.2.6.2 Durchtrittswahrscheinlichkeit $w$ für verschiedene Bauelemente . . . . .	23
2.2.6.3 Transmission eines Baffles für Wärmestrahlung . . . . .	24
2.2.6.4 Zusammengesetzte Bauelemente . . . . .	27
2.3 Molekularströmungen in Behältern mit großflächigen Kryopumpen . . . . .	31
2.3.1 Berechnung der Teilchenstromdichten $I$ und $E$ , der Teilchen- anzahldichte $n$ und des Saugvermögens $S$ in nicht-isothermen Behältern . . . . .	31
2.3.2 Abgeschirmte Kryopumpe, vom Behälter (Gasquelle) umgeben .	36

2.3.3	Abgeschirmte Kryopumpe, die die Gasquelle umschließt	37
2.3.4	Einfangwahrscheinlichkeit $c$ für abgeschirmte Kryopumpen-Strukturen	38
2.3.5	Rückkehrzahl $Z$	42
2.4	Gasströmungen im Kontinuumbereich	43
2.4.1	Kriterien für die Kontinuumströmung	43
2.4.2	Strömung durch Blenden, Kryopumpe bei hohen Drücken	44
2.4.3	Strömungen in langen Rohren	45
2.4.4	$Q, p$ -Diagramm für den gesamten Vakuumbereich	48
3	<u>Kondensation von einheitlichen Gasen</u>	49
3.1	Kondensationskoeffizient $\alpha_c$ und Verdampfungskoeffizient $\alpha_v$	49
3.2	Meßmethoden	50
3.2.1	Methoden auf der Grundlage des Saugvermögens	50
3.2.2	Gravimetrische Methoden	52
3.2.3	Molekularstrahl-Methode	53
3.3	Dampfdrücke fester Gaskondensate	55
3.4	Kondensationskoeffizienten $\alpha_c$ von Gasen	58
3.4.1	Abhängigkeit von der Übersättigung $p/p_e$ und der Temperatur $T_k$ der Kondensationsfläche	58
3.4.2	Abhängigkeit von der Gastemperatur $T_g$ bei hoher Übersättigung $p/p_e$	58
3.4.3	Abhängigkeit von der Schichtdicke des Kondensats	59
3.4.4	Kondensation an artfremder Unterlage	62
3.5	Zum Mechanismus der Kondensation von Gasen	63
3.6	Struktur und andere physikalische Eigenschaften der Kondensate	66
3.6.1	Kristallitgröße	66
3.6.2	Wachstumsgeschwindigkeit, Aussehen und Dichte	68
3.6.3	Wärmeleitfähigkeit	71
3.6.4	Emissionsgrad $e_k$ für Wärmestrahlung	71
4	<u>Kryosorption an Gaskondensaten</u>	74
4.1	Messung der Adsorptionskennlinien	75
4.1.1	Adsorptionsisostere	75
4.1.2	Adsorptionsisotherme	77
4.1.3	Saugvermögen $S$	78
4.2	Adsorptionsgleichgewichte von Helium, Wasserstoff und Neon an Gaskondensaten	79

