

**Grundlagenuntersuchungen zur Entwicklung
eines langzeitstabilen
Kaltkathoden-Ionisationsmanometers
vom inversen Magnetron-Typ**

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

**doctor rerum naturalium
(Dr. rer. nat.),**

**genehmigt durch
die Fakultät für Naturwissenschaften
der Otto-von-Guericke Universität Magdeburg**

von Dipl.-Phys. Stefan Wilfert

**geboren am 19.05.1972
in Halberstadt**

**Gutachter: Prof. i. R. Dr. rer. nat. habil. Chr. Edelmann
Prof. Dr. rer. nat. habil. W. Möller**

**Eingereicht am: 25.09.2006
Verteidigung am: 13.03.2007**

„Vacuum, ein leerer Raum. Bei den Naturkuendigern heißt dieses ein solcher Raum, worin gar nichts koerperliches, nicht einmal Luft, enthalten ist. Dergleichen leeren Raum wird von einigen schlechterdings gelaegnet.“

Gemeinnütziges Lexikon (1788)

Bibliographisches Kurzreferat

Gegenstand der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung, der Aufbau und die Erprobung eines modifizierten Kaltkathoden-Ionisationsmanometers für Druckmessungen im Vakuumbereich, welches insbesondere für den Langzeiteinsatz in stark kohlenwasserstoffhaltigen Restgasatmosphären konzipiert wurde. Da die heutzutage üblichen Kaltkathoden-Messröhren bei längerem Betrieb in Vakuumatmosphären mit hohem Kohlenwasserstoffanteilen nachweislich sehr schnell kontaminieren und infolgedessen keine verlässliche Druckanzeige mehr liefern, wurde versucht, durch eine veränderte Elektrodenkonfiguration und durch die Wahl geeigneter Betriebsparameter die Verschmutzungsanfälligkeit dieser Messgeräte von vornherein geringzuhalten.

Im Ergebnis dieser Entwicklungsarbeiten steht eine neue, patentierte und langzeitstabile Kaltkathoden-Messröhre vom inversen Magnetrontyp, die bei konstanter Messgenauigkeit eine mindestens 3-fach höhere Lebensdauer aufweist als kommerziell erhältliche Kaltkathoden-Messröhren. In der Arbeit werden die einzelnen Entwicklungsschritte zum fertigen Prototypenbau erörtert und Untersuchungsergebnisse zum Betriebsverhalten sowie Studien zum Langzeitmessverhalten des Sensorkopfes präsentiert.

Inhaltsverzeichnis

Bibliographisches Kurzreferat	I
Inhaltsverzeichnis	II
Verzeichnis der verwendeten Symbole	V
1 Einleitung	1
2 Die Kaltkathodenentladung und ihre Ausnutzung als Druckmessverfahren in der Vakuumtechnik	4
2.1 Messprinzip von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern	4
2.2 Kaltkathoden-Ionisationsmanometertypen	5
2.2.1 PENNING- Manometer	5
2.2.2 Spezialkonstruktionen von PENNING- Manometern	8
2.2.3 Inverses Magnetron- Manometer	9
2.2.4 Magnetron- Manometer	10
2.3 Theoretische Grundlagen der Kaltkathodenentladung im transversalen Magnetfeld	12
2.3.1 Zündbedingung und Elementarprozesse	12
2.3.2 Entladungsmechanismen	14
2.4 Störeffekte und Ursachen für Messfehler bei Kaltkathoden-Ionisationsmanometern	16
3 Der Kontaminationseffekt von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern	20
3.1 Die Kontaminationsursachen	20
3.1.1 Kathodenzerstäubung	20
3.1.2 Polymerisation und plasmachemische Reaktionen	23
3.3 Methoden zur Reduktion der Kontaminationsrate	26
3.4 Die Druckdosis D als quantitatives Maß für die effektive Einsatzdauer von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern	31

4	Entwicklung eines kontaminationsarmen Kaltkathoden-Ionisationsmanometers	33
4.1	Grundidee für ein kontaminationsarmes Kaltkathoden-Ionisationsmanometer	33
4.2	Überlegungen zur Röhrengometrie und -dimensionierung	38
4.2.1	Theoretische Betrachtungen zu den Betriebsparametern	38
4.2.2	Dimensionierung des Eingangsblenden– Leitwertes	42
4.2.3	Überlegungen zur Erzeugung des Magnetfeldes	44
4.3	Prinzip der elektrischen Ansteuerung der Messröhre	48
5	Versuchsaufbau und Messapparatur, experimentelle Methodik	50
5.1	Konstruktiver Aufbau der Messröhre	50
5.2	Elektrischer Versuchsaufbau	52
5.3	Vakuumtechnischer Versuchsaufbau	54
5.3.1	Kalibrierpumpstand CS 1001	54
5.3.2	Pumpstand zur Analyse des Langzeitmessverhaltens	56
5.3.3	Gasabgabemessungen	57
5.4	Experimentelle Methodik zur Bestimmung günstiger Messröhrenbetriebsparameter	58
6	Experimentelle Ergebnisse	61
6.1	Untersuchungen der grundlegenden Messeigenschaften der Messröhre im Tiefdruckmodus, Betriebsparameteroptimierung	61
6.2	Untersuchungen der grundlegenden Messeigenschaften der Messröhre im Hochdruckmodus	85
6.3	Zusammenfassung der Untersuchungsergebnisse zum Betriebsverhalten der Messröhre in den beiden verschiedenen Betriebsarten, optimale Betriebsparameter	96
6.4	Modifikationen des Messröhrenaufbaus	99
6.5	Untersuchungen zur Langzeitmessstabilität und zum Kontaminationsverhalten	105
6.5.1	Untersuchungen zum Gasabgabeverhalten der Superisolationsfolien	106
6.5.2	Langzeitmessung	108
6.5.3	Untersuchungen zum Betriebsverhalten der Manometerröhre nach deren Langzeiteinsatz, Rekalibrierungsmessungen	112
6.5.4	Zündverzögerungszeiten	116
6.6	Oberflächenanalytische Untersuchungen der Kontaminationsschichten mittels XPS	119

7	Diskussion	125
7.1	Zusammenfassende Betrachtungen, Auswertung der Messergebnisse	125
7.2	Fehlerbetrachtungen, Genauigkeit der Messergebnisse	128
7.3	Ausblick	130
8	Literaturverzeichnis	132
	Anhang	VIII
	Danksagung	XI
	Verzeichnis der bisherigen Veröffentlichungen	XIII
	Lebenslauf	XVII
	Erklärung	IXX

Verzeichnis der verwendeten Symbole

A	$[\text{m}^2]$	Elektrodenoberfläche, Oberfläche, allg.
A_{mol}	$[\text{m}^2]$	Molekülquerschnittsfläche
B	$[\text{T}]$	Magnetische Flussdichte bzw. Induktion
B_{max}	$[\text{T}]$	Maximale magnetische Flussdichte bzw. Induktion
C, C', C''	$[\text{A}/\text{mbar}^n]$	Vakuummeterkonstante, Empfindlichkeit
C_A	$[\text{A}/\text{mbar}^n]$	Empfindlichkeit, bezogen auf den an der Anode gemessenen Entladungsstrom
C_K	$[\text{A}/\text{mbar}^n]$	Empfindlichkeit, bezogen auf den an der Kathode gemessenen Entladungsstrom
C_{Gas}	$[\text{A}/\text{mbar}^n]$	Gasspezifische Empfindlichkeit
C_{rel}	$[-]$	Relativempfindlichkeit
D	$[\text{mbar}\cdot\text{h}]$	Druckdosis
d_{RK}	$[\text{m}]$	Rollkreisdurchmesser
E	$[\text{V}\cdot\text{m}^{-1}]$	Elektrische Feldstärke
E_K	$[\text{V}\cdot\text{m}^{-1}]$	Elektrische Feldstärke in Kathodennähe
e	$[\text{A}\cdot\text{s}]$	Elementarladung
e/m_e	$[\text{A}\cdot\text{s}\cdot\text{kg}^{-1}]$	Spezifische Ladung des Elektrons
G	$[\text{mbar}\cdot\ell\cdot\text{s}]$	Gasdosis
h	$[\text{J}\cdot\text{s}]$	PLANCKSches Wirkungsquantum
I	$[\text{A}]$	Entladungsstrom
I_+	$[\text{A}]$	Ionenstrom
I_-	$[\text{A}]$	Elektronenstrom
$I_{0\sim}$	$[\text{A}]$	Spitzenstrom
I_A	$[\text{A}]$	Entladungsstrom, an der Anode gemessen
$I_{\sim A}$	$[\text{A}]$	an der Anode gemessener gleichgerichteter Entladungsstrom bei Wechselspannungsbetrieb
I_H	$[\text{A}]$	HALL- Strom
I_K	$[\text{A}]$	Entladungsstrom, an der Kathode gemessen
$I_{\sim K}$	$[\text{A}]$	an der Kathode gemessener gleichgerichteter Entladungsstrom bei Wechselspannungsbetrieb

I_{GA}	$[\text{mbar} \cdot \ell \cdot \text{s}^{-1}]$	Gasabgabestrom
I_{Kr}	$[\text{A}]$	Kriechstrom
I_S	$[\text{A}]$	Spulenstrom
j	$[\text{A} \cdot \text{m}^{-2}]$	Entladungsstromdichte, Ladungsträgerdichte
j_{GA}	$[\text{mbar} \cdot \ell \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}]$	flächenspezifische Gasabgaberate (Gasabgabestromdichte)
j_H	$[\text{A} \cdot \text{m}^{-2}]$	HALL- Stromdichte
k	$[\text{A} \cdot \text{m} \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}]$	Konstante
L	$[\ell \cdot \text{s}^{-1}]$	Molekularer Leitwert
l_A	$[\text{m}]$	Anodenlänge
l_K	$[\text{m}]$	Kathodenlänge
l_S	$[\text{m}]$	Spulenlänge
M_{mol}	$[\text{kg} \cdot \text{kmol}^{-1}]$	Molare Masse (Molmasse)
M_r	$[-]$	Relative Molekülmasse (Molekulargewicht)
m	$[\text{kg}]$	Masse
m_e	$[\text{kg}]$	Elektronenmasse
m_{Mol}	$[\text{kg}]$	Molekülmasse
N	$[-]$	Molekülanzahl
N_L	$[\text{kg}^{-1}]$	LOSCHMIDT'sche Zahl
n	$[-]$	Exponent
P	$[\text{A} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}]$	Polymerisationsstromdichte
p	$[\text{mbar}]$	Druck
p_{Ref}	$[\text{mbar}]$	Druckanzeige des Referenzmanometers
p_{Kalt}	$[\text{mbar}]$	Druckanzeige des Kaltkathoden- Ionisationsmanometers
p_{part}	$[\text{mbar}]$	Partialdruck
q_L	$[\text{mbar} \cdot \ell \cdot \text{s}^{-1}]$	Leckrate
R_B	$[\Omega]$	Ballastwiderstand
R_i	$[\Omega]$	Innenwiderstand
R_V	$[\Omega]$	Vorwiderstand
r_A	$[\text{m}]$	Anodenradius
r_K	$[\text{m}]$	Kathodenradius
r_S	$[\text{m}]$	Spulenradius
S	$[\ell \cdot \text{s}^{-1}]$	Saugvermögen
s_{Ion}	$[-]$	Haftwahrscheinlichkeit eines Ions, Haftkoeffizient
T	$[\text{K}]$	Temperatur
t	$[\text{s}]$	Zeit
t_A	$[\text{s}]$	Entladungsaufbauzeit
t_B	$[\text{h}]$	Betriebszeit
t_s	$[\text{s}]$	Statistische Zündverzögerung
t_Z	$[\text{s}]$	Totale Zündverzögerungszeit
U	$[\text{V}]$	Entladungsspannung
U_-	$[\text{V}]$	Gleichgerichtete Entladungsspannung

$U_{0\sim}$	[V]	Spitzenwert einer Wechselspannung (Amplitude)
U_{eff}	[V]	Effektivwert einer Wechselspannung
U_A	[V]	Anodenspannung
U_K	[V]	Kathodenspannung
$U_{\text{Lö}}$	[V]	Löschspannung
U_{SS}	[V]	Spitzen – Spitzen – Spannung
U_Z	[V]	Zündspannung
w	[-]	Spulenwicklungsanzahl
V	[ℓ]	Volumen
V_M	[ℓ]	Messröhrenvolumen
α	[cm ⁻¹]	Erster TOWNSEND- Koeffizient
β	[cm ⁻¹]	Zweiter TOWNSEND- Koeffizient
γ	[-]	Dritter TOWNSEND- Koeffizient, Sekundärelektronenausbeutefaktor
γ_P	[g·A ⁻¹ ·s ⁻¹]	Polymerisationsausbeutefaktor
δ	[-]	Feldfaktor
Θ	[-]	Bedeckungsdichte
μ_{rel}	[-]	relative magnetische Permeabilität
ν	[Hz, s ⁻¹]	Frequenz
ν_A	[s ⁻¹ ·m ⁻²]	Flächenspezifische Wandstoßrate
σ	[m ²]	Polymerisationsquerschnitt für Elektronen- oder Ionenstoß
τ	[s]	Verweildauer
φ_i	[V]	Ionisierungspotenzial
ω_Z	[Hz, s ⁻¹]	Zyklotronfrequenz des Elektrons

Kapitel 1

Einleitung

Ionisationsvakuummeter sind seit Jahrzehnten praktisch die einzigen Messgeräte, die aufgrund ihres weiten Messbereiches für die Druckmessung vom Fein-, über den Hoch- und Ultrahochvakuumbereich, bis hin in den Extremhochvakuumbereich eingesetzt werden können. Im Ultra- und Extremhochvakuumbereich sind sie konkurrenzlos. Bei diesen Messgeräten erfolgt die Druckmessung, indem ein Teil des im Messkopf befindlichen Gases durch Elektronenstoß ionisiert wird, wobei der erzeugte Ionenstrom ein Maß für die Teilchendichte im Messkopf ist. Die zur Ionisierung erforderlichen Elektronen werden entweder durch eine Glühkathode (Glühkathoden-Ionisationsmanometer) oder in einer selbständigen Gasentladung zwischen kalten Elektroden (Kaltkathoden-Entladung) erzeugt. Da die selbständige Gasentladung zwischen kalten Elektroden bei Drücken um 10^{-3} mbar erlöscht, wurde durch F. M. PENNING [1.1] durch Verwendung eines Magnetfeldes, das die Elektronenbahnen in der selbständigen elektrischen Gasentladung wesentlich verlängert und damit die Ionenausbeute erhöht, der Messbereich der Kaltkathoden-Ionisationsmanometer zu Drücken im Hochvakuumbereich ausgedehnt.

Diese als PENNING-Manometer bezeichneten magnetfeldgestützten Kaltkathoden-Ionisationsmanometer zeichnen sich neben ihrem weiten Messbereich nicht nur durch ihren relativ einfachen Aufbau aus, sondern sie sind außerdem mechanisch sehr robust, unempfindlich gegen Lufteinbrüche und Erschütterungen und relativ kostengünstig. Sie zählen daher heutzutage zu den am häufigsten eingesetzten Totaldruckmessgeräten in industriellen Produktionsanlagen der Beschichtungstechnik, in Kernforschungsanlagen, in Raumsimulatoren oder auch in Beschleuniger- und Speicherringen.

Neben den zahlreichen Vorteilen, die der Gebrauch von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern auch mit sich bringt, weisen diese Messgeräte dennoch einen entscheidenden Nachteil auf, der ihre Einsatzfähigkeit – im Vergleich zu Glühkathoden-Ionisationsmanometern – zumindest zeitlich stark einschränkt. Mit

zunehmender Betriebszeit und zunehmendem Gasdruck nimmt ihre Messgenauigkeit infolge von Kontaminationserscheinungen an Elektroden und Isolierstrecken stetig ab. Dadurch beobachtet man bei diesen Messgeräten eine stetige Abnahme ihrer Messgenauigkeit. Mitunter ist sogar der frühzeitige Ausfall des Messgerätes möglich. Durch diesen Kontaminationseffekt ist die Lebensdauer dieser Messgeräte, darunter soll die Zeit verstanden werden, während der das Messgerät eine einigermaßen zuverlässige Druckanzeige liefert, erheblich eingeschränkt. Üblicherweise sind daher heute nahezu alle kommerziellen Kaltkathoden-Messsysteme so aufgebaut, dass sie leicht demontiert und gereinigt oder durch neue ersetzt werden können. Dadurch werden die Kontaminationsschichten im Röhreninneren beseitigt, und der anfängliche Betriebszustand und damit die messtechnischen Eigenschaften der Messröhre werden selbst nach längerem Gebrauch wieder vollständig hergestellt. Um jedoch die gleichbleibenden Messcharakteristiken der Vakuummeter dauerhaft garantieren zu können, sind eine regelmäßige Kalibrierung der Messköpfe und gegebenenfalls deren Reinigung notwendig, was nicht nur stets mit einem erhöhten Wartungs- und Kostenaufwand verbunden ist, sondern auch gerade dann ernsthafte Probleme bereitet, wenn diese Messgeräte in solchen Anlagen, die nur selten oder so gut wie nie belüftet werden dürfen, eingesetzt werden sollen.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit diesen Kontaminationserscheinungen bei Kaltkathoden-Ionisationsmanometern mit dem Ziel, die Lebensdauer dieser Messgeräte zu verlängern. Sie entstand aus der Zusammenarbeit mit der Vakuumgruppe des europäischen Kernforschungszentrums CERN, die vakuumtechnische Probleme bei der Entwicklung eines neuen Speicherrings für den Large Hadron Collider (LHC) zu bearbeiten hat. Bei dieser Beschleunigermaschine ist geplant, zur Drucküberwachung im Isolationsvakuumsystem Kaltkathoden-Messröhren einzusetzen [1.2, 1.3]. Dieses Kryostaten-Vakuumsystem ist nötig, um die bei tiefen Temperaturen betriebenen supraleitenden Strahlführungsmagnete von der äußeren Umgebung thermisch zu isolieren. Um die Wärmeleitung durch das Restgas im Kryostaten zu unterbinden, muss der Druck in den Isolationsvakuumkammern der LHC-Magnete im Bereich von etwa 10^{-7} ... 10^{-6} mbar liegen und ständig überwacht bzw. kontrolliert werden. Derartige Vakuumsysteme können nur im Fall dringend anstehender Wartungsarbeiten belüftet werden, da man die Magnete nicht permanent einem thermischen Belastungszyklus aussetzen möchte [1.4]. So kann es vorkommen, dass die Isolationsvakuumkammern manchmal jahrelang kontinuierlich evakuiert bleiben, ohne einmal belüftet zu werden. Da in dieser Zeit jedoch kein Druckmessgerät ausgewechselt werden kann, können nur Vakuummeter eingesetzt werden, die über die gesamte Messzeit hinweg zuverlässige und genaue Druckmessdaten liefern, also eine hinreichend lange Lebensdauer aufweisen. Hier zeigt sich die enorme Bedeutung der richtigen Auswahl der einzusetzenden Messröhren bei dem Aufbau des Beschleunigerrings. Um mit einem vertretbaren Aufwand an Gerätetechnik den etwa 10 Druckdekaden umfassenden Vakuumbereich des Isolationsvakuums entlang des gesamten Beschleunigerrings messtechnisch erfassen zu können, ist geplant, neben Wärmeleitungsmanometern (die hauptsächlich den Abpumpvorgang überwachen) vorrangig Kaltkathodenionisationsmanometer und Weitbereichsvakuummeter (das sind Messgerätekombi-

nation aus Wärmeleitungsmanometer und Kaltkathoden- Ionisationsvakuummeter) zur Druckkontrolle des Isolationsvakuums zu benutzen.

Der Wärmeeintrag in das kryogene System der supraleitenden Magnete infolge Wärmestrahlung durch das Restgas wird durch zahlreiche Lagen verspiegelter Folien (Mylar), die meist durch eine Netzstruktur voneinander getrennt sind, minimiert. Diese sog. Superisolation befindet sich auf der äußeren Oberfläche der tiefgekühlten Magnete. Diese in der Größenordnung von einigen μm dicken Folien und die zumeist dazwischenliegenden Netzstrukturen (sog. Spacer) bestehen aus organischem Material (Kapton oder Polyester) und weisen selbst unter kryogenen Vakuumbedingungen noch nach 100h Pumpdauer relativ hohe Gasabgabestromdichten auf (größenordnungsmäßig $10^{-8} \dots 10^{-11} \text{ mbar} \cdot \ell/\text{s} \cdot \text{cm}^2$). Diese Folien besitzen beachtliche Ausmaße (einige hundert Quadratmeter pro Meter Magnetlänge) und können nicht durch Ausheizen konditioniert werden. Die Analyse der Restgaszusammensetzung im Isolationsvakuum des LHC zeigt einen beträchtlichen Anteil an Kohlenwasserstoffen (vorwiegend C_3H_5^+ , C_3H_7^+ , CH_3CO^+) im Restgasspektrum, der nachweislich eine Folge der Ausgasung der Superisulationsfolien ist [1.5 – 1.7]. Diese Tatsachen wirken sich nicht nur nachteilig auf die Qualität des Isolationsvakuums aus, sondern sie bereiten auch größte Probleme bei der langfristigen, zuverlässigen Druckmessung mit Kaltkathoden- Ionisationsmanometern, da diese in einer Restgasatmosphäre mit einem hohen Kohlenwasserstoffanteil sehr schnell kontaminieren [1.5, 1.8].

Mit dem Ziel, die Lebensdauer von kommerziellen Kaltkathoden- Ionisationsmanometern für den Dauereinsatz im Isolationsvakuumssystem des LHC zu bestimmen, wurden im Vorfeld zur vorliegenden Arbeit umfangreiche experimentelle Untersuchungen zur Langzeit-Messstabilität derartiger Kaltkathodenmessköpfe durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Studien, die vom Autor der vorliegenden Arbeit veröffentlicht wurden [1.9-1.11], und die eingehende Analyse des in den Messköpfen ablaufenden Kontaminationsprozesses führten im Rahmen der vorliegenden Arbeit zur Entwicklung eines neuen, *kontaminationsarmen* Kaltkathoden- Ionisationsmanometers. Obwohl sich der Kontaminationseffekt aus physikalischen Gründen grundsätzlich nicht völlig vermeiden lässt, sollte in der vorliegenden Arbeit jedoch versucht werden, durch eine spezielle konstruktive Gestaltung der Messkammergeometrie und durch optimierte Betriebsparameter die Kontaminationsrate dieses Messgerätes so zu reduzieren, dass im Vergleich zu bisher üblichen Kaltkathoden-Vakuummetern eine wesentlich höhere Lebensdauer erreicht wird.

Kapitel 2

Die Kalkathodenentladung und ihre Ausnutzung als Druckmessverfahren in der Vakuumtechnik

2.1 Messprinzip von Kalkathoden-Ionisationsmanometern

Das Messprinzip von Kalkathoden-Ionisationsmanometern geht auf Arbeiten von PENNING [2.1 – 2.4] zurück und besteht darin, dass zwischen zwei Metallelektroden - der Anode und der Kathode - durch Anlegen einer hinreichend hohen Gleichspannung eine magnetisch gestützte, selbständige Gasentladung gezündet wird. Dabei werden aus der kalten Kathode durch Ionenbeschuss und Photonenbeschuss Elektronen emittiert, die aus dem elektrischen Feld hohe Energien aufnehmen und durch unelastische Zusammenstöße mit Gasteilchen das Gas ionisieren. (Die Photonen entstehen infolge Anregung von Gasteilchen durch Elektronenstoß zur Emission von optischer Strahlung.) Während die Ionen zur Kathode beschleunigt werden und beim Aufprall auf diese neue Sekundärelektronen auslösen, können die bei der Stoßionisation im Volumen entstandene Elektronen ihrerseits wieder durch Zusammenstoß mit Gasteilchen Ionen erzeugen. Der durch diesen Lawinenprozess entstehende Gasentladungsstrom ist druckabhängig und dient als Messgröße:

$$I = I_+ + I = f(p) \quad (2.1)$$

(I Gasentladungsstrom, I_+ Ionenstrom zur Kathode, I Elektronenstrom zur Anode, p Druck). Abbildung 2.1 verdeutlicht schematisch die Prozesse in einem Kalkathoden-Ionisationsvakuummeter. Trifft man keine zusätzlichen Maßnahmen, dann verlischt jedoch die Entladung bereits bei etwa $10^{-2} \dots 10^{-1}$ mbar, da infolge der geringen Teilchenzahldichte die Ladungsträgerkonzentration zu gering wird,

um eine Gasentladung aufrecht erhalten zu können. Zur Erweiterung des Messbereiches zu tieferen Drücken hin ordnet man daher im Entladungsraum ein homogenes oder in selteneren Fällen ein inhomogenes Magnetfeld B (Feld eines Permanentmagneten oder einer stromdurchflossenen Spule) hinreichender Feldstärke so an, dass die Feldlinien des magnetischen Feldes denen des elektrischen Feldes so überlagert werden, dass die Wege der bei der Gasentladung gebildeten freien Elektronen von der Kathode zur Anode beachtlich verlängert werden. Unter Wirkung derartiger Feldkombinationen beschreiben die Elektronen komplizierte Schrauben- bzw. Spiralbahnen beachtlicher Länge, was zu einer weitaus höheren Ionenausbeute führt. Damit wird erreicht, dass die Gasentladung auch bis zu sehr niedrigen Drücken brennen kann (sog. PENNING-Entladung), wodurch der Entladungsstrom I über einen sehr weiten Vakuumbereich als Maß für den Druck herangezogen werden kann.

Infolge der gasspezifischen Ionisierungsquerschnitte, der gasspezifischen Sekundärelektronenausbeute und der von der Oberflächenbelegung (Austrittsarbeit) abhängigen Photoemission der Kathoden ist der Entladungsstrom in komplizierter Weise von der Gasart abhängig¹.

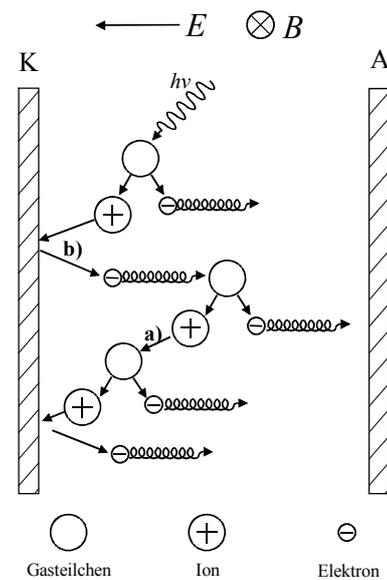


Abbildung 2.1: Elementarprozesse in einem Kaltkathoden-Ionisationsmanometer, schematisch. A – Anode, K – Kathode, B – Magnetfeld, E – elektrisches Feld, $h\nu$ – Strahlungsquant. a) Stoßionisation im Volumen, b) Elektronenemission durch Ionenbeschuss.

2.2 Kaltkathoden-Ionisationsmanometertypen

2.2.1 PENNING- Manometer

Bei den von PENNING [2.1 – 2.4] vorgeschlagenen Elektrodengeometrien (vgl. Abbildung 2.2) wurde in der in Abbildung 2.2a dargestellten Anordnung ein axiales Magnetfeld mit einer magnetischen Induktion von ca. 30 mT und eine Betriebsspannung von max. 2kV benutzt. Der Messbereich reichte ungefähr von 10^{-5} bis 10^{-3} mbar.

¹ Andere Vorschläge für eine Druckmessung mittels Kaltkathodenentladung, wie z.B. die Messung von B , bei der die Entladung in einer vorgegebenen Entladungskammergeometrie bei gegebenen U_A zündet, die Messung der Zündspannung U_Z bei gegebenen B oder die Messung der Entladungsspannung U bei konstantem U_A und B stammen u.a. von HAEFER [2.5], haben sich jedoch in der Praxis nie durchgesetzt.

Bei der in Abbildung 2.2b gezeigten Anordnung reduzierte der Anodenzylinder die durch Herausdiffundieren aus dem Entladungsraum verursachten Ladungsträgerverluste, so dass die untere Druckmessgrenze bis zu 10^{-7} mbar verschoben werden konnte. Umfangreiche experimentelle Untersuchungen hierzu wurden von [2.7-2.12] durchgeführt. Bei der Ausführung nach Abbildung 2.2c liegen weniger Erfahrungen vor.

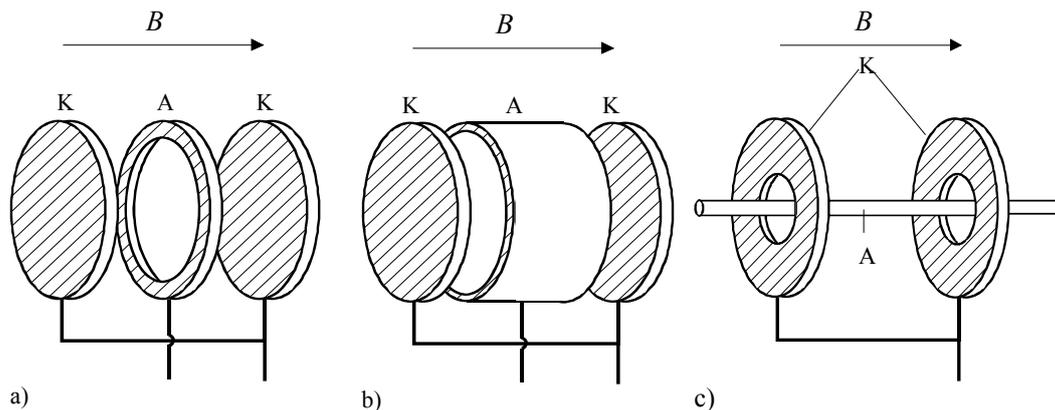


Abbildung 2.2 Ausführungsformen der klassischen PENNING- Manometer. Nach [2.6].

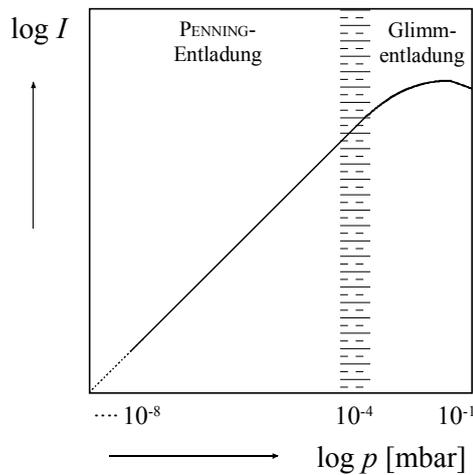
- K – Kathode, A – Anode, B magnetische Flussdichte
 a) Elektrodenkonfiguration mit ringförmiger Anode
 b) Elektrodenkonfiguration zylinderförmiger Anode
 c) Elektrodenkonfiguration mit Stabanode

Bei allen drei Konstruktionen lässt sich der Zusammenhang zwischen dem Entladungsstrom I und dem Druck p in gewissen Grenzen des Messbereiches näherungsweise durch:

$$I = Cp^n \quad (2.2)$$

beschreiben, wobei n für einen von den Betriebsparametern abhängigen Exponenten und C für eine gasspezifische Manometerkonstante steht.

Entsprechend Gl (2.2) zeigt sich in der doppeltlogarithmischen Darstellung der I - p - Kennlinie (vgl. Abbildung 2.3) bei tiefen Drücken eine Gerade, aus deren Neigung man n ermitteln kann. Der Exponent n liegt bei den meisten Elektrodenkonfigurationen bei $n \approx 1$. Untersuchungen von MOESTA [2.13] zeigten zudem, dass der Exponent n als Produkt aus zwei Faktoren ausgedrückt werden kann: $n = \delta \cdot \gamma$. Darin beschreibt δ die Eigenschaften der angelegten Felder und γ charakterisiert den Sekundärelektronenausbeutefaktor des Kathodenmaterials bei Ionenstoß (siehe Abschnitt 2.3.1). MOESTA konnte mithilfe verschiedener Messungen nachweisen, dass γ erwartungsgemäß materialabhängig ist und δ empfindlich von den vorherrschenden Feldverhältnissen beeinflusst wird. Die Konstante C in Gleichung (2.2) ist ein Maß für die Empfindlichkeit der Messröhre. Sie ist gasartabhängig und liegt interessanterweise bei nahezu allen bekannten Kaltkathoden- Ionisationsmanometerkonstruktionen je nach Gasart im Bereich zwischen $1 \dots 5 \text{ A/mbar}^n$.

**Abbildung 2.3:**

Prinzipieller Verlauf einer Entladungsstrom-Druck-Kennlinie eines PENNING- Vakuummeters. Der gestrichelte Bereich markiert den Übergangsbereich zwischen den beiden Entladungstypen bei etwa 10^{-4} mbar.

Die bei höheren Drücken im Kennlinienverlauf zu beobachtenden Abweichungen von dieser Gerade werden durch zwei Effekte verursacht: Zum einem wächst mit steigendem Druck der Spannungsabfall über dem meist in der Anodenzuleitung angeordneten Ballastwiderstand, so dass die zwischen Kathode und Anode tatsächlich anliegende Spannung kontinuierlich sinkt. Zum anderen geht die selbstständige PENNING-Entladung (gekennzeichnet durch einen negativen Ringstrom) oberhalb von 10^{-4} mbar in eine Glimmentladung (charakterisiert durch ein quasi-neutrales Plasma) über (vgl. Kapitel 2.3.2). Im Bereich oberhalb von etwa 10^{-1} mbar geht dann die Glimmentladung allmählich in eine Bogenentladung mit sehr hohen Stromdichten über, so dass – trifft man keine geeigneten Maßnahmen zur Strombegrenzung – die Entladungselektroden u. U. zerstört werden könnten. Aus diesem Grund liegt die obere Messgrenze von Kaltkathoden- Ionisationsmanometern üblicherweise bei 10^{-2} mbar. Die untere Messgrenze wird bei allen Kaltkathoden-Manometern durch das Verlöschen der selbstständigen Entladung verursacht. Da mit sinkendem Druck der auf die Anode treffende Elektronenstrom immer kleiner wird, nimmt mit sinkendem Druck auch die an der Anode durch Elektronenstoß erzeugte Bremsstrahlung ab, so dass der von Glühkathoden- Ionisationsmanometern her bekannte „Röntgeneffekt“ [2.14] keinen entscheidenden Einfluss auf die untere Druckmessgrenze hat.

Neben der klassischen Betriebsart der PENNING- Manometer, bei der die Anode auf eine positive Hochspannung gelegt wird, ist auch die invertierte Ansteuerung möglich. Bei den sog. „geerdeten“ PENNING- Röhren [2.15] werden die Funktionen der Elektroden vertauscht, so dass beispielsweise die Zylinderelektrode bei der Messröhre nach Abbildung 2.2b eine negative Hochspannung erhält und daher als Kathode arbeitet. Dementsprechend fungieren bei dieser Schaltungsart die ursprünglichen Kathodenendplatten als Anoden. Die unterschiedlichen Ansteuerungen bedingen unterschiedliche Entladungsmoden und führen damit bei sonst gleichen Betriebsspannungen zu verschiedenen Entladungsverhalten und Kennlinien.

2.2.2 Spezialkonstruktionen von PENNING- Manometern

Aus der Literatur wurden zahlreiche Modifikationen von PENNING- Manometern bekannt. CONN, DAGLISH und HOGG [2.16] erweiterten die von PENNING vorgeschlagene Elektrodengeometrie mit ringförmiger Anode durch eine fokussierende Zusatzelektrode, welche die PENNING- Entladung im unteren Druckbereich stabilisieren und im Bereich um 10^{-4} mbar den sprunghaften Modenwechsel zwischen PENNING- und Glimmentladung vermeiden sollte. Diese Maßnahme erwies sich als erfolglos und erlangte bis heute keine praktische Bedeutung.

Ein anderer Vorschlag zur Vermeidung von Entladungsinstabilitäten der klassischen PENNING- Manometer stammt von ISHIKAWA [2.17], dessen sog. seriell angeordnetes PENNING- Manometer aus zwei gleich großen, seriell angeordneten PENNING- Messzellen mit Zylinderanoden, die durch eine gemeinsame ringförmige Kathode getrennt sind, besteht. Bei dieser Konstruktion stabilisieren sich die in beiden Kammerhälften brennenden Entladungen gegenseitig, so dass sich mit dieser Elektrodenanordnung Drücke bis unter 10^{-9} mbar stabil messtechnisch erfassen ließen.

Um den Zündvorgang bei tieferen Drücken zu beschleunigen, schlugen YOUNG und HESSON [2.18, 2.19] bei der klassischen PENNING- Geometrie die Einführung einer kleinen Glühwendel vor, die hinter einer kreisförmigen Öffnung in einer der beiden Kathodenplatten außerhalb der Entladungskammer angeordnet war und durch direkten Stromdurchgang geheizt werden konnte. Die von der Glühwendel emittierten Elektronen gelangen durch die Öffnung aufgrund des Anodenpotenzials in den Entladungsraum, wodurch der sofortige Zündvorgang ausgelöst wird. In Verbindung mit einem Elektronen- Multiplier konnte man Drücke bis in den UHV- Bereich messen. Die Entladungsstrom-Druck-Kennlinie dieses „triggerbaren“ PENNING- Manometers zeigte den für diese Manometerart typischen nichtlinearen Verlauf, der Entladungsstrom gehorchte einem Exponentialgesetz der Form $I \sim p^{1,2}$. Die Empfindlichkeit C variierte druckabhängig, sie betrug bei 10^{-7} mbar $6,3 \text{ A/mbar}$. Weitere Untersuchungen an diesem Röhrentyp wurden von BRYANT und GOSSELIN [2.20] sowie von LANGE *et al.* [2.21] durchgeführt.

Zahlreiche weitere Arbeiten über Nachbauten der klassischen PENNING- Manometer sowie über modifizierte Konstruktionen wurden in der Literatur veröffentlicht [2.22 – 2.26]. Die meisten davon haben jedoch bis heute keine praktische Anwendung gefunden und sollen daher hier nicht näher beschrieben werden.

Mit dem Ziel, die Druckmessung mit Kaltkathoden- Ionisationsmanometern bis in den unteren Grenzbereich des UHV und teilweise bis in den XHV- Bereich auszudehnen, wurde in verschiedenen theoretischen und experimentellen Arbeiten [2.4, 2.27 – 2.30] gezeigt, dass sich die selbständige PENNING- Gasentladung bis zu kleinsten Drücken aufrechterhalten lässt, wenn bei günstiger Elektrodengeometrie die magnetische und die elektrische Feldstärke hinreichend hoch gewählt werden. Von den verschiedenen Kaltkathodenmanometer- Konstruktionen [2.31 – 2.57], die diesbezüglich entwickelt worden sind und deren untere

Druckmessgrenze teilweise im oberen XHV- Gebiet lagen, haben sich auf dem kommerziellen Sektor lediglich das *inverse Magnetron-* und das *Magnetron- Manometer* durchgesetzt. Beide Konstruktionen werden im Folgenden näher beschrieben.

2.2.3 Inverses Magnetron- Manometer

Dieses von HOBSON und REDHEAD [2.30] beschriebene Kaltkathoden- Ionisationsmanometer besteht aus einer stabförmigen, axialen Anode, einer trommelförmigen Kathode mit zwei größeren axialen Bohrungen und zwei trichterförmigen Hilfskathoden, die in die Kathodenbohrungen mit ihren Trichtern hineinragen. Es wird mit einer Entladungsspannung von etwa 6 kV und einem homogenen, axialen Magnetfeld mit einer Flussdichte von $B \approx 0,2$ T betrieben. Abbildung 2.4 zeigt die Elektrodengeometrie und die elektrische Prinzipmessschaltung, Abbildung 2.5 eine kommerzielle Ausführung dieses Röhrentyps.

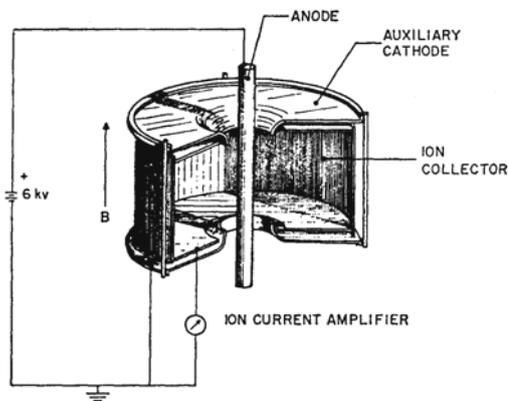


Abbildung 2.4: Inverses Magnetronmanometer nach REDHEAD und HOBSON [2.30]

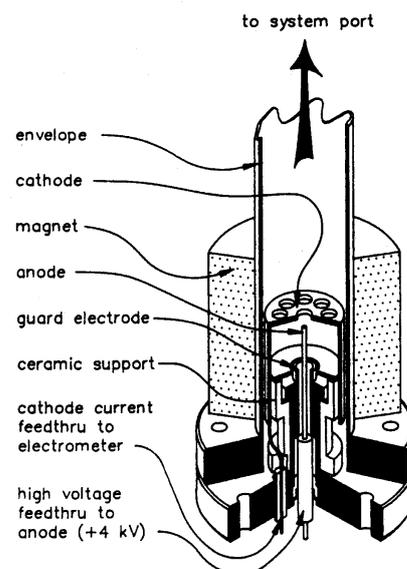


Abbildung 2.5: Schnitt durch das industriell gefertigte inverse Magnetron- Manometer vom Typ 421 der Fa. MKS Instruments, Inc. [2.31]

Die direkt geerdeten Hilfskathoden verhindern, dass an den Kanten der Kathoden druckunabhängige Feldelektronenströme entstehen, die sich dem druckabhängigen Entladungsstrom überlagern. Bei den genannten Betriebsparametern gehorchte der Entladungsstrom – ähnlich wie bei PENNING- Manometern – über einen weiten Druckbereich der Beziehung

$$I = C' p^n . \quad (2.3)$$

Der Wert des Exponenten n in Gleichung (2.3) schwankt je nach Elektrodenabmessungen, Magnetfeldstärken, Betriebsspannungen und Gasart zwischen 1,1 und 1,4. Die Empfindlichkeit C' ist ebenfalls von den Betriebsparametern und der magnetischen Feldstärke abhängig und gasspezifisch. Bei der von HOBSON und REDHEAD [2.30] vorgeschlagenen Konstruktion lag die Empfindlichkeit für Stickstoff bei $C' \approx 0,75 \text{ A/mbar}^n$. Der Messbereich des inversen Magnetrons erstreckt sich vom oberen XHV- Bereich ($4 \cdot 10^{-13} \text{ mbar}$) bis in den Feinvakuumbereich (10^{-3} mbar). Vereinfachte Konstruktionen des inversen Magnetron-Manometers ohne Hilfskathoden wurden von [2.32 – 2.38] vorgeschlagen und erfolgreich getestet. LETHBRIDGE und ASL [2.39] und später auch DRUBETSKY und TAYLOR [2.40] konstruierten jeweils „streuungsfeldarme“ inverse Magnetron-Manometer mit veränderten Magnetfeldkonfigurationen. BEEK und BRISBANE [2.41] führten Untersuchungen an einem inversen Mehrzellen- Magnetron durch, welches eine erhöhte Empfindlichkeit aufwies. Trotz dieser zahlreicher Verbesserungsvorschläge blieb jedoch die ursprüngliche Grundstruktur des HOBSON- REDHEAD- Kalkathoden- Ionisationsmanometers aufgrund seines einfachen Aufbaus und seines großen Messbereiches bis heute in modernen Kalkathoden-Messröhren fast unverändert erhalten. Lediglich auf die Hilfselektroden zur Vermeidung von Feldmissionsströme verzichtet man meist in neueren Konstruktionen (vgl. Abbildung 2.5).

2.2.4 Magnetron- Manometer

Bei diesem ebenfalls von REDHEAD [2.42] entwickelten Kalkathoden-Vakuummeter (vgl. Abbildung 2.6) hat die Kathode die Form eines Spulenkörpers, während die Anode ein perforierter Blechzylinder ist, der den Mittelteil der Kathode konzentrisch umgibt. Ringförmige Hilfskathoden verhindern auch hier, dass sich druckunabhängige Feldemissionsströme dem Entladungsstrom, der ähnlich wie in Abbildung 2.8 gemessen wird, überlagern. Mit $U_A = 6 \text{ kV}$ und $B = 0,1 \text{ T}$ konnte in einem Druckbereich zwischen $4 \cdot 10^{-13} \dots 10^{-3} \text{ mbar}$ gemessen werden, wobei im Unterschied zum inversen Magnetron- Manometer der Entladungsstrom oberhalb von 10^{-9} mbar durch die Beziehung

$$I = C p, \quad (2.4)$$

und unterhalb von $5 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$ durch den Zusammenhang

$$I = C'' p^n \quad (2.5)$$

beschrieben wird (C ist wieder eine „Empfindlichkeit“, für Stickstoff ist $C_{N_2} \approx 7 \text{ A/mbar}$ bei den o.g. Betriebsparametern, C'' ist ein Proportionalitätsfaktor mit der Maßeinheit A/mbar^n , der Exponent hat einen Wert von $n \approx 1,7$ bei [2.42] und

1,43 bei [2.43]). Der Knick der $I(p)$ -Kennlinien bei 10^{-10} mbar lässt sich schwer kalibrieren und wurde auch an ähnlichen Magnetron- Konstruktionen [2.43 – 2.52] bei unterschiedlichen Anodenspannungen und Magnetfeldstärken bestätigt. Die Ursachen für den in der Literatur auch oft als „Magnetron- Knick“ bezeichneten Kennlinienverlauf im unteren Druckbereich sind jedoch bis heute noch nicht abschließend geklärt. NICHIPOROVICH und KHANIA [2.44 – 2.46] konnten allerdings an einer ihrer Konstruktionen nachweisen, dass sich durch die Erhöhung der magnetischen Feldstärke auf Werte $B > 0,112$ T und Absenkung der Anodenspannung auf 4,5...5,5kV auch bei diesen Manometertypen ein durchgehender Kennlinienverlauf mit einheitlicher Steigung von $n = 1$ erreichen lässt.

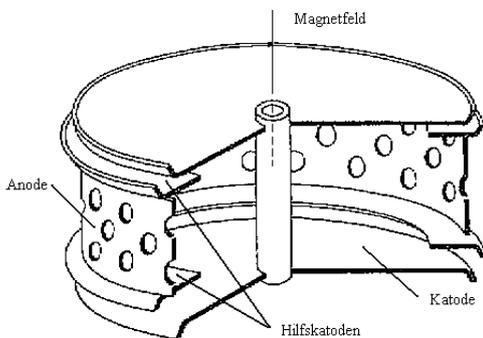


Abbildung 2.6:
Magnetron- Manometer nach REDHEAD [2.42]

KREISMAN [2.47, 2.48] veränderte die Kathodenform des Magnetrons und verzichtete auf die Hilfskatoden (vgl. Abbildung 2.7). Im gesamten Messbereich galt für den Entladungsstrom $I \sim p^{1,11}$, aber unterhalb von 10^{-10} mbar verlöschte die Entladung. Jüngste Arbeiten zu Kaltkathoden- Magnetronmanometern stammen von VESEL und MOZETIČ [2.53-2.57]. Weiterführende Literatur, auch zu miniaturisierten Kaltkathoden- Ionisationsmanometerröhrentwicklungen, findet man z. B. in [2.58-2.63].

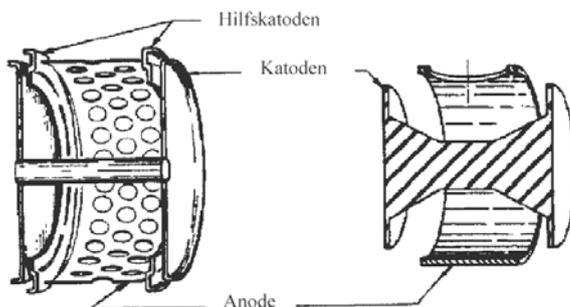


Abbildung 2.7:
Magnetron- Manometer nach KREISMAN (rechts), im Vergleich zur Konstruktion von REDHEAD (links). Das KREISMAN- Magnetron verfügt über keine Hilfskatoden. Aus [2.48]

2.3 Theoretische Grundlagen der Kaltkathodenentladung im transversalen Magnetfeld

2.3.1 Zündbedingung und Elementarprozesse

Bei den in Kaltkathoden-Ionisationsmanometern ablaufenden Gasentladungen treten grundsätzlich drei elementare Prozesse auf:

- **Ionisation durch Elektronenstoß (α -Prozess)**

Die Ionisation durch Elektronenstoß wird als Primärprozess angesehen, während alle weiteren Prozesse, bei denen Ladungsträger gebildet werden, als Sekundärprozesse gelten. Ein Elektron kann ein Gasatom bei einem unelastischen Stoßprozess ionisieren, sobald seine Energie die Ionisierungsenergie des Gases erreicht hat. Die Ionisierungswahrscheinlichkeit ist eine Funktion der Elektronenenergie und hängt insbesondere auch von der Gasart ab. In der Theorie der Gasentladung wird im Allgemeinen die Ionisation durch Elektronenstoß mit dem ersten TOWNSEND-Koeffizienten α beschrieben, der die Zahl der Ionisationsakte N eines Elektrons pro zurückgelegtem Weg x_E in Feldrichtung angibt: $\alpha = N/x_E$.

- **Ionenstoß an der Kathodenoberfläche (γ -Prozess)**

Treffen energiereiche Ionen auf eine Oberfläche, so können diese Elektronen freisetzen, wobei die Austrittsarbeit durch die kinetische Energien der Ionen bereitgestellt wird. Dieser Prozess wird durch den Sekundärelektronenausbeutefaktor γ (oder dritter TOWNSEND-Koeffizient) charakterisiert. Als Definition gilt: $\gamma = N_e / N_{\text{Ion}}$, wobei N_e die Zahl der Elektronen ist, die von N_{Ion} auftreffenden Ionen ausgelöst werden.

Bis zu einer Ionenenergie von etwa 1000eV ist die Ausbeute an einer sauberen, also adsorbatfreien Oberfläche proportional zur Auftreffenergie des Projektils und hängt ferner von der Art der auftreffenden Ionen ab. Diesen Prozess nennt man Potenzialemission [2.64]. Bei dieser werden die Elektronen durch das elektrische Feld ausgelöst, das ein auftreffendes Ion an der Kathodenoberfläche erzeugt. Die Energie der Sekundärelektronen beträgt dabei höchstens einige wenige eV. Bei höheren Ionenenergien über 1000eV skaliert die Ausbeute mit der Wurzel der Ionenenergie (sog. kinetische Emission). Einen wesentlichen Einfluss auf die Elektronenausbeute durch Potenzialemission hat die Reinheit der Kathodenoberfläche [2.65]. Bei stark gasbedeckten oder kontaminierten Kathodenoberflächen kann die Potenzialemission sogar völlig ausbleiben. Dieser Fakt spielt eine besondere Rolle bei kontaminierten oder beschichteten Kathodenoberflächen.

- **Ionenstoß im Gasraum (β -Prozess)**

Nicht nur Elektronen können im Gasraum ionisieren, sondern auch energiereiche Ionen. Dieser sog. β -Prozess kann bei anderen Gasentladungsproblemen

praktisch vernachlässigt werden, weil die Wahrscheinlichkeit, dass bei einem Stoß zwischen Ion und neutralem Gasteilchen das Gasatom ionisiert wird, sehr gering und der Energiebedarf dafür sehr hoch ist. Nach KAPZOW [2.66] wird dieser Prozess erst bei Energien über 300eV möglich. HAEFER [2.27, 2.28] hat jedoch gezeigt, dass bei der Kaltkathodenentladung in PENNING- Manometern dieser Prozess eine wichtige Rolle spielt, da bei kleinen Drücken die effektive Ausbeute des γ - Prozesses wegen des Wiederaufnahmeeffektes an der Kathode sehr kleine Werte annimmt. Die Ionisation im Gasraum durch Ionenstoß wird durch den zweiten TOWNSEND-Koeffizienten β charakterisiert, der die Zahl der Ionisierungsakte N eines Ions pro zurückgelegtem Weg x_E in Feldrichtung angibt: $\beta = N / x_E$.

Damit eine selbstständige Gasentladung zündet, ist es notwendig, dass ein ausreichender Teil der an der Kathode ausgelösten Elektronen diese verlassen kann. Diese Elektronen wiederum müssen auf ihrem Weg zur Anode genügend Ionen erzeugen. Bei Drücken unterhalb von etwa 10^{-3} mbar ist jedoch die mittlere freie Weglänge der Elektronen λ_e groß gegenüber den üblichen Dimensionen der Entladungskammern von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern. Es müssen also zusätzliche Maßnahmen getroffen werden, um die Elektronenbahnen zu verlängern. Bei Kaltkathoden-Ionisationsmanometern bedient man sich daher eines zusätzlichen äußeren Magnetfeldes.

Die Entladung im homogenen elektrischen Feld brennt dann selbstständig, wenn die sog. TOWNSEND-Bedingung erfüllt ist, d.h., wenn ein Elektron auf seinem Weg zur Anode so viele Ladungsträger bildet, wie zur eigenen Erzeugung notwendig waren. Somit muss folgende Gleichung erfüllt sein:

$$\gamma \left[\exp \int_0^d \alpha(x) dx - 1 \right] = 1. \quad (2.6)$$

Darin sind γ der Sekundärelektronenausbeutefaktor, d der Abstand zwischen Kathode und Anode, dx das Wegelement und α der erste TOWNSEND- Koeffizient. Gleichung (2.6) stellt implizit die Zündkennlinie dar. Formt man (2.6) um, dann wird deutlich, dass der Einfluss der B - und E -Felder auf die effektive Ausbeute γ vernachlässigt werden kann, da γ logarithmisch eingeht:

$$\int_0^d \alpha(x) dx = \ln \left[1 + \frac{1}{\gamma} \right]. \quad (2.7)$$

Die hier abgeleitete Zündkennlinie stimmt relativ gut mit den experimentell ermittelten Zündkurven bei verschiedenen Elektrodengeometrien überein. Mehr als eine qualitative Übereinstimmung ist jedoch mit den für die Rechnung notwendigen Voraussetzungen nicht zu erwarten. JEPSEN [2.67], SMIRNITSKAYA und NGUEN-KHYN TI [2.68] sowie KNAUR [2.75] weisen darauf hin, dass eine exakte

Berechnung der Zündkennlinie unbedingt den Einfluss der Raumladung berücksichtigen müsse.

2.3.2 Entladungsmechanismen

Bei Kaltkathoden- Ionisationsmanometern treten zwei verschiedene Entladungsmechanismen auf. Der Übergang zwischen den beiden Entladungstypen liegt bei Drücken um etwa 10^{-4} mbar. Ausführliche theoretische Abhandlungen zu den Entladungsformen findet man in [2.69 – 2.84].

Bei Drücken $p < 10^{-4}$ mbar bildet sich nach KNAUR [2.75] konzentrisch zur Achse des Anodenzyinders einer PENNING- Kaltkathodenröhre unter Wirkung der kombinierten elektrostatischen und magnetischen Felder $E \times B$ eine rotierende Elektronenraumladung in Form eines kreisförmigen Ringstromes der Größenordnung von etwa einigen Amperé aus (vgl. Abbildung 2.12a). Diese Elektronenraumladungswolke wird beidseitig durch eine dünne äußere und innere Sub-Raumladungsschicht begrenzt. Zwischen der Anode und diesem Raumladungsgebiet herrscht ein starkes elektrisches Feld, an dem fast die gesamte an den Elektroden anliegende Spannung abfällt. Innerhalb des Raumladungsrings bildet sich ein äquipotenziales Plasma mit annäherndem Kathodenpotenzial aus, dessen Elektronendichte wesentlich geringer ist als die im Ringstrom (Dichte im Ringstrom: ca. $10^{11} \dots 10^{13} \text{ cm}^{-3}$). Es ist für den Entladungsmechanismus von untergeordneter Bedeutung. Die Elektronen im Ringstrom gelangen unter dem Einfluss des elektrischen und des magnetischen Feldes auf kompliziert gewendelten und stark verlängerten Bahnen durch Stöße mit Gasatomen nur schrittweise zur Anode. Dieser mit einem Herausdiffundieren der Elektronen aus dem Raumladungsring vergleichbare Prozess wird durch die Wirkung der Felder stark behindert. Ob die den Ringstrom bildenden Elektronen hauptsächlich durch Stoßionisation in der Entladung oder durch Sekundärelektronen aus der Kathode gebildet werden, ist nicht bekannt. Die experimentell gefundene Tatsache, dass die Empfindlichkeit von PENNING- Messröhren bei Drücken über etwa 10^{-4} mbar wesentlich stärker von Verschmutzungen der Elektroden abhängig ist als bei kleineren Drücken, lässt zumindest die Vermutung zu, dass unterhalb von 10^{-4} mbar die Elektronen des Ringstroms hauptsächlich durch Stöße mit Gasteilchen in der Entladung gebildet werden. Ein dabei entstandenes freies Elektron wird in den Ringstrom inkorporiert, das gebildete Ion hingegen wird durch das elektrische Feld in Richtung des achsennahen Plasmas beschleunigt. Aufgrund der im Vergleich zum Elektron wesentlich größeren Masse des Ions gelangt es nach einigen Hin- und Hergängen durch das Zentrum schnell zur Kathode. Da die Anzahl der in der Zeiteinheit gebildeten Ionen, d. i. die Ionisierungsrate, ebenso wie der Diffusionskoeffizient quer zum Magnetfeld proportional zur Gasdichte sind, kann sich ein Gleichgewicht zwischen Trägererzeugung und Trägerverlust im Ringstrom derart einstellen, dass die Elektronendichte im Ringstrom unabhängig von der Gasdichte und damit unabhängig vom Druck konstant bleibt. Diese Druckunabhängigkeit ($p <$

10^{-4} mbar) des in der Literatur auch als HALL-Strom bezeichneten Ringstroms I_H wurde erstmals von KNAUR [2.75] theoretisch abgeleitet und später sowohl von ihm als auch von SWINGLER [2.76] experimentell bestätigt. KNAUR bestimmte den Ringstrom an einer üblichen PENNING- Zelle zu $I_H \approx 1$ A und konnte zeigen, dass die Elektronendichte im Ringstrom hauptsächlich nur von der Stärke des magnetischen Feldes abhängt, nicht jedoch vom Druck. Dieser Elektronenringstrom in Kaltkathoden-Ionisationsmanometern lässt sich mit dem konstanten Emissionsstrom bei Glühkathoden- Ionisationsmanometer vergleichen. Somit wird auch verständlich, weshalb der als Entladungsstrom I gemessene „äußere“ Strom im gesamten Druckbereich $p < 10^{-4}$ mbar annähernd proportional zum Druck ist. Die Tatsache, dass der Ringstrom, bzw. die radiale Raumladung, doch geringfügig mit dem Druck variiert, äußert sich darin, dass man bei Kaltkathoden- Ionisationsmanometern in der Regel keine direkte Proportionalität zwischen Entladungsstrom und Druck feststellt, sondern eine exponentielle ($I \sim p^n$, vgl. Gl. (2.2, 2.3)). Der Ringstrom bleibt offenbar solange konstant, bis der Nachschub an Elektronen bei sehr kleinen Drücken allmählich nachlässt. Der Ringstrom verarmt und kann schließlich bei extrem kleinen Drücken sogar verlöschen [2.88].