4.2.1 Gleichgewichtseinstellung	79
4.2.2 Adsorptionsenthalpie $\Delta H_i$ und Gleichgewichtsdruckkonstante $B_i$	80
4.2.3 Oberflächenbestimmung nach Dubinin-Radushkevich-Kaganer, DRK-Methode	82
4.2.4 Abhängigkeit der Adsorptionseigenschaften von den Kondensationsbedingungen	84
4.3 Dynamisches Verhalten adsorbierender Kondensatschichten	87
4.3.1 Saugvermögen $S$ und Stickingkoeffizient $\alpha$	87
4.3.2 Zur Anwendung adsorbierender Kondensatschichten in der UHV-Technik	90
<u>5 Kryosorption an porösen Festkörpern</u>	92
5.1 Festkörper-Adsorbentien	92
5.2 Adsorptionsisothermen	94
5.3 Weitere Eigenschaften der Adsorptionsmittel	96
5.4 Kryosorptionspumpen für den Bereich Atmosphärendruck bis 0,1 Pa	97
5.5 Kryosorptionspanel für Drücke kleiner als 0,1 Pa	100
5.6 Saugvermögen im Hoch- und Ultrahochvakuum	101
5.7 Dynamische Sorptionskapazität $v_d$	102
<u>6 Kondensation von Gasgemischen, Kryotrapping</u>	104
6.1 Gleichgewichtseigenschaften der Mischkondensate	105
6.1.1 Dampfdruckkurven	105
6.1.2 Bindung des nichtkondensierbaren Gases teils durch Adsorption, teils durch Inkorporation	108
6.1.3 Zum Mechanismus der Mischkondensation	108
6.2 Saugvermögen des Trappingprozesses	110
6.3 Weitere Merkmale des Trappingprozesses	112
<u>7 Kryogetterung an Metallfilmen, 80 K-Titan-Sublimationspumpe</u>	115
7.1 Stickingkoeffizient $\alpha$ , Oberflächenkapazität $\gamma$ , Pumpkapazität $\kappa$	116
7.2 Saugvermögen $S = S(p)$	118
7.3 Enddruck $p_e$ und Startdruck $p_{st}$	120
7.4 Zum Pumpmechanismus	120
7.5 Technologie der 80 K-Titan-Sublimationspumpe	121
7.6 Praktische Ausführung von 80 K-Titan-Sublimationspumpen	123
<u>8 Berechnung von Kryopumpen</u>	124
8.1 Enddruck	124

8.1.1	Bestenfalls erreichbarer Enddruck $p_e$ der Kondensations-Kryopumpe, Problem der schwer kondensierbaren Gase . . . . .	124
8.1.2	Enddruck der Kryosorptionspumpe . . . . .	127
8.1.3	Weitere Beiträge zum Enddruck . . . . .	128
8.2	Thermische Belastung der Kryoflächen . . . . .	128
8.2.1	Wärmestrahlung . . . . .	129
8.2.2	Wärmeleitung im Festkörper . . . . .	129
8.2.3	Kondensationsleistung . . . . .	130
8.2.4	Adsorptionsleistung . . . . .	131
8.2.5	Wärmeleitung im Gas . . . . .	131
8.3	Thermische Belastung und Kältemittelbedarf einer Bad-Kryopumpe . . . . .	132
8.3.1	Bad-Kryopumpe bei $T_k = 4,2\text{K}$ . . . . .	132
8.3.2	Bad-Kryopumpe bei $T_k < 4,2\text{K}$ . . . . .	134
8.4	Das Verhältnis Kälteleistung $\dot{Q}$ /Saugvermögen $S$ für verschiedene Konfigurationen bei niedrigen Drücken ( $p < 10^{-4}\text{Pa}$ ) . . . . .	135
8.5	Kälteleistung für Refrigerator-Kryopumpen . . . . .	137
8.6	Das Saugvermögen $S(p)$ im gesamten Arbeitsbereich der Refrigerator-Kryopumpe . . . . .	140
8.7	Maximale Kondensatdicke $d_{\max}$ . . . . .	142
8.8	Betriebsdauer $t_{\max}$ und Pumpkapazität $\bar{Q}$ . . . . .	143
8.9	Startdruck $p_{st}$ . . . . .	144
9	<u>Praktische Ausführung von Kryopumpen</u> . . . . .	147
9.1	Kryopumpen nach dem Bad-Prinzip . . . . .	147
9.1.1	Kondensations-Bad-Kryopumpen . . . . .	147
9.1.2	Bad-Kryopumpen für extrem niedrige Drücke und lange Standzeiten . . . . .	148
9.1.3	Bad-Kryopumpen mit Molekularsieb-Adsorptionsstufe . . . . .	152
9.1.4	Bad-Kryopumpen mit Argon-Kondensat-Adsorptionsstufe . . . . .	153
9.2	Kryopumpen nach dem Verdampferprinzip . . . . .	154
9.2.1	Kryokondensator mit kontinuierlicher Kühlung zwischen 2,5 und 293K . . . . .	154
9.2.2	Verdampfungs- und Kaltgaskühlung . . . . .	155
9.2.3	Kältemittelbedarf . . . . .	158
9.2.4	Vakuumbedingungen für den Kältemittelkreis . . . . .	159
9.2.5	Verdampfer-Kryopumpen . . . . .	159
9.3	Refrigerator-Kryopumpen . . . . .	161
9.3.1	Gifford-McMahon-Prozeß und -Refrigeratoren . . . . .	162

9.3.2	Kryopumpen mit Gifford-McMahon-Refrigerator . . . . .	164
9.3.3	Stirling-Prozeß und -Refrigeratoren . . . . .	168
9.3.4	Kryopumpen mit Stirling-Philips-Refrigerator . . . . .	171
9.3.5	Brayton-Prozeß und -Refrigeratoren . . . . .	173
9.3.6	Kryopumpen mit Brayton-Refrigerator . . . . .	176
9.3.7	Claude-Prozeß . . . . .	179
9.3.8	Helium-Refrigerator/Verflüssiger nach dem Claude-Prozeß. .	182
9.3.9	Helium-Refrigerator/Verflüssiger mit Ejektorstufe . . . . .	183
9.3.10	Kryopumpen mit Helium-Refrigeratoren bei $T_k = 4,2K$ und darunter . . . . .	184
9.3.10.1	Badkühlung bei $4,2K$ und Kühlung nach dem Ver- dampferprinzip . . . . .	185
9.3.10.2	Badkühlung bei $T < 4,2K$ . . . . .	186
9.3.10.3	Kühlung eines Kryopanel durch einen Heliumstrom unter überkritischem Druck . . . . .	188
9.4	Komponenten von Kälteanlagen . . . . .	190
9.4.1	Expansionskolbenmaschinen . . . . .	190
9.4.2	Expansionssturbinen . . . . .	191
9.4.3	Kompressoren . . . . .	192
9.4.4	Cold Box . . . . .	193
9.5	Meßeinrichtungen für Kryopumpen und Kälteanlagen . . . . .	193
9.5.1	Messung tiefer Temperaturen . . . . .	193
9.5.2	Druckmessung . . . . .	200
9.5.3	Standhöhen-Messung flüssiger Kältemittel . . . . .	200
9.5.4	Messung des Gasdurchsatzes . . . . .	201
9.6	Speicherbehälter für flüssige Kältemittel . . . . .	201
9.6.1	Thermische Isolation . . . . .	201
9.6.2	Vorratsbehälter für flüssigen Stickstoff . . . . .	203
9.6.3	Vorratsbehälter für flüssiges Helium . . . . .	204
9.7	Transfersysteme für Kältemittel . . . . .	204
9.7.1	Transferleitungen, Kupplungen und Dichtungen . . . . .	204
9.7.2	Systeme zum Abfüllen von Kryoflüssigkeiten . . . . .	206
9.7.3	Automatische Nachfüllvorrichtungen . . . . .	207
9.7.4	Helium-Rückgewinnung . . . . .	211
9.8	Abkühlen und Wiederaufwärmen der Kryoflächen . . . . .	211
9.9	Leistungsbedarf von Kälteanlagen . . . . .	214
9.10	Wirtschaftlichkeitsbetrachtungen . . . . .	216