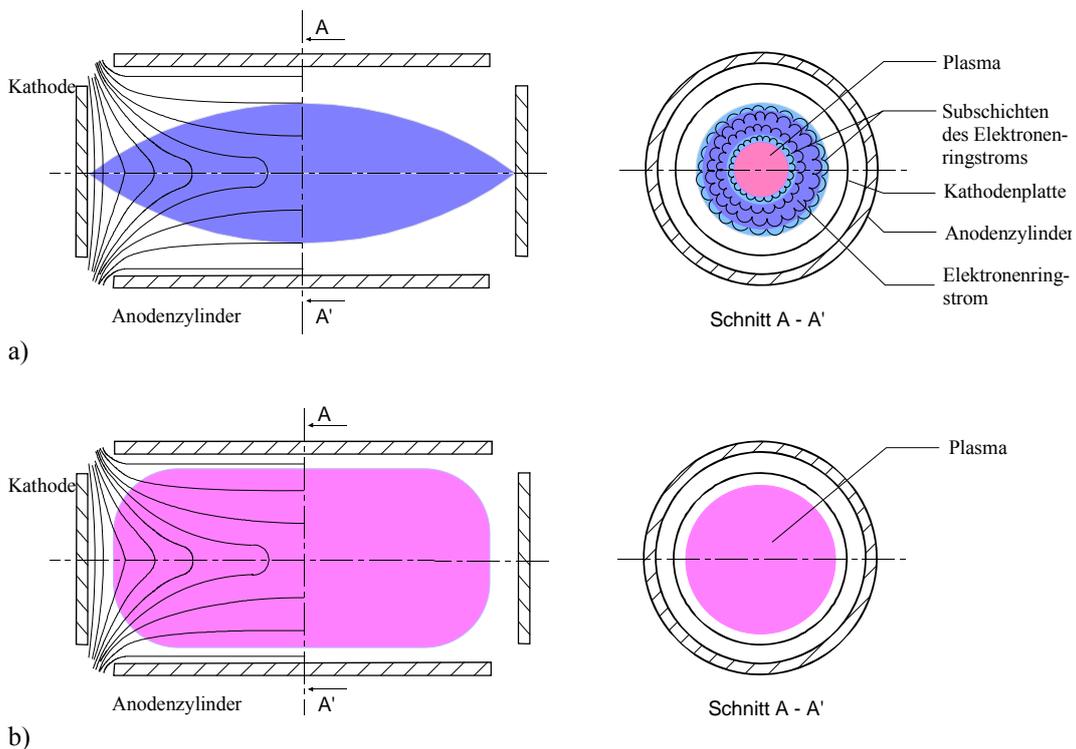


Abbildung 2.12: Die beim Betrieb von PENNING- Manometern charakteristisch auftretenden Entladungsformen. Diese Entladungsformen treten – mit jeweils kleinen, geometriebedingten Unterschieden – auch in den Messzellen der Magnetron- und inversen Magnetron- Manometer auf.

a) Elektronenringstrom im Druckbereich unterhalb von etwa $p \approx 10^{-4}$ mbar, b) Glimmentladung im Druckbereich oberhalb von etwa $p \approx 10^{-4}$ mbar.

Bei Drücken $p > 10^{-4}$ mbar vergrößert sich die positive Ladungsträgerdichte im Ringstrom derart, dass die oben beschriebene Entladungsform nicht mehr stabil bleibt. Die Elektronen- und Ionendichte im Entladungsraum erreichen annähernd gleich große Werte, es bildet sich im gesamten Anodenraum ein ungefähr äquipotenziales Plasma aus, dessen Potenzial zwischen dem Anoden- und Kathodenpotenzial liegt. Das Plasma, das gegen beide Elektroden durch Raumladungsschichten begrenzt wird, bewirkt die Ausbildung eines starken elektrischen Feldes in Richtung des magnetischen Feldes. Die sich einstellenden Potenzialverhältnisse entsprechen nun denen einer Glimmentladung, bei der annähernd die gesamte Entladungsspannung in der Nähe der Kathoden abfällt (Kathodenfallraum). BACKUS [2.85] weist darauf hin, dass unter diesen Bedingungen das Kathodenmaterial die Entladungsspannung mit beeinflusst (materialabhängige Sekundärelektronenausbeute γ). In dieser Entladungsform brennt zwischen den Entladungselektroden ein ungefähr äquipotenziales Plasma, welches nunmehr für den weiteren Entladungsmechanismus bestimmend ist (vgl. Abbildung 2.12b). In der Kathodenschicht werden die Ionen des Plasmas auf die Kathoden beschleunigt, lösen dort neue Elektronen aus und sorgen somit für die Nachlieferung der ionisierenden Ladungsträger, die durch Diffusion quer zum Magnetfeld aus dem Plasma an die Anode verloren gegangen sind. Nach BOHM [2.86] wird dieser Diffusionsprozess bei diesem Mechanismus durch Plasmaschwingungen verstärkt; ohne solche diffusionsfördernde Prozesse könnten die großen Ströme bei solchen Entladungen nicht erklärt werden. Im diesem Druckbereich geht die annähernde Proportionalität zwischen dem Entladungsstrom und dem Druck verloren.

2.4 Störeffekte und Ursachen für Messfehler bei Kaltkathoden-Ionisationsmanometern

Neben den starken magnetischen Streufeldern treten bei der Druckmessung mit Kaltkathoden-Ionisationsvakuummetern noch Störeffekte auf, die teilweise zu beachtlichen Messfehlern führen können. Generell ist festzuhalten, dass die Messgenauigkeit von Kaltkathoden-Ionisationsvakuummetern weitaus geringer ist als die von Ionisationsvakuummetern mit heißer Kathode; kommerziell gefertigte Kaltkathoden-Manometerröhren weisen fast ausschließlich Messgenauigkeiten von lediglich $\pm 30\%$ auf [z. B. 2.87], während Glühkathoden-Ionisationsmanometer mit Genauigkeiten von etwa $\pm 10\%$ arbeiten. So ist zu verstehen, weshalb Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter eher für Kontroll- und Überwachungszwecke als für genaue Druckmessungen eingesetzt werden [2.88]. Allerdings zeigten auch jüngste Untersuchungen von LI und JOUSTON [2.89], dass mitunter Magnetron- oder auch inverse Magnetronmanometer sogar als Referenznormale dienen können, wenn diese unter saubereren Vakuumbedingungen betrieben werden, so dass deren $I-p$ -Kennlinie reproduzierbar und langzeitstabil bleibt. Mögliche Ursachen für Messfehler bei der Verwendung von Kaltkathoden-Ionisationsvakuummetern können sein [2.90]:

Gasabgabe. Schlecht entgaste Elektroden können durch Elektronenbombardement an der Anode oder durch Ionenbombardement an der Kathode Gase abgeben [2.91]. Für genauere Messungen - insbesondere unter 10^{-5} mbar - sollten nur gut vorentgaste Materialien zum Einbau in die Manometer verwendet werden. Bei UHV- Messungen empfiehlt sich ein Entgasen der Elektroden vor der Inbetriebnahme des Manometers mittels Ausheizen oder HF-Glühen.

Gasaufzehrung. Wie bei allen Ionisationsvakuummetern, in deren Systemen Ionen erzeugt werden, zeigen auch Kaltkathodenvakuummeter eine Pumpwirkung, die darauf beruht, dass ein Teil der Ionen die Oberflächen, an denen sie neutralisiert worden sind, nicht mehr verlässt, sondern implantiert wird (elektrische Gas-aufzehrung). Zusätzlich kann das durch das Ionenbombardement abgestäubte Kathodenmaterial eine Getterwirkung zeigen. Die Pumpwirkung S eines Kaltkathoden- Ionisationsvakuummeters ist generell abhängig vom Entladungsstrom-Druck-Verhältnis I/p (die sog. Entladungsintensität) und lässt sich folgendermaßen abschätzen [2.58, 2.92]:

$$S[\ell \cdot \text{s}^{-1}] \approx 0,14 \frac{I[\text{A}]}{p[\text{mbar}]} s_{\text{Ion}} \approx 0,14 \cdot C s_{\text{Ion}}. \quad (2.8)$$

Dabei steht s_{Ion} für die Wahrscheinlichkeit, dass ein auf die Wand treffendes Ion dort haftet bleibt und C für die Empfindlichkeit des Manometers. Setzt man vereinfacht voraus, dass $I \sim p^n$ mit $n = 1$ gilt, dann ist die Gasaufzehrung des Messgerätes also annähernd proportional zu seiner Empfindlichkeit. Da Kaltkathoden-Ionisationsmanometer eine wesentlich größere Empfindlichkeit als Glühkathoden-Ionisationsmanometer (typisch etwa nur 10^{-4} A/mbar) haben, weisen sie auch deutlich größere Saugvermögen auf². In Tabelle 2.1 sind einige publizierte Werte für das Saugvermögen von einigen Kaltkathoden- Ionisationsmanometertypen für verschiedene Gasarten zusammengestellt. Das Pumpvermögen einer Messzelle hängt neben geometrischen Faktoren entscheidend auch von den Betriebsparametern B und U_A ab [2.93, 2.96]. Ferner scheint die Ausrichtung des magnetischen Feldes, bezogen auf die Entladungskammerachse, eine wichtige Rolle zu spielen. Die Gasaufzehrung in der Entladungskammer bewirkt einen Druckmessfehler, der gegebenen ist durch die Beziehung:

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{S}{L} \quad (2.9)$$

mit L als Leitwert des Verbindungsrohrs zum Rezipienten. Um den Druckmessfehler generell gering zu halten, muss man entsprechend Gleichung (2.9) den Leitwert, über den die Messröhre an den Rezipienten angeschlossen wird, möglichst groß wählen, d.h. das Verbindungsrohr sollte also einen möglichst großen

² 1956 erkannte erstmals REYKHRUDEL [2.94] den Vorteil des hohen Saugvermögens von Kaltkathoden-Messzellen als Grundlage für die Nutzung des Effektes als Pumpprinzip. HALL [2.95] konstruierte daraufhin 1958 die erste Ionengetterpumpe.

Durchmesser besitzen und kurz sein. Da Tauchsyste me bei kommerziellen Kalkathoden-Ionisationsmanometern (wegen der dazu erforderlichen großen Anschlussflansche der Messröhren und der starken Gasabgabe des Magnetmaterials) kaum üblich sind, sollten kommerzielle Messröhren deswegen mindestens mit dem vom Hersteller angegebenen Leitungsquerschnitt angeschlossen werden.

Tabelle 2.1 Saugvermögen S einiger Kalkathoden- Ionisationsmanometer

Typ	Gasart	S [l/s]	Quelle
PENNING- Manometer	Luft	0,25	[2.97]
Magnetron- Manometer	He	0,17	[2.98]
	N ₂	0,25	
	H ₂	0,55	
	O ₂	1,5	
	Ar	1,1	
	CO ₂	0,8	
Magnetron- Manometer	He	0,2	[2.99]
	N ₂	0,14	
	O ₂	0,15	
Inverses Magnetron	He	0,03	[2.100, 2.101]
	Luft	0,1	[2.102]

Zündverzögerungen. Insbesondere bei Kalkathoden-Ionisationsmanometern, deren Messgrenze im unteren UHV- Bereich liegt, können beim Einschalten der Hochspannung im Bereich sehr niedriger Drücke auf Grund der geringen Ladungsträgerdichte Zündverzögerungen auftreten. Verzögerungszeiten bis zu einer Stunde sind bekannt [2.90, 2.103]. Um die Zündvorgang in den Messröhren kurzfristig zu initiieren, wurden diverse Lösungen vorgeschlagen. Neben der von YOUNG und HESSION [2.18] in der „triggerbaren“ PENNING- Röhre benutzten Glühwendel (siehe auch [2.104]) wurden auch Zündhilfen, wie z. B. radioaktive α -Strahlerpräparate (²³²Th [2.105]), radioaktive β -Strahlerpräparate (⁶³Ni [2.105, 2.106], ²⁴⁹Am [2.107, 2.108]), UV- Glimmlämpchen [2.109], spezielle Zündfinger oder -spitzen [2.110], zusätzliche Minizündkammern [2.111, 2.112] oder neuerdings auch Feldemitterarrays [2.113, 2.114] in die Messröhren integriert. Ferner konnte nachgewiesen werden, dass auch durch die Verwendung von geeignetem Kathodenmaterial die Zündeigenschaften der Messröhren verbessert werden konnten. So zeigten Messröhren, bei denen als Kathodenmaterial Zr, Mo oder Ti benutzt wurde, gute Zündeigenschaften selbst bei tiefen Drücken [2.115].

Entladungsinstabilitäten. Instabilitäten durch Hoch- und Niederfrequenz- Plasmaschwingungen (Mikrowellenemissionen, Diocotronoszillationen) und Änderungen derer Frequenzen [2.116 – 2.120] bedingen Messungenauigkeiten und verschlechtern die Reproduzierbarkeit der Druckmessung. Sowohl Schwingungsmodenänderungen als auch druckabhängige NF- Schwingungen in der Entladung können zu großen Stromschwankungen im Bandpassfilter des verwendeten Elekt-

rometerverstärkers führen [2.58]. Durch derartige Entladungsinstabilitäten können massive Druckschwankungen im Rezipienten vorgetäuscht werden.

Kennlinienverschiebungen. Dieser messfehlerverursachende Störeffekt kann verschiedene Gründe haben. Eine Dejustierung des Permanentmagneten und die damit verbundene Veränderung der Feldverhältnisse im Entladungsraum kann beispielsweise zu empfindlichen Änderungen im Kennlinienverlauf führen. Experimentelle Untersuchungen von KERVASHVILI *et al.* [2.121 – 2.123] an verschiedenen Kaltkathoden- Ionisationsmanometergeometrien zeigten, dass bereits kleinste Änderungen in der Ausrichtung zwischen elektrischen und magnetischen Feld (bei Winkeln kleiner als $0,3^\circ$!) signifikante Änderungen im Betriebsverhalten der Manometerröhre zur Folge haben. Die Autoren konnten nachweisen, dass, falls die Feldvektoren des magnetischen und des elektrischen Feldes nicht exakt orthogonal zueinander stehen, insbesondere bei kleinen Drücken eine Asymmetrie im Elektronenringstrom auftritt, die in einer komplizierten Ladungsträgerverteilungsstruktur resultiert und die Elektronenbeweglichkeit beachtlich beeinflusst. Weitere Messungen zum Einfluss des äußeren Magnetfeldes auf das Verhalten von PENNING- Entladungen bzw. auf den Kennlinienverlauf stammen z. B. von HSEUH *et al.* [2.15], THOMAS *et al.* [2.124] und PEACOCK und PEACOCK [2.125]. Die am häufigsten auftretende Ursache für Kennlinienverschiebungen bei diesen Vakuummetern ist die Kontamination der Entladungskammerelektroden. Die Kontamination wird durch Sputterprozesse und durch plasmachemische Reaktionen verursacht, die im Entladungsraum zu Oberflächenschichten auf Elektroden oder Isolatorstrecken führen, die entweder die Sekundärelektronenausbeute an der Kathode nachhaltig verändern, zu Kriechströmen auf den Isolatoroberflächen führen oder das Zünden der Entladung im ungünstigsten Fall ganz verhindern können. Dadurch kann die Langzeitmessstabilität der Messröhre erheblich beeinflusst werden oder sogar zum vorzeitigen Ausfall der Messröhre führen. Der Kontaminationseffekt wird daher im folgenden Kapitel näher untersucht.

Kapitel 3

Der Kontaminationsprozess in Kalkathoden-Ionisationsmanometern

3.1 Kontaminationsursachen

Der in den Messzellen von Kalkathoden-Ionisationsmanometern ablaufende Gasentladungsprozess verursacht die Ausbildung von Kontaminationsschichten auf den Entladungselektroden. Diese Verschmutzung verursacht Fehler und Instabilitäten in ihrer Druckanzeige und kann sogar im ungünstigsten Fall zum vorzeitigen Ausfall der Messgerätes führen. Für die Kontamination sind hauptsächlich zwei physikalische Effekte verantwortlich:

- die Zerstäubung des Kathodenmaterials durch die in der Entladung gebildeten hochenergetischen Ionen und die Abscheidung dieses abgesputterten Materials auf Wandungen und elektrischen Isolierstrecken der Messkammer sowie
- Polymerisationen und plasma-chemische Reaktionen.

Beide Prozesse laufen voneinander unabhängig und parallel ab. Die Effizienz beider Effekte hängt maßgeblich von der Gasatmosphäre und deren Dichte (Zusammensetzung und Druck) ab, in denen die Messröhren betrieben werden. Während der Sputterprozess lediglich durch Ionen verursacht wird, sind für die Polymerisationsreaktionen sowohl Elektronen als auch Ionen – wenngleich auch mit unterschiedlicher Effizienz – verantwortlich. Beide Effekte sollen näher erläutert werden.

3.1.1 Kathodenzerstäubung

Die in der Entladung gebildeten Ionen werden in Richtung Kathode beschleunigt und treten dort mit dem Elektrodenmetall in Wechselwirkung. Grundsätzlich können dabei – je nach Energie der auftreffenden Ionen - eine Reihe

komplexer Wechselwirkungen auftreten, die in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt sind. Die Primärionen (a) übertragen ihre Energie auf die Atome des Festkörpers. Das führt neben der bekannten Emission von Sekundärelektronen (b), die zur Erhaltung der Gasentladung bei tiefen Drücken notwendig ist, auch zur Emission von Photonen (c) sowie zur Abstäubung von Sekundärionen (d) oder Neutralteilchen (e). Außerdem können bei sehr hohen Energien Strahlenschäden, z. B. Gitterdefekte, entstehen (f). Das Primärion wird gestreut (g) oder im Gitter des Festkörpers eingebaut (h). Die Wechselwirkungen der Ionen mit den Elektrodenoberflächen werden hauptsächlich durch die Energie der auftreffenden Ionen und das Massenverhältnis von Primärion und Targetatom bestimmt. Außerdem sind aber auch der Auftreffwinkel sowie die Oberflächenbindungsenergie der Atome des Kathodenmaterials von Bedeutung.

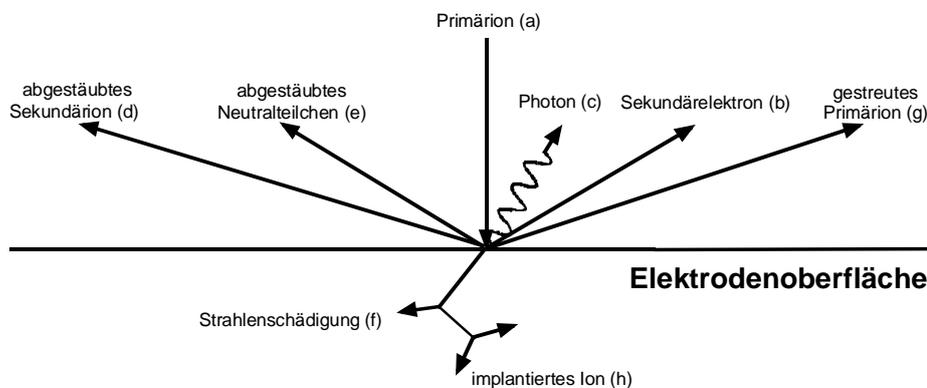


Abbildung 3.1: Theoretisch mögliche Wechselwirkungsmechanismen zwischen Ionen und Festkörperoberfläche.

Die in den Entladungsstrecken von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern gebildeten Ionen treffen – je nach Gasart und Betriebsspannung – mit einer Energie von 0,1 ... 1 keV auf die Kathodenoberfläche [3.1]. In dem hier betrachteten Energiebereich dringen sie nur wenige (größenordnungsmäßig ca. 10) Atomlagen in das Kristallgefüge der Kathodenoberfläche ein. Dabei werden Kollisionskaskaden ausgelöst, in deren Verlauf Energie und Impuls der gestoßenen oberflächennahen Atome auf weitere Atome des Kathodenmaterials übertragen werden. Ist die Energie eines gestoßenen Atoms größer als seine Bindungsenergie, kann es die Kathode verlassen (Sputterprozess). Die aus der Kathode emittierten Teilchen gelangen mit einer von der Energie der aufprallenden Ionen abhängigen mittleren Geschwindigkeit und einer dem Kosinusetz folgenden Richtungsverteilung in den Gasraum. Durch Zusammenstöße mit den Gasmolekülen verlieren sie schnell ihre Bewegungsenergie und bilden nach Ablauf weniger freier Weglängen eine Metaldampfwolke dicht vor der Kathode. Von hier aus diffundieren sie durch das Gas entweder auf die Kathode zurück oder kondensieren an kalten Flächen des Entladungsraums (z. B. Isolatorstrecken) als staubartige, leitfähige Metallschicht. Als Folge dieser Schichtbildung können dann bei anliegender Betriebsspannung Kriechströme entstehen, die sich dem eigentlichen Entladungsstrom überlagern

und somit den unteren Messbereich des Manometers einschränken können. Unter diesen Bedingungen lässt sich dann der Messstrom I einer Kaltkathoden- Messröhre folgendermaßen ausdrücken:

$$I = Cp^n + I_{Kr} \quad (3.1)$$

(I_{Kr} Kriechstrom). Die Größe des Kriechstroms ist abhängig von der Betriebsspannung und zeitlich nicht konstant. Mit zunehmender Betriebsdauer und ansteigendem Betriebsdruck wird immer mehr Kathodenmaterial aufgestäubt, wodurch die Leitfähigkeit der Schicht steigt. Die zerstäubte Menge ist annähernd proportional zur Ionenstromdichte und damit zum Betriebsdruck [3.2] und steigt mit dem Kathodenfall, d.h. also mit der Energie der auftreffenden Ionen, linear an. Die Zerstäubungseffizienz ist ferner abhängig vom Auftreffwinkel der Ionen und vom Material³. So zerstäubt z. B. jedes reines Metall in Stickstoff wesentlich schneller als in Wasserstoff und in Argon etwa 6 mal so stark wie in H_2 . Somit ist zu verstehen, weshalb die Elektroden von Kaltkathoden-Messröhren in Restgasatmosphären, die einen hohen Anteil an Gasen mit hohem Molekulargewicht (relative Molekülmasse) beinhalten, schneller kontaminieren als Kaltkathoden- Messzellen, die unter Vakuumbedingungen mit vornehmlich leichteren Gasen betrieben werden.

Der Sputterprozess bewirkt insbesondere an den Bereichen der Kathode, die einer hohen Ionenkonzentration ausgesetzt sind, infolge der Abtragung eine Aufrauung der Oberfläche. Da die Ionenkonzentration, und damit die Ionenstromdichte, mit zunehmenden Druck größer wird, läuft auch der durch den Sputterprozess verursachte Kontaminationsprozess der Messröhre bei höheren Drücken im Vakuumbereich beschleunigt ab. Gleichzeitig jedoch verkürzen sich mit der Erhöhung des Gasdruckes auch immer weiter die mittlere freie Weglänge der Ionen, so dass deren Bewegung bei hohen Gasdrücken oberhalb von $10^{-1} \dots 1$ mbar immer mehr den Charakter einer Driftbewegung gleicht. Durch Stöße verlieren die Ionen auf ihren Weg zur Kathode einen Teil ihrer Energie, so dass sie – unter sonst gleichen Bedingungen – nur driftend und mit verminderten Energien auf diese treffen. Die Effizienz der Kathodenzerstäubung nimmt daher bei sehr hohen Drücken im Vakuumbereich wieder ab. Sie wird dann um so geringer, je höher der Gasdruck ist.

Je nach der durch die Elektroden und die Raumladungen in der Entladung bedingte Feldkonfiguration kann eine Fokussierung der auf die Kathode beschleunigten Ionen auftreten, so dass sich regelrechte Zerstäubungskrater oder Erosionsmuster auf der Kathode ausbilden können. Über derartige Sputtermuster wurde erstmals 1961 von KNAUER bei einem PENNING- Messsystem mit Zylinderanode berichtet [2.75]. Zahlreiche weitere Arbeiten wurden in den Folgejahren dazu veröffentlicht [3.4 – 3.9]. Ähnliche Untersuchungen zur sputterbedingten Materialabtragung einer Titankatode und der Schichtabscheidung auf der Anode in einem (normalen) Magnetron- Manometer führten jüngst VESEL *et al.* [3.10] durch.

³ Eine ausführliche Abhandlung zur theoretischen Beschreibung des Sputtereffektes ist in [3.3] zu finden.

3.1.2 Polymerisation und plasmachemische Reaktionen

Neben der oben genannten Kathodenzerstäubung laufen in den Gasentladungsstrecken von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern auch Polymerisationen (also die Verkettung oder Verbindung von Kohlenwasserstoffmolekülen meist unter Aufspaltung von Mehrfachbindungen zu langkettigen Riesenmolekülen, also Polymeren) und plasmachemische Reaktionen ab. Obwohl bei Drücken unterhalb von 10^{-2} mbar plasmachemische Reaktionen zumindest im Plasmavolumen nahezu ausgeschlossen werden können, so laufen jedoch im Kathodenfallgebiet und an dessen Grenzflächen insbesondere bei Anwesenheit kohlenwasserstoffhaltiger Restgaskomponenten Polymerisationsprozesse ab, bei denen die gas- oder dampfförmigen Kohlenwasserstoffe in feste Kohlenwasserstoffpolymerisate umgewandelt werden und sich als isolierende Schichten auf den Entladungselektroden niederschlagen. Als Folge davon verringert sich die Sekundärelektronenemission und somit auch die Ionisierungseffizienz, weshalb das Messgerät einen tieferen Druck anzeigt, als effektiv vorhanden. LEMPICKI [3.11] konnte beispielsweise zeigen, dass die Sekundärelektronenausbeute durch Elektronen mit einer Energie von 2000eV bei Anwesenheit einer dünnen Kohlenstoffschicht um mehr als einen Faktor zwei verringert wird. Andererseits ist auch bekannt, dass die ioneninduzierte Sekundärelektronenausbeute empfindlich von der Ladungsdosis abhängt, d. h. je mehr Ladungen pro Flächeneinheit auf eine Oberfläche treffen, desto schneller nimmt deren Sekundärelektronenausbeute ab [3.12].

Der Mechanismus der Bildung solcher Kohlenwasserstoff-Polymerisate in Gasentladungsstrecken wurde von GRASENICK und HAEFER [3.13] und später von CHRISTY [3.14] eingehend untersucht.

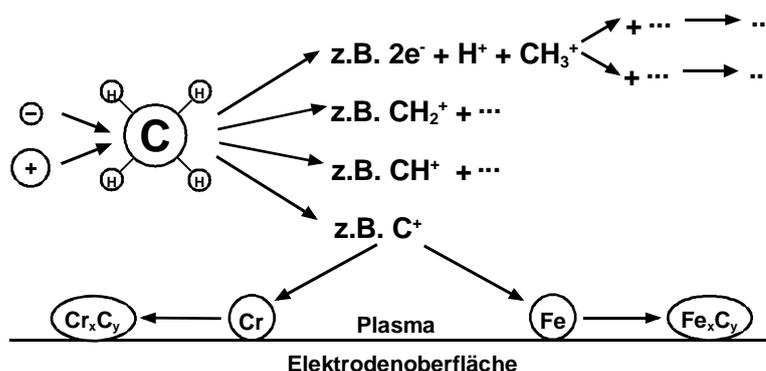


Abbildung 3.2: Mögliche plasmachemische Defragmentierungsreaktionen in einer Gasentladung am Beispiel des CH_4 [3.17]. Neben den Kohlenwasserstofffragmenten können auch einzelne Kohlenstoffionen auf die Elektrodenoberfläche treffen. Bei Edelmetallelektroden können sie dort zu Chrom- oder Eisenkarbiden rekombinieren.

Bei Drücken im Feinvakuumbereich werden die C_xH_y -Moleküle, wie spektroskopische [3.15] und massenspektroskopische [3.16] Messungen zeigten, durch Elektronen- und Ionenstoß teils ionisiert, teils in geladene und ungeladene

Bruchstücke gespalten. Man erhält z. B. schon bei dem einfachsten Kohlenwasserstoff, dem Methan, eine große Anzahl von möglichen Abbauprodukten (vgl. Abbildung 3.2) [3.17]. Neben diesen Radikalen beobachtet man auch eine große Anzahl von Aufbauprodukten, die sich durch ein- oder mehrfache Zusammenstöße der Abbauprodukte bilden. Beim Methan kommen z. B. Massenzahlen von 24 bis 30 und 36 bis 44 vor. Noch mannigfaltiger ist die Anzahl der bei höher molekularen Kohlenwasserstoffen vorhandenen Ab- und Aufbauprodukten, da die möglichen Spalt- und Aufbauprozesse mit zunehmender Massenzahl des Ausgangsproduktes ansteigen. Alle diese entstehenden freien Radikale haben eine außerordentliche Neigung zu rekombinieren. Sie tun dies bevorzugt an den Wänden des Entladungsraums unter Abgabe der Rekombinationsenergie. Die dabei entstehenden Schichten sind Polymerisate aller auftretender Radikale.

Im Hochvakuumbereich hingegen spielen die im Gasraum ablaufenden Ionisations- und Spaltungsprozesse nur noch eine untergeordnete Rolle, vielmehr nehmen die Wechselwirkungsprozesse zwischen den Ladungsträgern und den Elektrodenoberflächen im Kathodenfallgebiet an Bedeutung zu. Die auf die Anode aufprallenden Elektronen spalten die dort adsorbierten C_xH_y -Moleküle in Radikale, die dort rekombinieren und in die Polymerisatschicht eingebaut werden [3.18]. Völlig analog ist der Polymerisationsvorgang auf der Kathode unter dem Einfluss der dort auftretenden Ionen zu betrachten [3.19]. Für die pro Zeit- und Flächeneinheit in die Polymerschicht eingebauten Moleküle gilt [3.20]:

$$P = \sigma \frac{j N_{\text{ads}}}{ie A} . \quad (3.2)$$

Darin bedeuten σ der Polymerisationsquerschnitt der adsorbierten Moleküle für Elektronen- oder Ionenstoß, j die Flächendichte des auftretenden Ladungsträgerstromes (Ionenstromes), $i \cdot e$ die Gesamtladung eines Ions, i die Anzahl der Elementarladungen, e die elektrische Elementarladung und der Quotient N_{ads}/A die Bedeckungsdichte, also die pro Flächeneinheit adsorbierten Moleküle.

Ist der Druck der C_xH_y -Moleküle so groß, dass die flächenspezifische Wandstoßrate v_A groß gegenüber der Flächendichte der pro Zeit- und Flächeneinheit auftretenden Ladungsträger (also j/ie) ist, dann ist die Elektrodenoberfläche stets mit einer Monolage einer Polymerisatschicht bedeckt (unter der Annahme, dass die Polymerisate chemisorbiert werden und dass die Haftwahrscheinlichkeit s beim Erreichen der Monoschicht einen Wert von Null annimmt). Wenn ein chemisorbiertes C_xH_y -Molekül auf der Oberfläche der Elektrode die Fläche A_{Mol} einnimmt und für andere Moleküle unbesetzbar macht, dann ist die maximal mögliche Flächendichte der Adsorbatteilchen beim Ausbilden einer Monolage $N_{\text{ads, max}}$ (bei einem Bedeckungsgrad $N_{\text{ads}}/N_{\text{ads, max}} = \Theta = 1$). Die Adsorbatteilchendichte nimmt dabei den Wert $N_{\text{ads, max}} = 1/A_{\text{Mol}}$ an. Für die flächenspezifische Wachstumsrate der Polymerisatschicht gilt dann:

$$P = \sigma \frac{j}{ie} \frac{1}{A_{\text{mol}}} . \quad (3.3)$$

Diesen Zusammenhang konnten HAEFER und MOHAMED [3.21] im Druckbereich oberhalb von 10^{-3} mbar experimentell bestätigen. Ähnlich wie beim Sputterprozess ist die bei der Polymerisation auf die Anode bzw. Kathode pro Zeit- und Flächeneinheit niedergeschlagene Substanzmenge dm/Adt (flächenspezifischer Massenfluss) proportional der Stromdichte j der auftreffenden Elektronen bzw. Ionen:

$$\frac{1}{A} \frac{dm}{dt} = P m_{\text{Mol}} = P \frac{1}{N_L} = \gamma_P j, \quad (3.4)$$

wobei γ_P hier für den sog. Polymerisations- Ausbeutefaktor steht, der von der relativen Molekülmasse M_r des Gases bzw. Dampfes wie folgt abhängt:

$$\gamma_P = \sigma \tau v_A \frac{1}{ie} \frac{1}{N_L} = \gamma_P(M_r), \quad (3.5)$$

mit N_L als LOSCHMIDTSche Zahl und τ als mittlere Verweildauer der adsorbierten Moleküle auf der Elektrodenoberfläche. In Tabelle 3.1 sind einige Ausbeutefaktoren für verschiedene Kohlenwasserstoffe bei Elektronen- bzw. Ionenstoß angegeben. Wie man erkennt, zeigen die beiden Ladungsträgerarten beträchtliche Unterschiede hinsichtlich der Ausbeute des Polymerisationsvorgangs. So hängt die Ausbeute nicht nur von der Art der in der Restgasatmosphäre vorhandenen Kohlenwasserstoff-Moleküle ab, sondern auch insbesondere von der Energie der auftreffenden Ladungsträger. Die zweifellos interessanteste Feststellung ist aber die Tatsache, dass die Ausbeute beim Ionenstoß um zwei bis drei Größenordnungen größer ist als beim Elektronenstoß, was in den unterschiedlichen Massen der Ladungsträger begründet liegt.

Tabelle 3.1: Polymerisationsausbeuten γ_P in [g/ As] für verschiedene Kohlenwasserstoffe, aus [3.20, 4.2].

		CH ₄	C ₂ H ₂	C ₆ H ₆	Ölmoleküle
Elektronenstoß	500 eV	$8,4 \cdot 10^{-6}$	$3,0 \cdot 10^{-5}$	$4,9 \cdot 10^{-5}$	$6,7 \cdot 10^{-5}$
	1000 eV	$1,0 \cdot 10^{-6}$	$1,7 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$2,8 \cdot 10^{-6}$
Ionenstoß	500 eV	$3,3 \cdot 10^{-4}$			$3,3 \cdot 10^{-4}$
	1000 eV	$1,6 \cdot 10^{-4}$			$1,1 \cdot 10^{-3}$

Im Fall einer geringeren Polymerisatbedeckungsdichte, d.h. also wenn $N_{\text{ads}}/A < 1/A_{\text{Mol}}$ ist, dann sind die pro Zeit- und Flächeneinheit in die Polymerschicht eingebauten Moleküle

$$P = \frac{v_A}{1 + \frac{1}{\sigma \tau (j/ie)}} = \frac{v_A}{1 + \frac{ie}{\sigma \tau j}}. \quad (3.6)$$

Bei geringen Stromdichten und kleinen Wechselwirkungsquerschnitten wird der Term $\sigma\tau(j/ie) \gg 1$, so dass die flächenspezifische Wachstumsgeschwindigkeit der Polymerisatschicht direkt proportional zur Stromdichte je Zeit- und Flächeneinheit und zum C_xH_y -Gehalt im Vakuumraum ist:

$$P = \sigma\tau v_A \frac{j}{ie}. \quad (3.7)$$

3.2 Methoden zur Reduktion der Kontaminationsrate

Obwohl die Kontamination der Kalkathoden-Ionisationsmanometer bereits seit Beginn ihrer technischen Nutzung bekannt war, gab es nur wenige ernstzunehmende wissenschaftliche Ansätze zu ihrer Reduzierung. Eine der ersten Vorschläge zur Verminderung der Kontaminationsrate in Kalkathoden-Messköpfen stammt von KLEMPERER ([3.22], vgl. auch [3.23]). Seine Idee basiert auf den Grundgedanken, die Betriebsspannung der Messröhre mithilfe einer elektronischen Regelschaltung automatisch zu reduzieren, wenn der Entladungsstrom bei einem Druck von etwa 10^{-5} mbar einen vorgegebenen Grenzwert erreicht hat. Wird der Druck schließlich weiter erhöht, so wird die Anodenspannung elektronisch derart abgesenkt, dass der Entladungsstrom weiterhin konstant bleibt, und die nur nachgeregelte Anodenspannung als Maß für den Druck dient. Obwohl diese Methode ursprünglich zur Drosselung des Saugvermögens der Entladung bei höheren Drücken gedacht war, dürfte sie jedoch auch zur Reduzierung des Kontaminationseffektes im oberen Druckbereich beitragen, da infolge der Absenkung der Betriebsspannung auch die elektrischen Feldstärken reduziert werden. Dadurch treffen die Ionen wiederum mit verminderter Energie auf die Kathodenoberfläche auf, wodurch die Zerstäubungsrate reduziert wird. Außerdem werden durch das Absenken der Betriebsspannung die Entladungsströme und damit die Stromdichten kleiner. Durch beide Effekte, Absenken der Entladungsspannung und Reduzierung des Entladungsstromes, dürfte die Kontaminationsrate verringert werden.

Eine ähnliche, aber wesentlich einfachere Methode basiert auf Untersuchungen von CONN und DAGLISH [3.24], die zur Begrenzung des Entladungsstroms bei hohen Drücken einen hochohmigen Widerstand zwischen der Anode der Messröhre und dem Hochspannungsgerät einfügten. Durch diesen so genannten Ballastwiderstand sinkt mit wachsendem Druck (und damit mit wachsendem Entladungsstrom) die an der Anode liegende Betriebsspannung, so dass der Entladungsstrom bei hinreichend hohen Drücken begrenzt wird.

Entsprechend einem Vorschlag von TAKESHI [3.25] kann eine rasche Röhrenverschmutzung vermieden werden, wenn die Betriebsspannung der Messröhre im oberen Vakuumbereich gepulst wird. Dabei soll mithilfe einer elektronischen Schaltung bei Erreichen eines Schwellwertes bei höheren Drücken die Betriebs-

spannung nur noch intermittierend zugeschaltet werden. Durch diese Maßnahme soll die effektive Lebensdauer der Messröhre bei den die Kontaminationsrate beschleunigenden Drücken reduziert werden. Eine ähnliche Betriebsart für Kaltkathoden-Ionisationsmanometer wird in einem Patent von O'NEAL [3.26] beschrieben: Während im Ultrahoch- und Hochvakuumbereich die Kaltkathoden-Messröhre wie üblich mit einer Gleichspannung betrieben wird, wird in Abhängigkeit vom mit zunehmendem Druck größer werdenden Entladungsstrom die Betriebsspannung mit einer sinusförmigen Wechselspannung überlagert. Dabei wird im oberen Druckbereich die Gleichspannungskomponente so weit abgesenkt, dass die Entladung bei hohen Drücken nur noch sinusförmig gepulst wird. Das Prinzip der Ansteuerung ist in Abbildung 3.3 ersichtlich. Durch diese spezielle Ansteuerung der Messröhre, die ursprünglich als Maßnahme zur Erweiterung des oberen Druckmessbereiches von Kaltkathoden-Messzellen dienen soll, dürfte ebenso die Kontaminationsanfälligkeit von Kaltkathoden-Messsensoren retardierend beeinflusst werden, weshalb deutlich längere Standzeiten derselben zu erwarten sein dürften.

Nach einem Vorschlag von KAGEYAMA *et al.* [3.27] lässt sich die Kontaminationsanfälligkeit dadurch absenken, dass nicht nur die Betriebsspannung der Messröhre bei höheren Drücken gepulst wird, sondern auch das für den Betrieb der Messröhre notwendige magnetische Feld. Entsprechend des Vorschlages dient anstelle des sonst üblichen Permanentmagneten eine um den Röhrenkörper gewickelte stromdurchflossene Spule als Magnetfeldgenerator. Eine elektronische Schaltung regelt bei höheren Drücken den Stromfluss durch die Spule derart, dass nur noch ein gepulster Strom durch die Spule fließt, so dass sich deren Feld synchron mit dem elektrischen Feld im Entladungsraum permanent auf- und abbaut. Eine experimentelle Realisierung dieser Idee wurde bislang nicht bekannt.

Neben den oben beschriebenen unterschiedlichen Ansteuerungsmethoden für Kaltkathoden-Ionisationsmanometer, die theoretisch auf jede beliebige Messröhre angewendet werden können, wurden in der Literatur auch einige wenige Spezialkonstruktionen beschrieben, die aufgrund ihres Aufbaus eine geringe Kon-

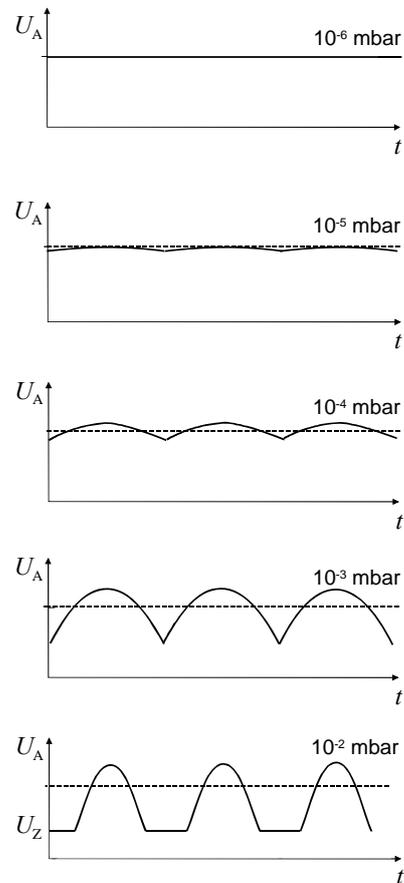


Abbildung 3.3: Die von O'NEAL [3.26] vorgeschlagene gepulste Ansteuerung einer Kaltkathoden-Messröhre in Abhängigkeit vom Druck.

taminationsneigung aufweisen sollten. So entwickelte beispielsweise GRIGORÉV [3.28] 1968 die sogenannte selbstreinigende PENNING-Röhre, die in Abbildung 3.4 schematisch dargestellt ist. Im Gegensatz zu der klassischen Röhrenkonstruktion nach PENNING sind bei diesem Kaltkathoden-Vakuummeter zwei ringförmige Anodenringe (A_1 und A_2) zwischen den beiden Kathodenendplatten angeordnet, an denen über einen Transformator Tr eine niederfrequente Wechselspannung angelegt wird. Während die Sekundärwicklung des Trafos mit den beiden Anodenringen so verschaltet sind, dass jede Ringelektrode in Bezug auf die andere eine gegenphasige Wechselspannung erhält, ist der auf Nullpotenzial liegende Mittelabgriff des Transformators über ein empfindliches Strommessgerät mit den beiden Kathodenplatten verbunden. In der ersten Halbschwingung der Anodenspannung wird A_1 positiv und A_2 negativ gegenüber Kathode, weshalb ein Teil der sich in der Entladung gebildeten Ionen in Richtung Kathodenendplatten und ein anderer Teil in Richtung A_2 bewegt. Die Ringelektrode A_2 fungiert also in dieser Zeit als zusätzliche Kathode. Aufgrund ihres nun in Bezug auf die Kathodenendplatten negativeren Potentials treffen die Ionen mit einer erhöhten Energie auf deren Oberfläche und sputtern sie daher effektiv ab. In der zweiten Halbschwingung sind die Potenzialverhältnisse entsprechend vertauscht. Durch diesen alternierenden Betrieb wird erreicht, dass die Ringelektroden im Betrieb der Messröhre wechselseitig durch Ionenbombardement effektiv gereinigt werden. Die Betriebsdauer der Messröhre, deren obere Messgrenze übrigens bei etwa 1mbar (!) liegt, wird auf ca. 5.000 Stunden abgeschätzt.

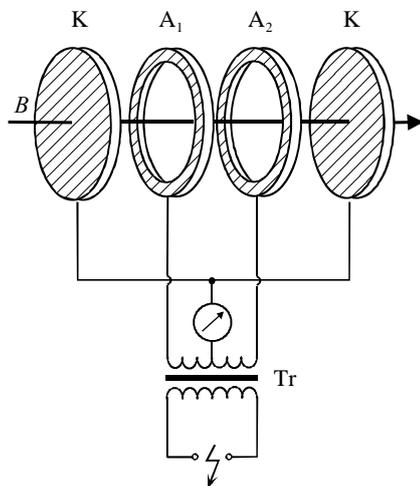


Abbildung 3.4: Kaltkathoden-Ionisationsmanometer mit Selbstreinigungseffekt nach GRIGORÉV [3.28]. (A_1 , A_2 – Anoden, K – Kathoden, Tr – Transformator)

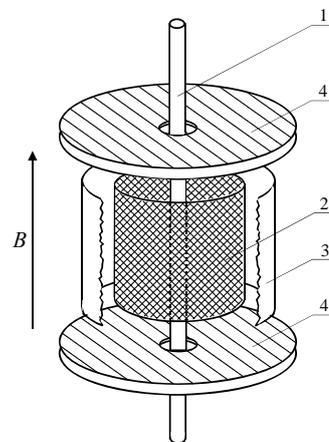


Abbildung 3.5: Weitbereichs-Kaltkathoden-Ionisationsmanometer mit Selbstreinigungseffekt nach PAKULIN [3.30]. (Erläuterungen siehe Text)

CHERENSHCHYKOV [3.29] entwickelte eine andere Ansteueremethode für die selbstreinigende PENNING-Röhre nach GRIGORÉV. Im Gegensatz zu der oben beschriebene Schaltungsart schlägt der Autor vor, den Mittelabgriff der Sekun-

därwicklung des Trafos positiv vorzuspannen, so dass beide Anodenringe eine mit einer hochfrequenten Wechselspannung überlagerten positiven Gleichspannung erhalten. Die Frequenz der Wechselspannung sollte dabei bei einigen Megahertz liegen. CHERENSHCHYKOV konnte experimentell nachweisen, dass bei einer Gleichspannung von lediglich +125V und einer aufmodulierten Wechselspannung von $\pm 54V$ (mit einer Frequenz von $f = 5,28$ MHz) die im Röhreninneren gezündete Entladung im Bereich zwischen 10^{-5} mbar und 10^{-1} mbar stabil brennt. Der Autor schätzt daher, dass infolge der extrem geringen Betriebsspannung das „Niederspannungs- PENNING- Manometer“ über 10.000 Stunden ohne Reinigung betrieben werden kann.

PAKULIN [3.30] entwickelte 1984 zur Selbstreinigung die in Abbildung 3.5 gezeigte Röhrengemetrie eines Weitbereichs-Kaltkathoden- Ionisationsmanometers, das aus einer Stabelektrode 1, deren Enden durch zwei mit Bohrungen versehenen kreisförmigen Plattenelektroden 4 verlaufen, besteht. Innerhalb dieser Plattenelektroden ist die Stabelektrode von einer gitterförmigen Zylinderelektrode 2 umgeben, die wiederum von einem Blechzylinder 3 ummantelt ist. Im Gegensatz zu der modifizierten PENNING-Röhre nach GRIGORÉV arbeitet dieses Manometer aber in zwei unterschiedlichen Betriebsmoden, wodurch den Entladungselektroden in unterschiedlichen Druckbereichen verschiedene Funktionen zugeordnet werden. Im Hoch- und unteren Feinvakuumbereich ($p < 10^{-2}$ mbar) arbeitet die Röhre – ähnlich wie bei GRIGORÉV – im Selbstreinigungsmodus mit einer Wechselspannung. Dabei werden die Stabelektrode und die äußere Blechzylinderelektrode zusammengeschaltet und erhalten über die Sekundärwicklung eines Trafos die gleiche Wechselspannung, die Gitterelektrode wird im Gegentakt angesteuert. Der zwischen diesen Elektroden und den geerdeten Plattenelektroden 4 abfließende Strom wird zur Druckanzeige herangezogen. Im oberen Feinvakuumbereich ($p > 10^{-2}$ mbar) hingegen erhält die Stabelektrode eine konstante Hochspannung und dient als Anode, die zylinderförmige Gitterelektrode sowie die beiden Plattenelektroden werden direkt, der äußere Blechzylinder über ein Strommessgerät indirekt geerdet. Damit bilden die Elektroden 2, 3 und 4 konkurrierende Ionenkollektoren. Die im Entladungsraum zwischen Stabelektrode und Zylindergitter gebildeten Ionen verteilen sich entsprechend der Transparenz des Gitters auf die beiden Kathoden. Mit zunehmendem Druck driften die Ionen immer langsamer durch das Gas, so dass immer mehr Ionen von der Gitterelektrode eingefangen werden, und immer weniger auf den dahinterliegenden Blechzylinder gelangen, weshalb in diesem Betriebsmodus eine fallende Kennlinie beobachtet wird. Diese Betriebsart erlaubt Druckmessungen bis $5 \cdot 10^{-1}$ mbar. Die Messröhre wurde erfolgreich in einem Vakuumsystem mit Öldiffusionspumpe getestet, die Betriebsdauer wird nach Angabe des Autors auf über 4000 Stunden abgeschätzt.

TALLON *et al.* [3.31 – 3.33] schlugen eine weitere Spezialkonstruktion eines Kaltkathoden-Ionisationsmanometers vor, welches sich vor allem für den Langzeiteinsatz in Vakuumsystemen eignet, deren Restgasatmosphäre hohe Anteile an Öl- oder kohlenwasserstoffhaltigen Dämpfen enthält. Abbildung 3.6 zeigt die Konfiguration der sogenannten Doppelplasmarröhre. Die Besonderheit dieses Röhrentyps ist die Kombination zweier getrennter, in Reihe hintereinander angeordneter PENNING- Zellen mit ringförmiger Anode in einem gemeinsamen Mess-

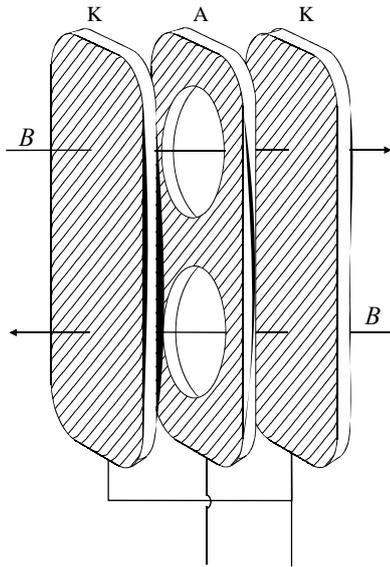


Abbildung 3.6:
Die sog. Doppelplasma-Röhre mit zwei separaten PENNING-Zellen nach TALLON *et al.* [3.31] (A – Anode, K – Kathoden)

röhrengehäuse. Erreicht wird dies durch den speziellen Aufbau mit zwei getrennten Magnetfeldern entgegengesetzter Feldausrichtung, die die Aufrechterhaltung zweier unabhängiger Gasentladungen ermöglichen. Der Abstand zwischen den Entladungszellen ist ausreichend, um eine gegenseitige Störung zu vermeiden. Der Vorteil dieser Anordnung sollte darin bestehen, dass das näher zur Vakuumkammer brennende Plasma das innere weitgehend vor störenden Kontaminationen schützen soll und zu dessen Stabilität der Gasentladung beiträgt. Während eintretende Kohlenwasserstoffe und andere kontaminierende Dämpfe im vorderen Plasma gekrackt werden sollten, brennt die innere zweite PENNING-Entladung unter relativ sauberen Bedingungen. Dadurch sollten unerwünschte Ablagerungen auf elektrischen Durchführungsstrecken vermieden werden, so dass durch Kontaminationseffekte verursachte Kriechströme oder Kennlinienverschiebung größtenteils verhindert werden. Obwohl diese Röhrengometrie große kommerzielle Bedeutung [3.33] erlangte, konnten allerdings durch den Autor der vorliegenden Arbeit die o.g. Eigenschaften hinsichtlich geringerer Kontaminationsanfälligkeit experimentell nicht bestätigt werden [1.9]. Als Schwachpunkt der Konstruktion wird die Tatsache angesehen, dass bei dieser Messröhre der gemeinsame Entladungsstrom aus beiden Entladungsstrecken zur Druckmessung herangezogen wird.

Einen ganz anderen Weg zur Reduktion von Kontaminationserscheinungen in PENNING-Röhren beschritten KÜSTER und GROSSE-BLEY [3.34]. Die Kathode ihres PENNING-Manometers besteht überwiegend aus Titan. Infolge der relativ geringen Sputterausbeute von Titan dürfte die Zerstäubung des Kathodenwerkstoffes stark verlangsamt ablaufen, wodurch die Standzeit der Kathode wesentlich verlängert werden sollte. Kritisch muss dabei jedoch vermerkt werden, dass gerade Titan als Kathodenwerkstoff in Ionengetterpumpen aufgrund seiner Eigenschaft, chemisch aktive Gase gut chemisorbieren zu können, eingesetzt wird. Es muss somit erwartet werden, dass die mit Ti-Kathoden ausgestattete PENNING-Röhre eine weitaus höhere Pumpwirkung aufweist als Kaltkathoden-Messköpfe mit üblichem Kathodenmaterial (Edelstahl oder Molybdän). Dementsprechend ist insbesondere bei Anwesenheit chemisch aktiver Gase mit einem größeren Fehler in der Druckanzeige zu rechnen.

Eine effiziente, aber konstruktiv aufwendigere Methode zur Reduzierung der Verschmutzungsanfälligkeit von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern ist der

Erreicht wird dies durch den speziellen Aufbau mit zwei getrennten Magnetfeldern entgegengesetzter Feldausrichtung, die die Aufrechterhaltung zweier unabhängiger Gasentladungen ermöglichen. Der Abstand zwischen den Entladungszellen ist ausreichend, um eine gegenseitige Störung zu vermeiden. Der Vorteil dieser Anordnung sollte darin bestehen, dass das näher zur Vakuumkammer brennende Plasma das innere weitgehend vor störenden Kontaminationen schützen soll und zu dessen Stabilität der Gasentladung beiträgt. Während eintretende Kohlenwasserstoffe und andere kontaminierende Dämpfe im vorderen Plasma gekrackt werden sollten, brennt die innere zweite PENNING-Entladung unter relativ sauberen Bedingungen. Dadurch sollten unerwünschte Ablagerungen auf elektrischen Durchführungsstrecken vermieden werden, so dass durch Kontaminationseffekte verursachte Kriechströme oder Kennlinienverschiebung größtenteils verhindert werden. Obwohl diese Röhrengometrie große kommerzielle Bedeutung [3.33] erlangte, konnten allerdings durch den Autor der vorliegenden Arbeit die o.g. Eigenschaften hinsichtlich geringerer Kontaminationsanfälligkeit experimentell nicht bestätigt werden [1.9]. Als Schwachpunkt der Konstruktion wird die Tatsache angesehen, dass bei dieser Messröhre der gemeinsame Entladungsstrom aus beiden Entladungsstrecken zur Druckmessung herangezogen wird.

Einsatz von Dampfsperren, die direkt vor dem Messröhreneingang angeordnet werden (vgl. Abbildung 3.7).

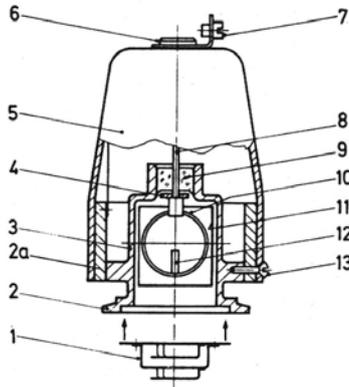


Abbildung 3.7:

Schnitt durch eine mit einer Dampfsperre geschützte kommerzielle PENNING- Vakuummessröhre [3.35].

1 – Dampfsperre mit Zentrierung, herausgezogen
 2 – Vakuumflansch, 2a – Permanentmagnet, 3 – Gehäuse, 4 – Schutzblech für Isolator 9, 5 – Abdeckhaube, 6 – Anschlussbuchse für Betriebshochspannung, 7 – Anschluss für Schutzterde, 8 – Anodenzuführung, 9 – Druckglaseinschmelzung 10 – Ringanode, 11 – Kathodenblech, 12 – Zündstift, 13 – Befestigungsschraube für Abdeckhaube 5

Diese auch als „Baffles“ bezeichneten Dampffallen bestehen in ihrer aller einfachsten Ausführungsform aus zwei oder drei Kupferblechen, die mit einer gewissen Überlappung die "optische Sicht" im Verbindungsrohr zwischen Messröhre und Vakuumsystem versperren. Öl- und kohlenwasserstoffhaltige Dämpfe können an den Blechen kondensieren, so dass eine Einströmung dieser Dämpfe in die Entladungskammer der Messröhre größtenteils verhindert wird⁴.

3.3 Die Druckdosis D als quantitatives Maß für die effektive Einsatzdauer von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern

Da der durch den Kontaminationsprozess verursachte Verschmutzungsgrad von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern nicht nur von der Betriebsdauer, sondern auch von der Intensität der die Kontamination bewirkenden Sputter- und Polymerisationsprozesse abhängt, nimmt die Lebensdauer einer Kaltkathoden-Messröhre im Betrieb bei höheren Drücken schneller ab als bei niedrigen. Wird eine Kaltkathoden-Messröhre also über einen längeren Zeitraum bei höheren Drücken betrieben, beschleunigt sich demnach auch die Kontaminationsrate, was unter Umständen zu einem früheren Ausfall des Druckmessgerätes führen kann als bei niedrigen Drücken. Diese, auch durch Literaturzitate bestätigte Überlegung führt dazu, dass man als Maß für die "Lebensdauer" eines Kaltkathoden-Ionisationsmanometers nicht - wie in der Literatur (z. B. [3.29, 3.30, 3.36]) bislang praktiziert - ausschließlich die Betriebsdauer, also die Betriebsstunden, während der

⁴ Bei dieser Methode muss jedoch stets beachtet werden, dass eine Dampfsperre die Strömungsverhältnisse zur Messröhre hin beeinflusst, wodurch deren Druckanzeige erheblich verfälscht werden kann.

die Messröhre mit noch vertretbarem Fehler arbeitet, angeben kann⁵. Ein derartiges Verfahren berücksichtigt nach Auffassung des Autors der vorliegenden Arbeit nicht die Druckabhängigkeit der Kontaminationsrate und könnte zu nichtreproduzierbaren Angaben führen! Vielmehr muss bei der Definition der "Lebensdauer" auch der Einfluss des Druckbereiches, in dem die Röhre betrieben wurde, mit einbezogen werden! Daher wird vorgeschlagen, anstelle der Betriebsdauer die Gasdosis, der die Röhre während der Messung ausgesetzt war, als Maß für die Lebens- bzw. Einsatzdauer solcher Manometertypen heranzuziehen. Dabei definiert man die Gasdosis G als die Gesamtgasmenge, die während der Betriebszeit t_B im

Messröhrevolumen V_M vorhanden war: $G = \int_0^{t_B} p(t)V_M dt$. Da das Messvolumen

zeitlich konstant bleibt und alle gängigen Kalkathoden-Manometertypen annähernd gleiche Messvolumina (größenordnungsmäßig einige cm^3) aufweisen, lässt sich der Volumenfaktor als zeitunabhängige Konstante aus dem Integral herausziehen, so dass sich als quantitatives Maß für die effektive Einsatzdauer von Kalkathoden- Ionisationsmanometern ausschließlich die Druckdosis D ergibt:

$$D = \int_0^{t_B} p(t) dt, \quad (3.8)$$

deren Maßeinheit [mbar·h] ist. Auf Grundlage dieser neu eingeführten Größe lassen sich nun Betriebszustände bereits eingesetzter Messröhren hinsichtlich ihres Kontaminationsgrades qualitativ vergleichen bzw. beurteilen. Für einen ganz korrekten Vergleich müsste man allerdings auch noch den Einfluss der Restgaszusammensetzung mit einbeziehen! (Bei Vergleichen zwischen unterschiedlichen Messröhrentypen an ein und demselben Pumpstand kann man aber in erster Näherung auf diese Forderung verzichten, wenn man annimmt, dass in diesem Pumpstand näherungsweise immer dieselbe Gaszusammensetzung herrscht.) Bei ein und demselben Röhrentyp müssten zusätzlich noch röhrenspezifische Parameter, wie Entladungsstromgröße, Elektrodenmaterial, etc. in der Angabe Beachtung finden. Da diese aber in Hinblick auf den Betriebszustand der Röhre mathematisch nur schwer definierbar sind, soll im Folgenden allein die Angabe der Druckdosis D als Vergleichsgrundlage zur Beschreibung der „Messgeschichte“ genügen.