<u>10 Anwendungen der Kryo-Vakuumtechnik</u> . . . . .	218
10.1 Weltraumforschung . . . . .	218
10.1.1 Umgebungsbedingungen des Weltraumes . . . . .	218
10.1.2 Laboratoriumsanlagen für die Weltraumforschung . . . . .	219
10.1.3 Simulation des Kältehinterrgrundes des Weltraumes . . . . .	220
10.1.4 Beispiel einer Thermalwand . . . . .	221
10.1.5 Systeme zur Kühlung der Kaltwand auf 80 bis 100 K durch LN <sub>2</sub> . . . . .	223
10.1.5.1 LN <sub>2</sub> -Verdampfersysteme . . . . .	223
10.1.5.2 Offenes LN <sub>2</sub> -Überdrucksystem . . . . .	224
10.1.5.3 Geschlossenes LN <sub>2</sub> -Überdrucksystem . . . . .	225
10.1.6 Temperiersysteme für Thermalwände mit gasförmigem Stickstoff . . . . .	226
10.1.6.1 Temperiersystem mit LN <sub>2</sub> -Badkühler . . . . .	226
10.1.6.2 Temperiersystem mit LN <sub>2</sub> -Injektionskühler . . . . .	227
10.1.7 Simulation des Vakuums des Weltraumes . . . . .	229
10.2 Teilchenstrahlsysteme . . . . .	236
10.2.1 Forderungen an das Vakuumsystem . . . . .	236
10.2.2 Teilchenbeschleuniger und Speicherringe . . . . .	237
10.2.3 Plasma-Windkanal . . . . .	240
10.2.4 Elektronenmikroskopie und Elektronendiffraktion . . . . .	241
10.2.5 Massenspektrometer . . . . .	243
10.2.6 Atom- und Molekularstrahlen . . . . .	243
10.3 Plasmaphysik und thermonukleare Fusion . . . . .	244
10.3.1 Wand- und Vakuump Probleme der Plasmakammer . . . . .	244
10.3.2 Forderungen an das Vakuumsystem . . . . .	247
10.3.3 Das Vakuumsystem des Joint European Torus (JET) . . . . .	248
10.3.4 Zum Kryopumpen von Deuterium, Tritium und Helium . . . . .	250
10.4 Dünne Schichten und Mikroelektronik . . . . .	251
10.4.1 Methoden der Schichtenfertigung . . . . .	251
10.4.2 Forderungen an die Vakuumsysteme . . . . .	252
10.4.3 Beschichtungsanlagen mit Kryopumpen . . . . .	253
10.4.4 Ergebnisse in der Schichtenfertigung . . . . .	254
10.4.5 Erfahrungen bei Chargenprozessen . . . . .	257
10.4.6 Folgerungen für die Vakuum-Verfahrenstechnik . . . . .	259
10.5 Verschiedene weitere Anwendungen . . . . .	259
10.5.1 Helium II-Kühlsysteme für Infrarot-Teleskope . . . . .	259
10.5.2 Kalibrieren von Vakuummetern und Massenspektrometern nach der dynamischen Expansionsmethode . . . . .	262

10.5.3	Grenzflächenphänomene, Oberflächenanalyse . . . . .	263
10.5.4	Erzeugung extrem tiefer Temperaturen . . . . .	263
10.5.5	Isotopen-Technik . . . . .	264
10.5.6	Chemische Verfahrenstechnik . . . . .	264
10.5.7	Gefriertrocknung . . . . .	264
10.5.8	Tieftemperaturversionen der Turbomolekular- und der Ionenzerstäuberpumpe . . . . .	265
10.5.9	Kryo-Energietechnik . . . . .	265
10.5.10	Vakuum-Metallurgie . . . . .	266
10.5.11	Erzeugung extrem niedriger Drücke . . . . .	266

#### Tabellenanhang

Umrechnung von Einheiten, physikalische Eigenschaften von Kältemitteln, Gas- abgabe verschiedener Materialien im Vakuum, Thermometrie und Wärmeüber- tragung . . . . .	268
------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----

<u>Literaturverzeichnis</u> . . . . .	284
---------------------------------------	-----

<u>Sachverzeichnis</u> . . . . .	307
----------------------------------	-----