⁵ Diese Überlegung wird dadurch bestätigt, dass bekanntlich derartige Messröhren, die ausschließlich im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich eingesetzt wurden, teilweise über Jahre hinweg ohne signifikanten Veränderung ihrer Messgenauigkeit betrieben werden konnten. So wurde von KENDALL und DRUBETSKY [3.36] über Betriebszeiten von Kalkathoden- Ionisationsmanometern von bis zu 35.000 Stunden berichtet. HYATT und PEACOCK [3.37] untersuchten die Langzeit-Messstabilität einer inversen Magnetron- Messröhre, die 21 Monate lang (ca. 17.000h) im 10^{-10} mbar-Bereich ohne Unterbrechung betrieben wurde; sie stellten nach dieser Betriebszeit nur eine extrem kleine und daher vernachlässigbare Kennlinienverschiebung fest.

Kapitel 4

Entwicklung eines kontaminationsarmen Kaltkathoden-Ionisationsmanometers

4.1 Grundidee für ein kontaminationsarmes Kaltkathoden-Ionisationsmanometer

In Auswertung der im vorangegangenen Kapitel dargelegten Analyse des Kontaminationsprozesses wurde nun versucht, ein modifiziertes Kaltkathoden-Ionisationsmanometer zu entwickeln, das nicht nur eine geringere Kontaminationsneigung als bisherige aufweist, sondern auch einen Elektrodenaufbau besitzt, der mit verhältnismäßig geringem Aufwand technisch realisiert werden kann. Dabei sollte die Vakuummeterröhre Messeigenschaften und Messgrenzen aufweisen, die mit üblichen, kommerziellen Vakuummetern vergleichbar bleiben.

Um die "Lebensdauer" eines Kaltkathoden-Ionisationsmanometers zu erhöhen, muss einerseits

- die Effizienz der Kathodenzerstäubung reduziert und andererseits
- der Eintritt von C_xH_y -Molekülen in den Messraum weitestgehend vermieden werden.

Während sich die Zerstäubungsrate des Kathodenmaterials beispielsweise durch die Beschichtung der Kathodenoberfläche mit schwer zerstäubbarem Material oder durch das Absenken der Betriebspotenziale verringern lässt, lässt sich das Eindringen von kohlenwasserstoffhaltigen Gasmolekülen in den Entladungsraum durch den Einsatz eines Ionenbaffles erreichen.

HAEFER [4.1-4.3] schlug 1961 eine elektrische Kohlenwasserstofffalle für Ölrotationspumpen vor, die im Wesentlichen darauf beruhte, dass die aus der Pumpe rückströmenden Kohlenwasserstoffmoleküle in einer elektrischen Kaltkathodenentladung auf der Kathodenoberfläche in einer festen C_xH_y - Polymerisatschicht niedergeschlagen werden. Er stellte für den wirksamen Betrieb der Falle verschie-

dene Anforderungen an die zu wählende Entladung auf:

- Die Bedingungen der Entladung müssen so gewählt werden, dass nicht die plasmachemische Zersetzung in abpumpbare Gase, sondern die Polymerisation, also die Umwandlung der gas- und dampfförmigen Kohlenwasserstoffe in feste Kohlenwasserstoff-Polymerisatschichten, der maßgebende Vorgang ist.
- Da die Polymerisationsausbeute beim Ionenstoß um 2 bis 3 Größenordnungen größer als beim Elektronenstoß ist, sollte ein möglichst großer Ionenstromanteil in der Entladung vorherrschen, um hohe Ausbeuten zu erzielen. Je höher die pro Flächen- und Zeiteinheit auf die Elektroden niedergeschlagene Substanzmenge ist, desto effektiver vollzieht sich der Polymerisationsvorgang, und um so geringer ist der Anteil an Kohlenwasserstoffen in der Restgasatmosphäre.
- Da die Ausbeute von der Energie der Ladungsträger abhängt (vgl. Tabelle 3.1), und zwar in dem Sinne, dass die Ausbeuten nach Durchlaufen eines Maximums mit zunehmender Ladungsträgerenergie wieder abnehmen [4.2], sollte die Entladung bei Elektrodenspannungen zwischen 1...3kV brennen.
- Um den C_xH_y -Partialdruck auf einen geringen Prozentsatz des ursprünglichen Wertes reduzieren zu können, muss erreicht werden, dass eine möglichst große Anzahl der in den Entladungsraum eindringenden C_xH_y - Moleküle mit hoher Wahrscheinlichkeit an der Kathode fixiert wird. Dazu ist es nötig, dass die Zahl der pro Sekunde in die Entladungszone hineinströmenden groß gegenüber der Zahl der pro Sekunde aus der Entladung hinausströmenden C_xH_y - Moleküle ist. Der Entladungsstrom muss also der Rate der Rückströmung angepasst sein.

Neben den genannten Forderungen sollte ferner ein kontinuierlicher, möglichst wartungsfreier Betrieb der Falle gewährleistet sein.

Eine allen diesen Forderungen gerecht werdende Form der elektrischen Entladung ist die Kaltkathodenentladung im transversalem Magnetfeld. HAEFER entwickelte entsprechend seiner Bedingungen daraufhin eine C_xH_y -Falle in Form eines inversen Magnetrons. Da der Polymerisationsvorgang in einer solchen Entladungsform hauptsächlich durch Ionenstoß bewirkt wird, hat sich für die beschriebene Anordnung die Bezeichnung „Ionenbaffle“ eingebürgert. Abbildung 4.1 zeigt schematisch den Aufbau der von ihm verwendeten Versuchsanordnung.

Das Wirkprinzip des Ionenbaffles beruhte genau auf den plasmachemischen Elementarprozessen (vgl. Kapitel 3.1.2), die für die Kontamination durch Polymerisationsreaktionen von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern verantwortlich sind: In der Kaltkathodenentladung werden Kohlenwasserstoffmoleküle, die als Gase oder Dämpfe im Rezipienten einer Vakuumapparatur vorhanden sind, durch Ionen- bzw. Elektronenstoß gekrackt, wobei sich die Polymerisationsprodukte als Polymerisat auf den Kathoden niederschlagen und somit aus der Gasphase verschwinden. Die Wirkungsweise des Ionenbaffles wurde von ihm erfolgreich an einem Vakuumpumpstand, der mit einer dreistufigen Öldiffusionspumpe evakuiert wurde, demonstriert. Dazu nahm er die Massenspektren der Restgasatmosphäre im Rezipienten vor und nach Inbetriebnahme der Entladungsfalle auf. Vor Inbetriebnahme fand er ein Massenspektrum, in welchem aufgrund der Rückströmung von Öldämpfen aus der Pumpe in den Rezipienten die Massenzahlen leichter und schwerer

ter und schwerer Kohlenwasserstoffverbindungen stark dominieren (vgl. Abbildung 4.2). Nach zweitägigem Dauerbetrieb sanken die Anteile aller im Massenspektrum ursprünglich vorhandenen Kohlenwasserstoffgruppen auf teilweise Werte unterhalb der Nachweisgrenze des von ihm seinerzeit verwendeten Massenspektrometers. Gleichzeitig beobachtete er eine Druckabnahme im Rezipienten aufgrund der Pumpwirkung der Entladung und eine Erhöhung des Wasserstoffpartialdruckes (vgl. auch [4.2]) Diese ist auf das Kracken von Kohlenwasserstoffmolekülen zurückzuführen. Er fand, dass die Reduktion von Kohlenwasserstoffmolekülen mit höheren Massenzahlen in der Entladung wesentlich effektiver vonstattengeht als bei leichteren Kohlenwasserstoffen.

Derartig aufgebaute Ionenbaffles sind auch kommerziell erhältlich [4.3] und werden immer dann eingesetzt, um Öldämpfe, die beim Betrieb von Drehschieberpumpen o. Ä. entstehen, vom Rezipienten fernzuhalten. Man erreicht mit ihnen – je nach Betriebsparametern und -dauer – im Allgemeinen eine Reduzierung des Partialdrucks der Kohlenwasserstoffe auf 1/100 ihres Ausgangswertes.

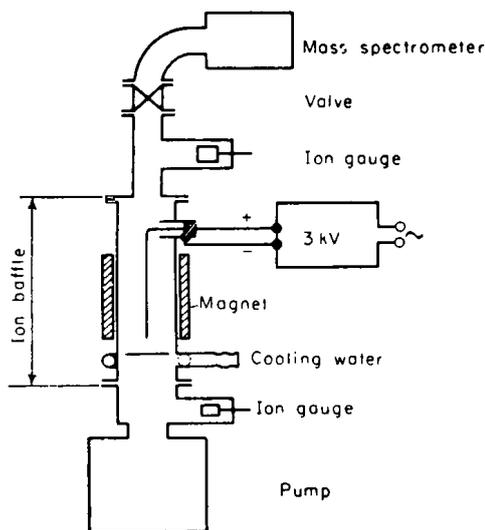


Abbildung 4.1: C_xH_y -Falle nach HAEFER [4.1]. Die in der Rohrachse befindliche Stabelektrode diente als Anode, die Zylinderwand war die Kathode. Das axial gerichtete Magnetfeld wurde durch einen permanenten Zylindermagneten erzeugt.

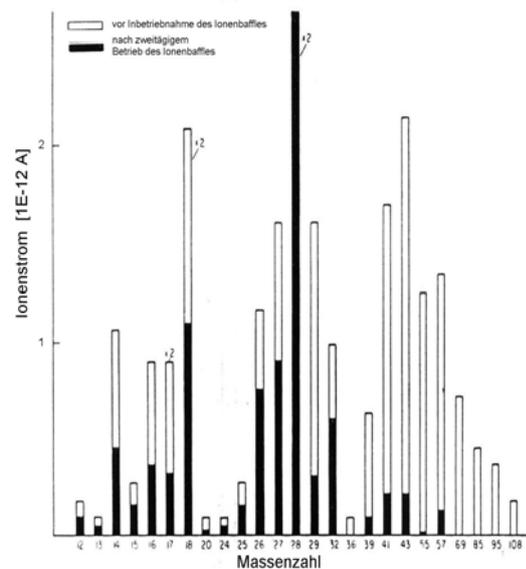


Abbildung 4.2: Massenspektrum der Restgasatmosphäre in einem durch eine Öldiffusionspumpe evakuierten Rezipienten. Entnommen aus [4.1].

- a) vor Inbetriebnahme des Ionenbaffles
- b) nach zweitägigem Betrieb des Ionenbaffles

Aufgrund der vorgeschlagenen Elektrodenstruktur für die Gasentladungsfalle liegt die Idee nahe, diese Falle für Kohlenwasserstoffe und die Messzelle eines inversen Magnetron- Kaltkathoden-Ionisationsmanometers in einem gemeinsamen Gehäuse zu kombinieren [4.4]. Die im Folgenden vorgeschlagene Kaltkathoden-Messröhre entspricht daher in ihrer Grundstruktur einem inversen Doppel- Magnetron, welches jedoch im Gegensatz zu den bisher üblichen mit

zwei in Reihe hintereinander angeordneten und elektrisch getrennten Kathodenzylindern ausgestattet ist. Die Anode ist als Stab in der Symmetrieachse beider Kathodenzylinder angeordnet. Durch die separate Spannungszuführung der beiden Zylinderelektroden soll erreicht werden, dass in beiden Kathodenzylindern zwei voneinander unabhängige Entladungen brennen. Während die vordere, am Röhreneingang brennende Entladung als Ionenbaffle wirken soll, dient die innere (zweite) PENNING-Entladung als eigentliches Messgerät. Nur der aus dieser Entladungszone abfließende Entladungsstrom wird ausgewertet und zur Druckmessung herangezogen. Diese spezielle Doppelplasma-Konfiguration hat somit den entscheidenden Vorteil, dass das im Eingang der Röhre brennende Plasma das innere (welches die eigentliche Messstelle darstellt) weitestgehend vor störenden Kontaminationen durch kondensierbare Dämpfe schützt.

Gleichzeitig dient eine am Eingang der Messkammer befindliche Kreis- oder Lochblende hinreichend kleiner Apertur als Strömungswiderstand für kondensierbare oder kohlenwasserstoffhaltige Dämpfe. Da der Strömungsleitwert einer Kreisblende bei molekularen Strömungsverhältnissen (also im Druckbereich unterhalb von etwa 10^{-3} mbar) umgekehrt proportional zur Wurzel der relativen Molekularmasse $\sqrt{M_r}$ ist, nimmt somit auch der Strom von Gasen durch die Blende mit zunehmender relativer Molekülmasse ab, der Strömungswiderstand (d. i. der Kehrwert des Leitwertes) nimmt also mit $\sqrt{M_r}$ zu. Dadurch wird der Eintritt kohlenwasserstoffhaltiger Gasbestandteile mit höheren Massenzahlen in die eigentliche Messkammer deutlich verringert (vgl. hierzu auch Abschnitt 4.2.2).

Alle genannten Maßnahmen sollen dazu dienen, Ablagerungen von unerwünschten Polymerisatschichten im eigentlichen Messgerät zu verhindern. Es wird erwartet, dass bei dieser Messgerätekonstruktion die Kontaminationsrate reduziert wird, so dass die Kennlinienverschiebung infolge verschmutzter Elektroden zeitlich verzögert und die Lebensdauer der Messröhre verlängert wird. Abbildung 4.3 zeigt schematisch die Struktur des modifizierten inversen Magnetrons mit integriertem Ionenbaffle.

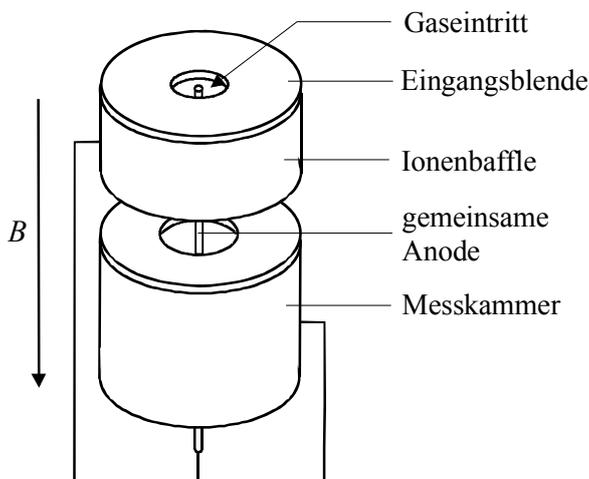


Abbildung 4.3: Grundprinzip eines kontaminationsarmen Kaltkathoden-Ionisationsmanometers vom inversen Magnetron-Typ mit integriertem Ionenbaffle. Siehe auch [4.4].

Um die Effizienz der Kathodenzerstäubung als zweite Hauptursache der Röhrenkontamination zu reduzieren, muss die Messröhre vor allem bei hohen Vakuumdrücken mit verminderten Betriebspotenzialen betrieben werden, da die Zerstäubungsrate direkt proportional zum Kathodenfall ist, welcher wiederum nur von der Potenzialdifferenz zwischen Anode und Kathode abhängt (gilt solange $A_{\text{Ion}} \gg$ Kathodenfallstrecke ist, also $p < 10^{-1}$ mbar). In diesem Zusammenhang soll mit der vorgeschlagenen Konstruktion ferner untersucht werden, ob es Vorteile bringt, wenn man von der klassischen Betriebsart für Kaltkathoden-Ionisationsmanometern abgeht und die Messröhre in zwei unterschiedlichen Betriebsmoden ansteuert: während die Messröhre im gesamten Vakuumbereich unterhalb von etwa $p < 10^{-4}$ mbar – wie üblich – mit einer konstanten Anodenhochspannung U_A betrieben wird, wird oberhalb dieses Druckwertes an die Anode eine Wechselspannung U_{\sim} mit einer konstanten Frequenz und einer konstanten Amplitude gelegt (Größenordnung kV). Dadurch könnte erreicht werden, dass in der Halbperiode, in der die Anode positiv gegenüber Kathode ist, die Ionen auf die Kathode treffen, während in der anderen Halbperiode, wenn die Anode negativ bezüglich Kathode ist, die Ionen (falls in dieser Phase überhaupt eine selbständige Entladung zündet) in Richtung Anode beschleunigt werden und sie dadurch effektiv reinigen (abspalten) können. Neben dem dadurch erhofften „Selbstreinigungseffekt“ könnte einerseits die Effizienz der gerade bei höheren Vakuumdrücken maßgeblich am Kontaminationsprozess der Messröhre beteiligten Kathodenzerstäubung reduziert, andererseits der Messbereich des Manometers zu höheren Drücken hin verschoben werden⁶. Des Weiteren soll getestet werden, ob eine TiN-Beschichtung der Zylinderelektroden, die die Entladungskammer bilden, sich positiv auf das Langzeitmessverhalten der Messröhre auswirkt. Titanitridbeschichtungen werden heutzutage zur Produktveredelung und zur Erhöhung der Lebensdauer und Wirtschaftlichkeit von Werkzeugen und -produkten eingesetzt. Die extrem hohe Härte dieser Schichten übertrifft jene von Edelstahl oder von Carbiden und liegt zwischen der Härte von Korund (Al_2O_3 -Keramik) und Diamant. Sie werden daher bevorzugt in Systemen mit sehr hohen Anforderungen an geringen Verschleiß eingesetzt. Als Beschichtungsmaterial für Kathodenzyylinder in Kaltkathoden-Ionisationsmanometern kommt es vor allem aus zwei Gründen in Frage: Einerseits weist TiN für Ionen im Energiebereich zwischen 0,1...1 keV im Vergleich zu reinem Edelstahl eine deutlich geringere Sputterausbeute auf (vgl. Tabelle 6.3), andererseits wirkt eine TiN-Beschichtung zusätzlich auch noch gasabgabereduzierend [4.5]. Ferner zeigt TiN ausgeprägtes metallisches Verhalten und ist bei Raumtemperatur paramagnetisch. Diese Aspekte lassen es sinnvoll erscheinen, TiN-beschichtete Kathodenzyylinder als weitere Maßnahme zur Erhöhung der Standzeit eines Kaltkathoden-Ionisationsmanometers einzusetzen.

⁶ Ein alternierender Betrieb wird beispielsweise auch bei den Beschichtungsmagnetrons vorteilhaft beim reaktiven Beschichten ausgenutzt, wo durch Reaktion des Targets mit dem Reaktivgas auf den Targetoberflächen oft Isolatorschichten entstehen, die infolge ihrer Isolationswirkung zu einer unerwünschten Aufladung des Targets und zum Ausfall des Magnetrons führen. Hier benutzt man zwei Magnetrons, die man im Gegentakt ansteuert (sog. Dual- oder Dopperringmagnetrons) [4.6-4.9]. Allerdings unterscheiden sich die Elektroden- und somit auch die Feldgeometrien der Duomagnetrons von den Magnetronstrukturen, die als Druckmessgerät genutzt werden. Insofern muss es nicht unbedingt evident sein, dass bei vertauschter Polung der Entladungselektroden eine Entladung zündet.

4.2 Überlegungen zur Röhrengometrie und -dimensionierung

4.2.1 Theoretische Betrachtungen zu den Betriebsparametern

Im Folgenden sollen vom Autor der Arbeit einige theoretische Überlegungen zur Dimensionierung der Elektrodenkonfiguration und Abschätzung der Betriebsparameter angestellt werden. Dazu muss der Mechanismus der Kaltkathodenentladung im transversalen Magnetfeld anhand der coaxialen Elektrodenanordnung eines inversen Magnetrons kurz näher erläutert werden. Betrachtet wird dazu eine unendlich lange Elektrodenstruktur, die aus einer stabförmigen Anode und einer diese konzentrisch umgebenen zylindrischen Kathode ohne Endplatten (vgl. Abbildung 4.4) besteht. Randeffekte bleiben zunächst unberücksichtigt.

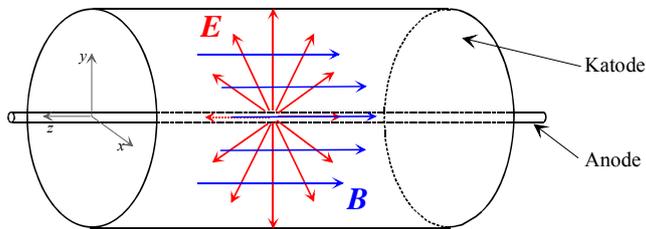


Abbildung 4.4: Vereinfachte Elektrodenstruktur eines inversen Magnetrons ohne Kathodenendplatten. Das elektrische Feld E ist ein reines Radialfeld, dessen Feldvektor senkrecht auf dem Vektor der magnetischen Induktion B steht.

Ein die Kathode mit der Anfangsgeschwindigkeit Null verlassendes Elektron würde ohne ein axiales Magnetfeld direkt zur Anode fliegen. Wird jedoch ein äußeres axiales Magnetfeld hinreichender Stärke angelegt, so bewirkt die LORENTZ-Kraft, dass die Elektronenbahn gekrümmt wird und das Elektron zur Kathode zurückkehrt.

Die Bewegungsgleichung eines Elektrons in einer Elektrodenanordnung gemäß Abbildung 4.4 unter Einwirkung eines radialen elektrischen Feldes E und eines axialen magnetischen Feldes B lautet:

$$\ddot{\vec{r}} = -\frac{e}{m_e} \vec{E} - \frac{e}{m_e} [\dot{\vec{r}} \times \vec{B}], \quad (4.1)$$

wobei e für die Elementarladung, m_e für die Masse und \vec{r} für den Ortsvektor des Elektrons steht. Die Lösungen der Bewegungsgleichung ergeben Parametergleichungen für Hypozykloidenbögen, die ein Elektron unter Einfluss eines kombinierten $E \times B$ -Feldes durchläuft (betrachtet wird hier nur ein E -Feld mit einer reinen Radialkomponente und ein B -Feld mit einer reinen axialen Komponente). Diese Zyklode wird durch den Rollkreis mit dem Durchmesser

$$d_{\text{RK}} = \frac{2m_e E}{eB^2} \quad (4.2)$$

erzeugt, der sich mit der Winkelgeschwindigkeit ω_z (= Zyklotronfrequenz) und dem Mittelwert der Tangentialgeschwindigkeitskomponente v_t , wobei

$$v_t = \frac{E}{B}, \quad (4.3)$$

auf einem Leitkreis abrollt. Erfährt ein von der Kathode startendes Elektron auf seinem Zyklidenbogen keinen Zusammenstoß mit einem Gasatom, so gelangt es zur Kathode zurück. Ist die Kathodenoberfläche ideal glatt, so wird das Elektron mit einer Wahrscheinlichkeit von nahezu Eins von der Kathode wieder aufgenommen. Hat die Kathodenoberfläche jedoch Unebenheiten, dann hat das Elektron eine gewisse Wahrscheinlichkeit, reflektiert zu werden und es beginnt, einen neuen Zyklidenbogen zu beschreiben. Erleidet es dabei nun einen Zusammenstoß mit einem Gasatom, so beginnt seine zyklode Bewegung von diesem Punkt aus neu, wodurch es nun die Kathode verlassen kann. Bei jedem weiteren unelastischen Zusammenstoß mit einem Gasteilchen wird das Elektron abgebremst und es beginnt, einen neuen Bogen zu beschreiben. Der Radius, mit dem das Elektron die Anode umkreist, wird dabei immer kleiner. Ein Elektron kann unter diesen Feldbedingungen erst nach einer bestimmten Anzahl von unelastischen Zusammenstößen mit Gasparkeln die Anode erreichen. Im Gegensatz zu den Elektronen werden die gebildeten Ionen durch das elektrische und magnetische Feld infolge ihrer größeren Masse nur gering abgelenkt; sie gelangen auf ziemlich kurzem Weg nach einigen Hin- und Hergängen zur Kathode, obwohl auch deren Trajektorien Zykliden (mit Rollkreisdurchmessern im Meterbereich) darstellen. Abbildung 4.5 zeigt schematisch die Elektronen- und Ionentrajektorien in einem inversen Magnetron.

Um einen unelastischen Stoß auf seiner Zyklode in Kathodennähe auszuführen und damit ein Gasteilchen ionisieren zu können, benötigt ein Elektron eine bestimmte Mindestenergie, die Ionisierungsenergie $e\varphi_i$. Diese erhält es in Form von kinetischer Energie bei der Beschleunigung in radialer Richtung durch das elektrische Feld. Daher ist ein Elektron erst nach Zurücklegen einer Mindestwegstrecke in einer Entfernung x von der Kathodenwand in der Lage, unelastische Stöße auszuführen. Es muss also gelten:

$$x \geq \frac{\varphi_i}{E_K} \quad (4.4)$$

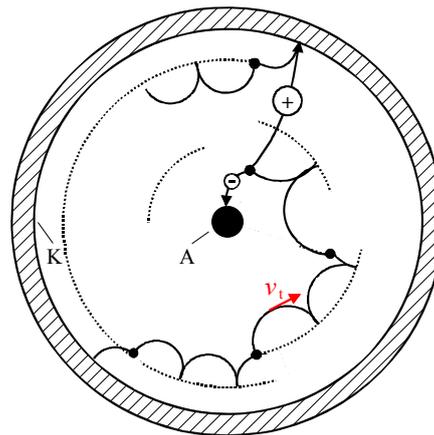


Abbildung 4.5: Elektronen- und Ionentrajektorien in einem inversen Magnetron. Je näher das Elektron um die Anode kreist, desto größer werden seine Rollkreisdurchmesser. A – Anode, K – Kathode, • Ionisationspunkte. Nach [4.10].

(φ_i Ionisierungspotenzial des Gases). Ein Elektron, welches auf seinem Zyklidenbogen diese Entfernung noch nicht erreicht hat, stößt somit nur unelastisch mit einem Gasteilchen zusammen und kann dieses nicht ionisieren. Das Elektron muss also auf seinem Zyklidenbogen mindestens die Entfernung zur Kathode $x = d_{RK}$ erreichen, um die Ionisierungsenergie aufnehmen zu können. Es gilt also:

$$e\varphi_i = eE_K d_{RK}, \quad (4.5)$$

wobei E_K für die elektrische Feldstärke in Kathodennähe steht. Ferner gilt für den elektrischen Feldstärkeverlauf in einer – streng genommen unendlich langen – koaxialen Elektrodenanordnung die Beziehung

$$Er = E_K r_K = \frac{U_A}{\ln(r_K / r_A)} \quad (4.6)$$

mit U_A als Anodenspannung und r_K und r_A als Kathoden- bzw. Anodenradius. Durch Einsetzen von (4.2) und (4.6) in (4.5) erhält man schließlich folgenden Zusammenhang:

$$E_K r_K = \frac{U_A}{\ln(r_K / r_A)} = \sqrt{\frac{e\varphi_i}{2m_e}} B r_K, \quad (4.7)$$

aus dem sich nun einige wichtige, für den Bau der Kaltkathoden-Ionisationsmanometerröhre relevanten Betriebsparameter ableiten lassen.

Für die bei vorgegebenen Kathodenradius r_K maximal erlaubte magnetische Flussdichte B_{\max} , bei der ein Elektron auf seiner Zyklidenbahn mit der Anfangsgeschwindigkeit Null noch gerade die zur Ionisierung eines Gasmoleküls (Ionisierungspotenzial Luft $\varphi_i = 15,5V$ [4.11]) notwendige Energie aufnehmen kann, ergibt sich in Abhängigkeit von U_A zu:

$$B_{\max} = \sqrt{\frac{2m_e}{e\varphi_i}} \frac{U_A}{r_K \ln(r_K / r_A)} \quad (4.8)$$

Die in Abbildung 4.6 dargestellte Graphik von Gleichung (4.8) für verschiedene Anodenspannungen U_A und Kathodenradien r_K unter Annahme eines Anodenradius von $r_A = 0,65$ mm lässt erkennen, dass bei gegebener Anodenspannung die maximal zulässige magnetische Induktion B_{\max} um so kleiner werden muss, je größer der Kathodenradius r_K wird. Man erkennt ferner in der Graphik, dass bei Anodenspannungen zwischen 3...5 kV und Kathodenradien oberhalb von 10 mm die maximal zulässige Flussdichte im Entladungsraum $B_{\max} \leq 170$ mT sein sollte. Wird ein größerer Kathodenradius gewählt, so sollte die maximale Flussdichte - je nach U_A - im Bereich zwischen 50 ... 100 mT liegen. Würde dagegen bei vorgegebenen Kathodenradius $B > B_{\max}$, dann würde der Rollkreisdurchmesser des Elektrons in Kathodennähe derart verkleinert, dass die auf dem Zyklidenbogen

aufgenommene Energie nicht mehr zur Ionisierung ausreicht. Unter diesen Bedingungen würde in einer coaxialen Elektrodenanordnung ohne Kathodenendplatten die Entladung erst gar nicht zünden. Daher lässt sich Gleichung (4.7) auch implizit als Begrenzung des Zündbereiches zu kleinen Spannungen (minimale Zündspannung) hin ansehen. Die errechneten Maximalwerte gelten allerdings nur in einer unendlichen langen coaxialen Elektrodenanordnung ohne Endplatten. In einer Elektrodenanordnung mit seitlich abschließenden Kathodenendflächen hingegen verändern sich nicht nur die Feldverhältnisse im Entladungsraum erheblich, sondern auch die Zündverhältnisse. HAEFER [2.28] konnte nachweisen, dass die Elektronenauslösung an den Endflächen der Kathodenzyylinder erheblich die Zündspannung U_Z der Entladung herabsetzt. Aus diesem Grund zündet eine Gasentladung in einer Röhre mit seitlichen Kathodenendplatten bereits bei deutlich kleineren Spannungswerten als man nach der obigen Theorie für unendlich lange Elektrodenausdehnungen (also ohne Endplatten) erwarten würde. Daher können im Entladungsraum, der mit seitlichen Endplatten verschlossen ist, bei gegebenen Anodenspannungen auch höhere Magnetfeldstärken herrschen als hier berechnet.

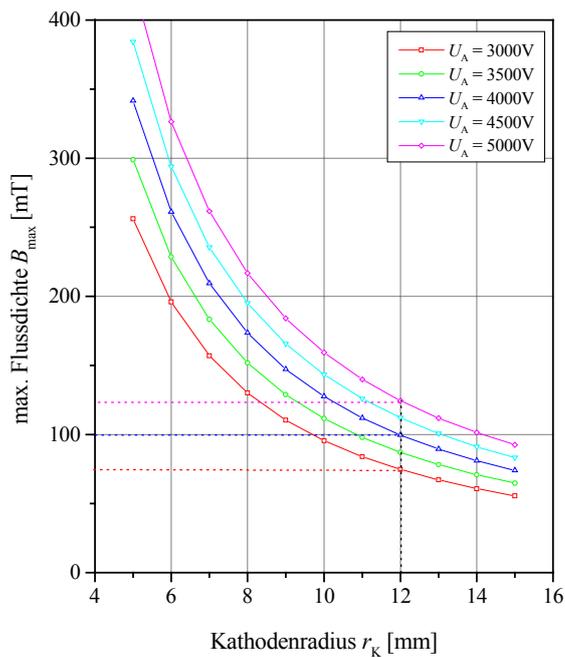


Abbildung 4.6:

Nach Gleichung (4.8) errechnete Abhängigkeit der maximalen Flussdichte B_{\max} im Entladungsraum vom Kathodenradius r_K . Annahme $r_A = 0,00065$ m. Bei $r_K = 12$ mm und $U_A = 4$ kV sollte beispielsweise $B_{\max} \leq 100$ mT betragen.

4.2.2 Dimensionierung des Eingangsblenden– Leitwertes

Der Eintritt kohlenwasserstoffhaltiger Gase oder Dämpfe in die Messkammer soll durch den Verwendung einer am Eingang der Messröhre positionierten Kreis- oder Lochblende reduziert werden (Prinzip Druckwandlerstufe). Zur Dimensionierung des Leitwertes dieser Blende soll nun der Einfachheit halber nur eine Druckstufe zwischen Rezipient und Ionenbafflekammer (vgl. Abbildung 4.7) mit nur zwei Gasarten (X und Y) betrachtet werden. Dabei wird der in dem Ionenbaffle ablaufende Crack- bzw. Polymerisationsprozess im weitesten Sinne als Pumpprozess betrachtet. Die Gasart X soll die Kohlenwasserstoffe repräsentieren, die Gasart Y die anderen Gase insgesamt. Da das Messgerät (Volumen V_M) in der Regel an einen wesentlich größeren Rezipienten (Volumen V) angeschlossen wird, ist im Allgemeinen $V \gg V_M$. Der Strömungsleitwert L zwischen V und V_M ist gasspezifisch und durch die zu dimensionierende Eingangsblende (Lochblende) gegeben. Der Leitwert zwischen beiden Entladungsstrecken ist klein gegenüber dem Eingangsleitwert. Er lässt bevorzugt Gase mit niedrigen relativen Molekülmassen hindurch. Den Leitwert kann man im Allgemeinen darstellen durch:

$$L = \frac{L_0}{\sqrt{M_r}}, \quad (4.9)$$

L_0 ist der gasartunabhängige Anteil, M_r ist die relative Molekülmasse (Molekulargewicht). Es werden im vorliegenden Fall also zwei verschiedene Leitwerte L_X und L_Y betrachtet. Das als Messgerät gekennzeichnete Volumen V_M wirkt zugleich als Pumpe. Die Folge der Pumpwirkung ist, dass dort der Druck etwas kleiner als im Volumen V wird. Das Saugvermögen ist gasspezifisch. Demzufolge wird die eine Gasart (Kohlenwasserstoffe X) stärker als die andere ("Nichtkohlenwasserstoffe" Y) abgepumpt, der Druck des Gases X wird in dem Volumen V_M von p_X auf p_X' reduziert, der des Gases Y von p_Y auf p_Y' .

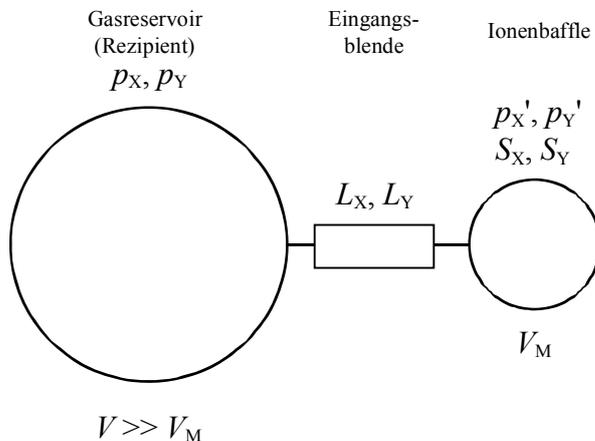


Abbildung 4.7: Vakuumschema der Messröhre. Prinzipskizze einer einzelnen Druckwandlerstufe zwischen Rezipient und Ionenbafflekammer. Erläuterungen siehe Text.

Der Gleichgewichtszustand in V_M ist dadurch gegeben, dass genau so viel Gas weggepumpt wird, wie einströmt, d. h.:

$$S_X p_X' = L_X (p_X - p_X'), \quad (4.10a)$$

$$S_Y p_Y' = L_Y (p_Y - p_Y'). \quad (4.10b)$$

Die Lösungen der Gleichungen (4.10a) und (4.10b) sind:

$$p_X' = p_X \frac{1}{1 + \frac{S_X}{L_X}}, \quad (4.11a)$$

$$p_Y' = p_Y \frac{1}{1 + \frac{S_Y}{L_Y}}. \quad (4.11b)$$

Man muss nun verlangen, dass durch die Pumpwirkung des Ionenbaffles der Anteil der Kohlenwasserstoffdämpfe im Vergleich zu den anderen Gasen absinkt. Das heißt:

$$\frac{p_X'}{p_Y'} = \frac{p_X}{p_Y} \frac{1 + \frac{S_Y}{L_Y}}{1 + \frac{S_X}{L_X}} < \frac{p_X}{p_Y}. \quad (4.12)$$

Damit die Ungleichung (4.12) erfüllt ist, muss gelten:

$$\frac{S_Y}{L_Y} < \frac{S_X}{L_X}. \quad (4.13)$$

Um einen deutlichen Effekt zu erzielen, muss man nun fordern, dass der Quotient S_X/L_X wenigstens in der Größenordnung von Eins liegen sollte:

$$\frac{S_X}{L_X} \geq 1. \quad (4.14)$$

Damit die Ungleichung (4.14) erfüllt wird, muss also der Leitwert zur Messstelle, der hauptsächlich durch den Leitwert der Eingangsblende zur Ionenbafflekammer gegeben ist, entsprechend klein dimensioniert werden⁷. Durch dessen richtige

⁷ Die kleinen Leitwerte bedingen immer eine Druckdifferenz zwischen dem Druck in der Röhre und dem im Rezipienten! Diese Druckdifferenz muss man in Kauf nehmen, man kann sie durch Aufnahme einer Kalibrierkurve berücksichtigen!

Dimensionierung lässt sich somit die Lebensdauer des Messsystems beeinflussen. Geht man davon aus, dass das Saugvermögen eines Kaltkathoden-Ionisationsmanometers (je nach Empfindlichkeit, vgl. Gleichung (2.8) und Tabelle 2.1) in der Größenordnung von $S_X \approx 0,1 \text{ l/s}$ liegt, so folgt nach (4.14) für den Strömungsleitwert zur Ionenbafflekammer $L \leq 0,1 \text{ l/s}$. Dieser Wert ließe sich theoretisch durch eine Lochblende in Form einer 5mm dicken Scheibe mit einer zentralen Bohrung von 0,8mm erreichen. Bei einem derart kleinen Strömungskanal muss man jedoch davon ausgehen, dass der Druckausgleich zwischen Rezipient und dem Messsystem unverhältnismäßig lange dauert. Damit die Messröhre auch auf dynamische Druckänderungen zeitadäquat reagieren kann, scheint es angebracht zu sein, mit einer 5mm dicken Lochblende, die eine zentrale Bohrung von 2,5mm Durchmesser besitzt, zu arbeiten. In diesem Fall würde der Leitwert für Luft ($M_r = 29$, $T = 293\text{K}$) $L = 0,14 \text{ l/s}$ betragen. Sieht man von Methan ($M_r = 16$) ab, so haben die meisten anderen Kohlenwasserstoffe jedoch relative Molekülmassen $M_r > 29$. Da nach Gleichung (4.9) der Leitwert mit zunehmender relativer Molekülmasse abnimmt, ist dieser für kohlenwasserstoffhaltige Gase stets kleiner als für nichtkohlenwasserstoffhaltige Gase. Aus diesem Grund ist bei der Verwendung der oben vorgeschlagenen Eingangsblende der Leitwert für die Gassorte X stets $L_X < 0,14 \text{ l/s}$, weshalb für diese Gase die o.g. Forderung (4.14) ausreichend erfüllt wird.

4.2.3 Überlegungen zur Erzeugung des Magnetfeldes

Zur Erzeugung des für den Messbetrieb der Manometerröhre erforderlichen B -Feldes bestehen generell zwei Möglichkeiten: Zum einen ist der Einsatz einer stromdurchflossenen Spule denkbar, zum anderen wäre die Verwendung von ringförmigen Permanentmagneten möglich, deren Feld die Entladungskammer axial durchsetzen. Letztere Option wird heutzutage bei allen üblichen kommerziellen Kaltkathoden-Messröhren genutzt. Dabei sitzen ein oder mehrere Magnetringe außerhalb der Entladungskammer direkt auf dem Röhrentubus. Nachteilig erscheint bei dieser Methode die Tatsache, dass die Magnetringe meist ein mehr oder weniger stark inhomogenes Feld erzeugen, wodurch die Feldgeometrie der magnetischen Induktion im Entladungsraum verzerrt wird. Im Gegensatz dazu würde eine stromdurchflossene Spule in ihrem Innenraum ein hinreichend homogenes Magnetfeld erzeugen. Die magnetische Flussdichte B auf der Achse einer stromdurchflossenen Zylinderspule mit dem Radius r_s und der Länge l_s im Innenraum errechnet sich zu [4.12]:

$$B = \frac{\mu_0 \mu_{\text{rel}} w I_s}{\sqrt{l_s^2 + 4r_s^2}} \quad (4.15)$$

mit μ_0 als magnetische Feldkonstante, μ_{rel} der relativen Permeabilitätszahl, w als Windungsanzahl und I_s als Spulenstromstärke. Um im Entladungsraum der Kaltkathoden-Messröhre eine magnetische Flussdichte von etwa 100mT zu erreichen,

lassen sich unter Zuhilfenahme der Gleichung (4.15) die zur Erzeugung des gewünschten Feldstärkewertes im Entladungsraum erforderlichen Spulenparameter abschätzen. Setzt man voraus, dass man eine verhältnismäßig kurze zylinderförmige Feldspule ($r_s = 20\text{mm}$, $l_s = 25\text{mm}$) auf dem Außenumfang des Messröhrengehäuses anordnet, dann errechnet sich für das Produkt wI_s ein Wert von etwa 3800A. Daraus lässt sich ableiten, dass bei 1000 Wicklungen durch die Spule ein Strom von etwa $I_s = 3,8\text{A}$ fließen müsste. Ein derart hoher Strom erfordert aber nicht nur einen hohen Leiterquerschnitt, sondern infolge joulescher Verluste würde sich der massive Spulenkörper und damit der Messröhrenkörper erwärmen, was wiederum zu einer erhöhten Gasabgabe im Messröhreninneren führen könnte. Ferner wäre eine zusätzliche Stromversorgung notwendig.

Die Überlegungen zeigen also, dass die Verwendung einer stromdurchflossenen Spule zur Erzeugung des erforderlichen Magnetfeldes technologisch aufwändiger wäre als der Einsatz eines oder mehrerer Ringmagnete, wobei man dann ein inhomogenes Magnetfeld in Kauf nehmen muss. Feldstärken dieser Größenordnung werden allerdings – setzt man herkömmliche keramischen Magnetwerkstoffe ein – nur von Magneten großer Abmessungen erzeugt. Eine Möglichkeit, bei geringen Magnetabmessungen verhältnismäßig hohe Feldstärken zu erzeugen, bieten Magnete, die aus Legierungen aus der Gruppe der „seltenen Erden“ gefertigt sind. Derartige Hochenergie- Magnete bestehen beispielsweise aus Neodym- Eisen- Bor- oder Samarium- Kobalt- Legierungen und besitzen extrem hohe magnetische Energiedichten und hohe Remanenzwerte. Für den Bau der Messröhre standen Hochenergie- Permanentmagnetringe aus einer Neodym- Eisen- Bor (NdFeB)-Legierung (Hersteller Fa. IBS MAGNETTECHNIK, Berlin) zur Verfügung. Um stabile Entladungsbedingungen im Innenraum der Röhre gewährleisten zu können, muss der Vektor des von außen angelegten magnetischen Feldes senkrecht zum Vektor des elektrischen Feldes stehen. Dies ist nur dann gewährleistet, wenn die vorgesehenen Ringmagnete eine axiale Magnetisierung aufweisen. Um dies zu überprüfen, musste zunächst der Feldlinienverlauf der Ringmagnete untersucht werden. Dieser lässt sich bekanntlich grob qualitativ mithilfe von Eisenfeilspänen auf einer horizontalen Unterlage in einfacher Weise darstellen. Die Eisenfeilspäne schließen sich unter Einfluss des Magnetfeldes zu kleinen Ketten zusammen, richten sich aus und veranschaulichen so die Feldlinienverlauf des jeweiligen Magneten. Die Abbildungen 4.8a bis 4.8d zeigen die so erhaltenen Feldlinienbilder von einem einzelnen und vier zusammenhängenden NdFeB- Ringmagneten. Entsprechend der Herstellerangaben konnte tatsächlich eine axiale Magnetisierung der Magnete nachgewiesen werden, die dadurch gekennzeichnet war, dass im Inneren des Magnetringes bzw. der Magnetringe die Feldlinien parallel zur Ringachse verlaufen.

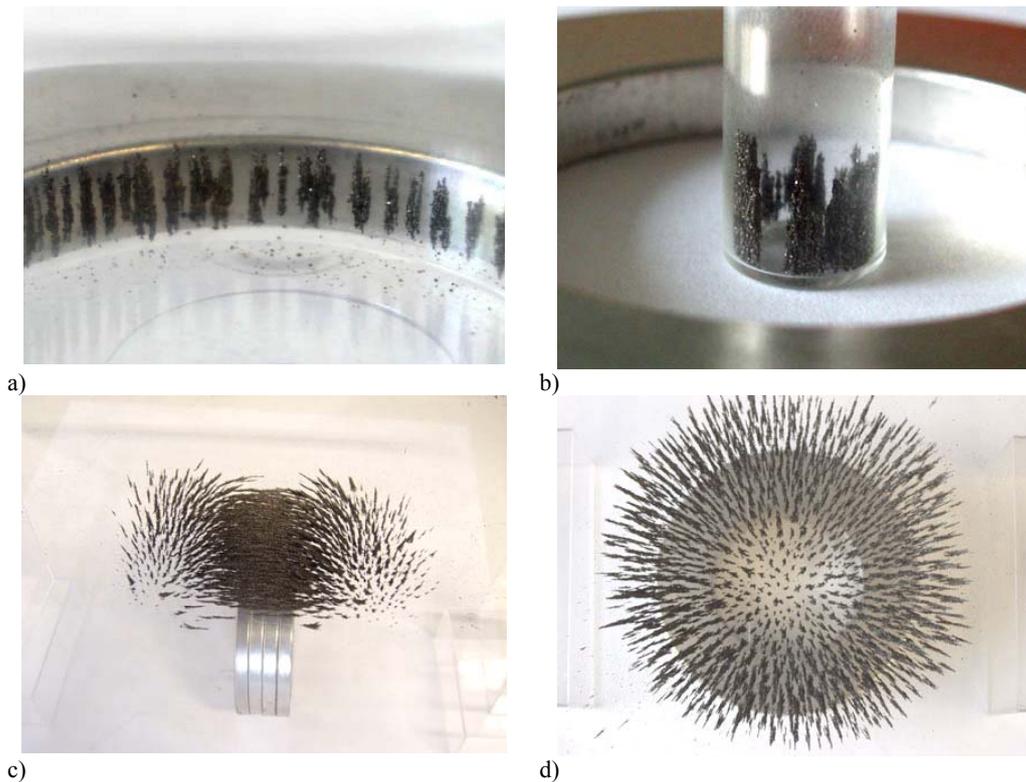


Abbildung 4.8: Die durch Eisenfeilspäne sichtbar gemachten Feldlinienbilder eines (vgl. a) und b)) und vier zusammenhängender Ringmagnete (vgl. c) und d)).

Um genauere Aussagen über die Feldstärkeverhältnisse im Innen- und Außenraum des Magneten treffen zu können, wurde das Magnetfeld mittels einer kommerziellen HALL- Sonde (Teslameter, Fa. PHYWE, Göttingen) vermessen. Der radiale und der axiale Feldverlauf für einen einzelnen, für zwei und für vier zusammenhängende Ringmagneten sind in den Abbildungen 4.9 und 4.10 dargestellt.

Aus den Graphiken lässt sich ablesen, dass im Zentrum eines einzelnen Magnetringes eine mittlere Feldstärke von $B_1 \approx 66 \text{ mT}$ herrscht. Ein aus 2 Ringmagneten bestehendes Magnetpaket weist im Ringzentrum eine magnetische Induktion von etwa $B_2 \approx 70 \text{ mT}$, und ein aus 4 Magnetringen zusammengesetztes Magnetpaket erzeugt in dessen Mittelpunkt eine axiale Feldstärke von bis zu $B_4 \approx 110 \text{ mT}$. Die Messungen zeigten, dass insbesondere der radiale Feldstärkeverlauf eines einzelnen und zweier zusammengesetzter Ringmagnete innerhalb des Rings inhomogen ist. Mit zunehmendem Abstand vom Ringmittelpunkt steigen die Feldstärkewerte an und erreichen ihr Maximum direkt auf der Ringoberfläche. Bei dem aus vier Permanentmagneten zusammengesetzten Ringpaket zeigt sich hingegen im Ringinneren eine annähernd konstante Flussdichte. Die Feldinhomogenitäten lassen sich mathematisch durch den Quotienten $\Delta B/B$ ausdrücken. Bei einem einzelnen Ringmagneten beträgt die mittlere radiale Feldinhomogenität $(\Delta B/B)_1 = 0,61$, bei zwei zusammengesetzten Ringmagneten $(\Delta B/B)_2 = 0,34$ und bei dem aus vier Magneten bestehenden Magnetring nur noch $(\Delta B/B)_4 = 0,1$.

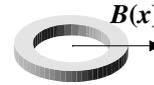
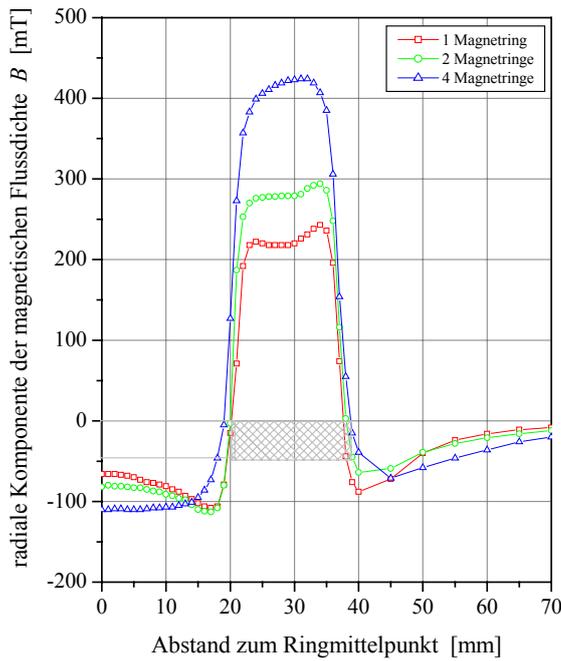


Abbildung 4.9: Radialer Feldstärkeverlauf $B(x)$ der verwendeten NdFeB- Hochenergie-Ringmagnete. Die Vermessung der radialen B -Komponente erfolgte direkt auf der Oberflächenebene der Magnetringe. Die grau eingezeichneten Bereiche stellen die Magnetposition dar.

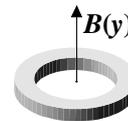
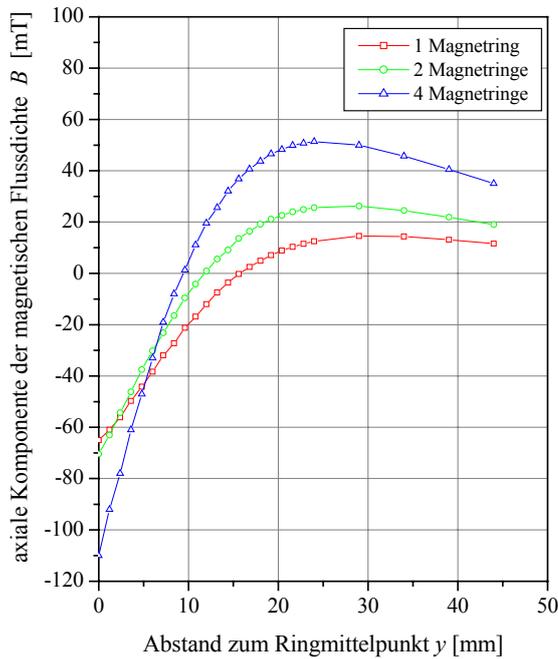


Abbildung 4.10: Axialer Feldstärkeverlauf $B(y)$ der verwendeten NdFeB-Hochenergie-Ringmagnete. Vermessen wurde die axiale B -Feldkomponente beginnend von der Oberflächenebene der Magnetringe. Gemessen wurde in der Ringmitte.

Trotz der Inhomogenitäten im Feldverlauf erscheinen die vorgesehenen NdFeB-Magnetringe als Feldquelle für eine Kaltkathoden-Messröhre durchaus geeignet. Sie werden deshalb für den im folgenden Kapitel detailliert beschriebenen konstruktiven Aufbau der Röhre verwendet.

4.3 Prinzip der elektrischen Ansteuerung der Messröhre

Das Prinzip der elektrischen Verschaltung bzw. der Ansteuerung zur Reduzierung der Kontaminationsanfälligkeit der Messröhre wird anhand Abbildung 4.11 deutlich:

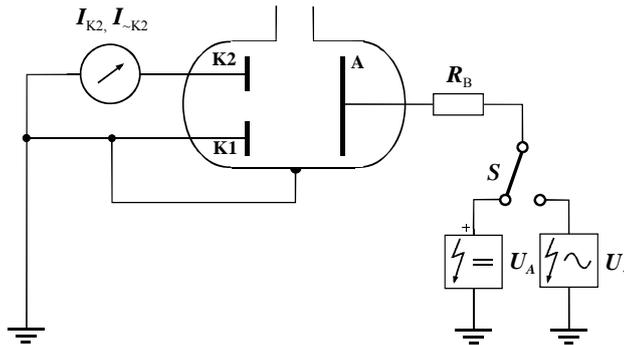


Abbildung 4.11: Prinzip der Ansteuerung der Messröhre in zwei verschiedenen Betriebsmoden. S – Umschalter, U_A – DC-Hochspannung, $U_~$ – AC-Hochspannung

Der durch beide Kathodenzyylinder hindurchlaufende Anodenstab der Messröhre erhält über einen Ballastwiderstand R_B , der den Entladungsstrom begrenzen und die Entladungsstrom-Druck-Kennlinie im oberen Vakuumbereich stabilisierend beeinflussen soll, entweder die Hochspannung U_A von einem Gleichspannungs- oder von einem Wechselspannungsnetzgerät. Je nach Druckverhältnissen wird entweder die Messröhre mit einer Gleichspannung oder einer Wechselspannung betrieben. Wie bereits oben erwähnt ist die Anodenspannung im Bereich kleiner Drücke ($p \leq 10^{-4}$ mbar) konstant (Tiefdruckmodus), während im Bereich höherer Drücke (also $p > 10^{-4}$ mbar) die Messröhre in der oben beschriebenen Weise mit einer alternierenden Hochspannung (Hochdruckmodus) betrieben wird. Die Umschaltung von der einen in die andere Betriebsart erfolgt in einem Druckbereich um 10^{-4} mbar.

Um Kriechströme zwischen den beiden Kathoden zu vermeiden, werden beide Elektroden auf Erdpotenzial gehalten: Während der am Messröhreingang befindliche Kathodenzyylinder über das Messröhrengehäuse direkt geerdet ist, wird der innere Kathodenzyylinder (K2), der die eigentliche Messkammer umgibt, über ein empfindliches Strommessgerät, welches den druckabhängigen Entladungsstrom I_{K2} anzeigt, geerdet. Der im unteren Vakuumbereich gemessene Gleichstrom

$$I_{K2} = f(p) \quad (4.16a)$$

dient als Maß für den Druck p und wird zur Anzeige gebracht. Der Entladungsstrom in der Ionenbafflekammer I_{K1} wird bei der hier vorgeschlagenen Messröhrenkonstruktion also nicht zur Druckmessung herangezogen. Bei Drücken ober-

halb von 10^{-4} mbar wird die Messröhre mit einer Wechselspannung angesteuert, wobei die Röhre dann als Gleichrichter wirkt. Die Messung der Gleichstromkomponente

$$I_{-K2} = f(p) \quad (4.16b)$$

wird bei höheren Vakuumdrücken zur Druckmessung herangezogen. Beim Betrieb der Messröhre mit Wechselspannung tritt infolge der verhältnismäßig großen, vom Druck abhängigen Laufzeit der Elektronen bei einer Frequenz von 50Hz bei etwa $10^{-6} \dots 10^{-5}$ mbar eine untere Grenze auf, unterhalb derer die Entladung verlischt. Aus diesem Grund ist die Ansteuerung mit 50Hz-Wechselspannung nur im oberen Vakuumbereich möglich.

Kapitel 5

Versuchsaufbau und Messapparatur, experimentelle Methodik

5.1 Konstruktiver Aufbau der Messröhre

Der konstruktive Aufbau der Manometerröhre erfolgte gemäß der klassischen Form eines inversen Magnetron- Manometersystems ohne Hilfskathoden sowie der im vorangegangenen Abschnitt formulierten Aussagen bezüglich der Anforderungen an die Elektrodengeometrie für das Ionenbaffle. Die kontaminationsarme Kaltkathoden-Messröhre, deren schematischer und konstruktiver Aufbau aus Abbildung 5.1 ersichtlich wird, wurde – wie für Kaltkathoden-Ionisationsmanometer üblich – als Anbausystem konstruiert. Es wurden zwei Bauausführungen untersucht. Im Verlauf der Untersuchungen wurden verschiedene kleine Veränderungen im geometrischen Aufbau der beiden Bauvarianten vorgenommen, die jedoch die prinzipiellen Konstruktionseigenschaften der Ionisationsmanometerröhre nicht veränderte. Zur Wahrung der Übersichtlichkeit werden daher nur die beiden Grundtypen (Bauform 1 und Bauform 2) näher beschrieben. Die vorgenommenen Änderungen sind dann in Kapitel 6.4 detailliert beschrieben.

Das Messröhrengehäuse ist ein speziell angefertigter, zylindrischer Rohrflansch, welcher zur Verbindung mit der Messstelle mit einem drehbaren CF 35-Standardflansch versehen ist. Die der Anschlussöffnung gegenüberliegende Öffnung des Rohrflansches wird mit einer 5mm flachen Abdeckplatte und 6 Edelstahlschrauben, deren Gewinde mit einem MoS₂-Schmiermittelbelag überzogen sind, UHV-dicht verschlossen. Als Dichtungsmaterial kommt ein 0,8mm starker Indiumdraht zu Einsatz. Die Abdeckplatte enthält zwei vakuumdichte, elektrisch sehr gut isolierte, hochspannungsfeste Molybdändraht-Durchführungen (Anbieter CABURN): eine konzentrisch angeordnete, deren 1,3mm starker Draht als gemeinsamer Anodenstab für beide inverse Magnetronsysteme dient, und eine exzentrisch angeordnete, deren 0,6mm starker Draht für die Kontaktierung des in-

neren Kathodenzyklinders erforderlich ist. Die beiden Kathoden (Kathode 1, Kathode 2) haben die Form von Trommeln. Die beiden Stirnflächen der inneren Kathode (Kathode 2) weisen jeweils konzentrische Bohrungen für den Durchtritt des Anodenstabes auf, die gleichzeitig auch als Strömungswiderstand für kontaminierende Gase wirken. Die Kathode 2 sitzt in dem abgeschlossenen Teil des Messröhrengehäuses und wird mittels eines „Teflontöpfchens“ in ihrer Lage fixiert. Die elektrische Zuführung wird durch eine Federverbindung realisiert.

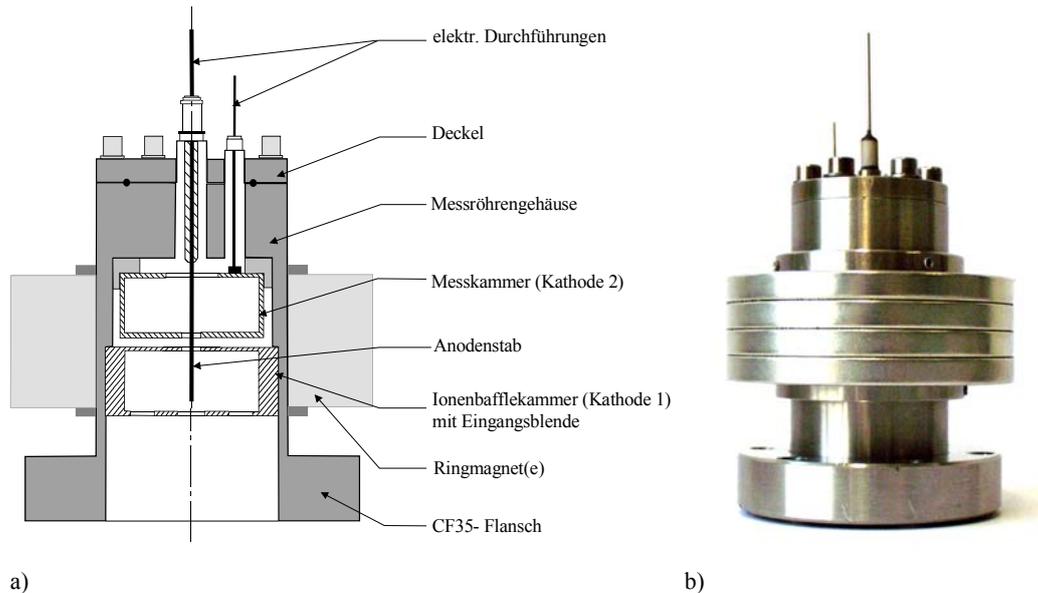


Abbildung 5.1: Aufbau des kontaminationsarmen Kaltkathoden-Ionisationsmanometers (Bauform 1).
a) Schematisch, b) fertig aufgebaute Messröhre (hier mit vier Ringmagneten)

Die näher zur Messstelle gelegene Kathodentrommel (Kathode 1) ist ebenfalls durch mit Bohrungen versehenen Endkappen verschlossen. Im Unterschied zur Kathodentrommel 2 weist diese jedoch nur in der Bodenfläche, die zur „inneren Kathode“ gerichtet ist, eine Bohrung für den Anodendurchtritt auf, während die andere Bodenfläche, die zur Messstelle zeigt, bei Bauform 1 mit mehreren Löchern versehen ist, um einen ungehinderten Gaseintritt in die Messröhre zu gewährleisten. Bei der Bauausführung 2 hingegen wurde später anstelle dieser Lochplatte eine 5 mm dicke Edstahlscheibe angeordnet, die eine zentrische Bohrung sehr geringen Durchmessers aufwies. Der Kathodenzyylinder 1, der im Betrieb der Messröhre als Ionenbaffle dient, sitzt fest im zum Flansch zugewandten Teil des Messröhrengehäuses und wird mit einem Sprengring gehalten. Sowohl die Kathodenzyylinder als auch das gesamte Messröhrengehäuse wurden aus rostfreiem Edelstahl (Werkstoff- Nr.: 1.4301 = AISI 403L) gefertigt. Dieser Stahl ist aufgrund seines geringen Gasabgabe- und Gaspermeationsverhaltens einer der für Hoch- und Ultrahochvakuumanwendungen am häufigsten eingesetzten Werkstoffe. Zudem besitzt dieses Material eine geringe relative magnetische Permeabilität von $\mu_{\text{rel}} = 1,0002$ ($T = 295\text{K}$) [5.1], so dass das Magnetfeld der auf dem Außen-

durchmesser des Messröhrengehäuses sitzenden Ringmagneten die beiden Entladungskammern nahezu völlig verlust- und störungsfrei durchdringen kann. Zwei Halteringe aus Edelstahl fixieren die Hochenergie-Permanentmagnetringe auf dem Röhrentubus mittels kleiner Stellschrauben. In Tabelle 5.1 sind alle relevanten geometrischen Abmessungen der beiden Bausausführungen zusammengestellt.

Tabelle 5.1: Geometrische Abmessungen der Manometerröhre (vgl. auch Abbildung A1)

Entladungskammerelektroden	
Anodenradius r_A	0,65 mm
Kathodenradius r_{K1}	12 mm
Kathodenradius r_{K2}	12 mm
Verhältnis $r_A/r_{K1} = r_A/r_{K2}$	0,054
Kathodenzylinderlänge l_{K1}	13 mm
Kathodenzylinderlänge l_{K2}	13 mm
Abstand zwischen K1 und K2 (Boden-Deckelabstand)	1,5 mm
Bauform 1	
Radius Bohrungen in der Stirnfläche von K1 für Anodendurchtritt	8×6/ 1×8 mm
Radius Bohrung in der Stirnfläche von K2 für Anodendurchtritt	5,0 mm
Leitwert zur K1 L_{K1} (Luft, $T = 295\text{K}$) (Eingangsblendenapertur)	50,1 ℓ/s
Leitwert zur K2 L_{K2} (Luft, $T = 295\text{K}$)	1,94 ℓ/s
Bauform 2	
Radius Bohrung in der Stirnfläche von K1 für Anodendurchtritt	2,5 mm
Radius Bohrung in der Stirnfläche von K2 für Anodendurchtritt	3,0 mm
Leitwert zur K1 L_{K1} (Luft, $T = 295\text{K}$) (Eingangsblendenapertur)	0,14 ℓ/s
Leitwert zur K2 L_{K2} (Luft, $T = 295\text{K}$)	< 0,1 ℓ/s
Ringmagnete	
Anzahl	1 ... 4
Innendurchmesser	42 mm
Außendurchmesser	76 mm
Höhe eines Ringmagneten	6 mm

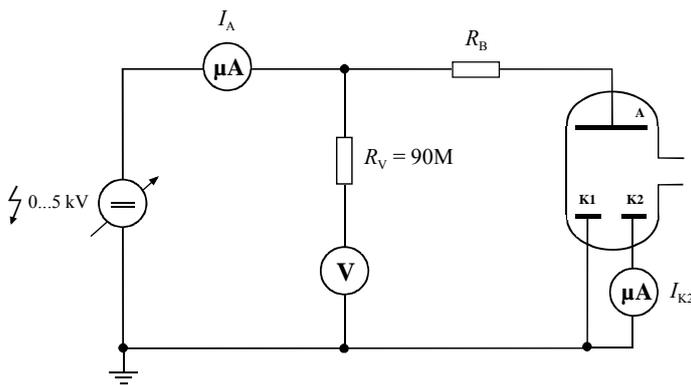
Nach der Fertigung wurden die Röhrenkomponenten (Kathodenzylinder, Röhrentubus, Anodenstab) gründlich in einem Ultraschallbad (Reinigungsmittel: 10%ige wässrige Ultrasonol[®] 11-Lösung) gereinigt und entfettet.

Die Messröhre wurde vor dem Einbau hinsichtlich ihrer Leckfreiheit hin untersucht. Die mit einem kommerziellen Lecksucher (UL 100, LEYBOLD) ermittelte Leckrate war $q_L < 10^{-9}$ mbar· ℓ/s (Testgas Helium).

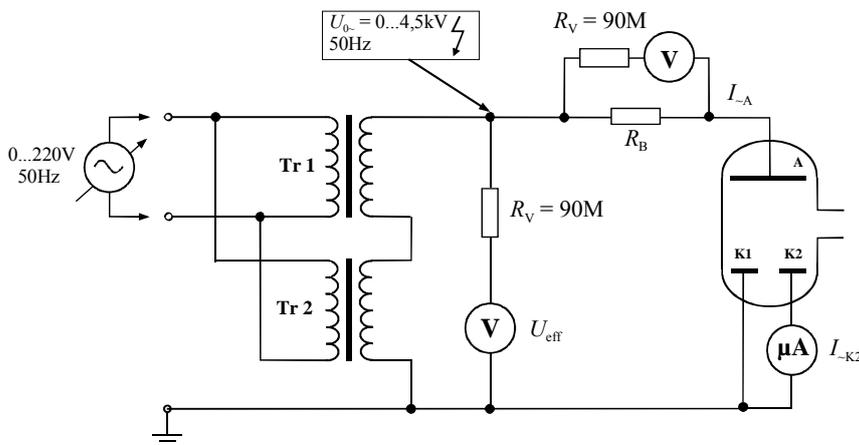
5.2 Elektrischer Versuchsaufbau

In Abbildung 5.2 sind die beiden Schaltungsarten (Tiefdruck- und Hochdruckmodus) dargestellt.

Unterhalb von 10^{-4} mbar soll die Röhre im sog. Tiefdruckmodus (Abbildung 5.2a) betrieben werden. Die konstante Anodenspannung U_A wurde in dieser Schaltungsart von einer Hochspannungsquelle vom Typ PS 350 der Fa. STANFORD RESEARCH SYSTEMS Inc. (Maximalspannung 5kV/ 25W) erzeugt. Mit diesem Gerät konnten Gleichspannungen bis zu 5kV bei einer maximalen Strombelastbarkeit von 5mA zur Verfügung gestellt werden. Die Messung des Anodenstroms I_A erfolgte über das im Netzgerät integrierte Amperemeter, das allerdings nur eine maximale Auflösung von $1\mu\text{A}$ hatte, so dass kleinere Ströme im gesamten unteren Druckbereich ($p < 10^{-6}$ mbar) mit diesem Gerät messtechnisch nicht zugänglich waren. Der in die Anodenzuleitung geschaltete Ballastwiderstand R_B von einigen Megaohm diente zur Begrenzung des Anodenstroms und zur Stabilisierung der Entladung bei höheren Drücken. Zur Messung des an der Kathode 2 abfließenden Ionenstroms diente ein empfindliches DC- Milli- Picometer (MV 40, Fa. PRÄCITRONIC, Dresden). Mit diesem Elektrometerverstärker waren minimale Ströme von 10^{-13} A messbar.



a)



b)

Abbildung 5.2: Betriebsschaltungen der Messröhre. a) im Tiefdruckmodus, b) im Hochdruckmodus.

Der Stromlaufplan für den Hochdruckmodus ist aus Abbildung 5.2b ersichtlich. Zur Erzeugung der Wechselspannung kamen zwei Hochspannungstrafos (Primärspannung: 220V, Sekundärspannung: 1900V/1mA) zum Einsatz, deren Primärwicklungen parallel und deren Sekundärwicklungen seriell verschaltet wurden. Zur stufenlosen Einstellung einer Anodenspannung zwischen 0...4kV wurde an den gemeinsamen Eingängen der beiden Hochspannungstrafos ein regelbarer Stelltransformator (RFT Stelltrafo TST 280/6, Spannungsbereich 0...280V, Strombelastbarkeit 6A [5.2]) eingesetzt. Mithilfe eines hochohmigen Vorwiderstandes ($R_V = 90\text{M}\Omega$) und eines Digitalvoltmeters (Typ DMM 3800-18, MASTECH, echter Effektivwertmesser) konnten die trafoausgangsseitig erzeugten Hochspannungen exakt gemessen werden. Auch in dieser Schaltungsart kam ein strombegrenzender hochohmiger Ballastwiderstand zum Einsatz, der wiederum in die Zuleitung der Stabelektrode verschaltet war. Die Messung der I_{-K2} -Gleichstromkomponente erfolgte bis $300\mu\text{A}$ ebenfalls mit dem Picoamperemeter MV 40 [5.3], größere Ströme wurden mit einem Digitalamperemeter (Precision Multimeter D 4845, NORMA) erfasst. Die an der Stabelektrode abfließende Gleichstromkomponente I_{-A} wurde durch die Messung des Spannungsabfalls über dem Ballastwiderstand R_B indirekt ermittelt. Hierzu kam wieder ein Digitalvoltmeter (Typ DMM 3800-18, MASTECH, echter Effektivwertmesser) mit vorgeschaltetem Vorwiderstand ($R_V = 90\text{M}\Omega$) zur Messbereichserweiterung zum Einsatz.

5.3 Vakuumtechnischer Versuchsaufbau

5.3.1 Kalibrierpumpstand CS 1001

Für die Kalibrierung und die Ermittlung der grundlegenden Betriebsparameter der konstruierten Messröhre mussten an den Vakuumpumpstand verschiedene Anforderungen gestellt werden. Das erzeugte Vakuum sollte weitestgehend treibmitteldampffrei sein, um während der Kalibrierphase im Tiefdruckmodus Ablagerungen und Kontaminationsschichten auf den Röhrenelektroden zu vermeiden und die Abhängigkeit der Betriebsparameter von der Gaszusammensetzung untersuchen zu können. Der zu erzeugende Druckbereich musste sich vom Fein- bis hin zum unteren UHV- Bereich erstrecken. Des Weiteren sollte die Flutung des Rezipienten fein dosiert vorgenommen werden können und Messröhre sowie Referenzmanometer in gleichem Maße betreffen. Zusätzlich musste der Anschluss von Referenzmanometern in unmittelbarer Nähe der zu untersuchenden Röhren möglich sein, ohne aber diese in ihrem Messprozess zu beeinflussen. Die Erfüllung dieser Forderungen konnte mit dem zur Verfügung stehenden Kalibrierpumpstand CS 1001 [5.4, 5.5] gewährleistet werden, an dem die Messungen zu den Betriebskennlinien der Manometerröhre durchgeführt wurden. Der vakuumtechnische Aufbau dieses Pumpstandes ist in Abbildung 5.3 schematisch dargestellt.

Dieser kommerziell gefertigte Kalibrierpumpstand der Fa. LEYBOLD INFICON dient zur Kalibrierung von Druckmessgeräten und Massenspektrometern. Der Pumpstand erfüllt die internationalen Vorgaben, die für die Gewährleistung einer Kalibrierung notwendig sind. Dies betrifft insbesondere die Gestalt der Hauptvakuumkammer. Der Kalibrierbereich erstreckt sich von $10^{-9} \dots 10^{+3}$ mbar. Die Referenzmanometer sind:

- BAYARD-ALPERT-Manometerröhre IE 414 mit IM 520 : $10^{-9} \dots 10^{-2}$ mbar
- Viskositätsmanometer (Spinning Rotor Gauge) : $10^{-5} \dots 10^{-2}$ mbar
- 2 Kapazitätsmanometer (Baratron-Typ) : $10^{-2} \dots 10^{+3}$ mbar

Diese Referenzgeräte wurden beim Deutschen Kalibrierdienst (DKD) kalibriert. Mithilfe eines separat evakuierbaren Gaseinlasssystems kann die Kalibrierung der Messröhre auch für unterschiedlichen Gasarten erfolgen. Zur Erzeugung des treibmitteldampf-freien Vakuums kommt im CS 1001 als UHV-Pumpe (P1) eine Turbomolekularpumpe TURBOVAC TMP 150 CSV mit einem Saugvermögen von $S_{N_2} = 145 \text{ l/s}$ ($p < 10^{-3}$ mbar) und einem Enddruck von $p < 10^{-10}$ mbar zum Einsatz.

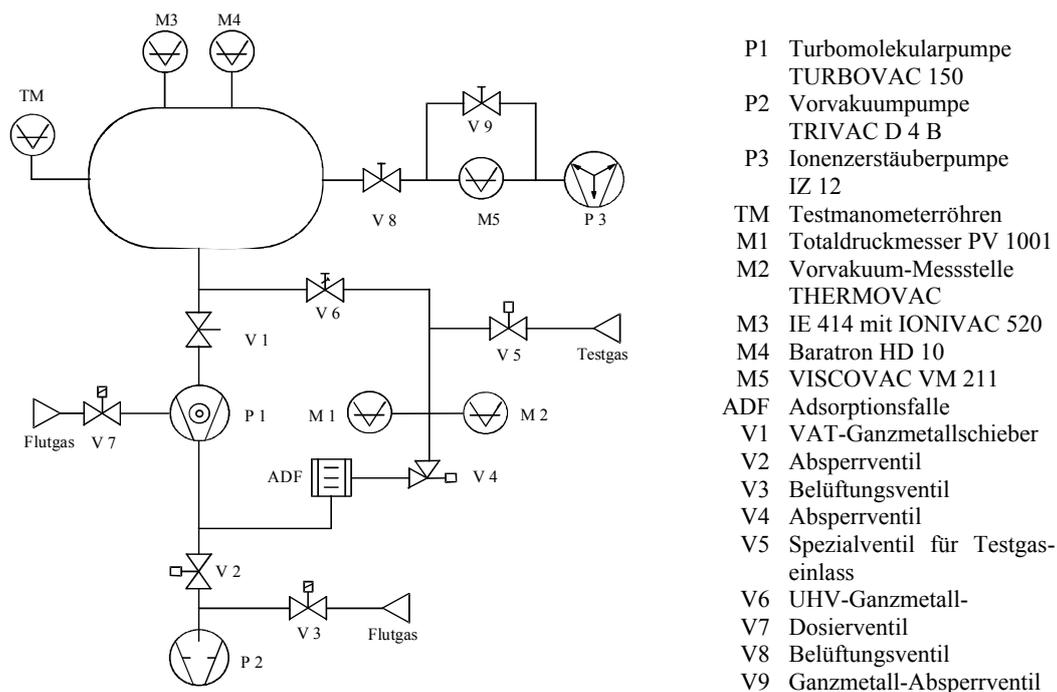


Abbildung 5.3 Vakuumtechnisches Schema des Kalibrierpumpstandes CS 1001 (Erläuterungen im Text)

Die der Hochvakuumstufe vorgeschaltete zweistufige Drehschieberpumpe TRIVAC D 4 B mit einem Saugvermögen von $S_{N_2} = 42 \text{ m}^3/\text{h}$ und einem Enddruck von $p < 10^{-4}$ mbar (ohne Gasballast) erzeugt die zum Start der Turbopumpe notwendigen Drücke im Feinvakuumbereich. Vorpumpe (P2) und UHV-Pumpe kön-

nen über elektropneumatisch betätigte Flutventile (V3,V7) belüftet werden. Zwischen Rezipient und Turbomolekularpumpe ist ein VAT-Ganzmetallschieber (V1) vom Typ 48140-CE zur Trennung beider Vakuumkomponenten bei Gaseinströmungen bis zu Drücken im Fein- oder Grobvakuumbereich eingebaut. Über ein ausheizbares UHV- Ganzmetalldosierventil (V6) können Testgase mit einem Gasstrom von $10^{-9} \dots 10^{-1}$ mbar·ℓ/s eingelassen werden. Das Gaseinlasssystem kann bei geschlossenem Einlassventil V5 und geöffnetem Pumpventil V4 (beide sind pneumatisch betätigbar) über die Vorpumpe P2 abgepumpt werden. Der Druck im Gaseinlasssystem wird über ein Kapazitätsvakuummeter PV 1001 (M1) und ein Wärmeleitungsmanometer TR 201 (M2) gemessen.

5.3.2 Pumpstand zur Analyse des Langzeitmessverhaltens

Für die Langzeituntersuchungen an der Manometerröhre kam ein Vakuumpumpstand mit einer Pumpenkombination der Fa. BALZERS zum Einsatz. Abbildung 5.4 zeigt schematisch den vakuumtechnischen Aufbau.

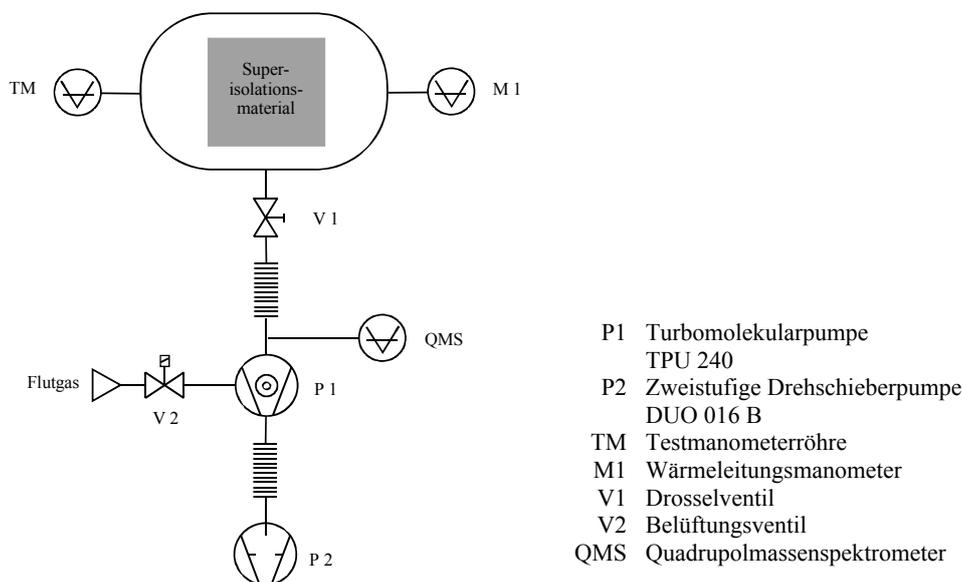


Abbildung 5.4: Vakuumtechnisches Schema des Pumpstandes für die Langzeit-Messungen der Kaltkathoden-Ionisationsmanometerröhre (Erläuterungen im Text).

Bei dieser erzeugte eine zweistufige Drehschieberpumpe vom Typ DUO 16 B mit einem Saugvermögen für Stickstoff von $S_{N_2} = 16 \text{ m}^3/\text{h}$ (P1) den für die nachgeschaltete Turbomolekularpumpe TPU 240 (P2) notwendigen Startdruck von $p >$

10^{-3} mbar. Das Saugvermögen der Turbomolekularpumpe betrug für Stickstoff $S_{N_2} = 230$ l/s. Die Gasabgabe der in den etwa 30 l fassenden, zylinderförmigen Rezipienten eingebrachten Superisulationsfolie diente als Gasquelle für optimale Kontaminationsbedingungen. Mit einer Gesamtfolienoberfläche von $A \approx 32\text{m}^2$ konnte gewährleistet werden, dass sich die Partialdruckverhältnisse im Vakuumraum während der gesamten Messzeit kaum verändern, so dass relativ konstante Druckverhältnisse im Rezipienten erhalten wurden. Ein in dieser Atmosphäre betriebenes Kaltkathoden- Ionisationsmanometer kontaminiert schneller als im Hochvakuum mit geringem Kohlenwasserstoffanteil, so dass man sich mit diesem Kunstgriff nach einem Dauerbetrieb von wenigen Tagen bereits erste Anzeichen für Änderungen der Messgeräteeigenschaften erhofft. Um definierte Strömungsbedingungen beim Gasabgabeprozess der Folien zu schaffen, wurde das Isolationsmaterial in gewellter Form – ähnlich der Anordnung der Kupferfolien in klassischen Adsorptionsfallen vom ALPERT-Typ [5.6] – im Rezipienten angeordnet. Zur Einstellung des gewünschten Druckbereiches im Rezipienten wurde der Vakuumkammer ein Ganzmetall-Drosselventil (V1) vorgeschaltet, um das effektive Saugvermögen der Pumpenkombination zu drosseln.

Als Vergleichsstandard für die Messung der Drücke im Fein- und Grobvakuumbereich während des Langzeitversuchs diente an diesem Pumpstand ein Wärmeleitungsmanometer vom Typ TR 301 mit dem dazugehörigen Steuergerät THERMOVAC TM 320 (Referenzmanometer M2) der Fa. LEYBOLD INFICON, welches vorher mit zwei kalibrierten Kapazitätsvakuummeter abgeglichen wurde. Zur Aufnahme und Analyse des Restgasspektrums wurde ein Quadrupolmassenspektrometer (QMS) vom Typ PRISMA QME 200 (BALZERS) mit dem dazugehörigen Messkopf QMA 200 eingesetzt.

5.3.3 Gasabgabemessungen

Vor Verwendung der Superisulationsfolien als Gasquelle für Kohlenwasserstoffe im Langzeittest wurde das zeitliche Verhalten der Gasabgabe untersucht. Hierzu wurde das Differenzverfahren angewendet. Bei diesem Verfahren werden zwei völlig identische Rezipienten, von denen ein Rezipient die zu untersuchende Probe enthält und der andere leer ist, über einen definierten Leitwert L (hier Lochblende) evakuiert. Nimmt man an, dass die Gasabgabe der Wände beider Rezipienten gleichgroß sind, dann liefert gerade die Differenz beider Gasabgabeströme den Gasabgabestrom der zu vermessenden Probe:

$$I_{GA} = L(p_1 - p_2) \quad (5.1)$$

Hierbei ist p_1 der Druck im Rezipienten, der die Probe enthält, p_2 hingegen derjenige im Rezipienten ohne Probe und L der Leitwert, über den die beiden Rezipienten evakuiert wurden. Um Aussagen über die Zusammensetzung der aus der Probe

austretenden Gase treffen zu können, wurden die Partialdrücke p_{part} in den beiden Kammern mittels zwei identischer Massenspektrometer hoher Empfindlichkeit in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. Mit der Korrektur für die verschiedenen Gasarten ergibt sich dann für die Gasabgestromdichte j_{GA} der Probe:

$$j_{\text{GA/part}} = L(M_r, T) p_{\text{part}} \frac{1}{A}, \quad (5.2)$$

mit A als Probenoberfläche. Der für die Gasabgabemessung verwendete Pumpstand wurde von SCHINDLER [5.7] entwickelt. Für nähere Informationen zu diesem speziellen Pumpstand, insbesondere zum Aufbau und technischen Details, sei auf [5.7] verwiesen.

5.4 Experimentelle Methodik zur Bestimmung günstiger Messröhrenbetriebsparameter

Das langfristige Mess- und Betriebsverhalten eines Kaltkathoden- Ionisationsmanometers wird maßgeblich von dessen Betriebsparametern beeinflusst. Um optimale Betriebsbedingungen zu schaffen, sind daher zunächst verschiedene Messungen notwendig, die der Bestimmung eines günstigen Arbeitspunktes dienen sollen. Die Einstellung dieser Parameter beeinflusst einerseits dessen generelle Messeigenschaften, andererseits aber später auch dessen Kontaminationsverhalten. Da die Messröhre in unterschiedlichen Druckbereichen mit unterschiedlichen Spannungsarten angesteuert werden soll, ist die Kennlinienaufnahme zur Bestimmung günstiger Betriebsparameter für beide Schaltungsarten erforderlich. Ziel dieser Untersuchungen soll es sein, empirisch, also durch Experimente, eine geeignete Entladungsstrom-Druck-Kennlinie zu finden, die als Messgrundlage für den späteren Betrieb der Röhre dienen kann. Um einen optimalen Arbeitspunkt ableiten zu können, ist es notwendig, den I - p -Kennlinienverlauf in Abhängigkeit von verschiedenen Betriebsparametern (Anodenspannung, Magnetfeldstärke, geometrische Abmessungen der Entladungselektroden) zu analysieren. Da bei einer Kaltkathoden- Ionisationsmanometerröhre recht viele Parameter optimiert werden können, ist es für die Bewahrung der Übersicht notwendig, systematisch vorzugehen. Für die Festlegung des Arbeitspunktes müssen dann schließlich die Betriebsparameter dahingehend optimiert worden sein, dass man aus dem gemessenen Entladungsstrom (entweder der an der Anode abfließende Elektronenstrom I_A oder der an der Kathode gemessene Ionenstrom I_K) eindeutig und reproduzierbar auf den vorherrschenden Druck schließen kann. Ein optimaler Betriebspunkt der Messröhre ist dann eingestellt, wenn die Entladung im gesamten Messbereich stabil brennt und wenn die I - p - Kennlinie folgende Kriterien erfüllt:

- Die Kennlinie sollte in einem möglichst weiten Vakuumbereich eine monoton wachsende Funktion darstellen. Günstig, wenngleich auch nicht unbedingt notwendig, wäre ein Kennlinienverlauf, bei dem der Anstieg n der I - p -Kennlinie über einen weiten Messbereich wenigstens nahezu konstant ist. Damit wäre gleichzeitig auch eine kontinuierliche Druckanzeige der Messröhre gewährleistet. Knicke im Kennlinienverlauf, also Änderungen des Anstieges n , bedingen nicht nur eine Empfindlichkeitsänderung, sondern erschweren auch eine einfache Kalibrierung.
- Am unteren Grenzdruck sollte der druckabhängige Entladungsstrom noch so groß sein, dass er einerseits mit einem vertretbarem messtechnischem Aufwand erfassbar wird, andererseits muss der Anstieg der I - p -Kennlinie in diesem Bereich noch so groß sein, dass man auf stabile Entladungsbedingungen in der Messzelle schließen kann. Ein zu starker Abfall der Kennlinie (Abknicken) würde das allmähliche Verlöschen der Entladung anzeigen, weshalb dieser Kennlinienabschnitt als Kalibriergrundlage ausscheiden würde.
- Bei höheren Drücken im Vakuumbereich flacht die Kennlinie allmählich ab, bis sie kurz vor ihrem oberen Grenzdruck schließlich in eine Horizontale übergeht. Um in diesem Bereich aus dem Entladungsstrom noch eindeutig auf den Druck schließen zu können, muss durch geschickte Wahl des Ballastwiderstandes R_B die Entladungsstromänderung zwischen zwei Druckwerten noch so groß sein, dass sie als Druckmaß auswertbar bleibt.

Zur Festlegung eines optimalen Arbeitspunktes sind daher folgende Röhrenkennlinien aufzunehmen und auszuwerten:

1. I - p - Kennlinie für verschiedene magnetische Induktionen B ,
2. I - p - Kennlinie für verschiedene Betriebsspannungen U_A ,
3. I - p - Kennlinie für verschiedene geometrische Entladungskammerabmessungen, also l_A, r_A bzw. l_K, r_K ,
4. I - p - Kennlinie für verschiedene Ballastwiderstände R_B ,
- (5.) I - U_A - Kennlinie für die optimierten Betriebsparameter.

Während die ersten drei Untersuchungsschritte vorrangig zur Ermittlung einer günstigen Eichkennlinie im unteren Druckbereich dienen soll, ist der vierte Untersuchungsschritt hauptsächlich zur Kennlinienoptimierung im oberen Druckbereich nützlich. Derartige Messungen werden in den allermeisten Fällen experimentell durchgeführt⁸.

Neben der Optimierung der Betriebsparameter hinsichtlich einer gut auswertbaren Eichkennlinie sind natürlich auch die Parameter des integrierten Ionenbaffles mit zu berücksichtigen, da die Langzeitmessstabilität der neuen Messröhre maßgeblich durch dessen Effizienz beeinflusst wird. Der Wirkungsgrad des Polymerisationsprozesses in der Reinigungskammer, d. h. das Verhältnis der Zahl P der pro Zeit- und Flächeneinheit in die Polymerisatschicht eingebauten Kohlenwasser-

⁸ Nur der Vollständigkeit halber soll erwähnt werden, dass es auch Bemühungen gab, mithilfe aufwendiger elektronischer Schaltungen die Eichkennlinien von PENNING- Manometern oszillographisch zu ermitteln [5.8], um langwierige Kalibrierarbeiten zu vermeiden. Jüngste erfolgreiche und sehr interessante Versuche zur Bestimmung optimaler Betriebsparameter eines inversen Magnetron- Manometers stammen von BELIĆ *et al.* [5.9] und basieren auf Computersimulationen, die auf der Grundlage der Modellierung eines künstlichen neuronalen Netzwerkes arbeiten.

stoffmoleküle zur Zahl v_A der pro Zeit- und Flächeneinheit auf diese Schicht auftreffenden Kohlenwasserstoffmoleküle, ist gemäß Gl. (3.6) gegeben durch:

$$\frac{P}{v_A} = \frac{1}{1 + \frac{1}{\sigma\tau(j/ie)}}. \quad (5.3)$$

Damit der Wirkungsgrad groß wird, muss der Faktor $\sigma\tau(j/ie)$ möglichst groß werden. Da aber bei der Kalkathoden-Gasentladung im transversalen Magnetfeld die Stromstärke unter sonst gegebenen Bedingungen dem Totaldruck p annähernd proportional ist, nimmt mit abnehmendem Druck die Stromdichte j und damit auch der Wirkungsgrad für die Polymerisation ab. Um dennoch eine hohe Effizienz der Falle zu erreichen, muss deshalb dafür Sorge getragen werden, dass über einen weiten Messbereich der Röhre verhältnismäßig große Entladungsströme in der Gasentladungsstrecke erzeugt werden. Dies lässt sich relativ einfach durch entsprechende hohe Anodenspannungen und (nicht zu) hohe Magnetfeldstärken erzielen. Insbesondere im oberen Druckbereich, wo hohe Kohlenwasserstoffkonzentrationen im Restgas zu erwarten sind, ist diese Forderung von entscheidender Bedeutung. HAEFER [4.2] konnte zeigen, dass bei Entladungsströmen von einigen mA das Ionenbaffle gute Polymerisationsausbeuten besitzt. Um eine ähnliche Effizienz für das der Messröhre vorgeschaltete Ionenbaffle zu erzielen, sollte der Entladungsstrom in der Ionenbafflekammer zumindest im oberen Vakuumbereich ebenfalls in dieser Größenordnung liegen.

Andererseits jedoch hängt die Sputterausbeute maßgeblich von der Ionenstromdichte ab. Je höher also der pro Flächeneinheit auf die Kathode auftreffenden Ionenstrom ist, desto effektiver wird die Kathodenoberfläche zerstäubt. Um die Zerstäubungsrate möglichst gering zu halten, sollten also im oberen Druckbereich wiederum möglichst kleine Entladungsströme fließen. Diese beiden sich widersprechenden Anforderungen müssen bei der Dimensionierung des vorgeschalteten Ballastwiderstandes in Hinblick auf eine geringe Kontaminationsneigung des Manometers im oberen Vakuumbereich unbedingt mit berücksichtigt werden.

Kapitel 6

Experimentelle Ergebnisse

6.1 Untersuchungen der grundlegenden Messeigenschaften der Messröhre im Tiefdruckmodus, Betriebsparameteroptimierung

Die im Folgenden hier dargestellten Untersuchungsergebnisse stellen lediglich eine repräsentative Auswahl der zahlreichen experimentellen Untersuchungen dar, die im Rahmen der Arbeit zur Ermittlung optimaler Betriebsparameter durchgeführt wurden. Durch diese Selektion konnte eine hinreichende Übersichtlichkeit der gewonnenen Messergebnisse gewahrt werden.

Die experimentellen Untersuchungen an der entwickelten Messröhre erfolgten zunächst im Tiefdruckmodus und nach der im vorangegangenen Kapitel beschriebenen Untersuchungsabfolge zur Parameteroptimierung. Dazu wurde das Manometer entsprechend dem für den Tiefdruckbereich vorgesehenen Stromlaufplan verschaltet. Die entwickelte Messröhre wurden in zwei Schritten untersucht: Zunächst wurde bei Bauausführung 1 am Eingang der Messröhre eine Lochblende mit hohem Leitwert angeordnet. Dies diente dazu, die grundlegenden Messeigenschaften der Manometerröhre studieren und deren Betriebsparameter optimieren zu können. Bauausführung 2 wurde schließlich mit der in Kapitel 4.2.2 dimensionierte Lochblende sehr geringen Leitwertes versehen. Diese schrittweise Analyse des Betriebsverhaltens ermöglichte später, den Einfluss der Eingangsblenden auf die Messeigenschaften der Messröhre genau spezifizieren zu können.

Vor den Messungen wurde der Rezipient des Pumpstandes, das Referenz-BAYARD-ALPERT- Manometer und die Teströhre für 24h bei ca. 150°C ausgeheizt. Um irreversible Veränderungen im Magnetfeld der Ringmagnete zu vermeiden, mussten während des Ausheizvorgangs die Magnetringe vom Röhrentubus de-

montiert werden. Nach dem Ausheizvorgang herrschte im Rezipienten ein Restgasdruck unter 10^{-9} mbar.

- **Untersuchungen der I - p -Kennlinien bei magnetischen Induktionen von $B_4 = 110\text{mT}$ (4 Ringmagnete)**

Zunächst wurden Untersuchungen an Bauausführung 1 mit einem aus vier Magnetringen bestehenden Magnetpaket durchgeführt. Dabei wurden die Magnetringe auf dem Messröhrengehäuse entsprechend der in Abbildung 5.1a dargestellten Position so angebracht, dass deren geometrische Mitte mit der Mittelebene der beiden Entladungskammern exakt übereinstimmte. Im Zentrum der Entladungskammern herrschte ein mittleres axiales Magnetfeld von etwa $B_4 = 110\text{mT}$ (vgl. Abschnitt 4.2.3). Direkt nach dem Zuschalten der Hochspannung wurde zunächst noch kein Entladungsstrom registriert, was auf eine Zündverzögerung infolge zu geringer Ladungsträgerdichte zurückzuführen war. Es wurden auch keine druckunabhängigen Kriech-, Leckströme oder Feldemissionsströme detektiert, die den unteren Messbereich des Manometers einschränken könnten. Nach ca. 5 Minuten zündete schließlich die Entladung und es stellte sich ein stabiler druckabhängiger Entladungsstrom ein. Nachdem die Entladung zündete, war kurzzeitig ein massiver Druckanstieg im Rezipienten zu beobachten. Dieser ist darauf zurückzuführen, dass die in der Entladung gebildeten Ladungsträger in Richtung ihrer Auffangelektroden beschleunigt werden und beim Auftreffen auf diese Gasadsorbate abspalten (sog. elektronen- bzw. ioneninduzierter Desorptionseffekt). Nach ca. 20 Minuten Pumpzeit wurde schließlich der ursprüngliche Enddruck wieder erreicht.

Mit der nunmehr betriebsbereiten Messröhre konnten die Kalibrierungen zur Optimierung der Betriebsparameter durchgeführt werden. Die im Tiefdruckmodus durchgeführten Kalibriermessungen erfolgten bei dynamischen Gaseinlass, d. h. bei vollem Saugvermögen der Turbomolekularpumpe wurde Gas eingelassen. Als Kalibriergas wurde – wenn nicht anders angegeben – generell Stickstoff verwendet. Bauausführung 1 konnte verhältnismäßig zügig kalibriert werden, da infolge des großen Leitwertes der Druckausgleich zwischen Rezipient und dem Messröhreneingang schnell vonstatten ging. Nach Einstellung eines konstanten Druckes mithilfe des Nadelventils konnte nach bereits einer halben Minute die entsprechenden Entladungsströme registriert werden. Zur Begrenzung des Entladungsstroms bei hohen Drücken wurde der Einsatz eines hochohmigen Ballastwiderstandes notwendig. Es wurde für sinnvoll erachtet, mit einem $R_B = 20\text{M}\Omega$ -Widerstand zu beginnen, so dass bei üblichen Anodenspannungen die Entladungsströme auf einige 10^{-4}A begrenzt wurden. Der Widerstand wurde in die Anodenzuleitung verschaltet. Die Messungen zur Optimierung der Betriebsparameter beschränkten sich zunächst auf die Untersuchung der an der Kathode 2 (Messkammer) abfließenden Entladungsströme, da nur diese später bei dem hier vorgeschlagenen Messröhrenkonzept als Messgrundlage herangezogen werden sollen. Die gemessenen I_{K2} - p -Kennlinien bei verschiedenen Anodenspannungen sind in

Abbildung 6.1 dargestellt. Die Kalibriermessungen erfolgten bei steigendem Druck.

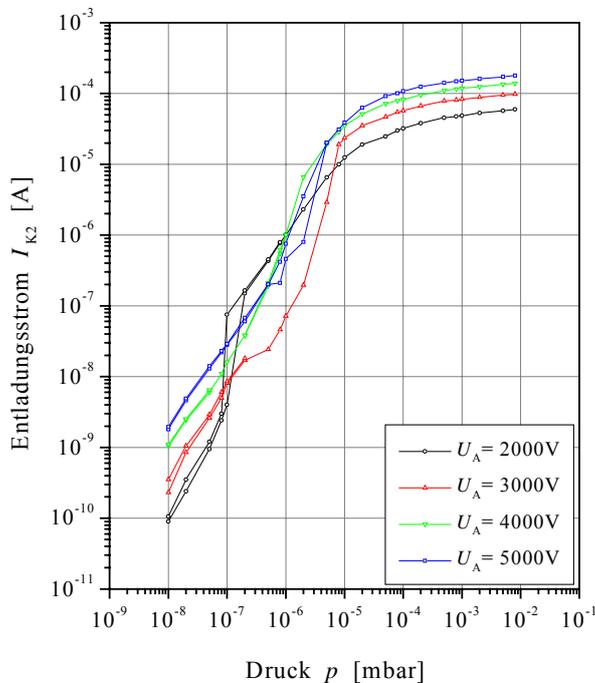


Abbildung 6.1:

Entladungsstrom I_{K2} - Druck p -
Kennlinie der Teströhre für verschie-
dene Anodenspannungen bei einer
magnetischen Induktion von $B_4 =$
 110mT . $R_B = 20\ \text{M}\Omega$, Kalibriergas:
Stickstoff

Die bei verschiedenen Anodenspannungen aufgenommenen Entladungsstrom-Druck-Charakteristiken zeigen bei dieser magnetischen Induktionen stark diskontinuierliche Kennlinienverläufe. Obwohl mit zunehmendem Druck bei allen Anodenspannungen der gemessene Entladungsstrom ansteigt, weisen die Charakteristiken bei Anodenspannungen unter 3000V Sprünge und Stufen im Druckbereich zwischen 10^{-7} und 10^{-6} mbar auf. Bei höheren Spannungen hingegen bleiben zwar allmählich diese Diskontinuitäten in der Kennlinie aus, dennoch zeigen die Graphen einen Kennlinienknick im Druckbereich zwischen 10^{-7} 10^{-6} mbar. Der anodenseitig verschaltete Ballastwiderstand zeigt seinen Einfluss auf den Kurvenverlauf bereits ab Drücken um 10^{-5} mbar, oberhalb dieses Druckes zeigt sich hier ein langsames Abflachen der Kennlinie. Weiterhin sind bei allen Anodenspannungen im unteren Druckbereich mehr oder weniger ausgeprägte Hystereseffekte zu verzeichnen, die sich in Form eines stark pulsierenden Entladungsstrom bei konstantem Druck bemerkbar machen. Dieses Schwingungsverhalten weist auf instabile Entladungsbedingungen hin. Über derartige Instabilitäten wurde in der Fachliteratur oft berichtet, sie sind bei Kaltkathoden-Entladungen im transversalen Magnetfeld häufig beobachtet worden und daher nicht untypisch. Einen großen Überblick über deren möglichen Ursachen gibt REDHEAD [2.77]. Die hier in den I_{K2} - p - Kurven zu beobachtenden abrupten Sprünge im Kennlinienfeld sind vermutlich auf Änderungen der Ladungsträgerdichte im Elektronenringstrom und die dadurch verursachte plötzliche Änderung der radialen Potentialverteilung zurückzuführen.

REDHEAD [2.58, 2.77] begründet dies damit, dass die Elektronen in der $E \perp B$ -Feldkonfiguration bei niedrigen Drücken für lange Zeiten in dem sich ausbildenden Elektronenringstrom „gefangen gehalten“ werden (sog. „electron trapping“, die Transitzeit eines Elektrons von der Kathode zur Anode kann im UHV-Bereich daher bis zu einigen Minuten dauern [2.29, 2.77]), so dass sich hohe Schwingungsamplituden in der Raumladung aufbauen können. Sind die magnetischen Feldstärken zu hoch, dann reduziert sich gleichzeitig die Breite des sich ausgebildeten Elektronenringstroms bis zu einem unteren kritischen Wert, wodurch dann sog. Diocotronoszillationen im Elektronenmantel auftreten können. Dabei können die Elektronen im Ringstrom übermäßig hohe Energien aufnehmen, wodurch sie nun in der Lage sind, infolge anormaler Elektronendiffusion quer zum Magnetfeld zur Anode abwandern zu können (sog. anormaler Ladungsträgertransport). Dieser Elektronenverlust wird durch die Ionisation von Gasteilchen ausgeglichen. Dies erfolgt so lange, bis die Dicke des Elektronenringstrom einen oberen kritischen Wert erreicht hat. Von da an wiederholt sich der Vorgang periodisch, so dass hoch- und niederfrequente Oszillationen im Ringstrom entstehen können (vgl. [2.77, 2.116]). Diese Oszillationen des Ringstroms registriert man dann im äußeren Messkreis als pulsierenden Entladungsstrom. Schwingungsmodenänderungen dieser Oszillationen führen dann zu einer dauerhaften Ringstromverarmung und somit zu einer veränderten Ionenausbeute, die sich dann messtechnisch als abrupte Änderung im Anstieg der Entladungsstrom-Druck-Funktion bemerkbar macht. Da diese Kennlinienknick aber einerseits als Kalibriergrundlage ungünstig erscheinen, andererseits auch von den gewählten Betriebsparametern abhängen, wurden die Untersuchungen bei verminderten Magnetfeldstärken fortgesetzt.

- **Untersuchungen der I - p -Kennlinien bei magnetischen Induktionen von $B_2 = 70\text{mT}$ (2 Ringmagnete)**

Um die Schwingungsneigung der Entladung bei hohen magnetischen Induktionen zu minimieren und einen für Kalibrierzwecke günstigen I_{K2} - p - Kennlinienverlauf zu erhalten, wurde bei den folgenden Untersuchungen die magnetische Feldstärke im Messraum verringert. Dies wurde dadurch erreicht, dass nur noch zwei Magnetringe auf dem Messröhrengehäuse positioniert wurden. Entsprechend den in Kapitel 3 durchgeführten Feldstärkemessungen betrug nun die mittlere Feldstärke im Entladungsraum ca. $B_2 \approx 70\text{mT}$. Die bei diesen magnetischen Induktionen ermittelten I_{K2} - p -Kennlinien sind in Abbildung 6.2 dargestellt. Für diese Messungen wurde nun ein Ballastwiderstand von $R_B = 10\text{M}\Omega$ gewählt. Hier zeigt sich im Vergleich zu den Messungen mit 4 Ringmagneten ein deutlich günstigerer Kennlinienverlauf, da bei der Aufnahme der Kennlinien keine Entladungsstromfluktuationen zu beobachten waren. Man kann also bei allen Anodenspannungen auf hinreichend stabile Entladungsbedingungen im Messraum schließen konnte. Die an der Kathode 2 registrierten Entladungsströme I_{K2} zeigten erwartungsgemäß eine über den gesamten Druckbereich steigende Stromfunktion. Die Auswertung der Kennlinienschar zeigte für alle Anodenspannungen einen deutlich ausgeprägten Kennlinienknick im Druckbereich um 10^{-7}mbar . Im Druck-

bereich unterhalb von 10^{-7} mbar lässt sich für alle Anodenspannungen eine annähernde direkte Proportionalität zwischen dem an der Kathode 2 gemessenen Entladungsstrom und dem Druck erkennen, der Anstieg der I_{K2} - p - Kennlinien liegt bei $n \approx 1,0$. Im Druckbereich oberhalb von 10^{-7} mbar steigt jedoch der Entladungsstrom mit dem Druck steiler an, hier beträgt der (mittlere) Anstieg der I_{K2} - p -Kennlinie $n \approx 1,3$.

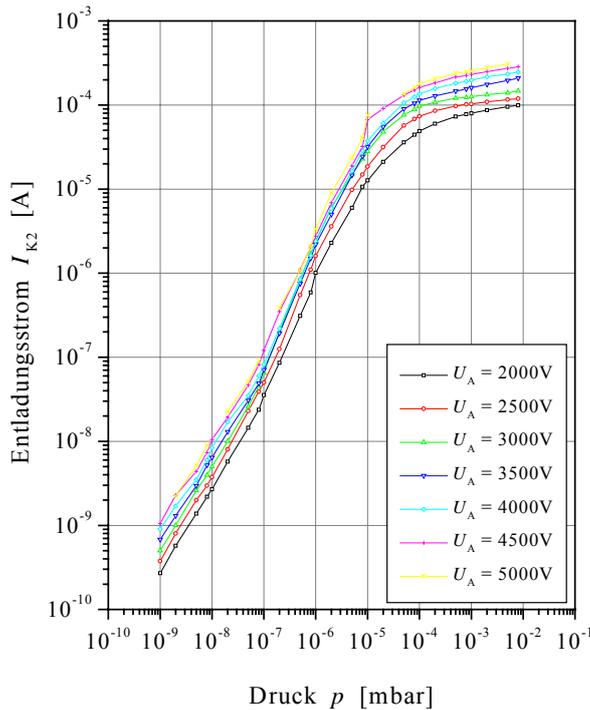


Abbildung 6.2:

Entladungsstrom I_{K2} - Druck p - Kennlinie der Teströhre für verschiedene Anodenspannungen bei einer magnetischen Induktion von $B_2 = 70\text{mT}$. $R_B = 10\text{ M}\Omega$, Kalibriergas: Stickstoff

Diese Anstiegsänderung im Kennlinienverlauf lassen sich ähnlich deuten wie bei den vorherigen Untersuchungen bei magnetischen Induktionen von 110mT. Sie sind vermutlich eine Folge der Veränderung der Ladungsträgerdichte im Elektronenringstrom, die wiederum dafür verantwortlich sind, dass die abfließenden Entladungsströme nicht mehr direkt proportional zum vorherrschenden Druck sind. Da sich in beiden Entladungskammern (Messkammer und Ionenbafflekammer) derartige Ringströme ausbilden, könnte auch deren magnetische Wechselwirkung untereinander eine denkbare Ursache für die Anstiegsänderung im I_{K2} - p -Kennlinienverlauf sein. Bei Drücken oberhalb von 10^{-5} mbar machte sich wieder der Einfluss des Ballastwiderstandes bemerkbar, die Kennlinien flachen mit weiter steigendem Druck ab und der Entladungsstrom erreicht schließlich bei Drücken um 10^{-2} mbar wieder den durch den Ballastwiderstand und der Anodenspannung vorgegebenen Maximalwert.

Aufgrund der günstigen Kennlinienverläufe bei verminderter magnetischer Induktion lag es nahe, die Messeigenschaften der Teströhre bei noch geringeren magnetischen Induktionen zu untersuchen. Da sich die mittleren radialen Feldstärkever-

hältnisse zweier zusammengesetzter Magnetrings im Vergleich zu einem einzelnen nur unwesentlich unterschieden ($B_2 \approx 70$ mT bzw. $B_1 \approx 66$ mT, vgl. dazu Kapitel 4.2.3), wurde die Manometerröhre nun nur noch mit einem Magnetring ausgestattet.

- **Untersuchungen der I - p -Kennlinien bei magnetischen Induktionen von $B_1 = 66$ mT (1 Ringmagnet)**

Die Resultate der aufgenommenen I_{K2} - p - Kennlinien bei magnetischen Induktionen von $B_1 = 66$ mT sind in der Abbildungen 6.3 zu sehen. Im Vergleich zu den vorherigen Messungen wurde hier ein $1\text{M}\Omega$ -Ballastwiderstand verwendet, wodurch im oberen Druckbereich eine höhere Empfindlichkeit erreicht werden sollte.

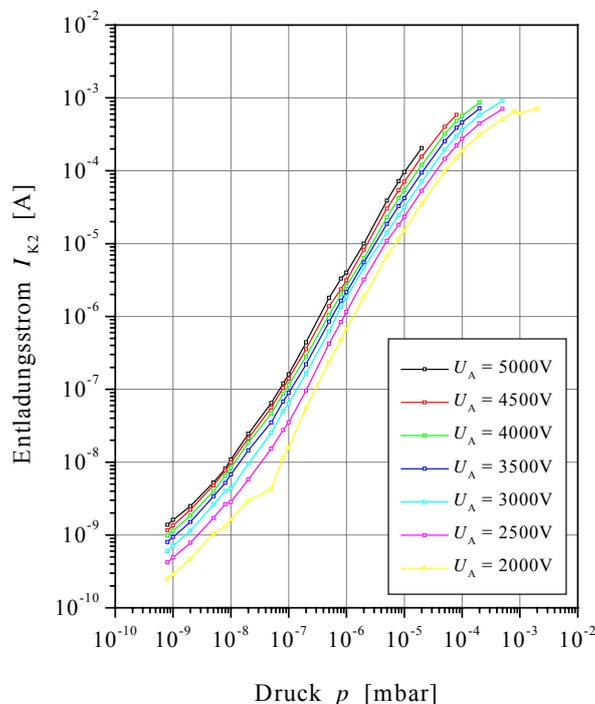


Abbildung 6.3:

Entladungsstrom I_{K2} - Druck p - Kennlinie der Teströhre für verschiedene Anodenspannungen bei einer magnetischen Induktion von $B_1 = 66$ mT. $R_B = 1\text{ M}\Omega$, Kalibrier gas: Stickstoff

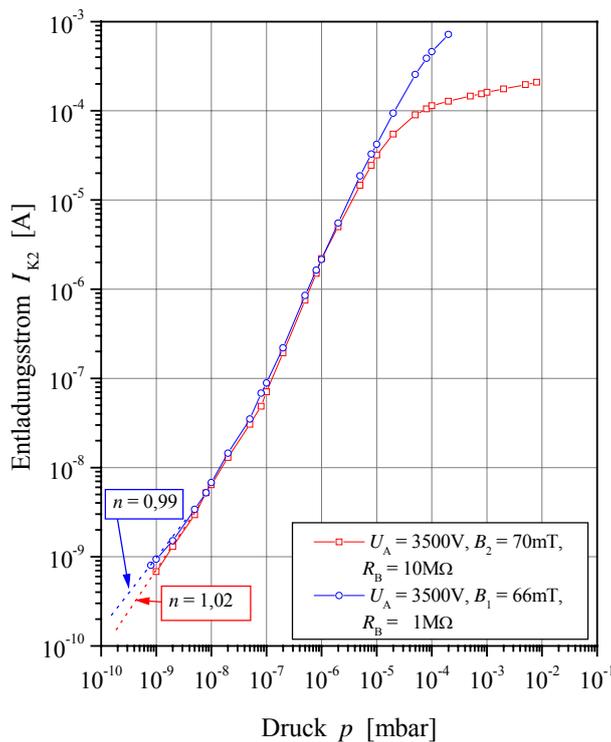
Die bei diesen magnetischen Induktionen ermittelten I_{K2} - p -Kennlinien zeigen einen sehr günstigen Verlauf als Messgrundlage. Die ermittelten Röhrenkennlinien stellen bei allen Anodenspannungen eine monoton steigende Funktion dar, sie konnten bei Wiederholungsmessungen mit hoher Genauigkeit reproduziert werden. Ferner bewirkt der $1\text{M}\Omega$ -Ballastwiderstand im oberen Vakuumbereich nur ein mäßiges Abflachen der Kennlinie, so dass man bis in den Feinvakuumbereich hinein einen ausreichend großen Kennlinienanstieg zu verzeichnen hat, der gleichzeitig gewährleistet, dass die Entladungsstromänderungen zwischen zwei Druckwerten im oberen Druckbereich für Kalibrierzwecke hinreichend groß sind.

Auch bei diesen I_{K2} - p - Kennlinien zeigt sich wieder bei allen Anodenspannungen im Übergangsbereich zwischen Hoch- und Ultrahochvakuum, also bei 10^{-7} mbar, der bereits oben beschriebene Kennlinienknick. Unterhalb dieses Druckwertes lässt sich ein Anstieg von 0,99 nachweisen, oberhalb ein Anstiegswert von 1,38.

- **Vergleichende Betrachtungen zu den I - p -Kennlinienverläufen bei unterschiedlichen magnetischen Induktionen und Ballastwiderständen und Festlegung eines günstigen Arbeitspunktes**

Die bei verschiedenen magnetischen Induktionen und Ballastwiderständen durchgeführten Messungen zum Verlauf der Entladungsstrom-Druck-Kennlinie erlaubten nun einen qualitativen Vergleich der unterschiedlichen I_{K2} - p -Charakteristiken. In Abbildung 6.4 wurden diese für zwei verschiedene Induktionswerte ($B_1 = 66\text{mT}$ und $B_2 = 70\text{mT}$) und Ballastwiderstände ($R_B = 1\text{M}\Omega$ und $R_B = 10\text{M}\Omega$) bei gleichen Anodenspannungen ($U_A = 3500\text{V}$) in einem gemeinsamen Diagramm gegenübergestellt. Die darin dargestellten Kennlinien zeigen im Druckbereich zwischen $5 \cdot 10^{-9}$ mbar und 10^{-5} mbar einen fast identischen Verlauf. Bei beiden Kurven lässt sich der bereits oben beschriebene Kennlinienknick im Druckbereich um 10^{-7} mbar feststellen. Aufgrund der ähnlichen Induktionswerte war dies auch zu erwarten. Bei kleineren Drücken jedoch weichen die Kurven geringfügig voneinander ab. Hier scheint offenbar die magnetische Induktion einen Einfluss auf den Kennlinienverlauf auszuüben. Bei B -Werten von 66mT konnte in diesem Druckbereich ein Kennlinienanstieg von $n = 0,99$, bei höheren Induktionen ein Anstieg von $n = 1,02$ festgestellt werden. Bei höheren Drücken hingegen verursacht wieder der in die Anodenzuleitung verschaltete Ballastwiderstand ein Abknicken der Kennlinien.

Die Ergebnisse legen nahe, dass die Verwendung eines einzelnen Magnetrings ausreichend ist, um im Messraum hinreichend stabile Entladungsbedingungen zu gewährleisten. Ferner lässt sich bei dieser magnetischen Induktion im unteren Druckbereich eine nahezu direkte Proportionalität zwischen dem Entladungsstrom zur Kathode 2 und dem Druck nachweisen ($I_{K2} \sim p^{0,99}$). Wird ein $1\text{M}\Omega$ - Ballastwiderstand verwendet, dann stellt die gemessene Entladungsstrom-Druck-Funktion über einen sehr weiten Druckbereich eine gut und einfach auswertbare Eichkennlinie dar, die als Kalibriergrundlage für den Betrieb herangezogen werden kann. Daher werden nun für die Manometerröhre folgende Betriebsparameter für den Tiefdruckmodus festgelegt: Anodenpotenzial $U_A = 3500\text{V}$, magnetische Induktion $B = 66\text{mT}$, Ballastwiderstand $R_B = 1\text{M}\Omega$. Die gefundenen Parameter sind für ein Kaltkathoden-Ionisationsmanometer typisch. Als Betriebsparameter wären generell auch höhere Anodenspannungen möglich, bei geringeren hingegen neigt die Entladung offenbar zu Instabilitäten, die ein Verlöschen der selbstständigen Entladung bei kleinen Drücken indiziert.

**Abbildung 6.4:**

Einfluss der magnetischen Induktion und des vorgeschalteten Ballastwiderstandes auf den Verlauf der I_{K2} - p - Charakteristiken bei hohen und tiefen Vakuumdrücken. $U_A = 3500V$, Gas: N_2

• Optimierung der Magnetposition

Im Weiteren musste nun untersucht werden, welchen Einfluss die Position und die radiale Magnetisierung des auf dem Röhrentubus befindlichen Magnet-rings auf die Stromverteilung in den beiden Entladungskammern hat. Diese Untersuchungen waren insofern notwendig, weil das von den Ringmagneten erzeugte B - Feld nicht hinreichend homogen war und kleine Änderungen in der Justierlage des Magneten, z. B. nach einer Demontage desselben, zu völlig anderen Entladungsbedingungen im Messraum führen könnten. Um diesen Einfluss eingehend untersuchen zu können, wurde zunächst geprüft, ob das Magnetfeld des verwendeten Magneten rotationssymmetrisch ist. Dazu wurde bei zwei verschiedenen, aber konstanten Druckwerten (10^{-8} mbar und 10^{-5} mbar) und einer konstanten Anodenspannung von $U_A = 3500V$ der Ringmagnet langsam auf dem Röhrentubus um 360° gedreht. Die Stromänderungen wurden dabei registriert. Die Messungen zeigten, dass die Rotation des Magneten auf den Gehäuse nur geringe Stromänderungen von einigen Prozenten (max. 8%) zur Folge haben. Es wurde daher auf eine graphische Darstellung verzichtet. Die Ergebnisse ließen den Schluss zu, dass die Magnetisierung des Magneten als auch die im Messröhreninneren befindliche Elektrodenanordnung nahezu rotationssymmetrisch war. Eine winkelabhängige Ausrichtung des Magneten auf dem Röhrentubus war daher für die folgenden Messungen nicht notwendig.

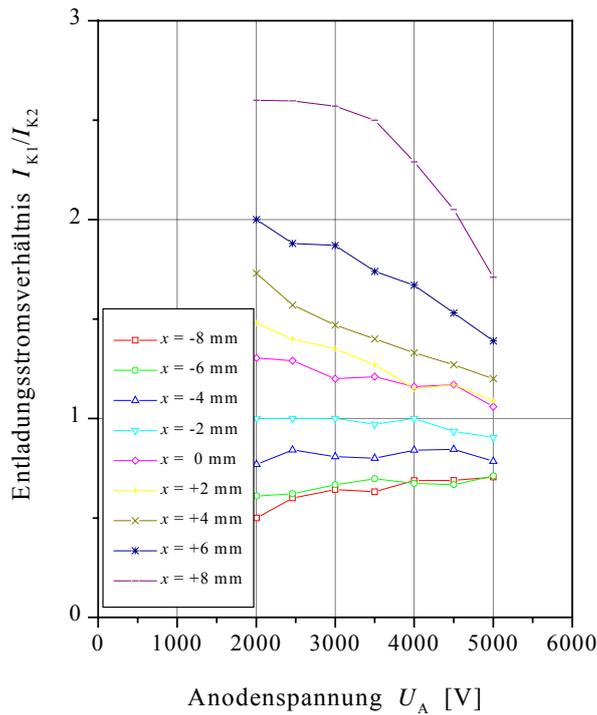
Um den Einfluss der axialen Magnetisierungskomponente des Ringmagneten auf das Entladungsverhalten zu studieren, wurde der Magnet aus seiner bisherigen Lage (exakt mittig zwischen beiden Entladungskammern) in jeweils 2mm Intervallen in Richtung Anschlussflansch und in entgegengesetzter Richtung verschoben. Dabei wurden die Entladungsströme (Entladungsstrom zur Kathode 2 I_{K2} und der gemeinsame Anodenstrom I_A) in Abhängigkeit von der Magnetposition und von verschiedenen Anodenspannungen gemessen. Die Messungen erfolgten bei einem konstanten Gasdruck von $p = 10^{-5}$ mbar. Über die Differenz $I_{K1} = I_A - I_{K2}$ ließ sich dann das Stromverhältnis in den beiden Entladungskammern I_{K1}/I_{K2} berechnen. Dabei wurde vorausgesetzt, dass der Elektronenstrom zur gemeinsamen Anode genauso groß ist wie die Summe der an den beiden Kathoden abfließenden Entladungsströme. Diese Annahme ist (im Gegensatz zu Ionisationsmanometern mit Glühkathode) bei Kaltkathoden-Ionisationsmanometern absolut gerechtfertigt. In Abbildung 6.5 ist dieses als Funktion der Anodenspannung bei verschiedenen Magnetpositionen graphisch darstellt.

Die Ergebnisse der Untersuchungen zum Einfluss der Magnetposition auf die Entladungsstromverhältnisse machen deutlich, dass die bislang gewählte Magnetlage in Hinblick auf die Entladungsstromverteilung in den Kammer bereits recht günstig war. Bei dieser Magnetlage lässt sich ein Entladungsstromverhältnis von etwa $I_{K1}/I_{K2} \approx 1,2$ nachweisen. Dieses ist annähernd unabhängig von der anliegenden Anodenspannung. Eine nahezu gleich große Stromverteilung in den beiden Kammern erreicht man, wenn der Magnetring aus seiner ursprünglichen Lage um 2mm in Richtung des Vakuumschlussflansches verschoben wird. Unter diesen Bedingungen erzielt man dann sogar ein Verhältnis $I_{K1}/I_{K2} \approx 1$, welches ebenfalls nahezu unabhängig vom Anodenpotenzial ist. Für die nachfolgenden Messungen wurde daher der Magnet auf dem Messröhrengehäuse entsprechend verschoben und somit die Magnetlage optimiert.

Mit der so ermittelten Magnetlage wurde die Entladungsstrom- Druck-Kennlinie im oberen Vakuumbereich aufgenommen. Deren graphische Darstellung in Abbildung 6.6 zeigt erwartungsgemäß, dass der messtechnisch nicht zugängliche Entladungsstrom in der Ionenbafflekammer I_{K1} und der in der Messkammer abfließende I_{K2} über den gesamten dargestellten Druckbereich fast exakt gleich groß sind. Aufgrund dieser Tatsache und des gleichen Kurvenverlaufs kann man annehmen, dass die I_{K1} - p -Charakteristik über den gesamten Druckbereich mit der I_{K2} - p -Charakteristik nahezu identisch sein dürften.

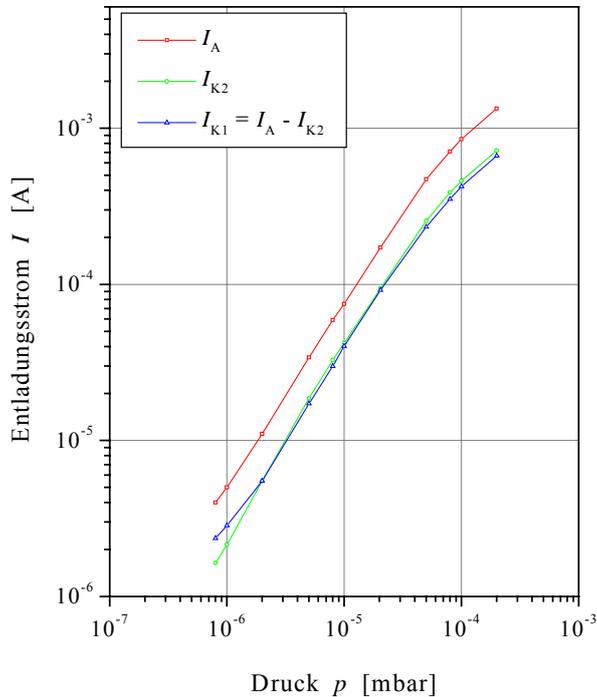
Zusammenfassend lässt sich aus diesen Messungen schlussfolgern, dass geringfügige Veränderungen in der axialen Magnetposition auf dem Messröhrengehäuse offenbar auch deutliche Änderungen in der Entladungsstromverteilung innerhalb der beiden Kammern nach sich ziehen. Die Ursache für diese Abhängigkeit ist in der Feldinhomogenität des verwendeten Ringmagneten zu suchen. Da sich bei Verschiebung des Magneten auf dem Röhrengehäuse die axiale und die radiale Komponente seines magnetischen Feldes in Bezug auf die Position der im Inneren der Messröhre befindlichen Entladungskammern ändert, ändern sich auch die gemessenen Entladungsströme.

Um reproduzierbare Messergebnisse zu erhalten, blieb die optimierte Magnetposition auf dem Messröhrentubus für alle nachfolgenden Untersuchungen erhalten.

**Abbildung 6.5:**

Entladungsstromverhältnis I_{K1}/I_{K2} in Abhängigkeit von verschiedenen Anodenspannungen bei verschiedenen Magnetpositionen auf dem Röhrentubus. $p = 10^{-5}$ mbar.

($x = 0$ mm steht hierbei für die bisherige Magnetposition, die mit einem positiven Vorzeichen bezeichnete Abstandsänderung x zur ursprünglichen Position steht für eine Verschiebung des Magneten in Richtung Vakuumanschlussflansch, die mit negativem für eine Verschiebung in entgegengesetzter Richtung).

**Abbildung 6.6:**

Die Druckabhängigkeit der verschiedenen Entladungsströme in der Ionenbafflekammer und in der Messkammer nach Optimierung der Magnetposition auf dem Röhrengehäuse. Der zur Kathode 1 (Ionenbafflekammer) abfließende Entladungsstrom ist genauso groß wie der zur Kathode 2 (Messkammer). Entsprechend ist der im Anodenkreis gemessene Elektronenstrom I_A doppelt so groß wie die beiden Entladungsströme I_{K1} und I_{K2} .

• **Untersuchungen der grundlegenden Messeigenschaften der Messröhre bei optimierten Betriebsparametern**

Die mit den nunmehr festgelegten Betriebsparametern ($U_A = 3,5\text{kV}$, $B = 66\text{mT}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$) aufgenommene I_{K2} - p -Kennlinie kann nun als Eichkurve des Manometers definiert werden, sie ist in den Abbildungen 6.7 und 6.8 für Stickstoff noch einmal separat dargestellt.

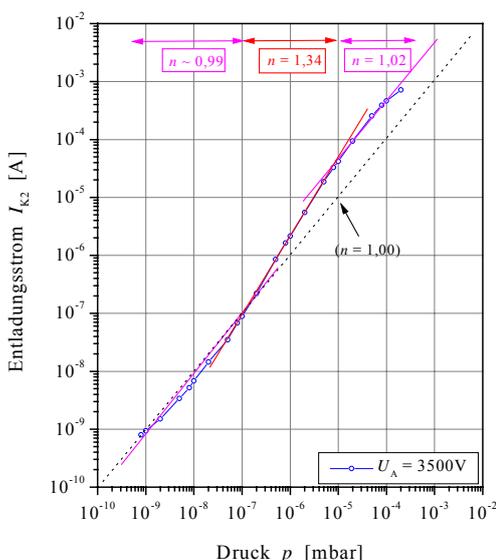


Abbildung 6.7: Eichkurve des Testmanometers in Bauausführung 1 für Stickstoff, Betriebsspannung $U_A = 3500\text{V}$, $B = 66\text{ mT}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$

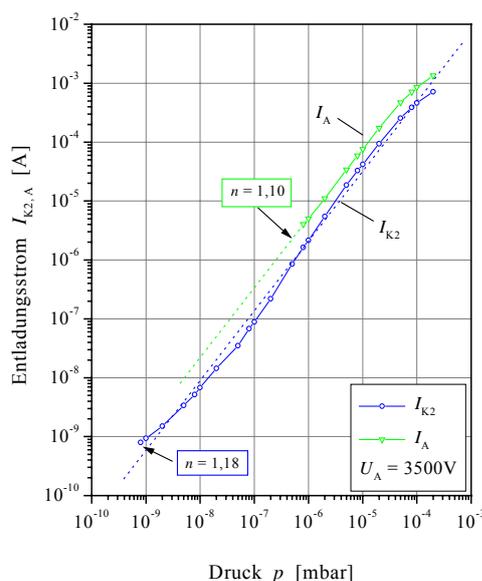


Abbildung 6.8: Eichkurve des Testmanometers in der Bauausführung 1 für das Kalibriergas Stickstoff.

Aus dem Kennlinienverlauf in Abbildung 6.7 wird deutlich, dass man die Kennlinie in drei Kennlinienabschnitte mit drei unterschiedlichen Anstiegen unterteilen kann. Im Druckbereich zwischen $10^{-9} \dots 10^{-7}$ mbar ist der Anstieg der Kennlinie $n = 0,99$. Hier gehorcht also der Entladungsstrom der Beziehung

$$I_{K2} = C_1 \cdot p^{0,99} \tag{6.1}$$

Im Bereich zwischen $10^{-7} \dots 10^{-5}$ mbar steigt die I_{K2} - p -Kennlinie steiler an. In diesem Vakuumbereich gilt folgender Zusammenhang:

$$I_{K2} = C_2 \cdot p^{1,34} \tag{6.2}$$

Im Druckbereich oberhalb von 10^{-5} mbar ändert sich der Anstieg der Eichkurve nochmals. Hier scheint der Ballastwiderstand den Kennlinienverlauf bereits zu beeinflussen. Die Kennlinie lässt sich in diesem Bereich näherungsweise durch eine

Funktion der Form

$$I_{K2} = C_3 \cdot p^{1,02} \quad (6.3)$$

beschreiben. Diese Anstiegsänderungen in der I - p -Charakteristik sind für Kaltkathoden-Ionisationsmanometer – wie bereits oben erwähnt – bekannt. Zahlreiche Experimentatoren konnten an ihren Messröhrenkonstruktionen ähnliche Kennlinienknickbeobachten [2.21, 2.30, 2.37-2.58, 6.1, 6.2]. Einen vergleichenden Überblick bei inversen Magnetron Messröhren gibt Tabelle 6.1. LANGE *et al.* [2.21] konstatieren sogar, dass $I = f(p)$ -Charakteristiken von Kaltkathoden-Ionisationsmanometern im Allgemeinen über ihren gesamten Messbereich überhaupt keinen einheitlichen Anstieg aufweisen, sondern nur abschnittsweise. Für praktische Messzwecke sind allerdings diese Anstiegsänderungen im Kennlinienverlauf eher unerwünscht, da diese Empfindlichkeitsänderungen nach sich ziehen. Obwohl heutzutage der elektronische Aufwand für eine automatische Auswertung der Kennlinie dadurch kaum ansteigen würde, begnügt man sich dennoch bei industriell gefertigten Kaltkathoden-Ionisationsmanometern meist mit einer Röhrenkennlinie, deren Anstieg über den gesamten Messbereich einheitlich ist. Eine solche Kennlinie erhält man, wenn man durch die Messpunkte eine Regressionsgerade mit einem einheitlichen Anstieg definiert. Im vorliegenden Fall würde die logarithmische Regression einen Anstieg von $n = 1,18$ ergeben. Die Eichkurve hätte dann die Form

$$I_{K2} = C_4 \cdot p^{1,18} \quad (6.4)$$

Die errechnete Regressionsgerade ist in Abbildung 6.8 eingezeichnet. In dieser ist auch der anodenseitig gemessene Elektronenstrom dargestellt. Eine logarithmische Regression ergibt in diesem Fall, dass die I_A - p -Kennlinie im Druckbereich zwischen 10^{-5} und 10^{-3} mbar einem Anstieg von $n = 1,10$ aufweist.

Aus den gewonnenen Messdaten ließ sich jetzt mithilfe des nunmehr bekannten I - p -Zusammenhangs die Druckabhängigkeit der Empfindlichkeit C , also die Entladungsintensität, berechnen. Hierbei ließen sich zwei Empfindlichkeitswerte angeben: einerseits die Empfindlichkeit C_{K2} , die auf den in der Messkammer abfließenden Entladungsstrom I_{K2} basiert, und andererseits C_A , welche sich aus dem an der Anode registrierten Entladungsstrom I_A errechnet. In Abbildung 6.9 ist die Druckabhängigkeit der Empfindlichkeit C_{K2} für verschiedene Anodenspannungen graphisch dargestellt. Infolge des etwa doppelt so großen Entladungsstroms, der an der Anode abfließt, ist die Empfindlichkeit des Manometers – bezogen auf den gemeinsamen Anodenstrom – auch doppelt so groß. Die Abbildung 6.10 veranschaulicht diesen Sachverhalt.

Tabelle 6.1: Gegenüberstellung der Anstiegsänderung im Kennlinienverlauf der Entladungsstrom-Druck-Charakteristiken verschiedener Kaltkathoden-Ionisationsmanometerkonstruktionen vom inversen Magnetron-typ.

Autor	Gas	U_A	B	Anstiegs- änderung ab Druck- wert p [mbar]	n unter- halb p	n ober- halb p
		[kV]	[mT]			
HOBSON & REDHEAD [2.30]	Luft	6	206	-	1,1	
NICHIPOROVICH [2.38]	Luft	6	200	-	1,0	
MENNENGA & SCHAEGLER [2.33]	N ₂	3,5	130	10 ⁻⁹	1,65	1,05
PEACOCK & PEACOCK [6.1]	N ₂	4	120	10 ⁻⁹	1,4	1,09
PEACOCK <i>et al.</i> [6.2]	N ₂	4	77	10 ⁻⁹ – 10 ⁻⁸	1,79	1,15
	N ₂	4	110	10 ⁻⁹ – 10 ⁻⁸	1,61	1,13
	N ₂	4	158	10 ⁻⁹ – 10 ⁻⁸	1,38	1,08
	N ₂	4	185	10 ⁻⁹ – 10 ⁻⁸	1,33	1,06
	N ₂	4	224	10 ⁻⁹ – 10 ⁻⁸	1,35	1,00
	N ₂	4	233	10 ⁻⁹ – 10 ⁻⁸	1,35	1,00
Kontaminationsarme Teströhre	N₂	3,5	66	10⁻⁷	0,99	1,34
	N₂	3,5	66	10⁻⁵	1,34	1,02

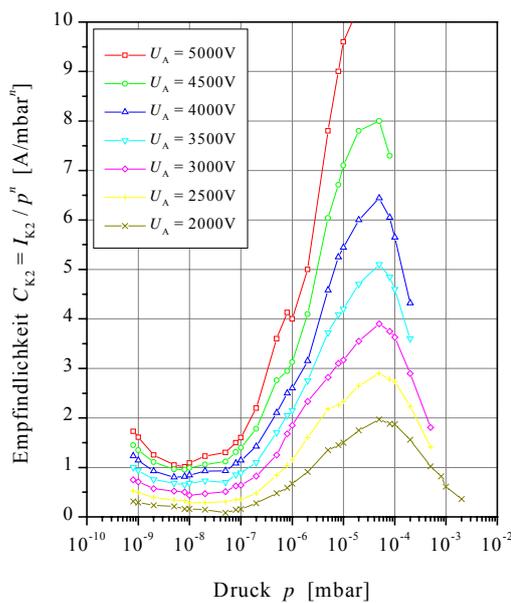


Abbildung 6.9: Empfindlichkeit C_{K2} - Druck p -Zusammenhang für verschiedene Anodenpotenziale. Die errechneten Empfindlichkeitswerte basieren auf den in Abbildung 6.3 dargestellten I_{K2} -Messdaten für N₂.

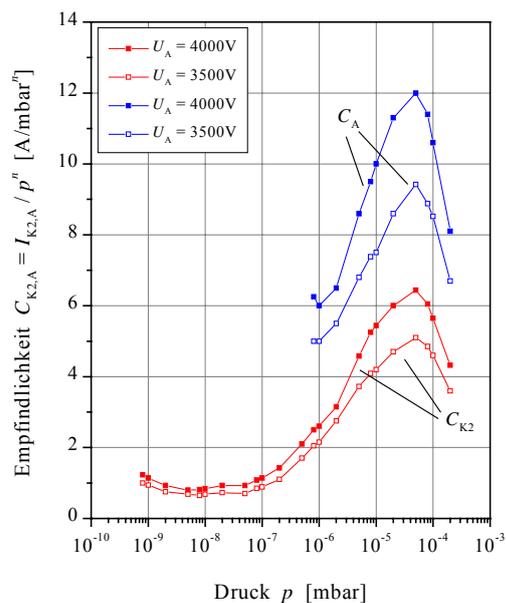


Abbildung 6.10: Druckabhängigkeit der beiden Empfindlichkeiten C_{K2} und C_A in Abhängigkeit von zwei verschiedenen Anodenpotenzialen ($U_A = 3500V$ und $U_A = 4000V$) für das Kalibriergas Stickstoff.

In obiger Abbildung 6.10 wurden für zwei Anodenspannungen ($U_A = 3500V$ und $U_A = 4000V$) die beiden unterschiedlichen Empfindlichkeitswerte C_{K2} und C_A in Abhängigkeit vom Druck separat dargestellt. Es zeigt sich, dass beide Empfindlichkeiten generell von der Anodenspannung abhängen und dass sie mit zuneh-

mendem Druck stark ansteigen. Diese Empfindlichkeitszunahme zu höheren Drücken hin ist – im Gegensatz zu Glühkathoden- Ionisationsmanometern – bei Kaltkathoden- Ionisationsmanometern üblich. Sie ist Folge der Nichtlinearität des Entladungs-Druck-Zusammenhanges. So fanden beispielweise LANGE *et al.* [2.21] bei Untersuchungen an einer Magnetronröhre, dass deren Empfindlichkeit im Druckbereich zwischen $10^{-12} \dots 10^{-4}$ mbar um Faktor 35 variiert! Ferner zeigt sich in Abbildung 6.10, dass je höher die Anodenspannung ist, desto höher auch die Empfindlichkeit des Messsystems ist. Dies macht sich insbesondere bei höheren Drücken bemerkbar. Während die Empfindlichkeitswerte C_{K2} bei Drücken unterhalb von 10^{-7} mbar unabhängig sind (sie liegen im Druckbereich unterhalb von 10^{-7} mbar bei $C_{K2(3500V)} \approx 0,8 \text{ A/mbar}^n$ bzw. $C_{K2(4000V)} \approx 0,9 \text{ A/mbar}^n$, was für Kaltkathoden- Ionisationsmanometer ein sehr typischer Wert ist), steigt die Empfindlichkeit bei Drücken oberhalb von 10^{-7} mbar steil an. Sie erreicht bei einem Druck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar einen von der Anodenspannung abhängigen Maximalwert und fällt bei weiter ansteigenden Drücken wieder rasch ab. Das zu beobachtende Auftreten eines von der Anodenspannung abhängigen Empfindlichkeitsmaximums deutet auf den im Kapitel 2 ausführlich erläuterten Entladungsmodenwechsel im oberen Druckbereich hin. Da die Empfindlichkeit von der Größe des Entladungsstroms abhängt, und dieser gerade im oberen Druckbereich durch einen entsprechenden Ballastwiderstand beeinflusst werden kann, wurde im Folgenden untersucht, welchen Einfluss der Ballastwiderstand auf den I_{K2} - p -Kennlinienverlauf und auf die Lage und Höhe des Empfindlichkeitsmaximums im C - p -Diagramm hat. Die Ergebnisse dieser Messungen, die in Abbildung 6.11 zu sehen sind, zeigen eindeutig, dass je höherohmig der Ballastwiderstand wird, desto früher kommt dessen Einfluss zum Tragen.

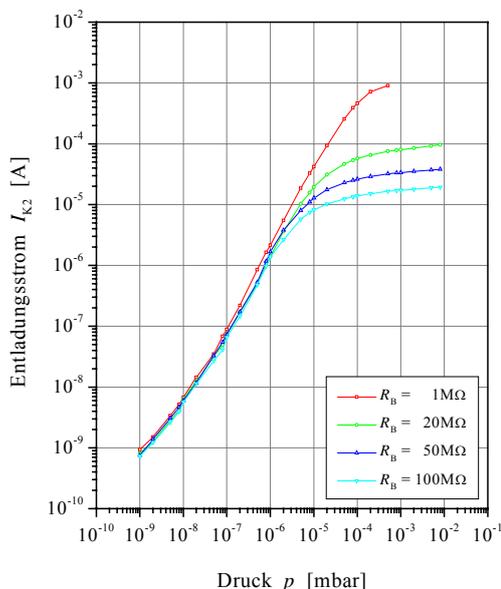


Abbildung 6.11: Einfluss des Ballastwiderstandes auf den I_{K2} - p - Kennlinienverlauf der Messröhre. $U_A = 3500 \text{ V}$, $B = 66 \text{ mT}$, Testgas: N_2 .

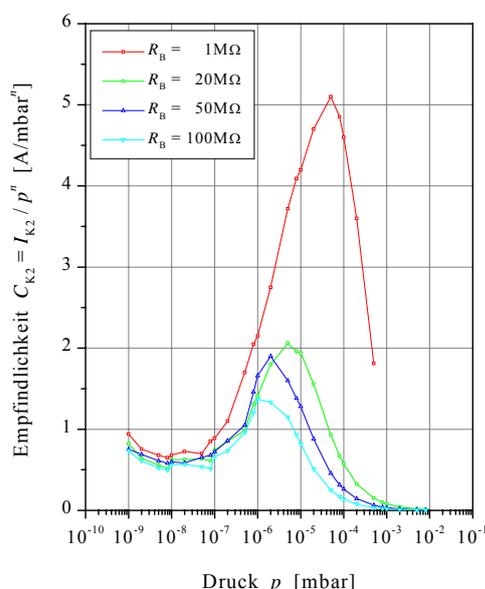


Abbildung 6.12: Einfluss des Ballastwiderstandes auf den C_{K2} - p -Kennlinienverlauf der Messröhre. $U_A = 3500 \text{ V}$, $B = 66 \text{ mT}$, Testgas: N_2 .

Mit wachsendem Druck fällt über dem Ballastwiderstand eine immer höhere Spannung ab, so dass – bei weiter ansteigendem Druck – die an der Anode effektiv anliegende Spannung immer weiter absinkt. So fällt beispielsweise bei 10^{-4} mbar über dem $1\text{M}\Omega$ Ballastwiderstand gerade einmal eine Spannung von $2,4 \cdot 10^{-5}\text{A} \cdot 10^6\Omega = 80\text{V}$ ab (der Faktor zwei resultiert aus dem doppelt so hohen Anodenstrom). Im Vergleich dazu beträgt der Spannungsabfall beim gleichen Druckwert über einem $100\text{M}\Omega$ - Widerstand immerhin schon: $2,3 \cdot 10^{-5}\text{A} \cdot 10^8\Omega = 2600\text{V}$. Dieser Spannungsrückgang bewirkt wiederum, dass der Entladungsstrom nicht weiter druckproportional anwächst, so dass die I_{K2} - p -Kennlinie abflacht. Entsprechend verhalten sich auch die berechneten Empfindlichkeitswerte in diesem Druckbereich. Da der Entladungsstrom oberhalb von etwa 10^{-5} mbar bereits durch den Ballastwiderstand begrenzt wird, verschiebt sich nicht nur das Empfindlichkeitsmaximum, sondern es vermindert sich auch gleichzeitig deutlich die Höhe sowie die Lage des Empfindlichkeitsmaximums, wie Abbildung 6.12 zeigt. Um Aussagen über die Messeigenschaften und die Empfindlichkeit der Manometerröhre bei Anwesenheit verschiedener anderer Gase treffen zu können, erfolgte im Anschluss die Aufnahme der Eichkurve für die folgenden in der Vakuumtechnik relevanten Gase: Stickstoff, Helium, Argon, Methan, Sauerstoff, Kohlenmonoxid, Kohlendioxid und Wasserstoff. Die gemessenen Kennlinien für diese Gase sind der Abbildung 6.13 zu entnehmen.

In dieser Abbildung sind wieder aus Gründen der Übersichtlichkeit jeweils nur die in der Messkammer abfließenden Ionenströme in Abhängigkeit vom Druck (I_{K2} - p -Kennlinien) aufgetragen.

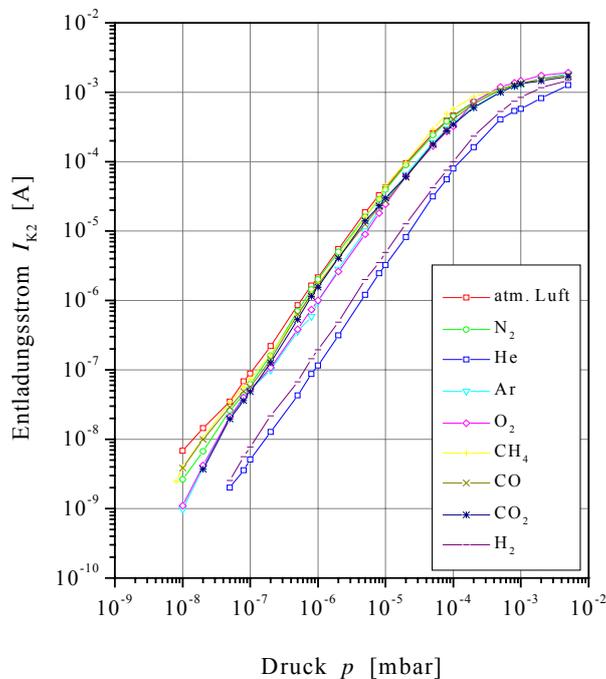


Abbildung 6.13:

I_{K2} - p -Kennlinie für verschiedene Testgase. Parameter: Ballastwiderstand $R_B = 1\text{M}\Omega$, $U_A = 3500\text{V}$

Aus der obigen Abbildung wird ersichtlich, dass aufgrund der Abhängigkeit der spezifischen Ionisierung von der Gasart die aufgenommenen I_{K2} - p -Kennlinien erwartungsgemäß für die verschiedenen Gassorten untereinander verschoben sind. Für das Testgas Helium ist die größte Kennlinienverschiebung zu verzeichnen. Interessanterweise zeigt sich für die meisten Testgase eine I - p -Kennlinie mit einem mittleren Anstieg von $n = 1,08$. Infolgedessen ergeben sich für die verschiedenen Gasarten auch entsprechend unterschiedliche Empfindlichkeiten. Die Druckabhängigkeit der Empfindlichkeit C_{K2} ist in Abbildung 6.14 für die verschiedenen Gasarten graphisch dargestellt.

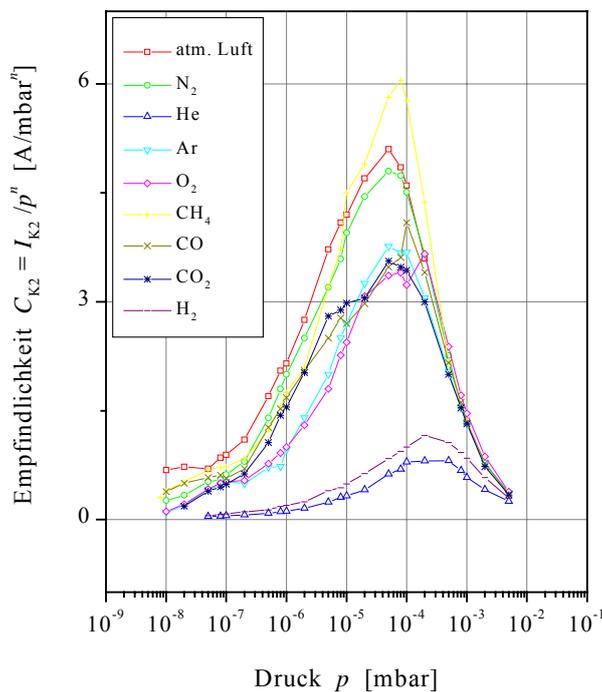


Abbildung 6.14:
Empfindlichkeit C_{K2} - Druck p -
Kennlinie für verschiedene in der
Vakuumtechnik gebräuchliche
Testgase.
Parameter: Ballastwiderstand $R_B =$
 $1M\Omega$, $U_A = 3500V$

Die Empfindlichkeitswerte für die verschiedenen Gase sind – ebenso wie bei atmosphärischer Luft als Kalibriergas – über den gesamten Druckbereich keine Konstanten. Für alle getesteten Gase erreicht die Empfindlichkeit des Manometers im Druckbereich zwischen 10^{-5} und 10^{-4} mbar einen Maximalwert, um schließlich bei weiter ansteigenden Drücken wieder rasch abzunehmen. So erreicht die Empfindlichkeit für nahezu alle getesteten Gase ihren Maximalwert im Druckbereich zwischen $5 \cdot 10^{-5} \dots 10^{-4}$ mbar. Lediglich bei den leichteren Gasen Wasserstoff und Helium wird dieses Empfindlichkeitsmaximum erst oberhalb von 10^{-4} mbar durchlaufen. Das zu beobachtende Auftreten eines gasartabhängigen und druckabhängigen Empfindlichkeitsmaximums weist wieder auf den Entladungsmodenwechsel im oberen Druckbereich hin. Dieser tritt in Abhängigkeit von der Gasart bei unterschiedlichen Druckwerten auf.

Für Ionisationsmanometer ist es üblich, die Relativempfindlichkeiten C_{rel} in Bezug auf das Kalibriergas anzugeben. Diese Größe ist definiert als

$$C_{rel} = \frac{C_{Gas}}{C_{N_2}} \tag{6.5}$$

und wurde mithilfe der in Abbildung 6.14 dargestellten Empfindlichkeitswerte für jedes der getesteten Gase in Abhängigkeit vom Druck berechnet und graphisch dargestellt (vgl. Abbildung 6.15). Der Mittelwert für die einzelnen Relativempfindlichkeiten wurden in Tabelle 6.2 zusammengefasst. Die Daten für C_{rel} entsprechen in erster Näherung den üblichen Werten aus der Literatur (z. B. [6.3]) für Kaltkathoden- Ionisationsmanometer. Der Kehrwert der Relativempfindlichkeit C_{rel}^{-1} entspricht dem Korrekturwert, mit dem die Druckanzeige des Manometers multipliziert werden muss, um bei Anwesenheit anderer Gase als dem Eichgas Stickstoff auf den wahren Druck schließen zu können. Die Korrekturfaktoren sind ebenfalls in Tabelle 6.2 tabelliert.

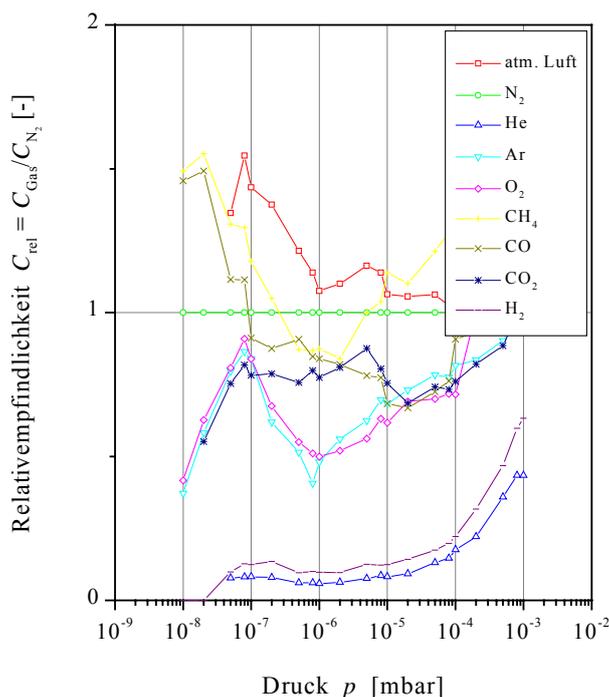


Abbildung 6.15: Druckabhängigkeit der Relativempfindlichkeit C_{rel} für verschiedene Testgase. Parameter: Ballastwiderstand $R_B = 1M\Omega$, $U_A = 3500V$

Tabelle 6.2: Mittlere Relativempfindlichkeiten und Korrekturfaktoren für verschiedene Gase bei optimierten Betriebsparametern ($U_A = 3500\text{V}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$) der Manometerröhre im Vergleich zu einer kommerziell erhältlichen inversen Magnetron- Messröhre vom Typ IKR 251 (Fa. PFEIFFER VACUUM) [6.4]

Gas	Testmanometer		Kommerzielles Manometer IKR 251	
	C_{rel}	Korrekturfaktor der Druckanzeige = C_{rel}^{-1}	C_{rel}	Korrekturfaktor der Druckanzeige = C_{rel}^{-1}
Luft	1,1	0,91	1,0	1,0
N ₂	1,0	1,0	1,0	1,0
He	0,15	6,6	0,17	5,9
Ar	1,13	0,88	1,25	0,8
O ₂	0,73	1,37	1,0	1,0
CH ₄	1,14	0,89		
CO	0,93	1,07	1,0	1,0
CO ₂	0,79	1,26		
H ₂	0,21	4,7	0,4	2,4

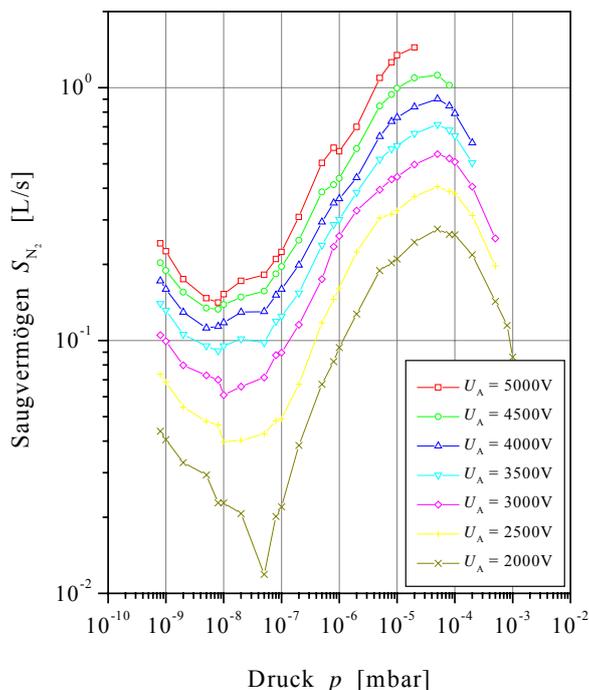


Abbildung 6.16: Druckabhängigkeit des N₂-Saugvermögens S der Messröhre für verschiedene Anodenspannungen.

Parameter: $B = 66\text{mT}$, Ballastwiderstand $R_B = 1\text{M}\Omega$.

Aufgrund der bekannten Abhängigkeit der Empfindlichkeit der Messröhre vom Druck war es nun auch möglich, das theoretische Saugvermögen des Messsystems (infolge elektrischer Gasauflagerung) zu bestimmen. BÄCHLER [6.5] konnte experimentell nachweisen, dass das Saugvermögen S einer PENNING-Entladungszelle für Stickstoff durch die empirisch gefundenen Relation:

$$S_{\text{N}_2} \approx 0,07 \frac{I}{p} [\ell \cdot \text{s}^{-1}] \quad (6.6)$$

über einen weiten Druckbereich hinreichend genau gegeben ist. Setzt man nun bei der untersuchten Messröhre voraus, dass der Gesamtentladungsstrom über den gesamten Messbereich $I = I_A = 2I_{K2}$ ist, was nach der Optimierung der Magnetposition auf dem Messröhrentubus gerechtfertigt ist, dann lässt sich mithilfe dieser Gleichung unter Ausnutzung des in Abbildung 6.9 gefundenen C - p -Zusammenhangs das Saugvermögen der Messzelle als Funktion des Druckes für Stickstoff berechnen. In Abbildung 6.16 ist das Saugvermögen der Messzelle in Abhängigkeit vom Druck für verschiedene Anodenspannungen aufgetragen. Im $S(p)$ - Kennlinienfeld zeigt sich erwartungsgemäß, dass das Saugvermögen stark von der Anodenspannung abhängig ist und – ähnlich wie in den C - p -Kennlinien in Abbildung 6.9 – im Druckbereich zwischen 10^{-5} und 10^{-4} mbar einen Maximalwert durchläuft. Dieser sehr typische Kennlinienverlauf wird übrigens auch bei klassischen Ionengetterpumpen vom Diodentyp beobachtet. Die ausschließlich für Stickstoff errechneten Saugvermögenswerte S liegen in der Größenordnung von 0,1...1 l/s, diese sie sind für Kaltkathoden-Ionisationsmanometer absolut üblich. Bei der vorliegenden Röhrenkonstruktion beträgt das nominale Saugvermögen bei $U_A = 3500V$ für N_2 etwa 0,7 l/s. Die mit den optimierten Parametern aufgenommenen Entladungsstrom-Spannungs-Charakteristiken der Messröhre im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich sind in der Abbildung 6.17 zu sehen. Die Messungen erfolgten für verschiedene Drücke bei sinkenden Anodenspannungen, beginnend – mit Ausnahme der bei 10^{-4} mbar aufgenommenen Kennlinie – bei $U_A = 5000V$. Die Aufnahme der I_{K2} - U_A -Charakteristik erfolgte bis zu der Spannung, bei der die Entladung verlöschte. Dieser als Löschspannung U_{L0} bezeichnete Spannungswert ist nach HAEFER [2.29] bei PENNING- Entladungen gleich der Zündspannung U_Z .

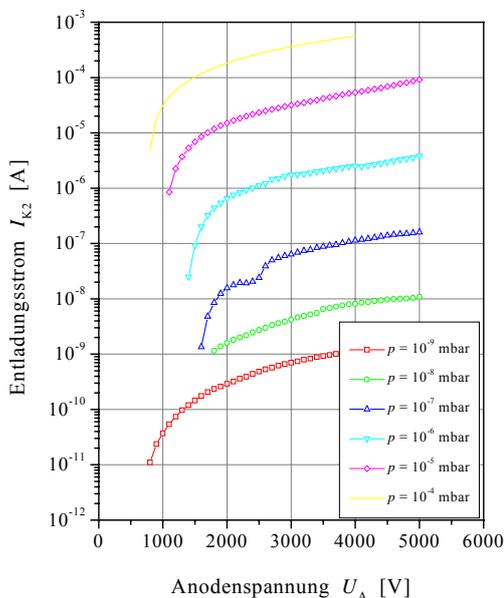


Abbildung 6.17: Entladungsstrom- Spannungs-Charakteristik der Messröhre bei verschiedenen Drücken. $B = 66mT$, $R_B = 1M\Omega$; Testgas: N_2 .

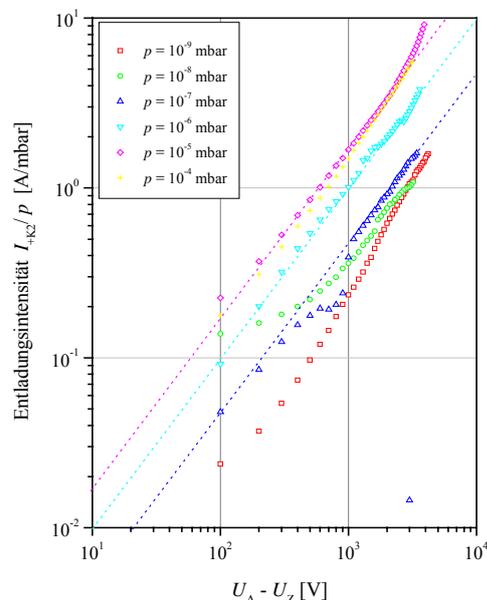


Abbildung 6.18: Entladungsstrom- Spannungs-Charakteristik im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich in der Darstellung $\log(I_{K2}/p)$ als Funktion von $\log(U_A - U_Z)$.

Die Messungen in Abbildung 6.17 zeigen die typischen Kennlinienverlauf für Penning-Entladungen im transversalen Magnetfeld. Die Graphen lassen erkennen, dass die $\log I_{K2}-U_A$ -Charakteristiken im ganzen Spannungsbereich steigend sind. Mit zunehmendem Druck und zunehmender Anodenspannung steigt der Entladungsstrom, beginnend bei der Zündspannung U_Z , monoton an. Der bei allen Kennlinien zu beobachtende anfängliche sehr steile Anstieg in der $\log I_{K2}-U_A$ -Charakteristik lässt sich nach HAEFER durch Stufenprozesse (= Prozesse mit Ionisierung bereits angeregter Gasatome durch Elektronen- oder Photonenstoß, Auslöschung zweier Anregungszustände unter Ionisierung des einen und Rückführung des anderen Stoßpartners in den Grundzustand) erklären [2.29]. Bei höheren Anodenspannungen zeigen alle Kurven einen Sättigungscharakter, bei dem der Einfluss der negativen Raumladung auf die Charakteristik denjenigen der Stufenprozesse überwiegt. Der bei einem Druck von 10^{-7} mbar zu beobachtende Sprung in der $\log I_{K2}-U_A$ -Charakteristik bei $U_A = 2500\text{V}$ weist auf Entladungsinstabilitäten bei diesem Spannungswert hin. Theoretische Arbeiten zur mathematischen Beschreibung der Entladungsstrom- Spannung- Charakteristik in Magnetrons stammen von SCHURMAN und BRANDT [6.6]. Die in Abbildung 6.17 dargestellten Charakteristiken lassen sich, wie Abbildung 6.18 zeigt, in der doppelt-logarithmischen Darstellung auch in die Form eines linearen Zusammenhanges zwischen der Entladungsintensität, definiert durch den Quotienten I/p , und der um die Zündspannung U_Z reduzierten Anodenspannung $U_A - U_Z$ überführen in:

$$\frac{I_{K2}}{p} = k(U_A - U_Z) \quad (6.7)$$

Dabei steht k für eine Konstante. Diese Konstante beträgt beispielsweise bei der Messung bei $p = 10^{-7}$ mbar $k \approx 10^{-3} \text{A/mbar}\cdot\text{V}$. Mit Ausnahme der Kennlinien, die bei 10^{-9} mbar und 10^{-8} mbar aufgenommen wurden, lassen sich so alle gemessenen Strom- Spannungs- Charakteristiken der magnetfeldgestützten PENNING- Entladung in einer zylindrischen Elektrodenanordnung in diese bereits von HAEFER [2.29] empirisch gefundene lineare Gesetzmäßigkeit überführen. Gleichung (6.7) gilt allerdings nur, wenn $r_A \ll r_K$, $r_K \approx l_K$ und B hinreichend groß sind.

In Anlehnung an das in Kapitel 3 beschriebene Patent von KLEMPERER ([3.21], siehe auch [6.7]), in welchem vorgeschlagen wird, im oberen Vakuumbereich anstelle der klassischen Entladungsstrommessung die nachgeregelte Anodenspannung bei elektronisch stabil gehaltenem Entladungsstrom als alternatives Druckmaß heranzuziehen, sollte im Folgendem überprüft werden, ob sich dieses Messverfahren nicht auch auf die hier beschriebene Messröhre anwenden lässt, da diese Betriebsart die Kontaminationsanfälligkeit der Messröhre durchaus positiv beeinflussen könnte. Dazu wurden bei konstanter magnetischer Induktion im Messraum ($B = 66\text{mT}$) für zwei konstante Entladungsströme, nämlich $I_A = 1\mu\text{A}$ und $I_A = 10\mu\text{A}$ die U_A-p -Kennlinien aufgenommen. Bei den Messungen wurde bewusst auf den Aufbau einer elektronischen Regelstrecke zur Ansteuerung der Anodenspannung verzichtet, vielmehr sollte zunächst nur mithilfe einer manuellen Einstellung der Anodenspannung am Hochspannungsgerät überprüft werden, über welchen Druckbereich und bei welchen Entladungsströmen sich das Verfah-

ren mit der entwickelten Messröhre theoretisch anwenden ließe. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Abbildung 6.19 graphisch dargestellt. Beide Kennlinien zeigen in der doppelt-logarithmischen Darstellung jeweils einen exponentiellen Zusammenhang. Mit zunehmendem Druck werden die zur Aufrechterhaltung des vorgegebenen Entladungsstroms notwendigen Anodenspannungen kleiner, sie erreichen im Druckbereich oberhalb von 10^{-4} mbar die Größenordnung von einigen hundert Volt. Mit sinkendem Druck werden aber erwartungsgemäß immer höhere Anodenspannungen erforderlich, um den vorgegebenen Entladungsstromwert zu erreichen. Bereits im Druckbereich zwischen 10^{-6} ... 10^{-7} mbar erreicht man die üblichen Anodenspannungen im kV-Bereich. Eine Messbereichsausdehnung zu noch kleineren Drücken hin ist daher unzumutbar. Das Messverfahren hat nur im oberen Druckbereich Sinn. Die dargestellten Resultate belegen, dass die nachgeregelte Anodenspannung U_A bei Verwendung nicht allzu großer Entladungsströme (hier vorteilhafterweise im μA -Bereich gewählt) mindestens über drei Druckdekaden, nämlich zwischen 10^{-6} und 10^{-3} mbar, als stabiles und reproduzierbares Maß für den Druck herangezogen werden könnte.

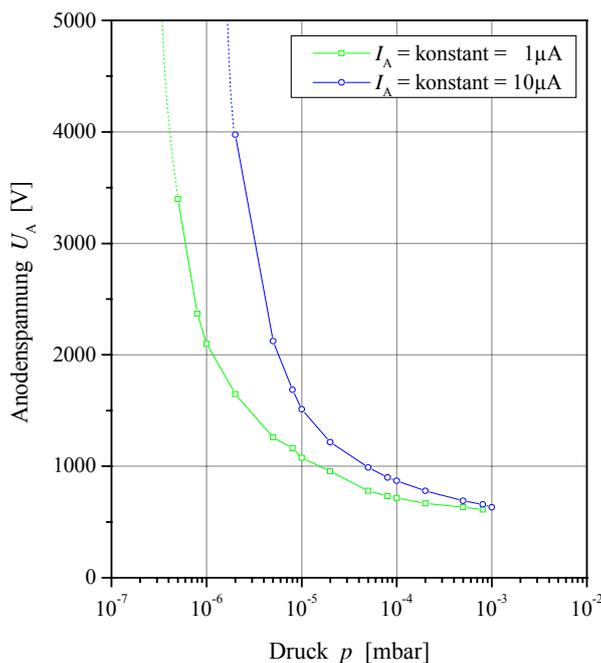


Abbildung 6.19:
Anodenspannung-Druck-Kennlinien der Teströhre für zwei konstante Entladungsstromwerte bei Stickstoffeinlass. Parameter: $R_B = 1 \text{ M}\Omega$, $B = 66 \text{ mT}$

Schließlich wurden die während der Kalibrierarbeiten bei höheren Drücken im Vakuumbereich zu beobachtenden Leuchterscheinungen im Messröhreninneren untersucht. Der Übergang von der PENNING-Entladung in die Glimmentladungsphase ist von einem Leuchten des im Messvolumen der Röhre befindlichen Gases begleitet. Hinsichtlich der optischen Leuchterscheinungen vollzieht sich dieser Übergang allmählich im Druckbereich zwischen 10^{-5} ... 10^{-4} mbar.

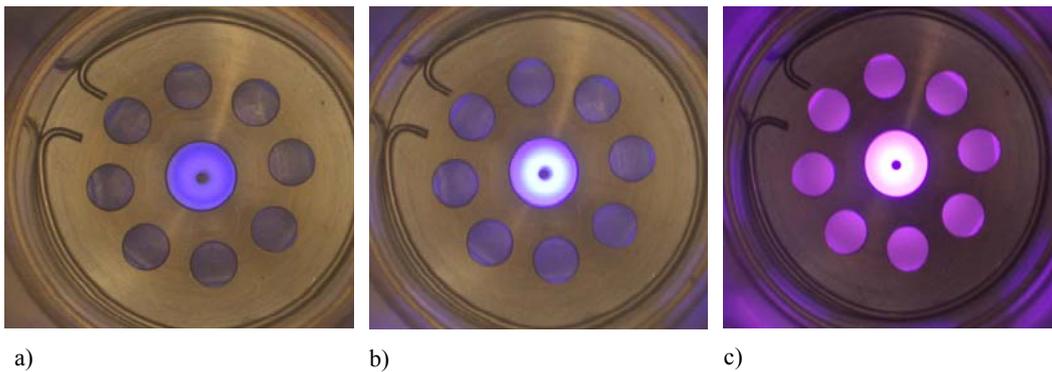


Abbildung 6.20: Druckabhängige Leuchterscheinungen in der Ionenbafflekammer der Messröhre (Bauausführung 1 mit großem Eingangsleitwert) im Tiefdruckmodus, Füllgas: N_2 , $U_A = 3,5kV$. a) $p = 10^{-4}$ mbar, b) $p = 10^{-3}$ mbar, c) $p = 10^{-2}$ mbar

Bei der hier untersuchten Manometerröhre wurde dieser Übergang bereits bei Drücken um $8 \cdot 10^{-6} \dots 1 \cdot 10^{-5}$ mbar festgestellt. Zunächst wurde am Anodenstab bei Einlass von Stickstoff ein schwaches, bläulich schimmerndes Leuchten um den Anodenstab herum beobachtet (vgl. Abbildung 6.20a). Das kann damit erklärt werden, dass die Lawine an der Anode die meisten Elektronen enthält und hier die meisten Anregungen der Gasteilchen vorkommen. Mit weiter steigendem Druck erhöht sich die zur Anregung der Gasmoleküle vorhandenen Ladungsträgerdichte und das inzwischen bläulich-lila schimmernde Leuchten beginnt sich in Richtung zur Kathode hin auszudehnen (vgl. Abbildung 6.20b). Bei weiterer Zunahme des Gasdruckes erwartet man schließlich die Ausbildung von für Glimmentladungen typischen Leuchtschichten, die üblicherweise durch Dunkelräume getrennt sind. Diese Schichtausbildung konnte jedoch, wie Abbildung 6.20c zeigt, bei der untersuchten Teströhre bei Drücken um 10^{-2} mbar (noch) nicht beobachtet werden. Die Farbe der Leuchterscheinungen im Entladungsraum und deren Intensität sind naturgemäß gasartabhängig. So wurde beispielsweise bei Heliumeinlass ein kräftiges hellblaues Leuchten beobachtet, bei Sauerstoffeinlass hingegen ein gelbliches.

- **Simulationsrechnungen mit IONTRA 3d**

Mithilfe eines Simulationsprogramms zur numerischen Berechnung von Glühkathoden-Ionisationsvakuummetern IONTRA 3d wurden schließlich von KAUERT [6.8] ergänzend noch Simulationen zum verwendeten Kaltkathoden-Messsystem im Tiefdruckmodus durchgeführt. Das dazu verwendete Computerprogramm IONTRA 3d gestattet einerseits die dreidimensionale Berechnung von Potenzialfeldern und Ladungsträgertrajektorien und bietet andererseits die Möglichkeit, mit Hilfe einer Monte-Carlo-Simulation die Zufälligkeit der Anfangswerte der Trajektorien und die Ionisation der Gasteilchen durch Ionenstoß zu erfassen.

Die Simulationen erfolgten unter Einbeziehung der realen geometrischen Abmessungen der Messröhre und der empirisch optimierten Betriebsparameter. In den Simulationen, deren Ergebnisse graphisch in Abbildung 6.21a...d zu sehen sind, wurden jeweils zwei Elektronen an einem willkürlichen Ort in der Messkammer gestartet. Als Startpunkt der Elektronen wurde in Graphik 6.21a) die unmittelbare Kathodennähe, in den Graphiken 6.21b)...d) hingegen die Anodennähe gewählt. Da die Ladungsträgerbahnen in beiden Entladungskammern unter Wirkung eines gemeinsamen, homogenen Magnetfeldes gleich sind, beschränkten sich die Berechnungen nur auf eine Entladungskammer, hier die Messkammer.

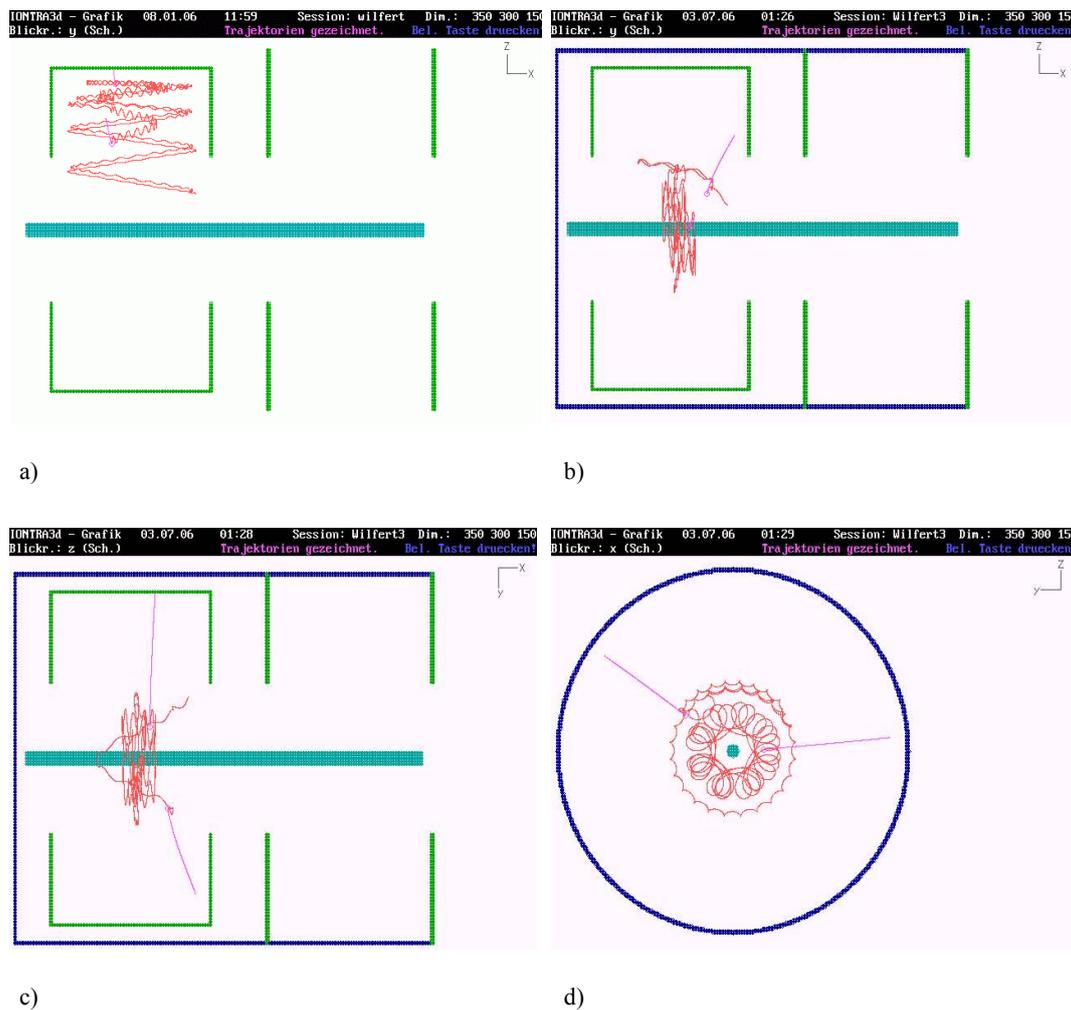


Abbildung 6.21: Mithilfe des Simulationsprogramms IONTRA 3d [6.8] numerisch berechnete Ionen- und Elektronentrajektorien in der Messkammer des vorgeschlagenen Kaltkathoden-Ionisationsmanometers mit integriertem Ionenbaffle, aus verschiedenen Perspektiven. Rechnungen nach KAUERT. Simulationsparameter: $U_A = 3500\text{V}$, $B = 70\text{mT}$, $p = 10^{-2}\text{mbar}$.

In den Graphiken sind die Elektronenbahnen rot, die Ionenbahnen pink eingezeichnet. Die Ionisationspunkte sind mit Kreisen gekennzeichnet. Jeweils zwei Elektronen starten hier dicht nebeneinander. Sie zeigen die typischen zickzackartigen Schrauben- bzw. Zykloidenbahnen. Um Ionisationsakte sichtbar zu machen, wurden die Rechnungen bei einem Druck von 10^{-2} mbar durchgeführt, wobei bemerkt werden muss, dass das Programm keine Raumladungseffekte berücksichtigt. Ohne Ionisation oder elastischen Stöße würden die Elektronen endlos auf Orbitalen um die Anode oszillieren, ohne sie jemals zu erreichen. Man erkennt in Abbildung 6.21a, dass durch elastische Stöße die Elektronenbahnen immer geschwungener verlaufen. Ferner zeigt sich anhand dieser Graphik, welchen Einfluss die Kathodenendplatten auf die Elektronenbahnen haben: Die Elektronen werden durch das Potenzial der Endplatten wieder in den Messraum zurückgelenkt. Die Ionen hingegen fliegen erwartungsgemäß auf direktem Weg zur Kathode, deren Bahnen werden vom Magnetfeld kaum beeinflusst, da ihre Masse wesentlich größer ist.

6.2 Untersuchungen der grundlegenden Messeigenschaften der Messröhre im Hochdruckmodus

Auch für den Hochdruckmodus wurde zunächst die Ermittlung günstiger Betriebsparameter notwendig. Da im oberen Druckbereich die Feldstärke des äußeren Magnetfeldes nur noch einen geringen Einfluss auf das Entladungsverhalten hat, kann man sich hierbei jedoch auf die Aufnahme der Betriebskennlinien mit nur einem Ringmagneten beschränken. Dabei wurde die für den Tiefdruckmodus günstige Magnetposition auf dem Röhrentubus beibehalten (vgl. Abbildung 6.5). Um die Turbomolekularpumpe des Pumpstandes vor Überlastung infolge eines zu hohen Gasanfalls bei höheren Drücken zu schützen, erfolgten alle Kalibriermessungen im Hochdruckmodus bei statischem Gaseinlass. Dazu wurde der Ganzmetallschieber zwischen Rezipient und Pumpe geschlossen.

Zunächst wurden verschiedene Entladungsstrom- Druck- Kennlinien in Abhängigkeit vom Potenzial der Stabelektrode aufgenommen. Da sich aufgrund der periodisch wechselnden Polarität der angelegten Spannung auch die Funktion der Stabelektrode periodisch ändert, ist der Terminus „Anodenstab“ – so wie er im Tiefdruckmodus Verwendung fand – in dieser Betriebsart irreführend. Im Folgenden werden daher nur die Begriffe „Stabelektrode“ und „Zylinderelektrode“ verwendet. Die Indizierung der Symbole für die an der Zylinderelektrode bzw. Stabelektrode abfließenden Entladungsströme I_{K2} bzw. I_A blieben allerdings mit Ausnahme des zusätzlichen Tilde-Zeichens (zur Wahrung der Übersichtlichkeit und zur Unterscheidung zwischen Tief- und Hochdruckmodus) erhalten. Da die verwendeten Hochspannungstrafos ($U_{0\sim} = 4,5\text{kV}$, $U_{SS} = 9\text{kV}$) nur mit einem Maximalstrom von jeweils 1mA belastet werden durften, mussten zur Begrenzung des Entladungsstroms im oberen Vakuumbereich wieder hochohmige Ballastwiderstände in die Zuleitung für die Stabelektrode eingefügt werden. Die so aufgenommenen Kennlinienscharen für $R_B = 10\text{M}\Omega$ und $R_B = 20\text{M}\Omega$ sind den Abbildungen zu entnehmen.

Die Abbildungen 6.22 und 6.23 zeigen eindeutig, dass die Entladung in den beiden Entladungszellen auch mit Wechselspannung betrieben werden kann. Der gemessene Entladungsstrom an der Zylinderelektrode nimmt mit zunehmendem Gasdruck zu und erreicht bei Drücken um 10^{-2} mbar schließlich einen nahezu konstanten spannungsabhängigen Maximalwert. Bei beiden Kennlinienscharen erkennt man ein starkes Abflachen der Charakteristiken im oberen Druckbereich. Diese durch den Einfluss des Ballastwiderstandes verursachte Abflachung der Kennlinien ist allerdings für Kalibrierzwecke eher ungünstig, da Druckänderungen an der oberen Messgrenze somit nur sehr kleine Stromänderungen bewirken. Um auch an der oberen Messgrenze noch vernünftig auswertbare Stromverhältnisse zu erzielen, wäre die Verwendung eines kleineren Ballastwiderstandes in der Zuleitung der Stabelektrode erforderlich. Um die Hochspannungstrafos nicht zu überlasten, wurden die Messungen nun mit einem Vorwiderstand von $R_B = 1\text{M}\Omega$ bei gleichzeitiger Verringerung der angelegten Spannung wiederholt. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in der Abbildung 6.24 zu sehen.

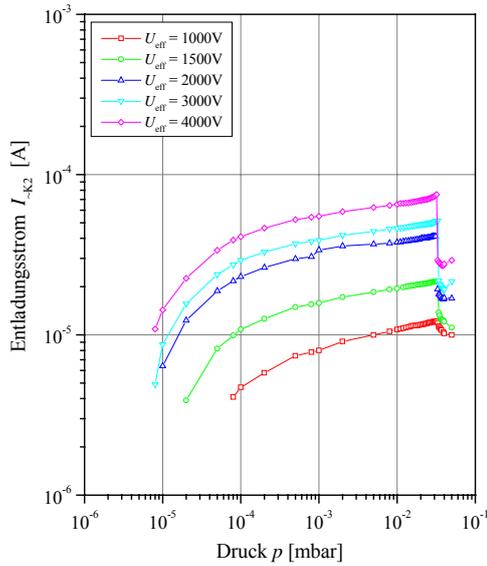


Abbildung 6.22: Entladungsstrom-Druck-Kennlinie für verschiedene AC-Hochspannungen U_{eff} und Verwendung eines $R_B = 20\text{M}\Omega$ Ballastwiderstandes. Testgas: Stickstoff.

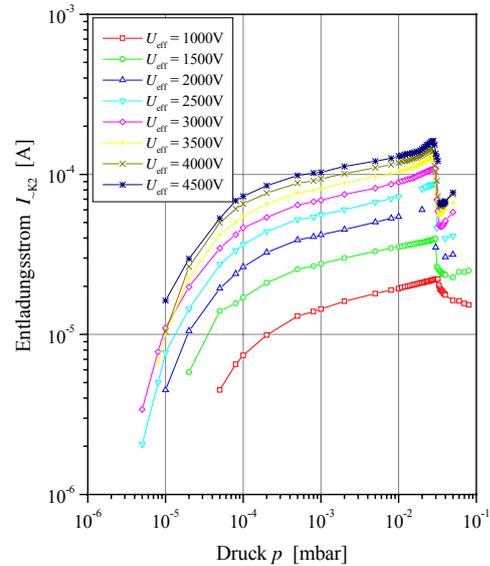


Abbildung 6.23: Entladungsstrom-Druck-Kennlinie für verschiedene AC-Hochspannungen U_{eff} und Verwendung eines $R_B = 10\text{M}\Omega$ Ballastwiderstandes. Testgas: Stickstoff

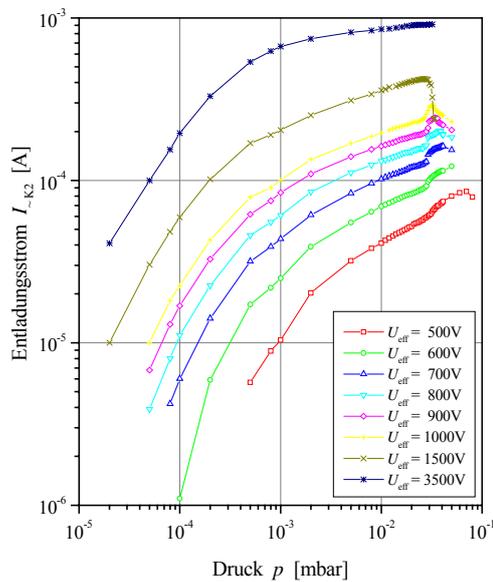


Abbildung 6.24: Entladungsstrom-Druck-Kennlinie für verschiedene AC-Hochspannungen U_{eff} und Verwendung eines $R_B = 1\text{M}\Omega$ Ballastwiderstandes. Testgas: Stickstoff.

Die Kennlinien zeigen erwartungsgemäß aufgrund des kleineren Ballastwiderstandes einen wesentlich steileren Anstieg und damit bessere Auswertmöglichkeiten für Eichzwecke bei höheren Drücken im Vakuumbereich. Abbildung 6.25 zeigt noch einmal separat den Einfluss verschiedener Ballastwiderstände auf den Verlauf der Eichcharakteristik bei einer AC-Betriebsspannung von jeweils $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$.

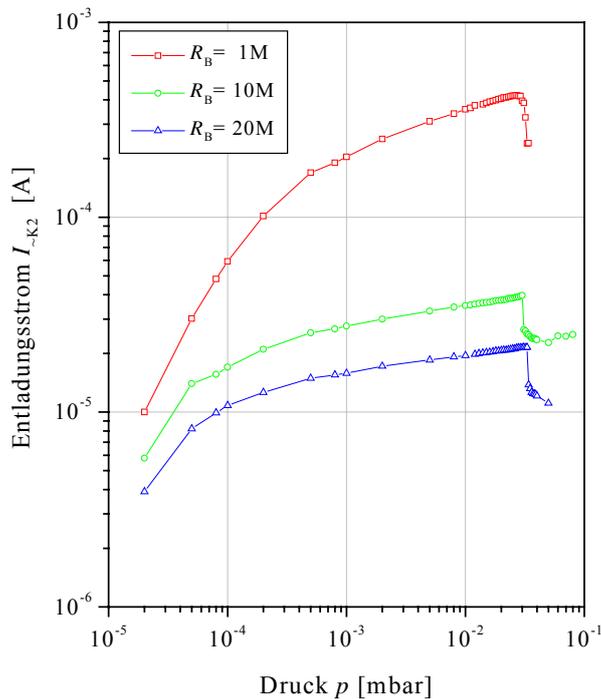


Abbildung 6.25:
Einfluss des Ballastwiderstandes auf den I_{K2} - p - Kennlinienverlauf im Hochdruckmodus. Parameter: $B = 66\text{mT}$, $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$. Testgas: Stickstoff

Die Messungen machen deutlich, dass die Entladung im oberen Vakuumbereich auch mit wesentlich geringeren Spannungen brennen kann. Die Auswertung der Kennlinien zeigt im Druckbereich oberhalb von $3 \cdot 10^{-2}$ mbar allerdings ein deutliches Abknicken der Entladungsstrom-Druck-Charakteristik. Dieser im Wechselspannungsbetrieb zu beobachtende I_{K2} - p -Kennlinienverlauf soll im Folgendem durch oszillographische Messungen gedeutet werden: Beim Betrieb der Messröhre mit Wechselspannung ändern sich durch die periodisch wechselnde Polarität der Elektroden deren Funktionen, weshalb die Entladung im Messröhreninneren ständig unterbrochen und wieder neu gezündet wird. Bei der hier benutzten Schaltungsvariante findet diese Periodizität netzbedingt mit 50Hz statt. Während der positiven Halbwelle wirkt die Zylinderelektrode – ähnlich wie im Tiefdruckmodus – als Ionenkollektor, der an dieser Elektrode registrierte Strom ist ein reiner Ionenstrom. In der Zeit, in der die axial durch die Entladungskammer hindurchlaufende Stabelektrode negativ ist, müsste ein Elektronenstrom zur Zylinderelektrode fließen. Entsprechend der Polarität der Stabelektrode müsste man also entweder einen Ionen- oder Elektronenstrom messen. Da die Entladungselektroden jedoch ungleichförmig geformt sind, dürften für umgepolte Stromrichtungen auch verschiedene Entladungsformen in der Messröhre existieren, weshalb auch ungleich große Stromkomponenten vorhanden sein sollten.

Um dies zu überprüfen, wurden die Spannungsverläufe am Trafoausgang und an der Messkammer bei verschiedenen Drücken mittels eines Oszillographen dargestellt. Um die hohen Spannungen oszillographisch aufnehmen zu können, wurde die Hochdruck- Messschaltung um zwei Spannungsteiler mit einem Teilverhältnis

von jeweils 100:1 erweitert. Für die Messungen wurde die Stabelektrode zunächst mit einer AC-Hochspannung von $U_{0\sim} = 2000\text{V}$, $U_{SS} = 4000\text{V}$ vorgespannt. Die mit einem Digitalspeicheroszilloskop [6.9] (HAMEG, 20MHz Storage Scope HM205-3) gemessenen Spannungsverhältnisse sind in Abbildung 6.26 zu sehen.

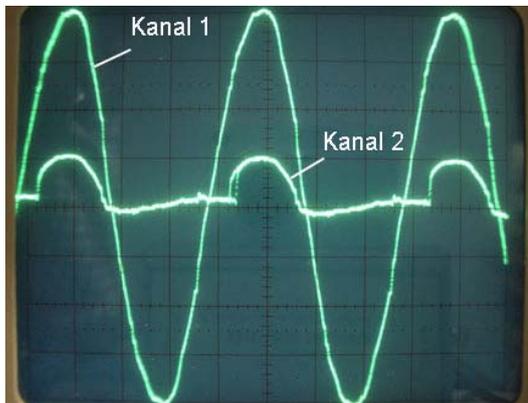


Abbildung 6.26: Spannungsverlauf am Trafoausgang (Kanal 1) und an der Messkammer (Kanal 2) bei einem Druck von 10^{-4}mbar ($U_{0\sim} = 2000\text{V}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$). Skalierung: x – Achse: $5\mu\text{s/Skt.}$, y – Achse: je Kanal $0,5\text{kV/Skt.}$ (Skt. – Skaleneinheit)

Auf Kanal 1 ist die Ausgangsspannung der Trafos $U_{0\sim}$ zu sehen, auf Kanal 2 ist der gemessene Spannungsverlauf an der Messkammer sichtbar. Man erkennt in Abbildung 6.26 deutlich, dass diese Spannung eine ausgeprägte positive Komponente, aber keine negative Komponente mehr besitzt. Man misst lediglich eine pulsierende Gleichspannung mit einer Brummfrequenz von 50Hz. Die Messungen lassen vermuten, dass bei diesen Druckwerten während der negativen Halbwelle, also während die Stabelektrode negativ ist, keine Entladung in der Messkammer zündet. Die Ursache dafür liegt in der Tatsache, dass eine selbständige PENNING-Entladung nur dann zündet, wenn an der Kathode hinreichend viele Ladungsträger erzeugt werden. Ist nun die axiale Stabelektrode negativ vorgespannt und wirkt als Kathode, dann werden offenbar infolge der wesentlich geringeren Oberfläche auch nicht genügend viele Elektronen aus deren Oberfläche für die Zündung einer Gasentladung befreit, so dass der Lawineneffekt und damit die Zündung der Entladung ausbleibt. Ferner muss vermutet werden, dass ein an der Stabelektrode startendes Elektron wegen der hohen Feldstärke in Kathodennähe sofort sehr hohe Geschwindigkeiten bekommt und somit ganz andere Bahnen beschreibt als ein am Zylindermantel startendes. Um diese Annahme zu überprüfen wurde erneut das Simulationsprogramm IONTRA 3d herangezogen. Mit dessen Hilfe wurden nun die Elektronen- und Ionentrajektorien im Messraum für den Fall berechnet, dass die Stabelektrode mit $U_K = -2000\text{V}$ vorgespannt und die Zylinderelektrode ($U_A = 0\text{V}$) geerdet ist. Die Ergebnisse dieser Rechnungen sind im Anhang der Arbeit zu finden (vgl. Abbildung A2a...c). Es zeigt sich tatsächlich, dass die Elektronen schraubenförmige Trajektorien folgen, die aber aus dem Entladungsraum herausführen. Ein sehr wesentlicher Punkt für die Aufrechterhaltung der Entladung ist auch die in der Entladung erzeugte Strahlung (insbesondere UV-Strahlung) und die beim Elektronenaufprall auf die Anode erzeugte Röntgenstrahlung. Bei der vertauschter Polung verfehlen diese Strahlungen größtenteils den dünnen Katho-

denstab. Daher sperrt die Messröhre offenbar während der negativen Halbperiode. Man kann also die Messröhre bei hinreichend kleinen Drücken im Wechselspannungsmodus als Gleichrichterdiode betrachten, bei der nur während jeder positiven Halbwelle ein nennenswerter Entladungsstrom in der Messzelle fließt. Das Spannungsmaximum der an der Messkammer gemessenen Spannung ist bei Drücken um 10^{-4} mbar mit etwa 500V um etwa 1500V niedriger als das Spannungsmaximum der eingespeisten Wechselspannung von $U_{0\sim} = 2000\text{V}$ (das entspräche bei einer klassischen Diode der Durchlassspannung, um die die Spannung über derselben abfallen würde). Die durch die Messröhre gleichgerichtete Spannung lässt sich nach der Formel [6.10]:

$$U_{\sim} = U_{\sim K2} \approx 0,45 \cdot U_{\text{eff}} \quad (6.8)$$

berechnen, wobei U_{eff} für die effektive Wechselspannung am Trafoausgang steht. Geht man vom Spitzenwert einer sinusförmigen Spannung aus, also $U_{0\sim} = \sqrt{2} \cdot U_{\text{eff}}$, so erhält man für die durch die gleichrichtende Wirkung der Messröhre folgende Spannung an der inneren Zylinderelektrode („K2“):

$$U_{\sim K2} \approx 0,318 \cdot U_{0\sim} \quad (6.9)$$

Man erkennt, dass der Gleichspannungsanteil etwa nur ein Drittel der Spitzenspannung $U_{0\sim}$ beträgt. Die Brummfrequenz dieser Spannung beträgt netzbedingt 50Hz.

Für den arithmetischen Mittelwert des gemessenen Gleichstromanteils folgt somit schließlich:

$$I_{\sim K2} \approx 0,318 \cdot I_{0\sim} \quad (6.10)$$

D. h., dass entsprechend den Spannungsverhältnissen auch die Gleichstromanteile in den $I_{\sim K2}$ - p -Kennlinien jeweils nur etwa ein Drittel des jeweiligen Spitzenstroms $I_{0\sim}$ groß sind.

Mit zunehmenden Druck wird der gleichgerichtete Entladungsstrom größer, weshalb auch der oszillographierte Spannungsabfall druckabhängig ansteigt. Die in den Abbildungen 6.27a und 6.27b dargestellten Spannungsverläufe, die bei Drücken von 10^{-3} und 10^{-2} mbar oszillographisch aufgenommen wurden, machen dies deutlich.

Hier ist nun die am Kanal 2 gemessene Amplitude der Spannung an der Messkammer bei einem Druck von 10^{-3} mbar auf etwa 1400V und bei einem Druck von 10^{-2} mbar sogar auf 1900 V angestiegen. Auch bei diesen Drücken sind keine negativen Spannungskomponenten erkennbar, weshalb man davon ausgehen kann, dass auch bei diesen Drücken keine Entladung bei vertauschter Elektrodenpolung zündet.

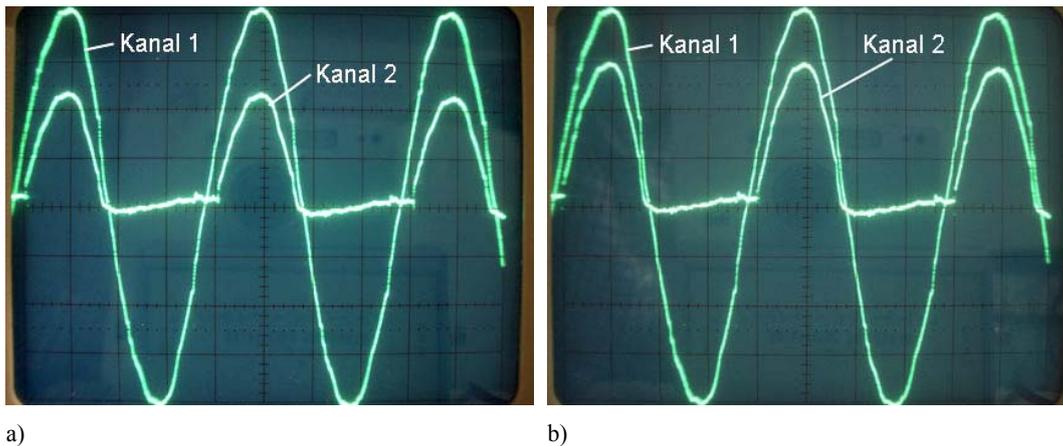


Abbildung 6.27: Spannungsverlauf am Trafoausgang (Kanal 1) und an der Messkammer (Kanal 2) bei verschiedenen Drücken. a) 10^{-3} mbar, b) 10^{-2} mbar ($U_{0-} = 2000\text{V}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$). Skalierung: x – Achse: $5\mu\text{s/Skt.}$, y – Achse: je Kanal: $0,5\text{kV/Skt.}$

Im Druckbereich um 10^{-2} mbar erreicht schließlich der (gleichgerichtete) Entladungsstrom einen nahezu konstanten Wert, der durch den Einfluss des Ballastwiderstandes bedingt wird. Daher wird eine obere Messgrenze erreicht. Der an der oberen Messgrenze gemessene Strom an der Zylinderelektrode lässt sich durch folgenden Zusammenhang berechnen:

$$I_{-K2} \approx 0,318 \cdot \frac{U_{0-}}{R_B} = 0,318 \cdot \frac{\sqrt{2}U_{\text{eff}}}{R_B} \quad (6.11)$$

Die Überprüfung der experimentell aufgenommenen Messwerte mit den theoretisch nach (6.11) zu erwartenden Stromstärken zeigt im oberen Druckbereich relativ gute Übereinstimmung.

Um den plötzlichen Sprung in den $I_{-K2} - p$ - Kennlinien im Druckbereich oberhalb von $3 \cdot 10^{-2}$ mbar untersuchen zu können, wurden nun schließlich auch die Spannungsverhältnisse bei einem Druck von $p = 3,5 \cdot 10^{-2}$ mbar oszillographisch aufgenommen.

Die in der Abbildung 6.28 dargestellten Oszillogramme zeigen deutlich, dass die Messröhre oberhalb von $3,5 \cdot 10^{-2}$ mbar nunmehr auch im negativen Spannungsbereich leitend wird. In der negativen Halbwelle zündet eine Entladung, wenngleich diese auch instabil und erst bei einer Kathodenspannung von etwa $U_K = -1400\text{V}$ brennt. Erklären lassen sich diese unterschiedlichen Spannungskomponenten bei vertauschten Polaritäten der Stabelektrode durch die unterschiedlichen Massen und damit durch die unterschiedlichen Laufzeiten der Ladungsträger in der Entladung. Infolge der Beteiligung von Ionen am Stromtransport ist die Hochdruckentladung (vgl. Kapitel 2) wesentlich träger als die elektronendominierende PENNING- Entladung bei tiefen Drücken. Liegt die Stabelektrode auf positivem Potenzial, dann werden die in der Entladung gebildeten Ionen von der großflächigen Zylinderelektrode abgesaugt, es fließt ein großer Entladungsstrom. Wird in der

darauffolgenden Halbperiode die Polarität der Stabelektrode vertauscht, so dass sie jetzt mit ihrem negativen Potenzial selber als Ionenfänger wirkt, so kann sie infolge ihrer wesentlich kleineren Oberfläche nicht mehr alle gebildeten Ionen schnell genug absaugen. In ihrer unmittelbaren Nähe bildet sich eine starke positive Raumladung aus, welche die Kathode vom umgebenden Plasma vollständig abschirmt (ausgeprägter Kathodenfall). Im Plasma neu gebildete Ionen prallen daher vom Potenzial dieser Raumladung ab und werden somit ferngehalten. Der im äußeren Stromkreis gemessene Entladungsstrom ist während dieser Zeit folglich deutlich kleiner. Im Mittel fließt so ein wesentlich höherer Ionenstrom zur großflächigen Zylinderelektrode, während die Stabelektrode als Anode fungiert. Das Verhältnis von Ionenstrom zu Elektronenstrom ist in nullter Näherung gleich dem Verhältnis von Kathodenoberfläche zur Anodenoberfläche. Bei den in dem Messkopf verwendeten Entladungselektroden ist dieses Flächenverhältnis je nach Funktion der Elektroden ($A_{\text{Zylinderelektrode}} \approx 16\text{cm}^2$, $A_{\text{Stabelektrode}} \approx 0,4\text{cm}^2$) annähernd 40:1 bzw. 1:40. Somit müssten theoretisch – zumindest größenordnungsmäßig – auch ähnliche Stromverhältnisse vorliegen. Der oszillographierte Spannungsverlauf zeigt allerdings, dass der negativen Spannungskomponente Schwingungen überlagert sind, die auch auf die Ausgangsspannung der Trafos zurückgekoppelt werden (vgl. Abbildung 6.28b). Die Schwingungen weisen eine Frequenz von etwa 7...10kHz auf. Der an der Röhre gemessene Ausgangsstrom I_{-K2} ist jetzt also ein Mischstrom, bestehend aus Gleichstromanteil, Wechselstromanteil und Oberschwingungen, aufgrund dessen keine exakte Angabe des theoretisch zu erwartenden Stromverteilungsverhältnisses möglich ist.

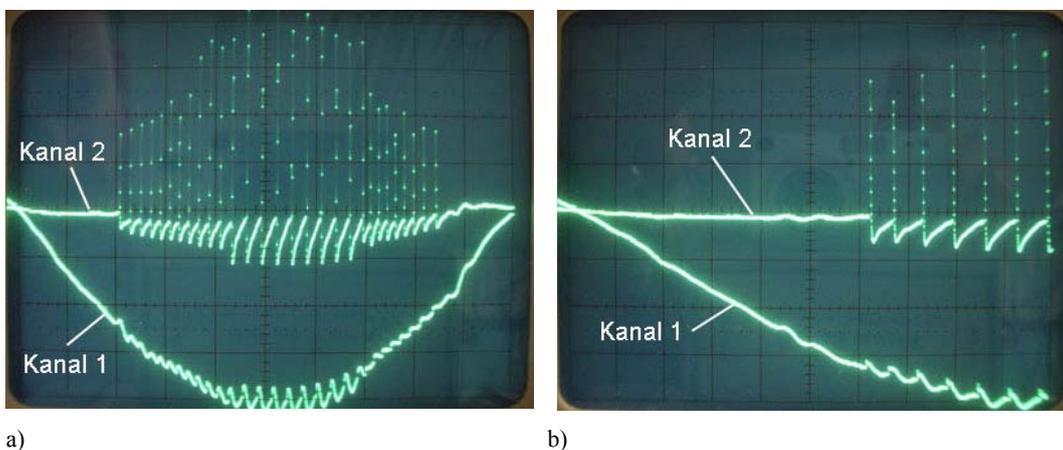


Abbildung 6.28: Spannungsverlauf am Trafoausgang (Kanal 1) und an der Messkammer (Kanal 2) bei einem Druck von $3,5 \cdot 10^{-2}$ mbar ($U_0 = 2000\text{V}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$). a) Skalierung: x – Achse: 1ms/Skt. , y – Achsen: je Kanal $0,5\text{kV/Skt.}$ b) Skalierung: x – Achse: $0,5\text{ms/Skt.}$, y – Achse: Kanal 1: $0,5\text{kV/Skt.}$, Kanal 2: $0,2\text{kV/Skt.}$

Um das Schwingungsverhalten der Entladung bei hohen Drücken genauer analysieren zu können, wurden die Entladungen bei Anlegen einer konstanten Gleichspannung untersucht. Dazu wurde die Stabelektrode einmal positiv und einmal

negativ vorgespannt, die Zylinderelektrode blieb jeweils geerdet. Die Untersuchungen fanden bei Drücken oberhalb von $p = 3,5 \cdot 10^{-2}$ mbar bei N_2 -Einlass statt. Zunächst wurden bei diesen Drücken bei unterschiedlichen Polaritäten der Stabelektrode erwartungsgemäß zwei unterschiedliche Glimmentladungsformen, die sich durch unterschiedliche Leuchterscheinungen im Messraum bemerkbar machten, festgestellt (vgl. Abbildung 6.29a und b). In Abbildung 6.29a erkennt man die positive „Säule“ der Glimmentladung, die den Messraum leuchtend ausfüllt. Bei vertauschter Polarität dominiert vermutlich das negative Glimmlicht der Entladungsstrecke als Leuchterscheinung (vgl. Abbildung 6.29b). Die als charakteristisches Merkmal einer Glimmentladung geltenden typischen verschiedenen Dunkelräume sind bei dieser Messanordnung aufgrund der Eingangsblende nur schlecht zu erkennen.

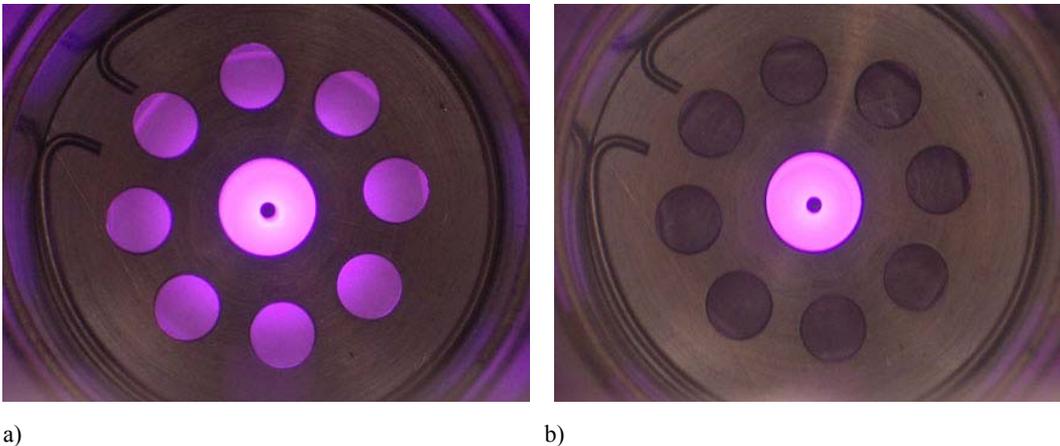


Abbildung 6.29: Unterschiedliche optische Leuchterscheinungen bei den zwei verschiedenen Glimmentladungsformen. a) Stabelektrode = Anode ($U_A = +1500V$), b) Stabelektrode = Kathode ($U_K = -1500V$).

Die bei Gleichspannung aufgenommenen Oszillationen zeigen im oben besagten Druckbereich das gleiche Verhalten wie im Wechselspannungsbetrieb. Sie weisen gleiches ungedämpftes Schwingungsverhalten auf. Sie sind offenbar nicht durch den Wechselspannungsbetrieb der Messröhre angeregt, sondern sie treten auch im Gleichspannungsbetrieb ab einer Spannung von $-1400V$ auf. Die Frequenz der Schwingungen ist, so zeigten hier nicht graphisch dargestellte Messungen, im Druckbereich bis 1 mbar herauf linear druckabhängig. Bei einem Druck von $3,5 \cdot 10^{-2}$ mbar wurden Frequenzen von etwa 7kHz detektiert, bei 10^{-1} mbar hingegen konnten schon Frequenzen von 80kHz gemessen werden.

Diese registrierten Schwingungen lassen sich als Kippschwingungen deuten, wie sie auch in Glimmröhren vorkommen. Da das Oszillographenkabel eine Kapazität C von einigen pF darstellt, wird durch die Kopplung des Ballastwiderstandes R_B in der Zuleitung der Stabelektrode und des Innenwiderstandes der Entladung selber mit dieser Kapazität C ein RC -Glied gebildet, in dessen Folge die Kippschwingungen hervorgerufen werden. Während der negativen Halbwelle, in der also die Stabelektrode als Kathode fungiert, wird über den Ballastwiderstand R_B

diese Kapazität C aufgeladen. Spannungsanstieg und Ladestrom an C verlaufen exponentiell. Ist bei dieser Polung der Elektroden die Zündspannung U_Z der Glimmstrecke erreicht, so entlädt sich die Kapazität über den niedrigen Innenwiderstand R_i der Entladungsstrecke, die Spannung fällt sehr schnell exponentiell auf den Wert ab, bei dem die Glimmentladung wieder erlischt, der Löschespannung $U_{L\delta}$. Von diesem Wert an wird C erneut über R_B aufgeladen, der Vorgang wiederholt sich mit einer Frequenz, (d. i. die Kippfrequenz), die wesentlich durch die Zeitkonstanten $R_B C$ und $R_i C$ bestimmt ist. Die so entstehende Spannungskurve ist sägezahnförmig mit nichtlinearen Flanken (exponentiellen Kurvenstücke), die Amplitude gleich der Differenz aus Zündspannung und Löschespannung für diese Glimmentladungsform (sog. Kippamplitude). Aufgrund der veränderten Feldverhältnisse während der negativen Halbwelle entstehen andere Zündbedingungen im Entladungsraum, so dass die Kippschwingungen nur während der negativen Halbwelle auftreten. Während dessen fließt ein Kippstrom, der den arithmetischen Mittelwert der gemessenen Gleichstromkomponente in der positiven Halbwelle reduziert, weshalb man oberhalb von $p = 3,5 \cdot 10^{-2}$ mbar den abrupten Abfall in I_{-K2} - p -Kennlinienverläufen der Abbildungen 6.22 bis 6.24 beobachtet. Wie aus Abbildung 6.28a ersichtlich, scheint die Kippamplitude im Spannungsbereich zwischen 1400V und 1800...1900V von der Eingangsspannung abhängig zu sein. Man erkennt ein langsames und von der Eingangsspannung abhängiges Anwachsen der Kippamplitude. Oberhalb von 1800...1900V zeigt sich dann eine konstante Kippamplitude geringerer Frequenz (4...5kHz). Die Ursache dafür liegt vermutlich darin, dass sich der Innenwiderstand der Entladung nichtlinear mit der Spannung verändert, so dass sich die Zeitkonstante des RC -Gliedes ändert. Dass sich die Kippamplitude spannungsabhängig ändert, ist ein deutliches Anzeichen dafür, dass die Glimmentladungsform bei vertauschten Polaritäten der Entladungskammerelektroden bei Drücken oberhalb von $3 \cdot 10^{-2}$ mbar nicht stabil brennt. Die hier registrierten Kippschwingungen wurden übrigens auch bei PENNING- Röhren anderer Autoren, allerdings noch nicht in inversen Magnetron- Röhren, in diesem Druckbereich beobachtet [6.11, 6.12].

Bei noch höheren Drücken um 1mbar herum beobachtet man schließlich eine deutliche Verformung der anliegenden Netzspannung. Die ursprüngliche sinusförmige Ausgangsspannung wird während der positiven Halbwelle lastabhängig auf etwa 800V begrenzt, so dass man an der Messkammer einen fast rechteckförmigen Spannungsverlauf oszillographiert (vgl. Abbildung 6.30). Diese Verformung der Netzspannung während der positiven Halbwelle hat seine Ursache in der Vormagnetisierung des Transformator-kerns durch den Ausgangsstrom (sog Netzurückkopplung). Während der negativen Halbwelle hingegen begrenzen der Ballastwiderstand und die Innenwiderstände der zusammenschalteten Trafos die Ausgangsspannung.

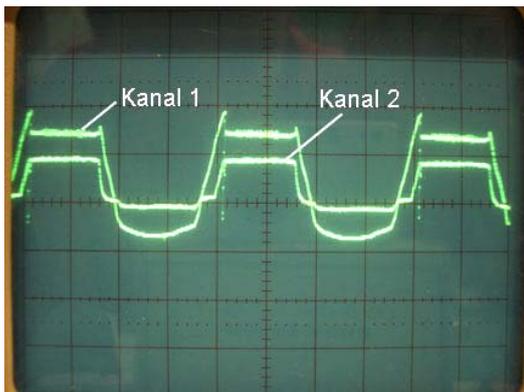


Abbildung 6.30: Spannungsverlauf am Trafoausgang (Kanal 1) und an der Messkammer (Kanal 2) bei einem Druck von 1 mbar ($U_{0-} = 2000\text{V}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$). Skalierung: x – Achse: $5\mu\text{s/Skt.}$, y – Achse: je Kanal $0,5\text{kV/Skt.}$

Um den Zündstartdruck der Entladung bei vertauschter Elektrodenpolung unter $3,5 \cdot 10^{-2}$ mbar zu verschieben, wurde nun der Versuch unternommen, die Oberfläche der Stabelektrode, die in der negativen Halbwelle als Kathode fungiert, zu vergrößern. Dazu wurde in die Röhre eine neue, axiale Stabelektrode eingesetzt, deren Durchmesser jetzt 4 mm betrug. Die Abmessungen der Zylinderelektroden wurden beibehalten. Durch diese Maßnahme wurde erhofft, dass an einer großflächigeren Kathode mehr Sekundärelektronen befreit werden können, was einerseits wiederum zu einer Erniedrigung des Zünddruckes und andererseits zu höheren Entladungsströmen bei negativer Polarität der Stabelektrode führen könnte. Bei den jetzt in dem Messkopf verwendeten Entladungselektroden betrug das Flächenverhältnis der Elektroden ($A_{\text{Zylinderelektrode}} \approx 16\text{cm}^2$, $A_{\text{Stabelektrode}} \approx 1,5\text{cm}^2$) annähernd 10:1 bzw. 1:10.

Mit dem veränderten Messröhrenaufbau wurde nun bei konstant vorgespannter Stabelektrode von $U_K = -1500\text{V}$ und geerdetem Messröhrengehäuse getestet, bei welchem Druck die Entladung bei dieser Elektrodenpolung zündet. Diese Untersuchungen wurden wieder bei statischem Gaseinlass durchgeführt. Es konnte gezeigt werden, dass durch die Kathodenflächenvergrößerung der Zündstartdruck der Entladung tatsächlich erniedrigt werden konnte, ein Zünden der Entladung konnte jetzt schon bei einem Druck von $1,8 \cdot 10^{-2}$ mbar festgestellt werden. Allerdings wurde auch hier wieder das Schwingungsverhalten der Entladung beobachtet. Die oszillographische Aufnahme der Spannungsverhältnisse an der Zylinderelektrode bei Wechselfspannungsbetrieb bestätigte wieder das bereits oben beschriebene Schwingungsverhalten der Entladung. Anhand von hier nicht dargestellten Oszillogrammen konnte aber im Vergleich zu den vorherigen Messungen nachgewiesen werden, dass die Entladung bereits bei -1100V zündet. Offenbar reduziert also eine größere Kathodenfläche einerseits den Zündstartdruck und andererseits auch die Zündspannung U_Z bei negativ vorgespannter Stabelektrode. Ferner wurde untersucht, ob die Stärke des Magnetfeldes einen Einfluss auf das Schwingungsverhalten oder gar auf den Zündstartpunkt der Entladung ausübt. Bei einer höheren magnetischen Induktion im Entladungsraum wurde im Allgemeinen wieder eine Zündverzögerung zu höheren Drücken hin beobachtet. Außerdem ließ sich feststellen, dass die Frequenz der Schwingungen zudem mit B korrelieren. Die Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass eine flächenmäßige Vergrößerung der

Stabelektrode zwar den Zündstartpunkt einer Entladung bei negativ vorgespannter Stabelektrode tendenziell zu kleineren Drücken hin verschiebt, diese Verschiebung aber zu gering ist, um bei alternierender Ansteuerung der Messröhre bei hohen Drücken im Vakuumbereich den erhofften Selbstreinigungseffekt der Messröhre zu bewirken. Aufgrund des ausgeprägten Schwingungsverhaltens der Entladung bei negativer Polarität der Stabelektrode existiert oberhalb des Zündstartpunktes kein geeigneter Eichkennlinienabschnitt mehr, der als Messgrundlage für den Druck herangezogen werden könnte. Da die Bemühungen erfolglos blieben, wurde die Messröhre wieder in ihrer ursprünglichen Aufbau mit der 1,3mm starken Stabelektrode rekonfiguriert.

Im Hochdruckmodus wurden schließlich wieder mit der ursprünglichen Bauform die Spannungs- Strom- Kennlinien aufgenommen, sie sind in den folgenden Abbildungen 6.31 dargestellt.

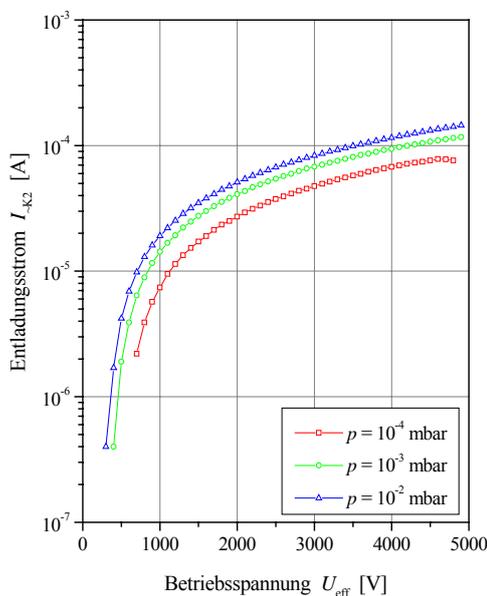


Abbildung 6.31: Entladungsstrom- Spannungs-Kennlinie bei verschiedenen Drücken unter Verwendung eines $R_B = 20\text{M}\Omega$ Ballastwiderstandes. Testgas: Stickstoff.

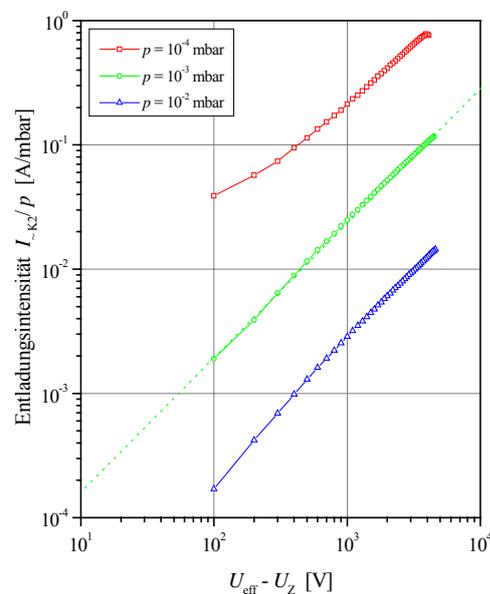


Abbildung 6.32: Entladungsstrom- Spannungs- Charakteristik im Fein- und Hochvakuumbereich ($10^{-4} \dots 10^{-2}$ mbar) in der Darstellung $\log I/p$ als Funktion von $\log(U_{\text{eff}} - U_Z)$.

Die gemessenen Entladungsstrom- Spannungs- Charakteristiken zeigen einen ähnlichen Verlauf wie die im Tiefdruckmodus ermittelten Kennlinien, was darauf hinweist, dass es sich selbst bei Drücken um 10^{-2} mbar hier noch nicht um eine selbstständige Glimmentladung mit positiver Raumladung handelt. Vielmehr scheint die Entladung noch den Charakter der bereits in Kapitel 2 beschriebenen Hochdruckentladung (4) aufzuweisen. Spannungs- Strom- Charakteristiken von Gasentladungen im transversalen Magnetfeld im Druckbereich zwischen $10^{-2} \dots 10^{-1}$ mbar wurden bereits von PENNING [2.1] untersucht und zeigen bekanntlich den für Glimmentladungen ohne Magnetfeld typischen Verlauf. Dieser ist hier zwei-

felsfrei nicht zu erkennen. Vielmehr konnte demonstriert werden, dass die Entladung im Messröhreninneren bei Entfernung oder Dejustage des Ringmagneten sofort verlöscht. Offenbar scheint im Wechselspannungsmodus also das Magnetfeld bis zu Drücken von 10^{-2} mbar herauf noch einen deutlichen Einfluss auf die Entladungserhaltung zu haben. Die bei unterschiedlichen Drücken aufgenommenen Charakteristiken sind alle steigend: mit dem Zünden der Entladung bei der Zündspannung U_Z steigt mit zunehmender Anodenspannung der Entladungsstrom sehr steil an, um dann bei Spannungen oberhalb von etwa +1500V schließlich nur noch langsam anzuwachsen. Analog zur Vorgehensweise im Tiefdruckmodus lassen sich auch hier die gemessenen Kennlinien in einen linearen Zusammenhang der Form $f(I/p) = U_{\text{eff}} - U_Z$ transformieren, wobei U_Z wieder als Zündspannung steht. Diese wurde erneut durch die Spannung ermittelt, bei der die Entladung im Wechselspannungsbetrieb verlöscht. Abbildung 6.32 zeigt diese lineare Abhängigkeit.

6.3 Zusammenfassung der Untersuchungsergebnisse zum Betriebsverhalten der Messröhre in den beiden verschiedenen Betriebsarten, optimale Betriebsparameter

Die Auswertung der durchgeführten Messungen erlaubte die Festlegung der Betriebsparameter im Sinne einer optimalen Funktionsweise des Kaltkathoden-Ionisationsmanometers. Mit den gewählten geometrischen Kammerabmessungen erscheint im Gleichspannungsbetrieb die Verwendung eines einzigen Ringmagneten und einer Anodenspannung von $U_A = 3500$ V hinsichtlich eines günstigen und einfach auswertbaren I_{K2} - p - Kennlinienverlaufs als vorteilhaft. Als Ballastwiderstand wurde $R_B = 1$ M Ω gewählt. Unter diesen Bedingungen hängt der aus der Messkammer (Kathode 2) abfließende Entladungsstrom in folgender Weise vom Druck ab:

$$I_{K2} = C_4 \cdot p^{1,18}, \quad (6.4)$$

wobei C für die Empfindlichkeit steht. Dieser Zusammenhang lässt sich im gesamten Druckbereich unterhalb von 10^{-4} mbar als Eichkurve verwenden. Rein theoretisch ließe sich auch der an der Anode gemessene Elektronenstrom als Maß für den Druck heranziehen. Hier konnte (zumindest) im Druckbereich zwischen 10^{-6} ... 10^{-4} mbar zwischen I_A und p folgende Abhängigkeit festgestellt werden:

$$I_A = C_5 \cdot p^{1,1}. \quad (6.12)$$

Wie später gezeigt wird, ist allerdings der gefundene I_A - p -Zusammenhang nicht

langzeitstabil (vgl. Kapitel 6.5.3), so dass Gleichung (6.12) als Eichgrundlage ausscheidet.

Im Wechselspannungsbetrieb hingegen konnte nachgewiesen werden, dass die Entladung im Druckbereich zwischen $10^{-5} \dots 10^{-2}$ mbar bei einer Frequenz von 50Hz auch bei deutlich kleineren Spannungen stabil brennt. In Hinblick auf eine geringere Kontaminationsanfälligkeit der Röhre erscheint im Hochdruckmodus eine Betriebshochspannung von $U_{\text{eff}} = 1500$ V und ein in die Zuleitung der Stabelektrode verschalteter $1\text{M}\Omega$ -Ballastwiderstand zur Strombegrenzung als sinnvoll. Die Messröhre wirkt in dieser Verschaltungsart im Druckbereich unterhalb von $3 \cdot 10^{-2}$ mbar als (idealer) Gleichrichter, da sie nur während der positiven Halbwelle leitend wird. Der vom Messgerät registrierte Entladungsstrom ist daher ein gleichgerichteter Ausgangsstrom, der sich aus einem Gleichstromanteil, einem Wechselstromanteil und Oberschwingungen mit der Brummfrequenz von 50Hz zusammensetzt. Der an der Zylinderelektrode gemessene Gleichstromanteil ist ähnlich wie im Tiefdruckmodus druckabhängig und kann problemlos als Maß für den Druck im oberen Vakuumbereich ausgewertet werden. In der doppelt-logarithmischen Darstellung beobachtet man erwartungsgemäß einen nicht-linearen Entladungsstrom- Druck- Zusammenhang. Im Vakuumbereich zwischen $10^{-5} \dots 3 \cdot 10^{-2}$ mbar lässt sich bei einer Betriebsspannung von $U_{\text{eff}} = 1500$ V der Zusammenhang zwischen der Gleichstromkomponente $I_{\sim K2}$ und dem Druck p mathematisch hinreichend genau in Form eines Polynoms dritten Grades (vgl. Abbildung 6.33) darstellen zu:

$$I_{\sim K2} \approx 10^{[-2,637+0,865(\log p)+0,343(\log p)^2+0,056(\log p)^3]}, \quad (6.13)$$

wobei der zahlenmäßige Wert $I_{\sim K2}$ in [A] und p in [mbar] angegeben werden muss. Gleichung (6.12) gilt allerdings nur im oben genannten Druckbereich zwischen $10^{-5} \dots 3 \cdot 10^{-2}$ mbar. Die Auswertung der $I_{\sim A}$ - p - Kennlinie in Abbildung 6.33 zeigt, dass der an der Stabelektrode abfließende Elektronenstrom während der positiven Halbwelle ebenfalls etwa doppelt so groß ist wie $I_{\sim K2}$. Folglich kann man wieder davon ausgehen, dass auch im Wechselspannungsbetrieb während der positiven Halbwelle $I_{\sim K1} \approx I_{\sim K2}$ ist. Mathematisch findet man für den druckabhängigen Entladungsstrom folgende angenäherte $I_{\sim A}$ - p - Beziehung:

$$I_{\sim A} \approx 10^{[-2,313+0,868(\log p)+0,343(\log p)^2+0,056(\log p)^3]}, \quad (6.14)$$

wobei $I_{\sim A}$ wieder in [A] und p in [mbar] angegeben werden müssen. Ähnlich wie im Gleichspannungsmodus wird auch diese $I_{\sim A}$ - p -Charakteristik durch Kontaminationseffekte nachhaltig beeinflusst (vgl. Kapitel 6.5.3), so dass diese Kennlinie ebenfalls nicht als Eichgrundlage herangezogen werden kann.

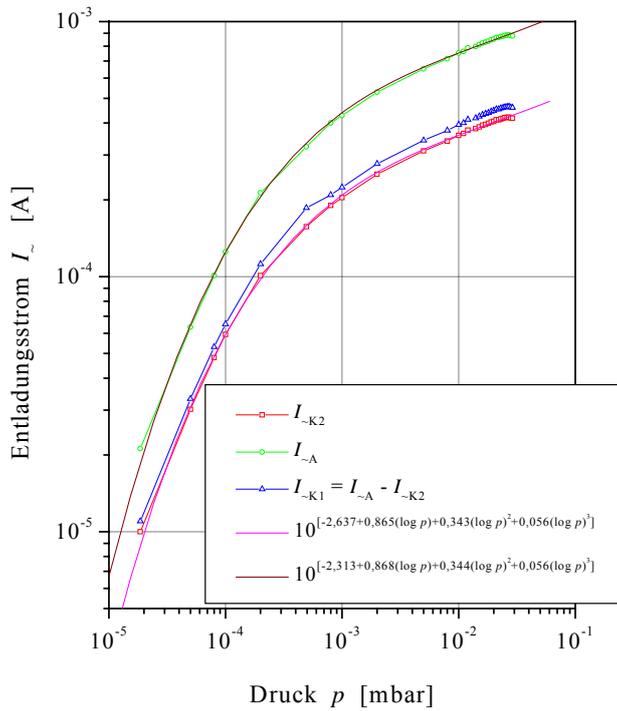


Abbildung 6.33: Eichkennlinien des Manometers im Hochdruckmodus und deren mathematische Annäherungen als Polynome 3. Grades. Betriebsparameter: $B = 66\text{mT}$, $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$. Testgas: Stickstoff

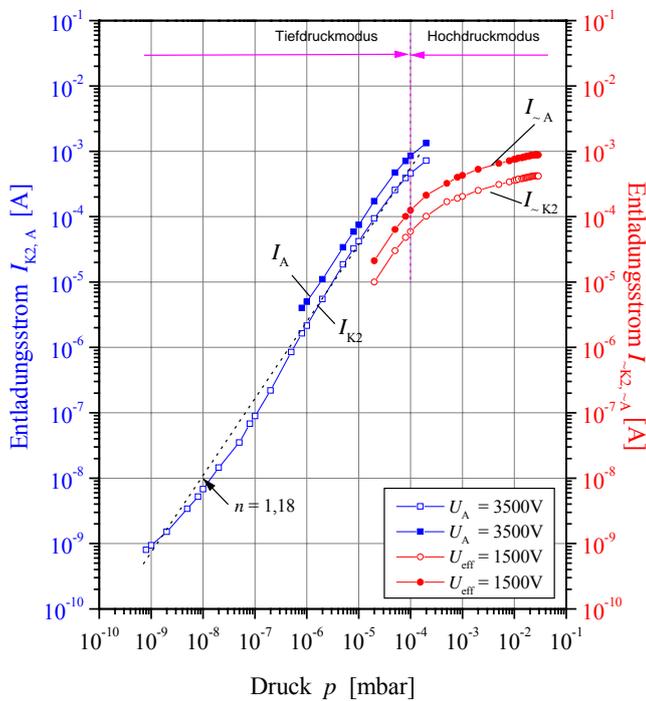


Abbildung 6.34: Die Eichkurven der Manometer- röhre im Tief- ($U_A = 3500\text{V}$) und Hochdruckmodus ($U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$) für Stickstoff, $B = 66\text{mT}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$

Als Eichkennlinien kommen somit nur die beiden oben angegebenen mathematischen Zusammenhänge (6.4) und (6.13) in Frage, mit deren Hilfe es nun möglich

ist, durch Messung der Ströme I_{K2} bzw. $I_{\sim K2}$ eindeutig auf den vorherrschenden Druck schließen zu können. Die in den beiden Verschaltungsarten festgelegten Arbeitspunkte erfüllen somit vollständig die in Kapitel 5 erläuterten Anforderungen an die Betriebsparameter eines Kaltkathoden-Ionisationsmanometers. Gleichzeitig werden aber auch mit den gewählten Parametern die Forderungen für den effektiven Betrieb des Ionenbaffles erfüllt, da die im Hochdruckmodus generierten Entladungsströme in der vorgeschalteten Entladungsfalle groß genug sind, um einen hohen Wirkungsgrad des Polymersiatisationsvorgangs garantieren zu können. Die für spätere Vergleiche dienenden Kennlinien für die beiden Betriebsmoden sind in Abbildung 6.34 zusammen dargestellt. Man erkennt, dass man mit der Messröhre einen sehr weiten Vakuummessbereich zwischen mindestens 10^{-9} ... $3 \cdot 10^{-2}$ mbar messtechnisch erfassen kann. Es wird vermutet, dass die untere Messgrenze noch weit unterhalb von 10^{-10} mbar liegen könnte. Die Umschaltung vom Tiefdruck- in den Hochdruckmodus könnte theoretisch im Druckbereich zwischen 10^{-5} und 10^{-3} mbar erfolgen, sinnvoll wäre bei 10^{-4} mbar.

6.4 Modifikationen des Messröhrenaufbaus

Nachdem nun die grundlegenden Messeigenschaften der Röhre im Tief- und Hochdruckmodus eingehend untersucht und günstige Betriebsparameter festgelegt wurden, konnten nun verschiedene Modifikationen an der Messröhre durchgeführt werden, die dem Ziel dienen sollten, den Gasfluss von kohlenwasserstoffhaltigen Dämpfen in die Messkammer zu minimieren. Hierzu wurden verschiedene Blenden angefertigt, die vor die Ionenbaffle- bzw. Messkammer eingesetzt wurden, um den Leitwert zu den Entladungskammern zu reduzieren. Hierbei sollte zunächst untersucht werden, ob Blenden, die vor dem Ionenbaffle und/oder der Messkammer angeordnet wurden, die Entladung in der Messkammer beeinflussen. Ist dies der Fall, muss der Einfluss dieser Blenden sowohl auf das Entladungsverhalten (Verlauf der I_{K2} - p -Kurven) als auch auf die vakuumtechnischen Probleme (Ausbildung von Druckstufen, verzögerte Einstellung des Druckgleichgewichtes zwischen Messkammer und Messstelle) genauer studiert werden. Ferner sollte analysiert werden, wie eine TiN-Beschichtung der Zylinderelektroden, die die Entladungskammer bilden, sich auf das Entladungsverhalten auswirkt. TiN hat im Vergleich zu Edelstahl für leichte Ionen im Energiebereich zwischen 0,1...1keV eine nur halb so große Sputterausbeute (vgl. Tabelle 6.3), weshalb man davon ausgehen kann, dass eine TiN-Beschichtung der Entladungskammer Elektroden sich positiv auf die Sputtereffizienz im Entladungsraum auswirken könnte. Für die Untersuchungen wurden daher zwei neuangefertigte Zylinderelektroden in einem PVD-Arc-Beschichtungsverfahren mit einer etwa $1,5\mu\text{m}$ -dünnen TiN-Schicht bei der Fa. INOVAP bedampft [6.13]. Tabelle 6.4 gibt einen Überblick über die durchgeführten konstruktionstechnischen Veränderungen an der Röhre.

Tabelle 6.3: Sputterausbeuten von unbeschichteten Edelstahl (AISI 304) und Titanitrid für Ar^+ - und N^+ -Projekte in Abhängigkeit von der Ionenenergien bei senkrechtem Einfall. Zusammengefasst aus [6.14, 6.15]

Ionenenergie	$\text{N}^+ \rightarrow$	$\text{N}^+ \rightarrow$	$\text{Ar}^+ \rightarrow$	$\text{Ar}^+ \rightarrow$
	Edelstahl	TiN	Edelstahl	TiN
100 eV			0,29	
200 eV			0,6	
300 eV	0,79		0,8	
400 eV		0,26	1,0	0,47
500 eV		0,39	1,05	0,52
600 eV		0,43	1,08	
700 eV			1,1	

Tabelle 6.4: Konstruktionstechnische Modifikationen am Messröhrenaufbau

	Messkammer („K2“)	Ionenbafflekammer („K1“)
Grundform (= Bauform 1)	Dünne, kreisförmige Lochblende, Lochdurchmesser: 10,0 mm	Dünne, kreisförmige Lochblende: Lochdurchmesser: 8 % 6 und 1 % 8 mm
Modifizierung (a)	Dünne, kreisförmige Lochblende Lochdurchmesser: 10,0 mm	Dünne, kreisförmige Lochblende: Lochdurchmesser: 6mm
Modifizierung (b)	Dünne, kreisförmige Lochblende Lochdurchmesser: 6,0 mm	Dünne, kreisförmige Lochblende: Lochdurchmesser: 8 % 6 und 1 % 8 mm
Modifizierung (c)	Dünne, kreisförmige Lochblende Lochdurchmesser: 6,0 mm, Messkammer TiN- beschichtet (1,5 μm)	Dünne, kreisförmige Lochblende: Lochdurchmesser: 8 % 6 und 1 % 8 mm
Modifizierung (d)	Dünne, kreisförmige Lochblende Lochdurchmesser: 6,0 mm, Messkammer TiN- beschichtet (1,5 μm)	5mm dicke, kreisförmige Lochblende: Lochdurchmesser: 3 mm
Modifizierung (e) (= Bauform 2)	Dünne, kreisförmige Lochblende, Lochdurchmesser: 6,0 mm, Messkammer TiN- beschichtet (1,5 μm)	5mm dicke, kreisförmige Lochblende: Lochdurchmesser: 2,5 mm, Ionenbafflekammer TiN- beschichtet (1,5 μm)

Mit der als Modifizierung (e) bezeichneten Bauform, bei der vor der Ionenbafflekammer eine 5mm hohe Lochblende (mit einem Lochdurchmesser von 2,5mm) angebracht wurde, erreicht man den in Kapitel 4.2.2 dimensionierten geringen Leitwert von $L = 0,14 \ell/\text{s}$ (Luft, $M_r = 29$, $T = 295 \text{ K}$) zum Messsystem (Bauform 2). Vor den Kalibrierarbeiten wurden alle neuangefertigten Blendenteile gründlich entfettet und in einem Ultraschallbad (10%ige wässrige Ultrasonol[®] 11-Lösung) gereinigt. Um die Metalloberflächen von möglichen Badresten zu reinigen, wurden diese vor den eigentlichen Messungen zusätzlich noch glimmbehandelt. Hierfür wurde bei Einlassdrücken um $p = 10^{-2} \text{ mbar}$ für 10 Minuten Argon in den Rezipienten eingelassen und die Stabelektrode mit +5 kV gegen das geerdete Messröhrengehäuse vorgespannt. Die im Messraum der Messröhre ablaufende Glimmentladung säuberte bei Entladungsströmen um 3 mA die neu eingesetzten Elektroden von oberflächlich gebundenen Verunreinigungen durch Ionenbombardement.

Bei den modifizierten Bauausführungen (d) und (e), bei denen jeweils am Röhreneingang eine Eingangsblende sehr geringen Leitwerts positioniert wurde, musste vor der Kalibrierung zunächst die Zeitdauer des Druckausgleichs zwischen dem Rezipienten und Messröhre untersucht werden. Aufgrund des deutlich geringeren Leitwertes stellen sich bei den mit den Lochblenden ausgestatteten Bauformen erst nach einer gewissen Zeit stabile Druckverhältnisse in den Entladungsräumen ein. Daher musste im Vorfeld überprüft werden, nach welcher Zeit sich ein Gleichgewicht zwischen einströmenden und durch die Entladung gepumpten Gas einstellt. Dazu wurde bei der Bauausführung (2) mit dem kleineren Eingangsleitwert das Entladungsstrom-Zeit-Verhalten bei schnellen Druckänderungen aufgenommen. Dazu wurde die Messröhre im Tiefdruckmodus betrieben und die Entladungsströme I_A und I_{K2} zusammen mit der Druckanzeige des Referenzmanometers zeitaufgelöst aufgezeichnet. Mithilfe des Gaseinlassventils konnten dann im Rezipienten des Kalibrierpumpstandes stufenweise rasche Druckänderungen erzeugt werden. Die Resultate dieser Messungen sind in der Abbildung 6.35 graphisch dargestellt.

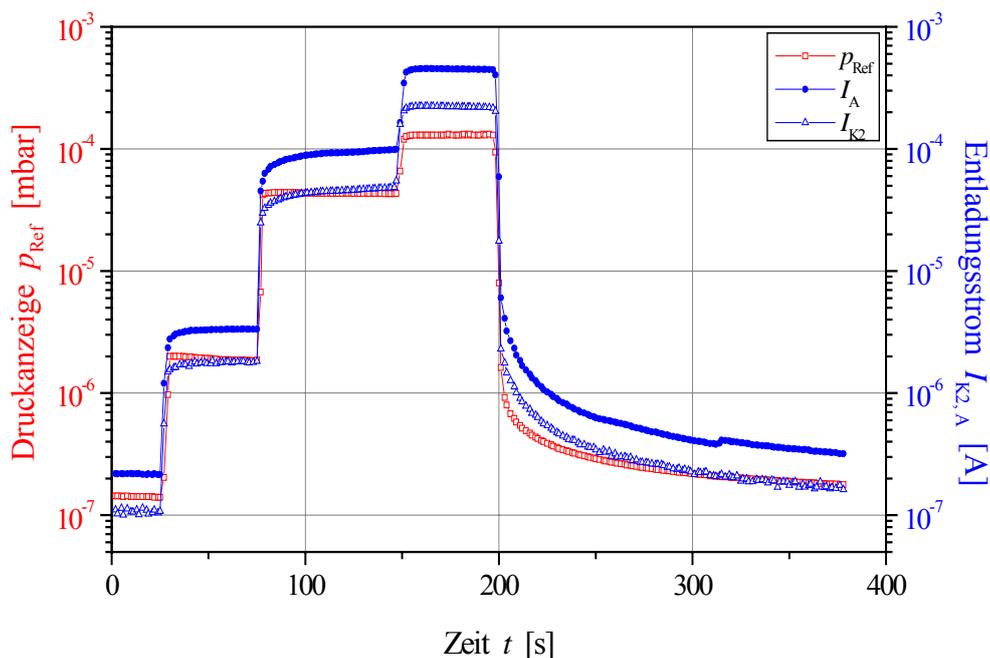


Abbildung 6.35: Zeitliches Messverhalten der modifizierten Messröhre (e) mit kleinem Eingangsleitwert (= Bauform 2) bei schnellen Druckänderungen.

Aus Abbildung 6.35 wird ersichtlich, dass die modifizierte Messröhrenaufbauform (Bauform 2) deutlich langsamer auf schnelle Druckänderungen reagiert als das Referenzmanometer. Während das BAYARD-ALPERT-Manometer spontan auf

Druckänderungen reagiert (vgl. die verhältnismäßig scharfen roten Stufen im $p_{\text{ref}}-t$ -Verlauf), beobachtet man beim modifizierten Kaltkathoden-Ionisationsmanometer zweifelsfrei eine Zeitverzögerung im Messverhalten, welche sich durch deutliche Abrundungen der einzelnen Stufen in den $I_{K2}-t$ - bzw. I_A-t -Verläufen bemerkbar machen. Diese Zeitverzögerung ist einerseits auf die Eingangsblende, andererseits auch auf die Pumpwirkung der Entladung im Messröhreninneren zurückzuführen. Die Auswertung dieser Stufen zeigt, dass ein nahezu vollständiger Druckausgleich zwischen Rezipient und Messkammervolumen erst nach etwa 1...1,5 Minuten abgeschlossen ist. Diese Zeitverzögerung muss dementsprechend bei der Kalibrierung der Messröhren mit kleinem Eingangleitwert berücksichtigt werden. Bei der nachfolgenden Kalibrierung der modifizierten Messröhre mit den Lochblenden wurde daher nach der Einstellung eines konstanten Druckwertes jeweils ca. 5 Minuten gewartet, bis sich absolut stabile Entladungsbedingungen im Messraum der Entladungszelle ~~mit~~ ~~den~~ ~~besten~~ ~~erhältlichen~~ Betriebsparametern für die Grundauführung (Bauform 1) wurden dann die $I_{K2}-p$ -Kennlinien für verschiedene Röhrenmodifikationen gemessen.

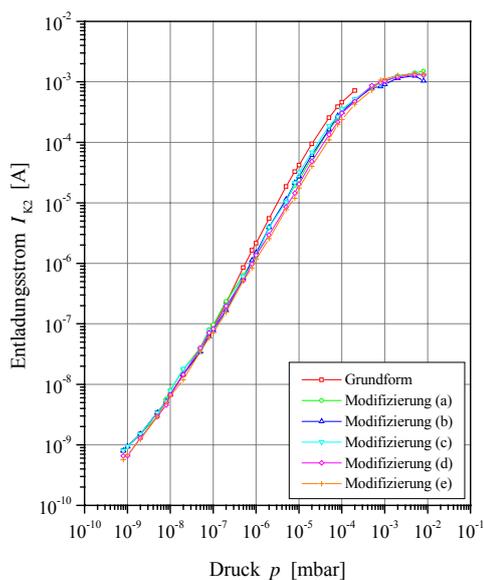


Abbildung 6.36: $I_{K2}-p$ -Kennlinien für die verschiedenen Modifikationen der Messröhre. Betriebsparameter: $U_A = 3500\text{V}$, $B = 66\text{mT}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$, Testgas: N_2 .

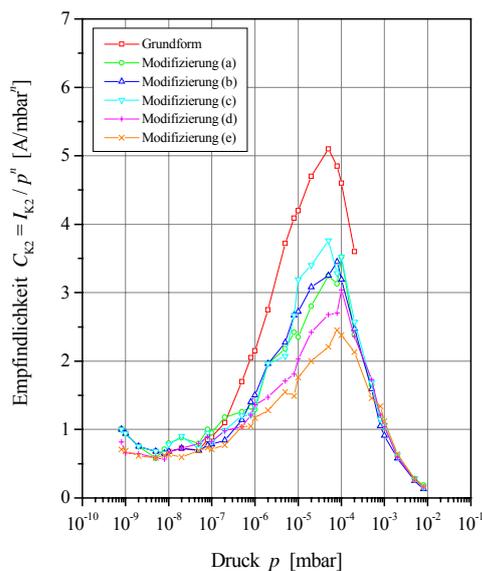


Abbildung 6.37: $C_{K2}-p$ -Kennlinien für die verschiedenen Modifikationen der Messröhre. Betriebsparameter: $U_A = 3500\text{V}$, $B = 66\text{mT}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$, Testgas: N_2 .

Der Vergleich der Eichkennlinien in Abbildung 6.36 zeigt, dass die verschiedenen Modifikationen im unteren Druckbereich keinen signifikanten Einfluss auf den prinzipiellen Kennlinienverlauf haben, die Druckabhängigkeit des Entladungsstroms I_{K2} ist im Druckbereich zwischen 10^{-9} und 10^{-6} mbar für alle modifizierten Bauformen die gleiche. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass offenbar eine Be-

schichtung des Kathodenzyllinders mit Titanitrid als auch die Einfügung einer Blende am Röhreneingang sich nicht auf das Entladungsverhalten im unteren Druckbereich auswirkt. Bei Drücken oberhalb von 10^{-6} mbar zeigen sich jedoch deutliche Abweichungen vom ursprünglichen Kennlinienverlauf. Hier werden insbesondere bei den Röhrenauführungen mit Eingangsblende deutlich kleinere Entladungsströme registriert als bei der Grundauführung. Diese kleineren Ströme weisen auf einen kleineren Druck im Entladungsraum hin. Die Ursache hierfür liegt in der Tatsache, dass die Entladung im oberen Druckbereich ein deutlich höheres Saugvermögen aufweist als bei kleinen Drücken. Dieser Umstand lässt sich mithilfe der Abbildung 6.15 erklären: während bei tiefen Drücken das Saugvermögen der Entladung verhältnismäßig klein ist (bei $U_A = 3500\text{V}$ etwa $0,1\ell/\text{s}$) und somit offenbar kaum eine Rolle spielt, nimmt bei höheren Drücken das Saugvermögen hingegen infolge des größer werdenden Entladungsstroms auch immer weiter zu und erreicht bei einem Druck von $5 \cdot 10^{-5}$ mbar immerhin den etwa 7-fachen Wert ($0,7\ell/\text{s}$). Durch diese erhöhte Pumpwirkung der Entladung fällt auch der Druck in dem durch die Blende vom Rezipienten abgetrennten Entladungsraum, was wiederum bewirkt, dass auch der Entladungsstrom im oberen Druckbereich kleiner wird. Durch direkten Vergleich mit der Entladungsstrom-Druck-Kennlinie der Grundauführung der Röhre mit großem Eingangsleitwert lässt sich nun konstatieren, dass der Druck bei den Messröhren mit Eingangsblende im Entladungsraum im oberen Druckintervall zwischen $10^{-6} \dots 10^{-3}$ mbar etwa nur ein Drittel so groß wie bei den Röhrenauführungen mit großem Eingangsleitwert. Hier zeigt sich also der erhoffte Effekt der in Kapitel 4.2.2 dimensionierten Druckstufe.

Schließlich wurden für die verschiedenen Röhrenmodifikationen (a)...(e) die Empfindlichkeiten C_{K2} in Abhängigkeit vom Druck berechnet und graphisch dargestellt. Die Abhängigkeiten für die verschiedenen Modifikationen sind in Abbildung 6.37 dargestellt. Die Empfindlichkeiten verhalten sich erwartungsgemäß. Im unteren Druckbereich sind die Empfindlichkeiten bei allen Röhrenmodifikationen annähernd gleich groß, mit wachsendem Druck durchlaufen sie wieder ein Maximum und fallen mit weiter steigendem Druck steil ab. Infolge der kleineren Entladungsströme bei den Bauformen mit geringem Eingangsleitwert sind aber auch die Empfindlichkeiten und ihre Maximalwerte bei den Modifikationen (d) und (e) im Druckbereich um $10^{-5} \dots 10^{-4}$ mbar deutlich kleiner. Konnte noch bei der Grundauführung der Messröhre eine Maximalempfindlichkeit bei $5 \cdot 10^{-5}$ mbar von $C_{K2} \approx 5,1 \text{ A/mbar}^n$ festgestellt werden, so beträgt der Maximalwert von C_{K2} bei der Bauform mit geringerem Eingangsleitwert nur noch $2,5 \text{ A/mbar}^n$. Die Messungen zeigen also, dass durch den Einsatz von Lochblenden die Empfindlichkeit der Messröhre im oben genannten Druckbereich deutlich reduziert wird, bei der Bauausführung (2) fällt die Empfindlichkeit sogar um fast die Hälfte ab.

Im Weiteren wurde nun auch die Entladungsstrom-Druck-Kennlinien für den Hochdruckmodus untersucht. Da die Messröhre entsprechend des Vorschlages im oberen Druckbereich mit einer Wechselspannung betrieben werden soll, musste zunächst überprüft werden, ob sich durch den Einsatz einer Blende auch die I_{-K2} - p -Korrelation bei Wechselspannungsbetrieb verändert. Hierzu wurde nur noch die Messröhre in Bauausführung (2) untersucht. Die Messröhre wurde dazu wieder

entsprechend der Hochdruckschaltung mit einer AC-Hochspannung betrieben, als Betriebsspannung wurde wieder $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$ gewählt.

Aus Abbildung 6.38 wird deutlich, dass sich auch bei diesem Betriebsmodus der Kennlinienverlauf geringfügig verändert hat. Die druckabhängigen Entladungsströme bei Wechselspannungsbetrieb sind im Vergleich zur Bauform (1) mit großem Eingangsleitwert geringfügig kleiner. Der prinzipielle Kennlinienverlauf von Bauform 1 lässt sich jedoch auch bei der Bauform 2 generell bestätigen

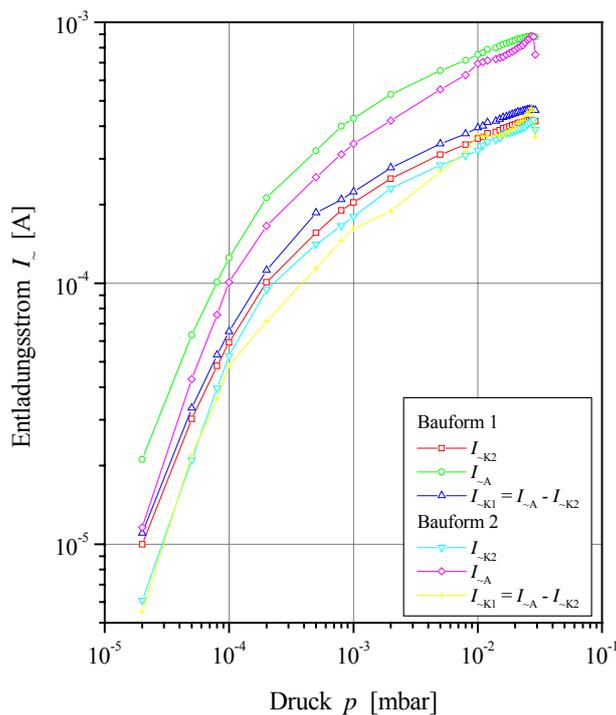


Abbildung 6.38: Eichkennlinien des Manometers im Hochdruckmodus. Betriebsparameter: $B = 66\text{mT}$, $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$. Testgas: Stickstoff

Mit den nunmehr bekannten Ionenstrom-Druck-Zusammenhängen für den Tief- und Hochdruckmodus war es nun möglich, die Messröhre in Bauausführung 2 (mit kleinem Eingangsleitwert) in einem Langzeitversuch zu testen, um deren Langzeit-Messstabilität und ihr Kontaminationsverhalten genauer untersuchen zu können.

6.5 Untersuchungen zur Langzeitmesstabilität und zum Kontaminationsverhalten

Um zuverlässige Aussagen über die Kontaminationsneigung der entwickelten Messröhre zu gewinnen, wurden im Anschluss experimentelle Langzeittests notwendig. Hierbei musste insbesondere die Frage beantwortet werden, wie sich durch eine mögliche Kontamination die Eigenschaften der Messröhre (Empfindlichkeit, Kriechströme, etc.) bei längerem Betrieb in kohlenwasserstoffhaltiger Atmosphäre verändern. Bei normalen Hochvakuumbedingungen mit relativ niedrigem Kohlenwasserstoffanteil würden derartige Untersuchungen einen enormen Zeitaufwand erfordern und möglicherweise nicht reproduzierbar sein. Um kontaminationsfördernde Vakuumbedingungen zu erzeugen, musste die entwickelte Manometerröhre in einer Vakuumatmosphäre betrieben werden, deren Restgaszusammensetzung hinreichend große Anteile an kohlenwasserstoffhaltigen Gaskomponenten enthält.

Hier läge es natürlich nahe, die Messröhre an einem Pumpstand zu testen, der durch eine Öldiffusionspumpe evakuiert wird. Öldiffusionspumpen arbeiten mit speziellen Pumpenölen als Treibmitteln, die aus einer Mischung höhermolekularer Kohlenwasserstoffverbindungen bestehen. Aufgrund von unvermeidbaren Treibmittelrückströmungen in den Rezipienten ist die Restgasatmosphäre eines durch eine Öldiffusionspumpe evakuierten Volumens stets stark kohlenwasserstoffhaltig. Obwohl diese Bedingungen hervorragend zum Langzeittesten der entwickelten Messröhre geeignet wären, so wurde jedoch davon abgesehen, da durch den Langzeitbetrieb einer Öldiffusionspumpe an einem Rezipienten alle angeschlossenen Vakuumkomponenten und –messgeräte sowie insbesondere deren Wandungen stark in Mitleidenschaft gezogen bzw. mit kontaminieren würden. Um das zu vermeiden, wurde ein anderer Weg beschritten: Im Rezipienten eines speziell entwickelten Pumpstandes, an dem die zu untersuchende Messröhre angeflanscht wurde, wurden große Mengen sogenannter Superisolationsfolie⁹ eingebracht. Diese mehrlagigen Folien (vgl. Abbildung 6.39) gasen unter Vakuumbedingungen stark aus, insbesondere konnten kohlenwasserstoffhaltige Gaskomponenten detektiert werden. Das Ausgasen der Folien unter Vakuum kann somit als Gasquelle für kohlenwasserstoffhaltige Gaskomponenten bei den geplanten Langzeittests dienen. Um einheitliche und reproduzierbare Anfangsbedingungen zu schaffen, wurden nach der Kalibrierphase der Röhre neue Kathodenzylinder in den Kaltkathoden-Messkopf eingesetzt.

⁹ Diese Superisolationsfolie wird – wie in Kapitel 1 erwähnt – meist mehrschichtig in Kryostaten-Vakuumsystemen supraleitender Magnete von Beschleunigerringanlagen eingesetzt, um einen zusätzlichen Wärmeeintrag in die tiefgekühlten Magneten infolge Wärmestrahlung durch das Restgas auf ein vertretbares Minimum zu reduzieren. Die vom CERN zur Verfügung gestellten Spezialfolien (vgl. Abbildung 6.39) bestehen aus organischem Material (Mylar) und zeigen unter Vakuumbedingungen entsprechend hohe Gasabgaberraten.

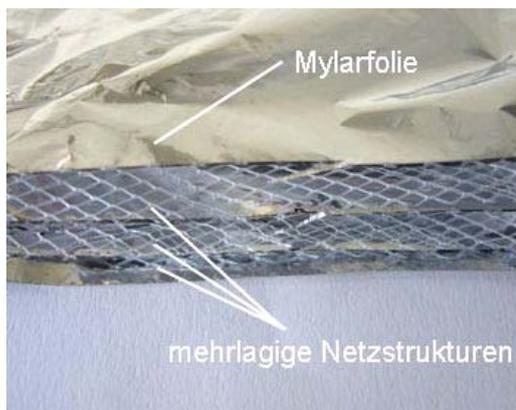


Abbildung 6.39: Mehrlagige Superisulationsfolie mit dazwischenliegenden Netzstrukturen als Isolationsmaterial für supraleitende Magneten.

6.5.1 Untersuchungen zum Gasabgabeverhalten der Superisulationsfolien

Um sicherzustellen, dass die entwickelte Manometermessröhre unter kontaminationsbegünstigenden Vakuumverhältnissen betrieben wird, wurde zunächst das generelle und zeitliche Gasabgabeverhalten der Superisulationsfolie untersucht. Als Gasabgabeprobe wurden vier Lagen der vom CERN zur Verfügung gestellten Superisulationsfolie mit dazwischenliegendem Netzstrukturen ($A = 7,8 \% \cdot 2,8\text{cm} = 21,84\text{cm}^2$) verwendet (vgl. Abbildung 6.39). Die beiden kalibrierten Massenspektrometer waren vom Quadrupoltyp (Messkopf jeweils QME 125, Controller QMG 421, BALZERS) mit einem Massendetektionsbereich zwischen 1 und 200. Zunächst wurde das Restgasspektrum in der Kammer, in der sich die Folienprobe befand, aufgenommen. Dies diente dazu, das generelle Gasabgabeverhalten der Folie zu untersuchen. Die Messung fand 30 Minuten nach Einschleusen der Probe statt. Das Ergebnis der Restgasanalyse zeigt Abbildung 6.40.

Das Restgasspektrum zeigt erwartungsgemäß – neben den für UHV- Anlagen üblichen Restgaskomponenten wie H_2 ($M_r = 2$), H_2O ($M_r = 16,17,18$), CO ($M_r = 28$) und CO_2 ($M_r = 44$) – verhältnismäßig hohe Anteile an kohlenwasserstoffhaltigen Molekülen mit den Massenzahlen 40, 41, 42, 43, 45, 47 und 64, deren Ursprung eindeutig auf die Ausgasung der Folien zurückzuführen sind. Die höchste C_xH_y - Peakintensität wurden bei der Massenzahl 43 gefunden. Im Bereich zwischen 65 und 200 wurden keine Peaks mehr detektiert, was darauf schließen lässt, dass aus den Folien keine kohlenwasserstoffhaltigen Gase mit höheren relativen Molekülmassen austreten. Mithilfe der detektierten Gasarten, die aus dem Folienmaterial unter Vakuumbedingungen ausgasen, war es nunmehr möglich, das zeitliche Ausgasungsverhalten der Folienprobe zu bestimmen. Dazu wurde für jede Massenzahl in Abständen von jeweils 6 s der entsprechende Partialdruck ermittelt und unter Anwendung der Gleichung (5.2) die Gasabgabestromdichte berechnet. Die Messungen dauerten vier Tage an. Die Ergebnisse der zeitaufgelösten Gasabgabemessungen sind in Abbildung 6.41 graphisch dargestellt.

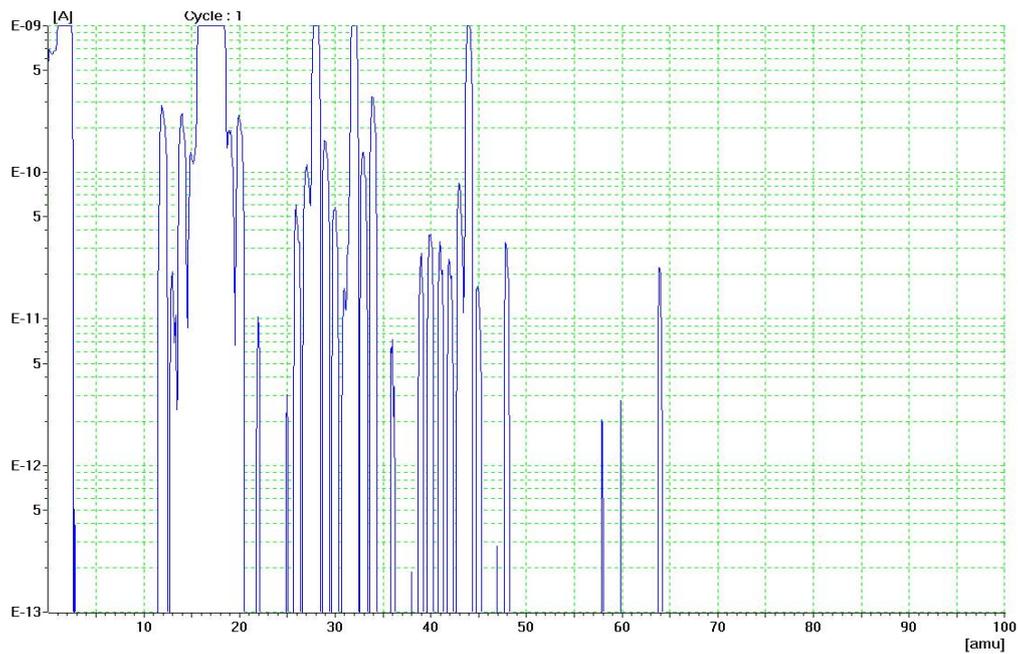


Abbildung 6.40: Ausgangsspektrum der Superisulationsfolie mit Netzstruktur 30 min nach Vakuumkontakt.

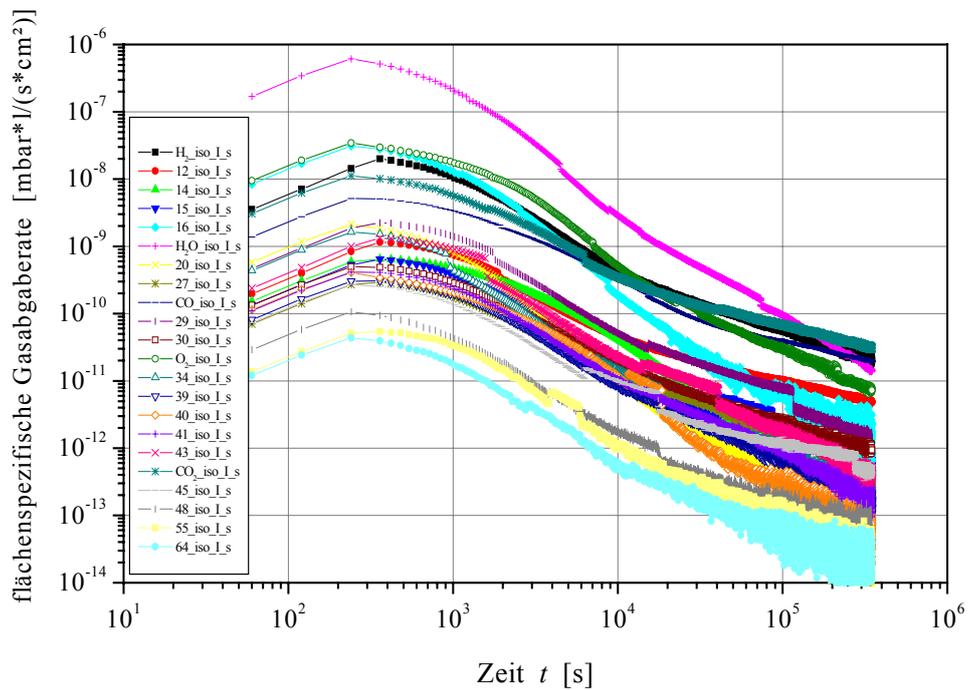


Abbildung 6.41: Zeitliches Ausgasverhalten der Superisulationsfolie mit Netzstruktur über einen Zeitraum von vier Tagen. (Die bei einigen Gasarten zu beobachtenden Sprünge in den Kurven wurden durch das Massenspektrometer verursacht und repräsentieren daher keine realen Änderungen im Gasabgabeverhalten des Folienmaterials.)

Die Ausgaskurven zeigen für alle Gasarten in der ersten halben Minute zunächst einen Anstieg in ihrer Gasabgaberate, die durch die Aufheizung der Folienproben durch die Glühkathode des verwendeten Massenspektrometers verursacht wurde. Ist das thermische Gleichgewicht hergestellt, zeigen alle Kurven erwartungsgemäß den typischen fallenden Charakter mit zunehmender Messzeit. Am ersten Tag wird die Restgasatmosphäre hauptsächlich durch die Ausgasung von Wasserdampf, Sauerstoff und Wasserstoff beherrscht. Sauerstoff weist dabei – im Vergleich zu klassischen Metallen – eine verhältnismäßig hohe Gasabgaberate auf. Das Langzeit- Ausgasverhalten lässt sich auf Grundlage der Kurvenanstiege interpretieren. Demnach bestimmen die Gase, die im j_{GA} - t - Diagramm einen kleinen negativen Kurvenanstieg aufweisen, die Restgaszusammensetzung nach einigen Wochen und Monaten. Bereits nach dem ersten Tag reduziert sich die Wasserdampfausgasrate derart, dass CO_2 , CO und Wasserstoff nun die höchsten Gasabgaberraten aufweisen. Im späteren Verlauf bleiben vor allem CO und CO_2 die dominierende Gaskomponenten. Ferner spielen die Massenzahlen 12 und 16 eine Rolle. Von den Kohlenwasserstoffen zeigt sich als ausgasende Hauptkomponente vor allem die Massenzahl 43 (C_3H_7^+), für die sich aus dem j_{GA} - t - Diagramm ein ähnlicher zeitlicher Kurvenverlauf wie für die Gase CO und CO_2 verzeichnen lässt. Daher kann man davon ausgehen, dass das Gas – wenngleich auch mit einer geringeren Rate als die beiden anderen Gasarten – über einen längeren Zeitraum aus der Folie austritt. Dies ist insbesondere bei Folien mit deutlich größeren Abmaßen zu erwarten. Kohlenwasserstoffe mit höheren Massenzahlen spielen im Langzeitausgasverhalten offenbar keine signifikante Rolle mehr, da deren Gasabgabestromdichten nach kurzer Pumpzeit bereits vernachlässigbar gering werden.

6.5.2 Langzeitmessung

Um das Langzeitmessverhalten analysieren und die erhoffte geringe Kontaminationsneigung der entwickelten Ionisationsmanometerröhre nachweisen zu können, wurde die Messröhre (Bauform 2) nun schließlich in einem Langzeittest untersucht. Um den Kontaminationsprozess der Messröhre während ihres Betriebes zu beschleunigen, wurden die Untersuchungen bei verhältnismäßig hohen C_xH_y -Partialdrücken, also bei hohen Drücken im Vakuumbereich, durchgeführt. Die Langzeitmessung erfolgte über 1000 Stunden (6 Wochen) im Dauerbetrieb im oberen Druckbereich zwischen 10^{-3} und 10^{-2} mbar. Zur Erzeugung hoher Kohlenwasserstoff-Konzentrationen dienten einerseits die in den Rezipienten eingebrachten Superisulationsfolien, die aufgrund ihrer erhöhten Kohlenwasserstoffgasabgabe bereits kontaminationsbegünstigende Bedingungen für den Testbetrieb gewährleisten. Andererseits wurde aber in den vorangegangenen Gasabgabeuntersuchungen der Folien nachgewiesen, dass höhermolekulare Kohlenwasserstoffverbindungen mit Massenzahlen über 50 im Langzeitausgasverhalten der Folien keine signifikante Rolle mehr spielen. Da aber eine Gasentladungsfalle Kohlenwas-

serstoff-Moleküle um so effizienter reduziert, je höher deren Massenzahl ist, sollte für den Langzeittest bewusst die Konzentration von Kohlenwasserstoffanteilen mit höheren Massenzahlen in der Restgasatmosphäre noch erhöht werden. Dies sollte dadurch erreicht werden, dass nur eine ölgelagerte Drehschieberpumpe zur Evakuierung des Testrezipienten verwendet wurde. Bei diesen Pumpen gelangen durch Rückströmungen Dämpfe des zur Schmierung und Dichtung benutzten Öls aus dem Pumpengehäuse der Drehschieberpumpe in den Rezipienten, so dass das erzeugte Vakuum stark kohlenwasserstoffhaltig ist.

Um dies zu überprüfen, wurde zu Beginn der Langzeitmessung die Zusammensetzung der Restgasatmosphäre im Testrezipienten analysiert. Da infolge des relativ hohen Enddruckes der Drehschieberpumpe (im 10^{-3} mbar-Bereich) eine Gasanalyse mittels Massenspektrometer nicht unmittelbar durchgeführt werden konnte, wurde eine vereinfachte Druckwandlerstufe erforderlich. Diese erzeugte hinreichend kleine Drücke im Messkopf des Quadrupolmassenspektrometers, wodurch dieses in Betrieb genommen werden konnte. Das so aufgenommene Restgasspektrum ist in Abbildung 6.42 dargestellt. Es zeigt eine Gaszusammensetzung, die einerseits die charakteristischen Gaskomponenten der ausgasenden Superisolationsfolien und andererseits vor allem sehr hohe Anteile von Kohlenwasserstoffverbindungen zeigt, die durch den Betrieb der Drehschieberpumpe verursacht wurde. Insbesondere konnten hier zahlreiche Gaskomponenten mit den erwünschten Massenzahlen über 50 detektiert werden, die fast ausschließlich höhermolekulare Kohlenwasserstoffe darstellen. Die größten C_xH_y -Intensitäten im Massenspektrum konnten auf den Massenzahlen 31 (CH_2OH^+), 41 ($C_3H_5^+$), 43 ($C_3H_7^+$), 45 ($C_2H_5O^+$), 55 ($C_4H_7^+$) und 57 ($C_4H_9^+$) gefunden werden.

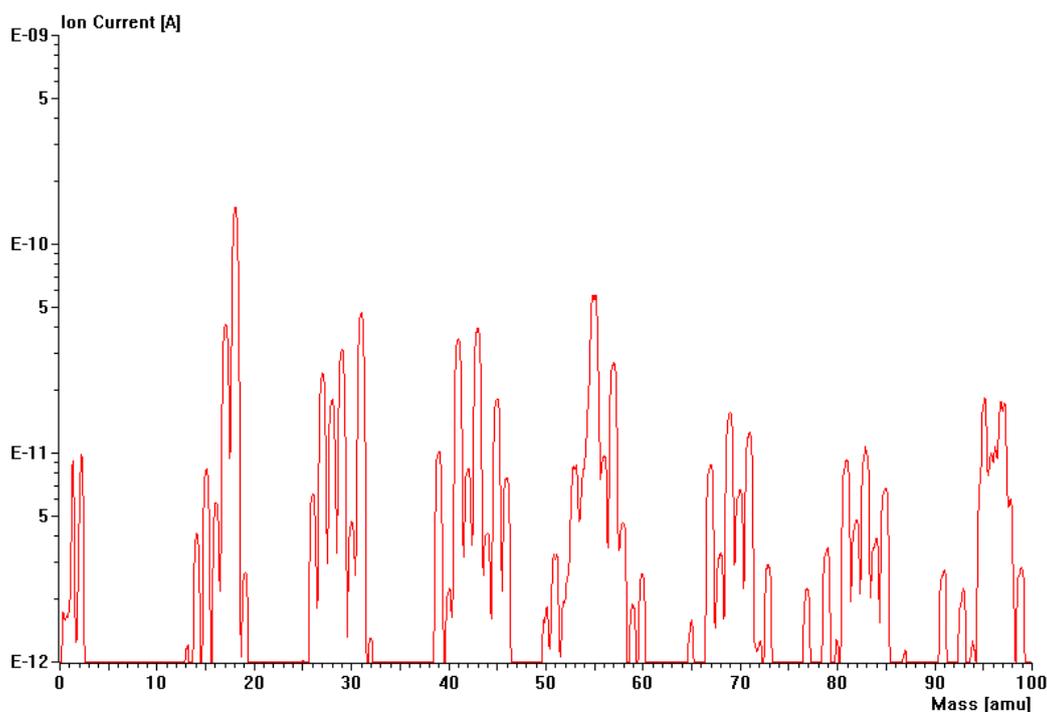


Abbildung 6.42: Zusammensetzung der Restgasatmosphäre, in welcher die Messröhre langzeitbetrieben wurde. Sie beinhaltet die gewünschten hohen Konzentrationen an kohlenwasserstoffhaltigen Verbindungen.

Die Restgaszusammensetzung mit ihren hohen C_xH_y -Anteilen war somit hervorragend geeignet, um die Messröhre hinsichtlich ihrer langfristigen Messstabilität in einem Langzeitversuch zu testen. Ein hier nicht dargestellter Vergleich der am Anfang und am Ende des Langzeitversuches aufgenommenen Massenspektren zeigte, dass sich infolge des Ausgasens der riesigen Folienoberfläche einerseits und die ständige Rückströmung von Öldämpfen aus dem Pumpengehäuse der Drehschieberpumpe in den Rezipienten andererseits die Restgaszusammensetzung über die gesamte Messdauer kaum wesentlich veränderte. Dadurch waren nahezu einheitliche Messbedingungen gewährleistet. Lediglich der H_2 -Anteil stieg während des Langzeittest etwas an. Der Anstieg der Wasserstoffkonzentration kann auf zweierlei Arten interpretiert werden. Da die Pumpbedingungen konstant waren, könnte dieser Umstand als Beweis dafür angesehen werden, dass im Inneren der Entladungskammer des Kaltkathoden- Ionisationsmanometers Polymerisationseffekte auftreten, die sich dadurch bemerkbar machen, dass bei der Polymerisation von Kohlenwasserstoffen in den Entladungskammern des Testmanometers Wasserstoff freigesetzt wird. Derartige Beobachtungen machten auch GRASENICK und HAEFER [6.16] sowie OLAL *et al.* [6.17]. Andererseits ist natürlich das Saugvermögen der Drehschieberpumpe für Wasserstoff wesentlich kleiner als für alle anderen Gase, so dass im Laufe der Pumpdauer auch dadurch die Restgaszusammensetzung zugunsten von Wasserstoff verschoben werden könnte.

Für die Langzeitmessung wurde die Messröhre im Wechselspannungsbetrieb bei $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$ angesteuert. Für die automatische Datenerfassung während des Langzeittests kam ein Mess- PC zum Einsatz, der alle 10 Minuten die Entladungsströme ($I_{\sim K2}$ und $I_{\sim A}$) und den Druck p_{ref} aufzeichnete. Für die Messwertaufnahme der Ströme kamen zwei Digitalmultimeter, die jeweils über eine IEEE488-Schnittstelle verfügten, zum Einsatz. Der Entladungsstrom $I_{\sim K2}$ wurde direkt mit einem Digitalmultimeter vom Typ FLUKE 45 erfasst, der Entladungsstrom zur gemeinsamen Anode $I_{\sim A}$ wurde wieder indirekt aus dem Spannungsabfall über dem Ballastwiderstand ermittelt, hierfür wurde das Digitalmultimeter NORMA Precision Multimeter D4845 verwendet. Aus beiden Strömen konnte dann während des Langzeittests wieder durch Differenzbildung der messtechnisch nicht direkt zugängliche Entladungsstrom $I_{\sim K1}$ in der Ionenbafflekammer errechnet werden. Als Messprogramm wurde ein eigens für diesen Messprozess programmiertes LABVIEW[®] 5.1- Programm verwendet. Die graphische Darstellung der Messdaten während der Langzeitmessung sind in Abbildung 6.43 zu sehen. Der darin dargestellte $p_{\text{ref}}-t_B$ -Verlauf zeigt stufenartige Druckschwankungen. Diese repräsentieren aber keine realen sprunghaften Druckänderungen, sondern resultierten nur aus der geringen Auflösung der digitalisierten Druckanzeige des verwendeten Wärmeleitungsmanometers in diesem Druckbereich.

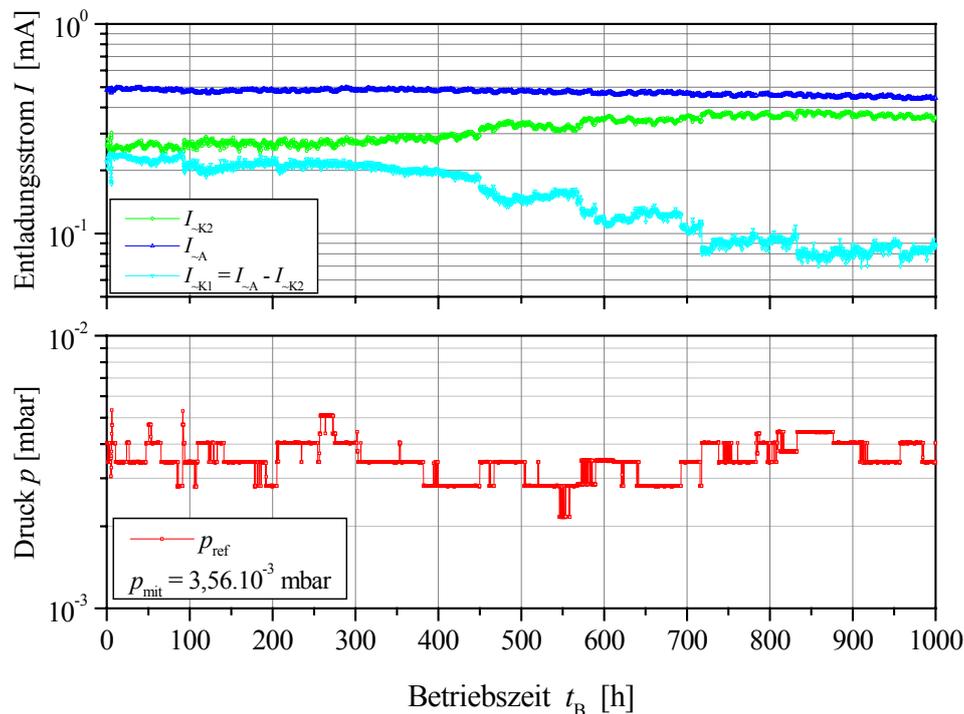


Abbildung 6.43: Langzeit-Messverhalten der Messröhre im Feinvakuumbereich unter kontaminationsfördernden Restgasbedingungen. Oben: Die aufgenommenen Entladungsströme in Abhängigkeit von der Betriebszeit (I - t_B -Verlauf). Unten: Der vom Referenzmanometer (Wärmeleitungsmanometer) aufgenommene Druckverlauf während des Dauerbetriebes (p_{ref} - t_B -Verlauf).

Die Auswertung der p_{ref} - t -Messdaten zeigte, dass die Druckverhältnisse während des Langzeitversuchs in erster Näherung konstant waren, im Mittel herrschte ein Druck von $p_{\text{mit}} = 3,56 \cdot 10^{-3}$ mbar im Testrezipienten. Die zur Einschätzung der effektiven Einsatzdauer der Messröhre relevante Größe der Druckdosis wurde durch numerische Integration der p_{ref} - t -Kurve ermittelt, diese ergab einen Wert von $D = 3,53$ mbar·h.

Die dargestellten Entladungsstrom-Betriebszeit-Kennlinien zeigen, dass in den ersten 100 Betriebsstunden der Langzeitmessungen die Entladungsströme in der Ionenbafflekammer und in der Messkammer annähernd gleich groß sind. Diese Gleichverteilung der Ströme wurde in der Kalibrierphase durch die Optimierung der Magnetposition erzielt und sollte den Ausgangspunkt für die spätere Einschätzung der unterschiedlichen Kontaminationsanfälligkeit der beiden Entladungskammern darstellen. Der zur Stabelektrode abfließende Entladungsstrom war dementsprechend nahezu doppelt so groß. Mit zunehmender Betriebszeit beobachtet man nun jedoch ein deutliches Auseinanderdriften der beiden Ströme. Während der Entladungsstrom $I_{\text{K}2}$ in der Messkammer sogar zeitlich etwas zunimmt, fällt der in der Ionenbafflekammer registrierte Strom $I_{\text{K}1}$ immer weiter ab. Diese Stromabnahme, die besonders deutlich ab der 450. Betriebsstunde wird, kann nur so interpretiert werden, dass die vordere Ionenbafflekammer tatsächlich

schneller verschmutzt als die hintere. Als Folge von Polymerisationsvorgängen oder Krackprozessen entstehen vermutlich in der vorderen Ionenbafflekammer Kontaminationsschichten auf den Elektroden. Diese Schichten beeinflussen nachhaltig die Entladungsbedingungen (z. B. Reduzierung der Sekundärelektronenausbeute infolge der Entstehung isolierender Oberflächenschichten) und somit den Entladungsstrom verringern. Die über die gesamte Betriebsdauer von 1000 Stunden ermittelte Abnahme von $I_{\sim K1}$ beträgt - bezogen auf den Anfangswert bei der nullten Betriebsstunde - immerhin 70%! Der Grund für den besonders ab der 450. Betriebsstunde in der Messkammer zu verzeichnenden Stromanstieg wird bislang nicht verstanden. Eine mögliche Erklärung könnte die langsame Absputterung der TiN-Beschichtung der Zylinderelektrode sein, denn die visuelle Untersuchung der Elektroden (vgl. hierzu S. 121) lässt diesen ersten Schluss zu. Veränderte Elektrodenoberflächen führen im Allgemeinen zu veränderten Entladungsbedingungen, in deren Folge auch die Entladungsströme beeinflusst werden. Um jedoch den beobachteten Stromanstieg erklären zu können, müsste allerdings der darunterliegende Edelstahl zu einer höheren Empfindlichkeit der Messröhre (z. B. durch eine höhere Sekundärelektronenausbeute oder durch eine kleinere Austrittsarbeit der „reinen“ Edelstahloberfläche) hätte führen müssen. Dies konnte jedoch in den vorangegangenen Messungen an den Röhrenmodifikationen (b) und (c) (vgl. auch Graphik auf Seite 102) nicht nachgewiesen werden. Vielmehr erscheint folgende Erklärung für den Stromanstieg plausibel zu sein: Ein in der Ionenbafflekammer zeitlich sinkender Strom bedeutet sinkende Pump- und Krackwirkung! Das wiederum bedeutet, dass die Ionenbafflekammer in ihrer Wirksamkeit allmählich nachlässt. Infolgedessen können nun immer mehr kohlenwasserstoffhaltige Gase und Dämpfe in die Messkammer gelangen. Da die Empfindlichkeit eines Kaltkathoden- Ionisationsmanometers ähnlich wie bei Glühkathoden- Ionisationsmanometern für Kohlenwasserstoffe größer ist als für die üblichen, in der Luft enthaltenen Gaskomponenten (O_2 , N_2 , CO , CO_2 , Ar), könnte bereits schon ein geringer Anstieg der Partialdrücke der Kohlenwasserstoffe in der Messzelle den Entladungsstrom in derselben deutlich ansteigen lassen. Im Vergleich zum Anfangswert konnte eine Entladungsstromerhöhung um fast 40% ermittelt werden. Der Entladungsstrom $I_{\sim A}$, der an der Stabelektrode gemessen wurde, änderte sich ebenfalls im Laufe der Untersuchungszeit, es wurde erwartungsgemäß eine Abnahme des Stroms beobachtet. Da der Entladungsstrom in der Ionenbafflekammer stetig abnahm, musste auch $I_{\sim A}$ zeitlich kleiner werden. Die Zunahme des Messkammerstroms $I_{\sim K2}$ kompensierte jedoch teilweise wieder die Entladungsstromänderung von $I_{\sim A}$, so dass am Ende die Änderung im Vergleich zum Ausgangswert nur ca. 10% betrug.

6.5.3 Untersuchungen zum Betriebsverhalten der Manometerröhre nach deren Langzeiteinsatz, Rekalibrierungsmessungen

Nach erfolgtem Langzeiteinsatz wurde die Messröhre rekalibriert. Hierbei sollte analysiert werden, wie sich das Betriebsverhalten der Messröhre (Bauform

2) durch den Dauerbetrieb bei erhöhter Druckdosis in einer stark kohlenwasserstoffhaltigen Gasatmosphäre langfristig verändert hat. Besonderes Augenmerk sollte hierbei nicht nur auf die I - p -Kennlinien gelegt werden, sondern auch auf die Änderungen im Empfindlichkeitsverhalten. Zu diesem Zweck wurde die Messröhre für jede der beiden Verschaltungsarten separat rekali­briert. Diese Arbeiten erfolgten wieder unter sauberen Vakuumbedingungen am Kalibrierpumpstand, als Kalibrier­gas wurde wieder Stickstoff verwendet. Es wurden jeweils zwei Rekalibrierungs- Messungen durchgeführt, die in den folgenden Graphiken mit (1) und (2) gekennzeichnet sind.

- **Rekalibrierung der Messröhre im Tiefdruckmodus**

Abbildung 6.44 zeigt den funktionellen Zusammenhang zwischen dem in der Messkammer fließenden Entladungsstrom I_{K2} und dem Druck im Tiefdruckmodus vor und nach dem Langzeiteinsatz. Wie man erkennt, konnte die ursprüngliche Röhrenkennlinie in beiden Rekalibrierungsmessungen über einen sehr weiten Druckbereich mit einer erstaunlich hohen Genauigkeit reproduziert werden. Generell zeigt sich eine leichte Kennlinienverschiebung in Richtung kleinerer Ströme hin (das bedeutet, dass die Röhre einen kleineren Druck anzeigen würde), aber diese Kennliniendrift überschreitet nur unwesentlich die Toleranzgrenzen der typischen Messunsicherheit von Kaltkathoden- Ionisationsmanometerröhren, die normalerweise bei etwa $\pm 30\%$ vom angezeigten Messwert liegt.

Allerdings zeigt das Entladungsverhalten bei beiden Rekalibrierungsmessungen im Druckbereich oberhalb von 10^{-4} mbar deutliche Instabilitäten, die sich durch Entladungsstromschwankungen bemerkbar machten. Die größten Stromfluktuationen wurden während der Messwertaufnahme des an die Anode abfließenden Entladungsstroms I_A festgestellt. Hier traten Stromschwankungen von bis zu $\pm 10\%$ auf. Im Gegensatz dazu konnten im Messraum deutlich stabilere Entladungsverhältnisse verzeichnet werden, da bei der Kalibrierung nur kleinere Stromschwankungen auftraten. Sie lagen bei ca. $\pm 4\%$. In den I_{K2} - p -Graphiken sind daher jeweils die Mittelwerte der Ströme dargestellt. Die Ursache für dieses Verhalten wird aus Abbildung 6.45 ersichtlich. Hier wurden die I_{K1} - p -, I_{K2} - p - und die I_A - p -Kennlinie für den oberen Druckbereich im Vergleich zu den ursprünglichen Charakteristiken dargestellt. Zunächst fällt auf, dass der Entladungsstrom zur gemeinsamen Anode I_A nach dem Langzeiteinsatz der Röhre nur noch geringfügig größer ist als der in der Messkammer abfließende Strom I_{K2} . Zeigte sich noch vor dem Langzeiteinsatz eine annähernd gleich große Stromaufteilung in beiden Kammern und somit ein nahezu doppelt so großer Anodenstrom, so beobachtet man jetzt eine deutliche Stromumverteilung: Während die I_{K2} - p -Kennlinie in erster Näherung verhältnismäßig gut reproduziert werden konnte, zeigten sich bei der durch Differenzbildung ermittelten I_{K1} - p -Kennlinie auffällige Veränderungen. Die Charakteristik weist jetzt einen stark diskontinuierlichen Verlauf auf. Ferner lässt sich feststellen, dass sich der Entladungsstrom in der Ionenbafflekammer im Vergleich zum Messkammerstrom im oberen Druckbereich auf die Hälfte reduziert hat, im Druckbereich unterhalb von 10^{-4} mbar ist er sogar fast eine Größenordnung

kleiner. Hier könnte man aufgrund des steilen Abfalls des Entladungsstroms im Kennlinienverlauf fast vermuten, dass die Entladung in der vorderen Ionenbafflekammer gar verlöscht. Hier müssen sich also durch den Langzeitbetrieb der Röhre die Entladungsbedingungen nachhaltig verändert haben, so dass man annehmen muss, dass sich auf den Elektroden der Ionenbafflekammer Kontaminationsschichten abgesetzt haben könnten, in deren Folge die Entladungserhaltung in der vorderen Entladungszone stark gehemmt wird. Die Ursache dafür sind – wie in Kapitel 6.6 noch ausführlich gezeigt wird – oberflächlich gebundene, kohlenstoffhaltige Kontaminationsschichten, die sich u. a. tatsächlich als Folge von plasma-chemischen Prozessen abschieden. Es scheint somit, als ob nur in der hinteren Messkammer die ursprünglich vorhandenen Entladungsverhältnisse annähernd unverändert erhalten blieben, so dass für diese Entladungszone nur eine eher unbedeutende Kennlinienverschiebung ermittelt werden konnte.

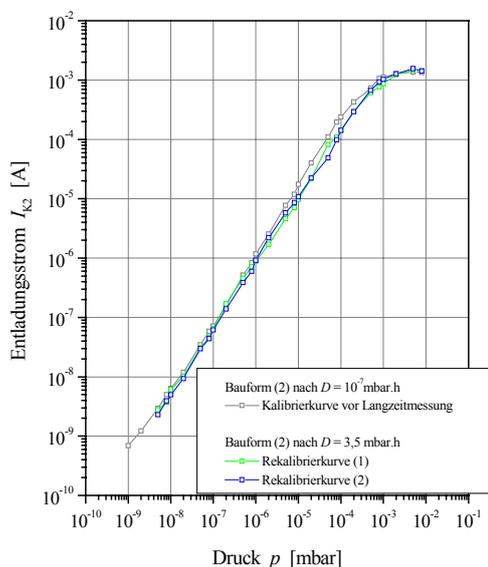


Abbildung 6.44: I_{K2} - p -Kennlinien vor und nach dem Langzeiteinsatz. Betriebsparameter: $U_A = 3500\text{V}$, $B = 66\text{mT}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$, Testgas: N_2 .

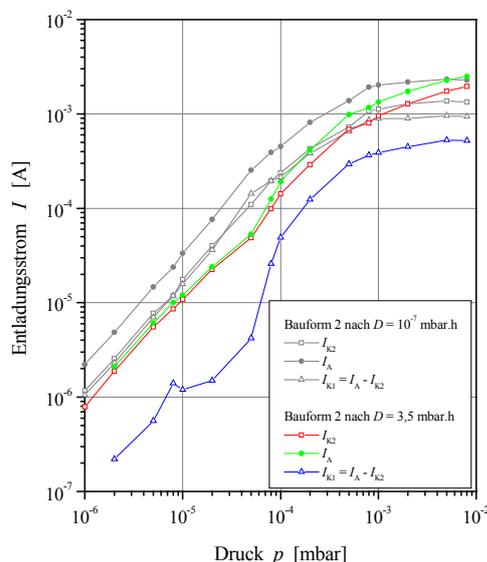


Abbildung 6.45: Änderungen des Verteilungsverhältnisses der Entladungsströme in den beiden Entladungskammern der Messröhre vor und nach dem Langzeitbetrieb.

Für die Einschätzung der Zuverlässigkeit der neu entwickelten Messröhre war außer der Überprüfung der Entladungsstrom-Druck-Kennlinien auch das Empfindlichkeitsverhalten und dessen Änderung durch den Messbetrieb von Bedeutung. Hierzu wurden aus den Daten der beiden Rekalibrierungsmessungen die Empfindlichkeitsverläufe $C_{K2}(p)$ berechnet und in Abbildung 6.46 graphisch dargestellt. Der Vergleich mit der ursprünglich ermittelten Empfindlichkeitskurve zeigt, dass der Empfindlichkeitsverlauf nur im unteren Druckbereich bis etwa 10^{-6} mbar und erst wieder oberhalb von 10^{-3} mbar annähernd reproduziert werden kann. Im dazwischenliegenden Vakuumbereich, also zwischen 10^{-6} ... 10^{-3} mbar, in

dem die Messröhre vor ihrem Langzeiteinsatz noch ein Empfindlichkeitsmaximum von etwa $2,5 \text{ A/mbar}^n$ aufwies, zeigt sich jetzt eindeutig eine Abnahme der Empfindlichkeit. Um diesen Empfindlichkeitsverlust exakt verifizieren zu können, wurde die relative Empfindlichkeitsänderung $\Delta C_{K2}/C_{K2}$ (bezogen auf den Empfindlichkeitsverlauf vor dem Langzeitbetrieb) berechnet und in Abbildung 6.47 graphisch dargestellt. Die errechneten prozentualen Abweichungen entsprechen wertemäßig übrigens gleichzeitig auch den relativen Entladungsstromänderungen $\Delta I_{K2}/I_{K2}$. Hieraus wird deutlich, dass der Entladungsstrom I_{K2} und somit auch die auf die Kathode 2 bezogene Empfindlichkeit C_{K2} im oben besagten Druckintervall um fast 50% abnahm.

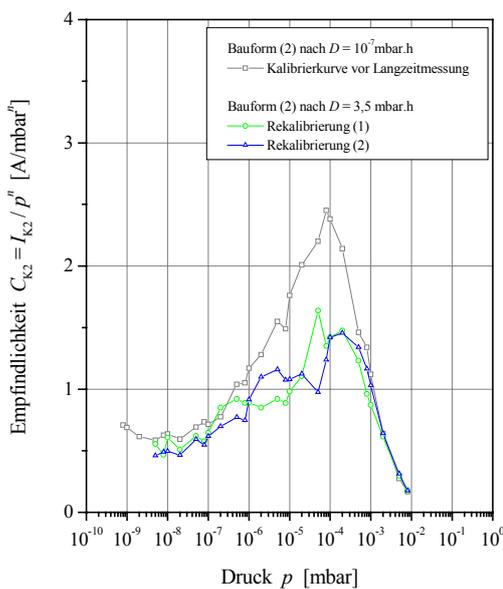


Abbildung 6.46: C_{K2} - p -Kennlinien vor und nach dem Langzeiteinsatz. Betriebsparameter: $U_A = 3500 \text{ V}$, $B = 66 \text{ mT}$, $R_B = 1 \text{ M}\Omega$, Testgas: N_2 .

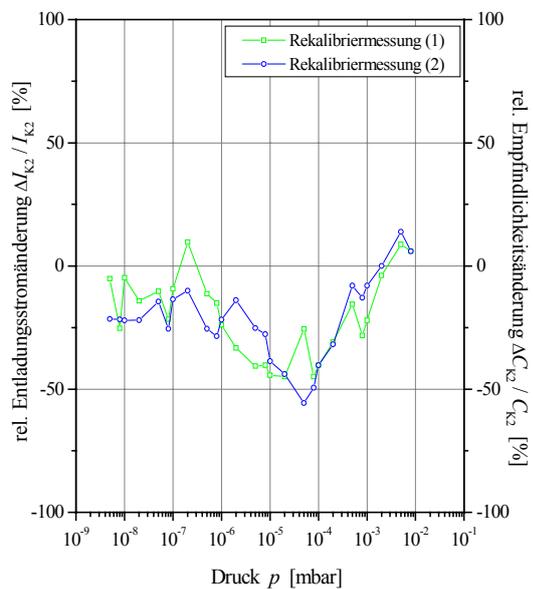


Abbildung 6.47: Änderungen im Entladungsstrom- und Empfindlichkeitsverhalten der Messröhre nach dem Langzeitbetrieb in Abhängigkeit vom Druckbereich.

• **Rekalibrierung der Messröhre im Hochdruckmodus**

Hiernach erfolgten die Rekalibrierungsmessungen im Hochdruckmodus, um auch für diese Schaltungsart den Einfluss des Langzeitbetriebes auf die Veränderungen der Betriebskennlinien untersuchen zu können. Die im Hochdruckmodus aufgenommenen I - p -Kennlinien sind aus Abbildung 6.48 ersichtlich. Ähnlich wie im Tiefdruckmodus sind auch hier unterschiedlich ausgeprägte Abweichungen in den drei grundlegenden Entladungsstrom- Druck- Charakteristiken zu verzeichnen. Mit maximalen Abweichungen von unter -20% (vgl. Abbildung 6.49) konnte die für den Hochdruckmodus als Messgrundlage dienende I_{K2} - p -Kennlinie wieder verhältnismäßig gut reproduziert werden. Dies war aufgrund der guten Repro-

duzierbarkeit der I_{K2} - p -Kennlinie im Tiefdruckmodus auch zu erwarten. Allerdings musste festgestellt werden, dass sich bei hohen Drücken die Kennlinie sogar zu höheren Strömen hin verschoben hat. Hingegen zeigten sich bei der $I_{\sim A}$ - p - und bei der $I_{\sim K1}$ - p -Kurven wieder signifikante Modifikationen in der Kennlinienform. Generell entsprechen zwar die Rekalibrierungskennlinien noch in erster Näherung ihrem ursprünglichen Verlauf, allerdings wurden nach dem Langzeiteinsatz an der Stabelektrode (und somit auch in der Ionenbafflekammer) deutlich kleinere, im Mittel um etwa -25% reduzierte Ströme gemessen. Die Stromabnahme lässt sich wieder durch die fortgeschrittene Verschmutzung der vorderen Ionenbafflekammer erklären. Der Entladungsstromanteil $I_{\sim K1}$ wird mit wachsender Druckdosis immer kleiner, so dass auch der Entladungsstrom zur gemeinsamen Stabelektrode $I_{\sim A}$ absinkt.

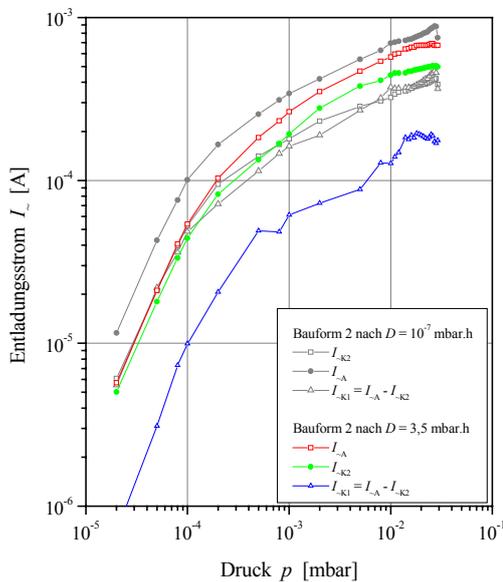


Abbildung 6.48: I - p -Kennlinien in der Hochdruckschaltung vor und nach dem Langzeiteinsatz. Betriebsparameter: $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$, $B = 66\text{mT}$, $R_B = 1\text{M}\Omega$, Testgas: N_2 .

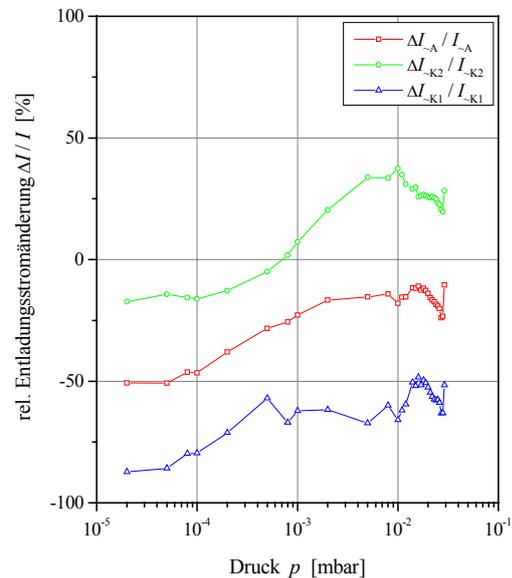


Abbildung 6.49: Relative Änderungen der druckabhängigen Entladungsströme im Hochdruckmodus nach dem Langzeiteinsatz der Messröhre.

Somit wird auch hier klar, dass der $I_{\sim A}$ - p -Zusammenhang in diesem Betriebsmodus nicht genügend langzeitstabil ist und somit als Messgrundlage ausscheidet. Allein die $I_{\sim K2}$ - p -Charakteristik weist selbst nach einer erhöhten Druckdosis noch die für ein Messsignal notwendige Langzeitstabilität und Reproduzierbarkeit auf.

6.5.4 Zündverzögerungszeiten

Neben der Rekalibrierung der Betriebskennlinien lässt sich als weitere Nachweismöglichkeit für eine geringe Kontaminationsanfälligkeit der Manome-

terröhre auch deren Zündverzögerungszeiten nach erfolgtem Langzeiteinsatz auswerten. Kontaminierte Kaltkathoden-Ionisationsmanometer neigen dazu, ab einem gewissen Kontaminationsgrad nur noch zeitlich sehr stark verzögert oder mitunter auch gar nicht mehr zu zünden. Die Ursache dafür ist der ungenügende Elektromennachschub von der kontaminierten Kathodenoberfläche bei Ionenbeschuss (vgl. Kapitel 2), so dass die Zündbedingung im Entladungsraum nicht mehr erfüllt ist. Um zu überprüfen, ob die entwickelte Messröhre auch nach einer Druckdosis von $D \approx 3,5 \text{ mbar}\cdot\text{h}$ noch zuverlässig zündet, wurden die Zündverzögerungszeiten der Messröhre bei verschiedenen Drücken gemessen. Zu Vergleichszwecken wurden diese Messungen vor und nach den Langzeitmessungen durchgeführt. Hierzu wurde die Messröhre nur im Tiefdruckmodus betrieben.

Die totale Zündverzögerungszeit t_Z setzt sich im Allgemeinen aus zwei Anteilen additiv zusammen: der statistischen und daher meist nicht reproduzierbaren Zündverzögerungszeit t_s , die ein Maß für die Zeitspanne zwischen dem Zuschalten der Betriebsspannung und dem Moment des Entladungsbegins ist, und der in den allermeisten Fällen reproduzierbaren Entladungsaufbauzeit t_A . Unter letzterer versteht man die Zeitspanne, die für die vollständige Entwicklung der Entladung nach dem Zündvorgang (also nach Ablauf der statistischen Zündverzögerung) im Entladungsraum notwendig ist. Es gilt also:

$$t_Z = t_s + t_A. \quad (6.15)$$

Bei kleinen Vakuumdrücken ist die statistischen Zündverzögerungszeit t_s viel größer als die eigentliche Entladungsaufbauzeit, so dass t_A vernachlässigt werden kann. In den nachfolgenden Messungen wurden daher nur die totalen Zündverzögerungszeiten t_Z ermittelt, bei denen man davon ausgehen kann, dass $t_s \gg t_A$ ist, so dass $t_Z \approx t_s$ ist. Um die Zündverzögerung zu analysieren, wurden in Abhängigkeit vom Druckbereich jeweils 21 Messungen (Stichproben) zum zeitlichen Einschaltverhalten der Messröhre durchgeführt. Dabei wurde die Zeitspanne zwischen dem Zuschalten der Betriebsspannung und dem Moment, in dem sich ein stabiler Entladungsstrom in der Messkammer eingestellt hatte, gemessen. Bei der Auswertung der Zündverzögerungszeiten wurde in Anlehnung an Messungen von KENDALL und DRUBETSKY [6.18] zur statistischen Beschreibung des Zündverhaltens nicht der arithmetische Mittelwert der 21 gemessenen Zeitwerte gewählt, sondern der Median \tilde{t}_Z , also derjenige Wert der bei einer nach der Größe sortierten Stichprobenmessung (hier der Zündverzögerungszeit) genau in der Mitte liegt. Dieser wird im Vergleich zum arithmetischen Mittelwert weniger von Extremwerten („Ausreißern“) beeinflusst und bietet somit eine bessere Interpretationsmöglichkeit für die Zündverzögerungszeit. Da die entwickelte Messröhre über keine spezielle Zündhilfe verfügte, war zu erwarten, dass die totalen Zündverzögerungszeiten mit abnehmendem Druck im Hoch- und Ultrahochvakuumbereich immer größer werden. Die Messungen erfolgten für die Bauform 1 und Bauform 2. Die Ergebnisse der Messungen wurden in Abbildung 6.50 graphisch gegenübergestellt.

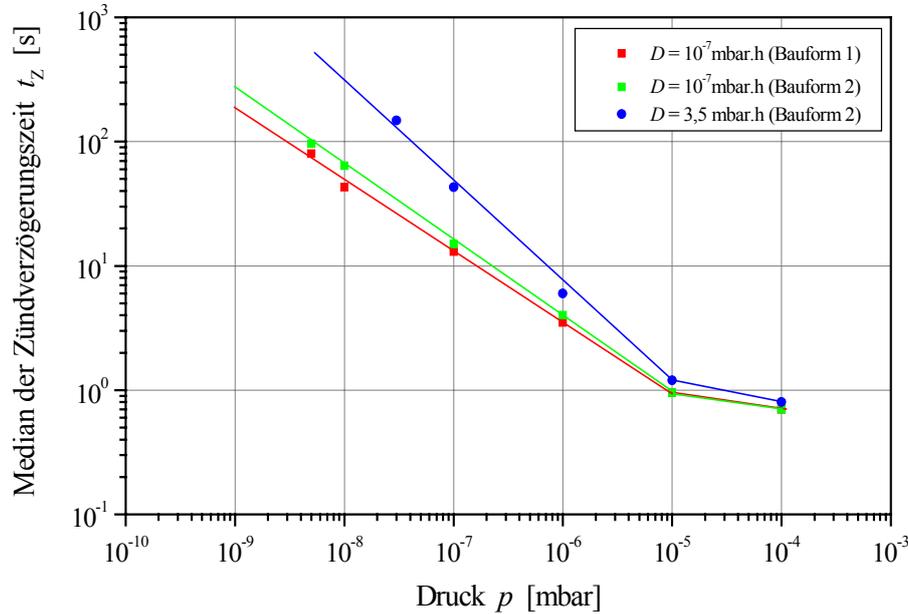


Abbildung 6.50: Der Median \tilde{t}_Z der Zündverzögerungszeit des Kaltkathoden-Ionisationsmanometers vor und nach dessen Langzeitbetrieb in Abhängigkeit vom Druckbereich.

Aus der doppelt-logarithmischen Darstellung lässt sich zunächst schlussfolgern, dass offenbar im unteren Druckbereich generell eine lineare Korrelation zwischen dem Median der totalen Zündverzögerungszeit und dem Druck besteht:

$$\log \tilde{t}_Z \sim \frac{1}{\log p}. \quad (6.16)$$

Diese Beobachtung steht im Einklang mit Untersuchungsergebnissen von DRUBETSKY und KENDALL [6.18], die ebenfalls diesen Zusammenhang bei kommerziellen Kaltkathoden-Messröhren ohne spezielle Zündhilfe fanden. Bei den Messungen mit der Manometerröhre vor deren Langzeiteinsatz (d.h. also mit einer nur für die Kalibrierphase beaufschlagten Druckdosis von schätzungsweise $D \approx 10^{-7}$ mbar.h) findet man diesen Zusammenhang über mindestens vier Druckdekaden im Vakuumbereich zwischen 10^{-9} und etwa 10^{-5} mbar. Der Median der totalen Zündverzögerungszeit \tilde{t}_Z der Messröhre mit neuen, also kontaminationsfreien Entladungselektroden variiert in diesem Druckbereich von einigen Sekunden bis zu einigen Minuten und wird nahezu ausschließlich durch die statistische Zündverzögerungszeit t_s bestimmt. Mit wachsendem Druck verringert sich jedoch dieser Zeitanteil, die Entladung im Messraum der Manometerröhre zündet nach Zuschalten der Betriebsspannung immer schneller, so dass bei Drücken um 10^{-5} mbar die Entladungsaufbauzeit ($t_A \square 1$ s) in die Größenordnung der statistischen

Zündverzögerungszeit t_s gelangt. Oberhalb von 10^{-5} mbar beobachtet man dann in Abbildung 6.50 ein abruptes Abknicken der \tilde{t}_z - p -Kennlinie, ab hier lässt sich dann ein nahezu sofortiges Zünden der Entladung im Messröhreninneren registrieren, welches hauptsächlich nur noch durch t_A bestimmt wird. Bauform (1) und Bauform (2) weisen im unbenutzten Betriebszustand annähernd gleiche Zündigenschaften auf. Der Anstieg der \tilde{t}_z - p -Kennlinien bei Bauform (1) (unbeschichtete Kathodenzyylinder) und Bauform (2) (TiN-beschichteter Kathodenzyylinder und Eingangsblende) ist annähernd gleich. Daraus lässt sich ableiten, dass weder eine TiN-Beschichtung der Kathodenzyylinder noch die Eingangsblende einen signifikanten Einfluss auf das Zündverhalten der Messröhre haben.

Deutliche Änderungen im Zündverhalten zeigen sich jedoch nach einem Langzeiteinsatz. Aus Abbildung 6.50 wird ersichtlich, dass sich die totalen Zündverzögerungszeiten nach einer Druckdosis von $D \approx 3,5$ mbar·h deutlich verlängert haben. So zündete beispielsweise die Messröhre vor ihrem Langzeitbetrieb bei einem Druck von 10^{-7} mbar im statistischen Mittel nach ca. 15 s, nach ihrem Dauer-einsatz erst nach ca. 45 s. Interessanterweise lässt sich auch hier wieder im doppelt-logarithmischen Maßstab ein linearer \tilde{t}_z - p -Zusammenhang nachweisen. Zu bemerken bleibt weiterhin, dass bei keiner der durchgeführten Messungen zum Zündverhalten mit der langzeitgetesteten Messröhre ein vollständiges Ausbleiben der Zündung beobachtet wurde, die Entladung zündete im Inneren der Messröhre – wenngleich auch erwartungsgemäß mit Verzögerung – trotz fehlender Zündhilfe zuverlässig. Aufgrund der zunächst nur aus den Messdaten vermuteten stärkeren Kontamination der Ionenbafflekammerelektroden wird daher angenommen, dass der Zündvorgang der Entladung in der Messröhre hauptsächlich in der weniger kontaminierten Messkammer vonstatten geht.

6.6 Oberflächenanalytische Untersuchungen der Kontaminationsschichten mittels XPS

Um die vermutete Kontamination des Ionenbaffles zu bestätigen, wurden nach der Rekalibrierung der Messröhre die Entladungskammerelektroden zunächst visuell und anschließend auch oberflächenanalytisch untersucht, wozu die Messröhre demontiert und die beiden Entladungskammern genauer inspiziert wurden.

In Abbildung 6.51 ist die Zylinderelektrode der Ionenbafflekammer dargestellt. Man erkennt deutlich, dass die innere Manteloberfläche der ursprünglich goldglänzenden Elektrode sehr stark kontaminiert ist. Es wurden schwarze, schätzungsweise einige μm dicke Kontaminationsschichten festgestellt, die nur lose bis mäßig fest auf der Elektrodenoberfläche hafteten und teilweise bei geringer mechanischer Belastung schnell abplatzten. Die Schichten waren auf der gesamten inneren Manteloberfläche und auf den Boden- und Deckeloberflächen der Ionenbafflekammer zu finden. Die schwarze Färbung dieser Schicht könnte darauf hinweisen, dass es sich hierbei um eine größtenteils aus Kohlenstoff bestehende O-

berflächenschicht handelt, die vermutlich tatsächlich durch plasmachemische Reaktionen im Inneren der Ionenbafflekammer entstanden sein könnte. Im Gegensatz dazu zeigte sich bei der visuellen Untersuchung der Messkammer Elektrode eine deutlich geringere Verschmutzung der Innenoberfläche (vgl. Abbildung 6.52). Hier konnte auf der Innenseite des Kathodenzyllinders ein heller Sputtererosionsring festgestellt werden, die ursprünglich aufgedampfte TiN-Schicht wurde abgetragen. Dieser Ring deutet darauf hin, dass während der Entladung an diesen Oberflächenregionen des Kathodenzyllinders eine hohe Ionenkonzentration herrschte und somit an diesen Stellen eine erhöhte Sputtereffizienz auftrat. Ähnliche Oberflächeneffekte wurden übrigens auch bei anderen langzeitbetriebenen Kaltkathoden-Messröhren vom inversen Magnetrontyp beobachtet [1.9]. Die vorrangig an den Randgebieten dieses Sputterings sowie die auf dem Kathodendeckel und -boden niedergeschlagenen Kontaminationsschichten zeigten im Gegensatz zu den oben beschriebenen Schichten eine dunkelgraue Färbung und eine sehr gute Haftung auf der Elektrodenoberfläche. Schwarze bzw. schlecht haftende Deckschichten, wie sie in der Ionenbafflekammer festgestellt wurden, konnten in der Messkammer nicht beobachtet werden. Dieser Befund lässt den Schluss zu, dass diese Kontaminationsschichten hier ausschließlich durch Sputtern entstanden sein könnten.

Um die oben gemachten Annahmen experimentell belegen zu können, wurden die Kontaminationsschichten der beiden Entladungskammern oberflächenanalytisch untersucht. Hierzu wurden kleine Oberflächensegmente der kontaminierten Deckel der beiden Entladungskammern mithilfe der Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) näher untersucht. Die oberflächenanalytischen Messungen erfolgten an einer ESCA-Anlage der Fa. PERKIN ELMER (ESCA 5600 [6.19]). Bei dieser wird die Probenoberfläche mit einer Mg $K\alpha$ - Röntgenquelle ($h\nu = 1253,6\text{eV}$) angeregt und die aus einer ca. 1mm^2 großen Fläche der Probe emittierten Photoelektronen werden einem Elektronenenergieanalysator (Electron Spherical Capacitor Analyzer) zugeführt. Die XPS-Untersuchungen erfolgten geometriebedingt jeweils an den planen Deckeln der Entladungskammern, und zwar an Oberflächengebieten, an denen eine gute Haftung der Kontaminationsschicht gegeben war. Die XPS-Scans wurden zunächst im ungesputterten Oberflächenzustand der Schicht aufgenommen, im Anschluss daran wurden die Messflächen gesputtert und daraufhin wiederholt vermessen. Diese Probenpräparation wurde deshalb notwendig, um Oberflächenkontaminationen, die lediglich aus der Lagerung der Probe an atmosphärischer Luft herrühren, ausschließen zu können. So ist beispielsweise bekannt, dass allein der Kontakt einer Probenoberfläche mit atmosphärischer Luft zu einer Bedeckung derselben mit einer dünnen Kontaminationsschicht (meist Kohlenwasserstoffe) führt. Da die Messröhre nach ihrem Langzeiteinsatz unter atmosphärischen Bedingungen demontiert wurde, war daher zu erwarten, dass auf den eigentlichen durch den Messbetrieb der Röhre verursachten Kontaminationsschichten eine weitere dünne, nur durch den Luftkontakt verursachte Kontaminationsschicht zu finden war. Diese lässt sich durch Absputtern des zu analysierenden Oberflächenareals abtragen, so dass erst hier nach die reale elementare Oberflächenzusammensetzung der eigentlichen Kontaminationsschicht messtechnisch zugänglich wird.



Abbildung 6.51: Links: Stark kontaminierte Ionenbafflekammer der langzeitgetesteten Messröhre. Auf der inneren Manteloberfläche des Kathodenzylinders 1 erkennt man deutlich eine dicke, nahezu geschlossene Kontaminationsschicht. Rechts: Ca. 2,5fach vergrößerte Darstellung der auf der Zylinderelektrodenoberfläche abgeschiedenen Kontaminationsschicht.



Abbildung 6.52: Links: Schwach kontaminierte Messkammer der langzeitgetesteten Messröhre. Auf der inneren Manteloberfläche des Messkammerzylinders erkennt man einen hellen Sputtererosionsring. Rechts: Ca. 2,5fach vergrößerte Darstellung.

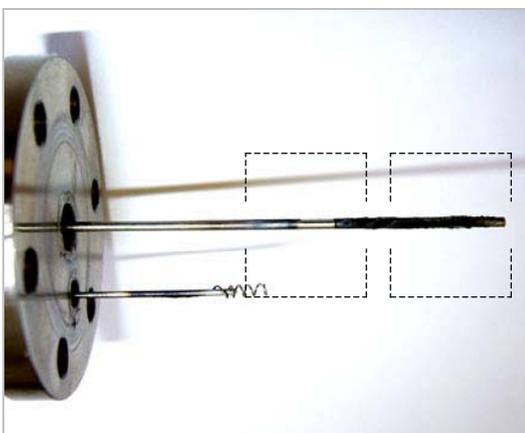


Abbildung 6.53: Anodenstab der langzeitgetesteten Messröhre. Während das vordere Ende der Stabelektrode (entspricht der Position der Ionenbafflekammer) stark kontaminiert ist, ist der mittlere Bereich der Stabelektrode, in dessen Höhe die Messkammer sitzt, kaum verschmutzt.

Bei der hier verwendeten ESCA-Anlage wurden die Proben für jeweils 30 s mit 4,5kV-Ar-Ionen beschossen. Dadurch sollte die oberste Kontaminationsschicht entfernt worden sein. Abbildung 6.54 zeigt das XPS- Spektrum eines kleinen Probenstücks vom Deckel der Ionenbafflekammer vor und nach der Oberflächenpräparation mittels Sputtern. Man erkennt in den Spektren Photoelektronen- und AUGER-Peaks von Fe, Ni, O, Cr, Ti, N und Mo. Die gefundenen Ti- und N-Anteile stammen mit hoher Wahrscheinlichkeit aus der TiN-Schicht, mit der die Zylinder- elektrode überzogen war, und die während des Messbetriebes der Röhre langsam abgesputtert wurde. Ebenso sind Fe, Ni und Cr Bestandteile des verwendeten Edelstahls (AISI 304), der als Grundwerkstoff für die Entladungskammern diente. Der mit in die Schicht eingebaute Sauerstoff, der auch nach der Sputterbehandlung noch zu finden war, könnte aus Eisen- oder Chromoxiden stammen, die üblicherweise auf allen Edelstahloberflächen zu finden sind und die unter Entladungsbedingungen gekrackt wurden. Überraschenderweise wurde auch Mo in der Kontaminationsschicht entdeckt. Da Molybdän kein Bestandteil des verwendeten Edelstahls ist, muss das Vorkommen dieses Elementes aus einer sputterbedingten Materialabtragung der aus Molybdän gefertigten Stabelektrode durch Neutralteilchen resultieren. Neben den oben genannten Elementen findet man auch deutliche Kohlenstoff- Peaks in den Spektren. Der Photoelektronenpeak C1s konnte auch nach dem Ar-Sputtern noch detektiert werden; interessanterweise mit einer erhöhten Peakintensität. Diese Tatsache kann als **eindeutiger** Beweis dafür angesehen werden, dass der Kohlenstoff nicht nur Bestandteil einer oberflächennahen Verunreinigung infolge des Luftkontaktes war, sondern vielmehr eine echte kohlenstoffhaltige Kontaminationsschicht bildet, die sich als Folge von Crack- oder Polymerisationsreaktionen im Inneren der Ionenbafflekammer während des Röhrenbetriebes auf den Kathodenoberflächen abschied. Damit konnte einerseits der Nachweis erbracht werden, dass das Ionenbaffle effektiv arbeitet, andererseits wird verständlich, weshalb die in Abschnitt 6.5.3 präsentierten I_{K1-p} -Rekalibrierungskennlinien nach dem Langzeiteinsatz der Messröhre derart signifikante Veränderungen erfahren haben. Diese Schichten verändern also nachhaltig die Entladungsbedingungen in der Ionenbaffle-Zone und modifizieren so die Entladungscharakteristik.

Zum Vergleich wurde auch die Kontaminationsschicht in der Messkammer untersucht, als Probe diente hier die Bodenplatte der Kammer. Die aufgenommenen XPS-Übersichtsspektren sind in Abbildung 6.55 zu sehen. Hier zeigt sich eine ähnliche, aber im Vergleich zur Kontaminationsschicht in der Ionenbafflekammer dennoch abweichende Zusammensetzung. Die Auswertung der Spektren zeigte, dass auch in den Kontaminationsschichten auf der Messkammeroberfläche wieder Photoelektronen- und AUGER-Peaks der Elemente Fe, Ni, Cr, Ti und Mo nachgewiesen werden konnten. Diese Peaks ließen sich auch nach dem Ar-Sputtern reproduzieren. Ferner konnten erneut Stickstoff und Sauerstoff beobachtet werden. Das Vorkommen dieser Elemente in der Schicht wurde bereits oben erörtert. Ein signifikanter Unterschied zeigt sich jedoch beim Kohlenstoff-Peak C1s. Während dieser in den XPS-Spektren noch vor der Ar-Sputtern deutlich detektiert werden konnten, war dieser nach dem Sputterprozess kaum noch nachweisbar.

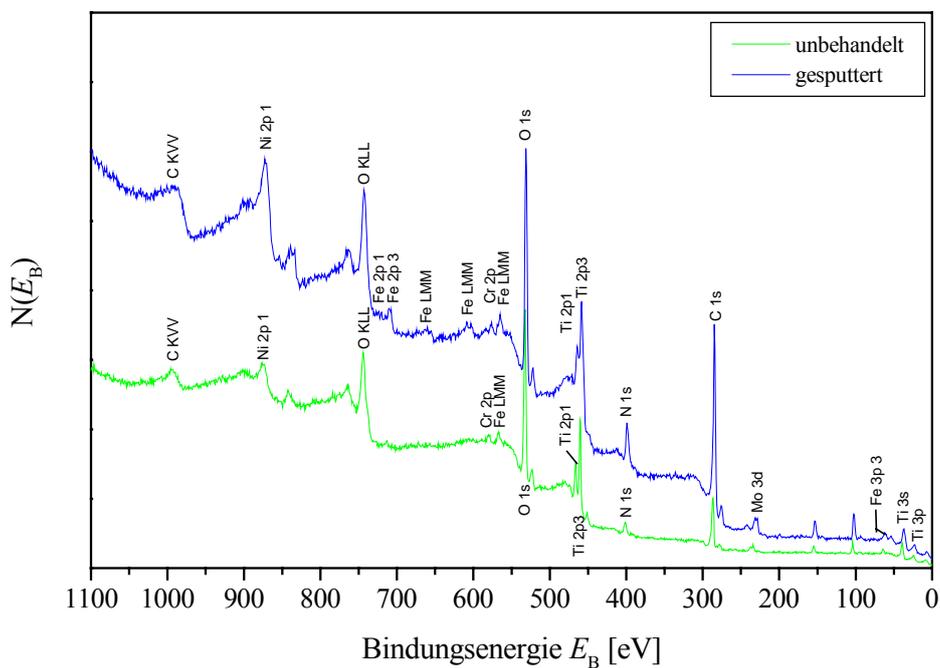


Abbildung 6.54: XPS- Spektrum der Kontaminationsschicht in der Ionenabfleckkammer im unbehandelten und im gesputterten Zustand.

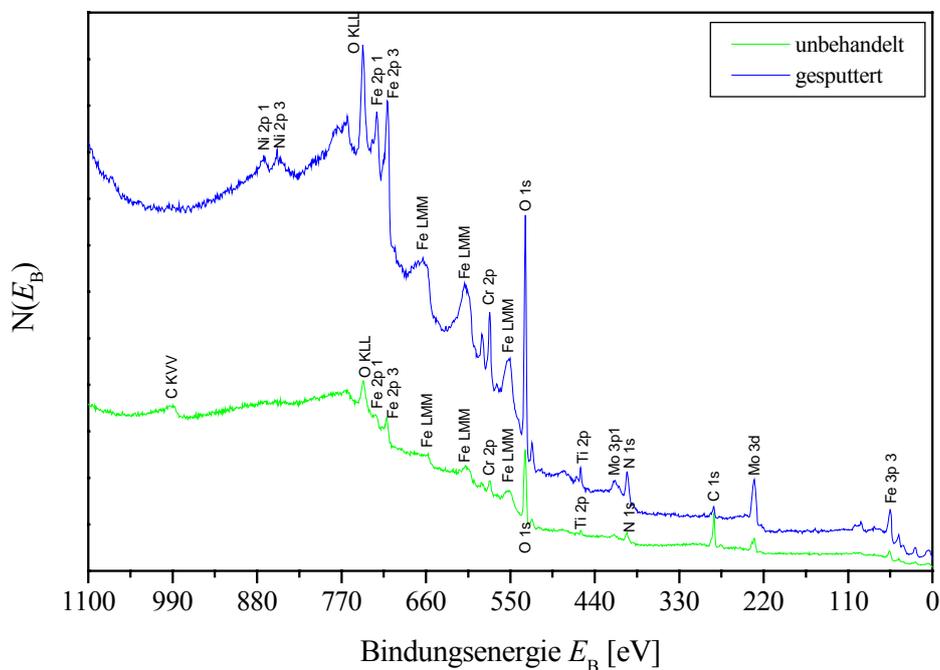


Abbildung 6.55: XPS- Spektrum der Kontaminationsschicht in der Messkammer im unbehandelten und im gesputterten Zustand.

Daraus lässt sich ableiten, dass Kohlenstoff nur oberflächennah und als Folge des Luftkontaktes beim Demontieren der Röhre auf der eigentlichen Kontaminationsschicht gebunden war. In tieferen Schichten war die Kohlenstoffkonzentration wesentlich geringer. Dieser Umstand lässt sich so deuten, dass im Entladungsraum der Messkammer offenbar nahezu keine kohlenwasserstoffhaltigen Gase oder Dämpfe gekrackt wurden. Da aber in der Restgasatmosphäre, in der die Messröhre getestet wurde, eine nachweislich hohe C_xH_y -Konzentration herrschte, müssen also alle C_xH_y -haltigen Gase bereits in der Ionenbafflekammer gekrackt worden sein. Man kann demnach das vorliegende Ergebnis der Oberflächenanalyse der verschiedenen Kontaminationsschichten so interpretieren, dass das in der Ionenbafflekammer brennende Plasma tatsächlich die Entladung in der Messkammer vor C_xH_y -Dämpfen sehr effektiv schützt. Andernfalls hätte man in den XPS-Spektren der Kontaminationsschichten in der Messkammer einen deutlich höheren Kohlenstoff-Peak C1s bis in tiefere Schichten nachweisen müssen, was nicht der Fall war. Dieser Sachverhalt ist entscheidend und von essentieller Bedeutung für das Verständnis der Funktionen der beiden unterschiedlichen Entladungszonen und **beweist** die Richtigkeit der Überlegungen zum Röhrenaufbau mit zwei getrennten Entladungskammern!

Die oben gemachten Aussagen werden auch durch die visuelle Untersuchung der Verschmutzungserscheinung an der Stabelektrode untermauert. Aus Abbildung 6.53 wird klar ersichtlich, dass der Teil der Stabelektrode, in dessen Höhe die Ionenbafflekammer positioniert war, sehr stark verschmutzt ist, während im der Mittelbereich der Elektrode, wo sich die Messkammer befand, kaum Kontaminationsschichten zu finden sind. An dieser Elektrode wurden keine XPS-Messungen vorgenommen, allerdings wird vermutet, dass die Schichtzusammensetzung eine ähnliche ist wie in der Ionenbafflekammer.

Kapitel 7

Diskussion

7.1 Zusammenfassende Betrachtungen, Auswertung der Messergebnisse

Im Rahmen der Arbeit wurde ein verbessertes Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter vom inversen Magnetron-Typ entwickelt, welches sich durch eine langzeitstabile Druckanzeige selbst unter stark kontaminationsfördernden Vakuumbedingungen (hohe C_xH_y -Partialdrücke) auszeichnet. Erreicht wurde dies durch die Verwendung zweier getrennter Entladungskammern in einem gemeinsamen Messröhrengehäuse, wobei die am Röhreneingang positionierte Entladungszone lediglich als Ionenbaffle wirkt und die weiter innen liegende Entladungszelle als eigentliches Druckmessgerät fungiert. Die mit der selbst entwickelten Kaltkathoden-Messröhre aufgenommenen Betriebskennlinien zeigen im Wesentlichen die typischen Eigenschaften eines Kaltkathoden-Ionisationsmanometers. Die Aufnahme der Betriebskennlinien erfolgte in zwei Betriebsmoden, jeweils nach den im Kapitel 5 beschriebenen Messprinzipien zur Bestimmung eines günstigen Arbeitspunktes und im Hinblick auf eine hohe Effizienz des vorgeschalteten Ionenbaffles. Als Messgrundlage dient bei dem hier vorgestellten Messröhrenkonzept lediglich der aus der Messkammer abfließende Entladungsstrom! Als günstige Betriebsparameter konnten ermittelt werden: magnetische Induktion $B = 66\text{mT}$, Ballastwiderstand $R_B = 1\text{M}\Omega$, Betriebsspannung im Tiefdruckmodus $U_A = 3500\text{V}$, im Hochdruckmodus $U_{\text{eff}} = 1500\text{V}$. Im Tiefdruckmodus zeigen die ermittelten Kalibrierkennlinien den für Kaltkathoden-Messröhren typischen Zusammenhang zwischen Entladungsstrom und Druck: $I_{K2} \sim p^n$. Hierbei variierte der Wert von n druckbereichsabhängig. Im Hochdruckmodus existiert hingegen ein wesentlich komplizierterer, nichtlinearer Zusammenhang zwischen Druck und Entladungsstrom, der aber durchaus zu Messzwecken benutzt und auch elektro-

nisch verarbeitet werden kann. Die Entladung zündet bei Wechselspannungsbetrieb nur während der positiven Halbwelle, außerdem kann die Entladung bei deutlich kleineren Spannungen als im Tiefdruckmodus betrieben werden. Dieser Fakt wurde in Hinblick auf eine geringe Kontaminationsneigung der Messröhre im oberen Vakuumbereich vorteilhaft ausgenutzt. Der Messbereich des verbesserten Vakuummeters erstreckt sich nachweislich über mindestens 7 Druckdekaden im Vakuumbereich zwischen 10^{-9} bis $3 \cdot 10^{-2}$ mbar und ist somit absolut vergleichbar mit üblichen Kaltkathoden-Messköpfen. Es wird vermutet, dass der Messbereich sogar bis in den 10^{-11} mbar-Bereich hinabreichen könnte, da die Extrapolation der I_{K2} - p -Kennlinien diesen Schluss zulassen. Eine experimentelle Untersuchung der Röhrencharakteristik im unteren UHV- oder gar im XHV- Bereich hätte einen sehr hohen technischen Aufwand erfordern, der im Rahmen dieser Arbeit nicht realisierbar war. Die Empfindlichkeit des Manometers im Tiefdruckmodus ist – ähnlich wie bei allen Kaltkathoden-Messröhren – über den gesamten Druckmessbereich nicht konstant, sondern variiert druckabhängig. Im Vakuumbereich zwischen 10^{-5} ... 10^{-4} mbar durchläuft C_{K2} einen Maximalwert, um mit weiter steigendem Druck sehr schnell abzufallen. Die Angabe einer Empfindlichkeit im Hochdruckmodus macht aufgrund des nichtlinearen I_{K2} - p -Zusammenhanges keinen Sinn. Der Einsatz einer Lochblende vor den Röhreneingang bewirkt nur im Druckbereich zwischen 10^{-6} ... 10^{-3} mbar eine merkliche I_{K2} - p -Kennlinienverschiebung infolge des in diesem Bereich größer werdenden Saugvermögens der Entladung, allerdings verlängert die Blende die Reaktionszeit des Manometers. Auch bedingt eine TiN-Beschichtung der Kathodenzyylinder keine signifikante Änderung des Kennlinienverlaufs.

Um den Vorteil der verbesserten Messröhre, nämlich deren erhöhte Langzeitmessstabilität, experimentell nachweisen zu können, wurde die Manometerröhre in einem Langzeitversuch über 1000 Stunden getestet. Um kontaminationsfördernde Vakuumbedingungen zu schaffen, wurde die Messröhre in einer stark kohlenwasserstoffhaltigen Restgasatmosphäre bei verhältnismäßig hohen Drücken im Vakuumbereich betrieben. Anhand des während der Dauermessung aufgezeichneten Entladungsstromverhaltens konnte nachgewiesen werden, dass der Entladungsstrom in der Ionenbafflekammer mit zunehmender Betriebszeit stetig abnahm, während der in der Messkammer registrierte Entladungsstrom (mit Ausnahme eines geringen Anstieges) in erster Näherung zeitlich nahezu konstant blieb. Als Ursache für die rasche Abnahme des Entladungsstroms in der Ionenbafflekammer wurde die zunehmende Verschmutzung der vordern Ionenbafflekammer angesehen. Die anschließende visuelle und oberflächenanalytische Untersuchung der Kontaminationsschichten in den beiden Entladungskammern bestätigte diesen Verdacht. Hierbei zeigte sich eine stark kontaminierte Ionenbafflekammer, während die Messkammer deutlich weniger verschmutzt war. Hieraus ließ sich bereits ableiten, dass das am Röhreneingang brennende Plasma tatsächlich die innere Entladungszone in der Messkammer vor kohlenwasserstoffhaltigen Gasen und Dämpfen effektiv schützt. Dies konnte auch mittels XPS-Analysen der Kontaminationsschichten überzeugend nachwiesen werden. Die Tatsache, dass in den Kontaminationsschichten der Messkammer nur sehr geringe Konzentrationen an Kohlenstoff gefunden wurde, scheint eindeutig darauf hinzuweisen, dass das

vorgeschaltete Baffle mit einer hohen Effizienz arbeitet. Anscheinend werden nahezu alle eintretenden kohlenwasserstoffhaltigen Gase und Dämpfe sofort im vorderen Plasma der Ionenbafflekammer gekrackt, so dass erst gar keine C_xH_y -Dämpfe in die hintere Messkammer gelangen können. Bei der Beurteilung der Effizienz der in der Ionenbafflekammer unter dem Einfluss von Elektronen- und Ionenstoß ablaufenden Polymerisationsvorgängen von Kohlenwasserstoffen muss natürlich auch berücksichtigt werden, dass im Ionenbaffle neben dem Hauptvorgang, nämlich der Zerlegung und Adsorption höhermolekularer Kohlenwasserstoffe an der Kathode, eine Reihe weiterer Prozesse im Entladungsraum wirksam werden, die sich ungünstig auf die Polymerisation auswirken. So läuft natürlich auch die Kathodenzerstäubung im Ionenbaffle ab, die eine Schichtabtragung und somit die Desorption und Reemission zuvor polymerisierter Molekülschichten begünstigt. Als weiterer gegenläufiger Prozess ist die elektro-chemische Schichtabtragung zu nennen, die durch elektrochemische Reaktionen bewirkt wird. So können z. B. auf die Polymerisatschicht auftreffende Sauerstoff- oder Wasserstoffionen mit dem Kohlenstoff der Polymerisatschicht Kohlenoxyde bzw. leichte Kohlenwasserstoffe bilden, die als gasförmige Produkte wieder entweichen. Diese gegenläufigen Prozesse lassen sich generell nicht vermeiden und vermindern natürlich die Wirksamkeit des Baffles teilweise wieder. Die sich im Ionenbaffle einstellende Zusammensetzung der Schicht und die Effektivität der Falle ist deshalb durch das Gleichgewicht zwischen allen das Schichtwachstum fördernden Prozesse einerseits – sowie den letzteren entgegenlaufenden Vorgängen andererseits – gegeben. Somit ist zu verstehen, weshalb sich die Kontaminationsschicht in der Ionenbaffle-Kammer nicht nur aus Kohlenstoff und Kohlenstoffpolymerisaten zusammensetzt, sondern zu großen Teilen auch aus abgesputtertem Material der Entladungselektroden. Dennoch konnte anhand des generellen Nachweises einer erhöhten Kohlenstoffkonzentration in der Kontaminationsschicht der Ionenbafflekammer bewiesen werden, dass der Polymerisationseffekt offenbar der dominierende Effekt ist, der tatsächlich eine „Reinigung“ der in die Messröhre eintretenden C_xH_y -Gase und Dämpfe bewirkt. In der Messkammer konnten hingegen nur Kontaminationsschichten festgestellt werden, die fast ausschließlich durch Sputtererosion zustande kamen. Aufgrund der schützenden Wirkung des Eingangsplasmas vor Kohlenstoffablagerungen im Messraum konnten die Eichkennlinien in beiden Betriebsmoden nach dem Langzeiteinsatz der Messröhre mit einer Druckdosis von $D \approx 3,5 \text{ mbar}\cdot\text{h}$ mit einer überraschend hohen Genauigkeit reproduziert werden. Die Abweichungen der gemessenen Ströme und Empfindlichkeiten lagen im Vergleich zu den Ausgangswerten im gesamten Messbereich bei unter 50%! Da Kaltkathoden-Ionisationsmanometer aber in aller Regel ohnehin (auch im Neuzustand) nur mit einer Messgenauigkeit von $\pm 30\%$ messen (vgl. Kapitel 2), ist der Messgenauigkeits- bzw. Empfindlichkeitsverlust nach einer derart hohen Druckdosis zwar nicht gänzlich vernachlässigbar, aber dennoch verhältnismäßig klein.

Als weitere Nachweismöglichkeit für die hohe Zuverlässigkeit der vorgeschlagenen Messröhrenkonzeptes wurden zusätzlich die Zündverzögerungszeiten vor und nach dem Langzeittestbetrieb ausgewertet. Obwohl sich die totalen Zündverzögerungszeiten nach dem Langzeiteinsatz im Vergleich zu den ursprünglichen Werten

etwa verdoppelten (teilweise sogar verdreifachen), konnte jedoch zu keiner Zeit ein vollständiges Ausbleiben der Entladung beobachtet werden. Trotz des Fehlens einer speziellen Zündhilfe und der nachweislich stark kontaminierten Ionenbafflekammer weist die Messröhre selbst nach einer verhältnismäßig hohen Druckdosis noch ein sicheres Zündverhalten auf. Die o.g. Resultate lassen vermuten, dass die Messröhre einer Druckdosis von bis zu $D \approx 5 \text{ mbar}\cdot\text{h}$ standhalten könnte, ohne dass sie während ihres Betriebes gereinigt werden müsste! Oder mit anderen Worten ausgedrückt: Wird die Messröhre beispielsweise in einem Isolationsvakuum eines Beschleunigerrings betrieben, in dem üblicherweise konstante mittlere Drücke um 10^{-5} mbar herrschen, dann ließe sich die Röhre mit einer nahezu konstanten Messgenauigkeit rein rechnerisch über 500.000 Stunden (oder knapp 60 Jahre) dauerhaft einsetzen.

7.2 Fehlerbetrachtungen, Genauigkeit der Messergebnisse

An dieser Stelle soll hier nun kurz auf generelle Fehlerquellen und deren Einfluss auf die Genauigkeit der Messergebnisse eingegangen werden.

Die Druckanzeigen der am Kalibrierpumpstand CS 1001 eingesetzten Referenzdruck- Messgeräte sind mit unterschiedlich großen Fehlern behaftet. Während das für den Hoch- und Ultrahochvakuumbereich eingesetzte BAYARD- ALPERT- Messsystem IE 414 mit dem Netzgerät IM520 einen etwa 10%igen Fehler des Anzeigenwertes aufweist, besitzen die Baratronmesssysteme zur messtechnischen Erfassung der Drücke im Fein- und Grobvakuumbereich nach Herstellerangaben nur einen Messfehler von $\pm 0,5 \%$ des Anzeigenwertes. Die Fehlerangaben beziehen sich auf die Hauptmessbereiche, so dass die Fehlerwerte an den Messbereichsgrenzen der Referenzgeräte geringfügig größer sein dürften. Da zur Kalibrierung und Rekalibrierung der entwickelte Kaltkathoden- Ionisationsmanometer- röhre ein weiter Druckbereich erfasst werden musste, war es unumgänglich, den gesamten Messbereich der Vakuummeter zu nutzen, wodurch gerade an den Messbereichsgrenzen der Referenzmanometer größere Fehler auftraten. Es wird daher einheitlich eine Abweichung von $\pm 15 \%$ zwischen gemessenem und dem tatsächlich im Rezipienten herrschendem Druck angesetzt. Bei der Kalibrierung der Kaltkathoden-Messröhre wurde insbesondere darauf geachtet, dass die Vorschriften zur Kalibrierung eines Vakuummessgerätes entsprechend DIN 28418 - Teil 2 eingehalten werden. So wurden beispielsweise vor jeder Kalibriermessung die vom Hersteller empfohlenen Einlaufphasen der Referenzmanometer (sog. „Warm-Up-Perioden“) eingehalten, um temperaturbedingte Messfehler weitestgehend zu vermeiden. Die Kalibriermessungen fanden außerdem stets bei annähernd konstanten Umgebungstemperaturen von 23°C statt. Ferner wurde das Kaltkathoden-Ionisationsmanometer am Kalibrierpumpstand so installiert werden, dass dessen magnetisches Streufeld oder gar elektrische Ladungsträger aus dessen Entladungsstrecke nicht den Betrieb der angeschlossenen Referenz-Manometer, insbe-

sondere den des BAYARD-ALPERT-Manometers, hätten beeinträchtigen können. Ungenauigkeiten in der Druckmessung, die von unterschiedlichen Montagelagen der Referenzmanometer herrühren könnten, wurden hier als vernachlässigbar klein angenommen.

Das Druckmesssignal des während des Langzeittests eingesetzten Wärmeleitungsmanometers TR 301 (Wärmeleitungsmanometer mit konstanter Drahttemperatur) ist lt. Herstellerangaben im gesamten Druckbereich unterhalb von 1 mbar mit einem Messfehler von $\pm 15\%$ des angezeigten Messwertes behaftet. Ferner muss bei der Bewertung der Messergebnisse hinsichtlich ihrer Genauigkeit darauf hingewiesen werden, dass die Druckanzeige des Wärmeleitungsmanometers auf N_2 geeicht war. Aufgrund der verhältnismäßig hohen C_xH_y -Konzentration in der speziell generierten Gasatmosphäre des Testrezipienten muss also mit einem deutlich größerem Fehler in der Druckanzeige gerechnet werden. Aufgrund der geringen Empfindlichkeit des PIRANI-Messkopfes im Druckbereich zwischen $10^3 \dots 10^2$ mbar betrug die maximale Auflösung der Druckanzeige nur $5 \cdot 10^{-4}$ mbar, was zur Folge hatte, dass Druckänderungen im Rezipienten während der Langzeituntersuchung nur stufenweise erfasst wurden (vgl. Abbildung 6.44). Da jedoch das Manometer nur zur Überwachung der Druckverhältnisse, nicht jedoch zur exakten Druckmessung während der Langzeitmessung dienen sollte, war dessen Einsatz im o.g. Druckbereich mit seiner ausreichenden Messgenauigkeit gerechtfertigt. Die Langzeitmessstabilität des PIRANI-Messensors wurde zunächst als konstant vorausgesetzt, obwohl auch hier kritisch hinterfragt werden musste, ob die kohlenwasserstoffhaltige Gasatmosphäre, bei der die Kaltkathoden-Messröhre dauerbetrieben wurde, auch die Druckanzeige des Wärmeleitungsmanometers durch Kontaminationen des Heizdrahtes beeinflusst haben könnte. Derartige Kontaminationseffekte sind auch bei diesen Vakuummetertypen bekannt und konnten daher nicht unbedingt ausgeschlossen werden. Erst eine nach ihrem Einsatz durchgeführte Rekalibrierung des PIRANI-Messkopfes mit einem kalibrierten Kapazitätsvakuummeter konnte diese Bedenken ausräumen. Die Kalibrierkurve änderte sich erstaunlicherweise nur in sehr geringen und für Wärmeleitungsmanome-

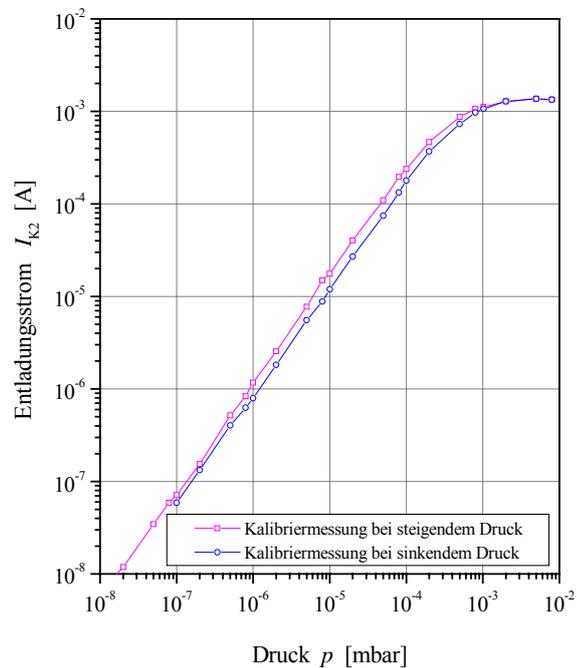


Abbildung 7.1: Hystereseeffekte bei der I_{k2} - p -Charakteristik der Messröhre (Bauform (2)) für N_2 bei optimierten Betriebsparametern. Trotz gleicher Betriebsparameter zeigen sich Abweichungen im Kurvenverlauf, je nachdem, ob bei steigendem oder fallendem Druck kalibriert wurde.

ter durchaus üblichen Messgenauigkeitsgrenzen.

Die zur Spannungs- und Strommessung eingesetzten Geräte lieferten im Vergleich zu den Druckmessgeräten so kleine Fehler in den Messwerten, dass ihr Einfluss auf die Messwertaufnahme nahezu unberücksichtigt bleiben kann.

Für die zahlreichen Entladungsstrom-Druck-Charakteristiken zeigte sich im Allgemeinen eine gute Reproduzierbarkeit. Ausnahmen bildeten hier lediglich die Messungen der I_{K2} - p -Charakteristiken der Röhre bei Verwendung des aus vier Magnetringen bestehenden Magnetpaketes. Die hierbei aufgetretenen Entladungsstromschwankungen ließen kaum reproduzierbare Messwerte zu. Mit Ausnahme der Anordnung mit 4 Magnetringen können daher die nichtsystematischen Fehler generell als klein angesehen werden. Die Reproduzierbarkeit der aufgenommenen Röhrencharakteristiken lag im Mittel bei etwa $\pm 20\%$, einem für Kaltkathoden-Ionisationsmanometer durchaus typischen Wert. Abbildung 7.1 zeigt beispielhaft eine I_{K2} - p -Kennlinie der Kaltkathoden-Messröhre in Bauausführung (2), die bei konstanten Betriebsparametern einmal bei steigendem und einmal bei fallendem Druck aufgenommen wurde. Man erkennt deutlich Hystereseeffekte, deren Ursache vermutlich in der Gasbelegung der Kathoden zu suchen ist. Es wird angenommen, dass die Elektronenemission von einer gasbedeckten Kathode im Vergleich zu einer nahezu adsorbatfreien Kathode (Potenzialemissionsänderung durch Gasbelegung, vgl. dazu [2.65]) deutlich vermindert ist, so dass auch der registrierte Entladungsstrom während der Kennlinienaufnahme bei fallendem Druck kleiner ist als bei steigendem Druck.

7.3 Ausblick

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, experimentell nachzuweisen, dass es mithilfe einer veränderten Elektrodenkonfiguration und durch die geschickte Wahl der Betriebsparameter auf einfachem Wege möglich ist, die Verschmutzungsanfälligkeit von Kaltkathoden-Messköpfen auch unter kontaminationsfördernden Vakuumbedingungen von vornherein gering zu halten. Dieser Nachweis konnte mit dem vorgestellten inversen Doppelmagnetron-Manometer eindrucksvoll erbracht werden. Allerdings blieb der erhoffte Effekt einer Selbstreinigung der Elektroden durch den wechselseitigen Beschuss der Elektroden mit Ionen durch Anlegen einer AC-Hochspannung an die Stabelektrode aus, da die Entladung in der vorliegenden Elektrodenkonfiguration bei vertauschter Polarität der Stabelektrode erst bei sehr hohen Drücken zündete. Um den Zündstartpunkt der Entladung im Wechselspannungsmodus zu kleineren Drücken hin zu verschieben, müsste entsprechend der TOWNSENDschen Zündbedingung die Elektronenausbeute an der Kathode vergrößert werden. Nur durch diese Maßnahme lässt sich auch bei vertauschten Elektrodenfunktionen eine Kaltkathoden-Entladung bei niedrigeren Drücken im Vakuumbereich zünden. Da im Wechselspannungsmodus die

Stabelektrode während der negativen Halbwelle als Kathode wirkt, müsste deren verhältnismäßig kleine Oberfläche deutlich vergrößert werden. Dies ließe sich einerseits durch eine Vergrößerung des Durchmessers oder durch eine Oberflächenstrukturierung der Stabelektrode (z. B. sternförmiger Elektrodenquerschnitt) erreichen. Deutlich effektiver erscheint jedoch die Methode, die die Stabelektrode umgebene kompakte Zylinderelektrode mit Endflächen durch eine Elektrodenanordnung zu ersetzen, deren elektrisch getrennte Elektrodenkomponenten wiederum einen (fast) geschlossenen Entladungstraum bilden. Dieser wird dann aus einer Boden-, einer Deckel- und einer umhüllenden Zylinderelektrode gebildet. Abbildung 7.2 zeigt den Verbesserungsvorschlag. Entsprechend des dargestellten Verschaltungsvorschlages wirken bei positiv vorgespannter Stabelektrode Boden-, Deckel- und Zylinderelektrode gemeinsam als großflächige Kathode (das entspricht dem klassischen Prinzip des inversen Magnetrons). Bei negativ vorgespannter Stabelektrode kann die effektive Kathodenoberfläche dadurch vergrößert werden, dass man die Boden- und Deckelelektrode zusätzlich als Kathode verschaltet, und nur die umhüllende Zylinderelektrode als Anode fungieren lässt (Prinzip des „normalen“ Magnetrons, vgl. Abschnitt 2.2.4).

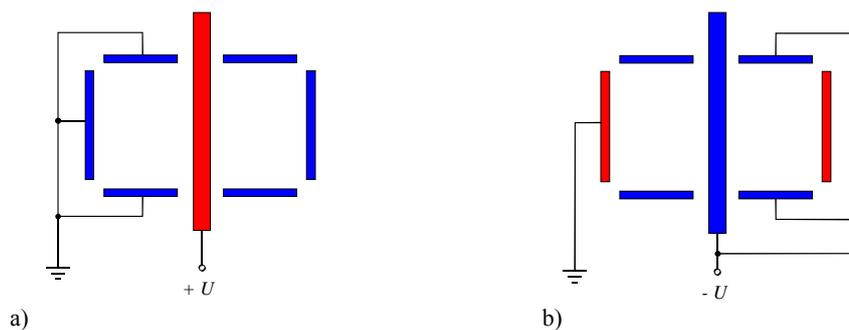


Abbildung 7.2: Vorschlag für eine segmentierte Elektrodenstruktur der Messkammer des vorgeschlagenen Kaltkathoden- Ionisationsmanometers, schematisch. Rot – als Anode verschaltet, Blau – als Kathode verschaltet. a) Verschaltungsvariante bei positiv vorgespannter Stabelektrode, b) Verschaltungsvariante bei negativ vorgespannter Stabelektrode.

Durch die Vertauschung der Elektrodenfunktionen müsste man bei beiden Polaritäten das Zünden einer Entladung in der Messraum bei hinreichend kleinen Vakuumdrücken erreichen, so dass der angedachte Selbstreinigungseffekt durch gegenseitiges Abspüttern der Entladungskammerelektroden gerade bei höheren Drücken effektiv ablaufen könnte. Die vorgeschlagene Segmentierung der Zylinderelektrode ist natürlich nur für die Messkammer sinnvoll, da hier nachweislich sputterbedingte Kontaminationsschichten auf den Oberflächen abgeschieden werden. Der Übergang von der geschlossenen Zylinderelektrode in separate Elektrodenkomponenten verändert keineswegs die Funktionsweise der Messröhre, lediglich der konstruktive Aufbau der Entladungskammern und die dann zusätzlich notwendig werdenden elektrischen Durchführungen würden dem Messröhrenaufbau aufwendiger gestalten als die klassischen Röhrengemetrie.

Kapitel 8

Literaturverzeichnis

- [1.1] Penning, F. M.:
Dt. Patent, Nr.: DE 716.721 (1936)
- [1.2] Cruikshank, P.; Engelmann, G.; Koelemeijer, W.; Kos, N.;
Mathewson, A.G.:
Vacuum **48** (1997), 759
- [1.3] Technical Report: Zukunftsprojekt FAIR-SIS100/300
Gesellschaft für Schwerionenforschung Darmstadt (2005), unveröffentlicht
- [1.4] Laurent, J.-M.: persönliche Mitteilung
CERN, Genf (2005)
- [1.5] Kalkofen, B.:
*Untersuchungen der Eigenschaften von Vakuummessgeräten hinsichtlich
ihres Einsatzes in speziellen Anlagen der Kernphysik*
Diplomarbeit, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, CERN (1997)
- [1.6] Cruikshank, P.; Rousselin, A.; Saban, R.:
LHC- CRI Technical Note 98-04(1998)
LHC-VAC Technical Note 98-02 (1998)
- [1.7] Reid, R. L.; DeWitt, W. D.; Gibbon N. C.:
J. Vac. Sci. Technol. **6** (1969), 217
- [1.8] Schneider, G.; Laurent, J. M.; Kos, N.:
Vacuum Technical Note 95-25, CERN (1995)
- [1.9] Wilfert, St.; Schindler, N.; Edelman, Chr.:
*Investigations of vacuum gauges concerning their applicability in the
insulation vacuum system of the future LHC*
Forschungsbericht (unveröffentlicht)
CERN, Europäisches Kernforschungszentrum Genf, Schweiz (2001)
- [1.10] Wilfert, St.; Schindler, N.:
Appl. Phys. **A 78** (2004), 663-666
- [1.11] Schindler, N.; Wilfert, St.:
Appl. Phys. **A 78** (2004), 691-694

- [2.1] Penning, F. M.:
Physica **3** (1936), 873-894
- [2.2] Penning, F. M.:
Physica **4** (1937), 71-75
- [2.3] Penning, F. M.:
Philips Techn. Rev. **2** (1937), 201
- [2.4] Penning, F. M.:
Deutsches Patent, Nr.: DE 716.721 (1936)
- [2.5] Haefer, R.:
Acta Phys. Austr. **9** (1954/55), 200-215
- [2.6] Edelman, Chr.:
Vakuumphysik
Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg · Berlin (1998)
- [2.7] Vermandé, M. J. :
Le Vide **38** (1952), 1145-1152
- [2.8] Bredner, R. :
Der Elektrotechniker **2** (1950), 239 - 240
- [2.9] Bobenrieth, M. A.:
Le Vide **8** (1953), 1302 -1304
- [2.10] Conn, G. K. T., Daghish, H. N.:
Vacuum **3(1)** (1953), 24-34
- [2.11] Conn, G. K. T., Daghish, H. N.:
Vacuum **4(2)** (1954), 136-146
- [2.12] Leck, J. H.; Riddoch, A.:
Brit. Journ. Appl. Phys. **7** (1956), 153-155
- [2.13] Moesta, H.:
Z. Angew. Phys. **8(12)** (1956), 589-603
- [2.14] Bayard, R. T.; Alpert, D.:
Rev. Sci. Instrum. **21** (1950), 571
- [2.15] Hseuh, H. C., Jiang, W. S., Mapes, M.:
J. Vac. Sci. Technol. **A12(4)** (1994), 1722-1726
- [2.16] Conn, G. K. T., Daghish, H. N.; Hogg, A.:
Vacuum **3&4** (1957-58), 72-79
- [2.17] Ishikawa, K.:
J. Vac. Sci. Technol. **6** (1969), 343-344
- [2.18] Young, J. R.; Hession, F. P.:
Trans. 10th Nat. Vacuum Symp., New York (1963), 324-237
- [2.19] Young, J. R.:
J. Vac. Sci. Technol. **3(6)** (1966), 345-349
- [2.20] Bryant, P. J.; Gosselin, C. M.:
J. Vac. Sci. Technol. **3(6)** (1966), 350-351
- [2.21] Lange, W. J.; Singleton, J. H.; Eriksen, D. P.:
J. Vac. Sci. Technol. **3(6)** (1966), 338-344
- [2.22] Pakulin, V. N.:
PTE **1**(1985), 175-176 (in Russisch)

- [2.23] Picard, R. G.:
US- Patent, Nr.: US 2.490.468 (1949)
- [2.24] Perret, W. R.; Davis, Th.:
US- Patent, Nr.: US 2.506.431 (1949)
- [2.25] Lawrence, J. W.; Hossfeld, R. F.:
US- Patent, Nr.: US 3.447.072 (1969)
- [2.26] Herrwerth, P.; Reich, G.:
US- Patent, Nr.: US 3.379.967 (1968)
- [2.27] Haefer, R.:
Acta Phys. Austr. **7** (1953), 52-90
- [2.28] Haefer, R.:
Acta Phys. Austr. **7** (1953), 251-277
- [2.29] Haefer, R.:
Acta Phys. Austr. **9** (1954), 213-224
- [2.30] Hobson, J. P.; Redhead, P. A.:
Canad. J. Phys. **36** (1958), 271-288
- [2.31] Lafferty, J. M.:
Foundations of vacuum science and technology
J. Wiley & Sons, Inc. (1988)
- [2.32] Kendall, B. R. F.; Drubetsky, E.:
J. Vac. Sci. Technol. **A18** (4) (2000), 1724-1729
- [2.33] Mennenga, H.; Schaedler, W.:
Proc. 4th Intern. Vacuum Congress (1968), 656-660
- [2.34] Wilberg, R.; Müller, H.- G.; Mehlig, G.; Hofmann, W.; Engelmann, P.;
Thorandt, H.:
DDR- Wirtschaftspatent, Nr. DE 48.714 (1965)
- [2.35] Lethbridge, P. G.:
EP- Patent, Nr.: EP 0 516 422 A2
- [2.36] Holme, A. E.; Quader, W. A.:
EP- Patent, Nr. EP 1 039 285 A2
- [2.37] Ničiporovič, G. A.:
PTE **5** (1966), 186-188 (in Russisch)
- [2.38] Ničiporovič, G. A.:
PTE **6** (1966), 150-154 (in Russisch)
- [2.39] Lethbridge, P. G.; Asl, M. R.:
40th Annual Symp. of the American Vacuum Society, Orlando (1993)
- [2.40] Drubetsky, E.; Taylor, D. R.:
US- Patent, Nr. US 5.568.053 (1996)
- [2.41] Beck, A. H.; Brisbane, A. D.:
Vacuum **2**(2) (1952), 137-146
- [2.42] Redhead, P. A.:
Canad. J. Phys. **37** (1959), 1260-1271
- [2.43] Bryant, P. J.; Longley Jr., W. W.; Gosselin, C. M.:
J. Vac. Sci. Technol. **3**(2) (1965), 62-67
- [2.44] Ničiporovič, G. A.; Khanina, I. F.:
Proc. 4th Intern. Vacuum Congress (1968), 666-670

- [2.45] Ničiporovič, G. A.; Khanina, I. F.:
PTE **1** (1968), 156-159 (in Russisch)
- [2.46] Ničiporovič, G. A.; Khanina, I. F.:
PTE **5** (1968), 232 (in Russisch)
- [2.47] Kreisman, W. S.:
Deutsche Offenlegungsschrift, Nr. DE 1.473.445 (1969)
- [2.48] Pelz, D.; Newton, G.:
J. Vac. Sci. Technol. **4(5)** (1967), 239-245
- [2.49] Torney Jr., F. L.; Freakes, F.:
Rev. Sci. Instrum. **34(9)** (1963), 1041-104
- [2.50] Davis, W. D.:
J. Vac. Sci. Technol. **6(1)** (1968), 85-88
- [2.51] Johnson, F. S.; Carroll, J. M.:
J. Vac. Sci. Technol. **9(1)** (1971), 450-456
- [2.52] Lassiter, W. S.:
J. Vac. Sci. Technol. **6** (1969), 418-419
- [2.53] Vesel, A.; Mozetic, M.:
Vacuum **67** (2002), 629-633
- [2.54] Vesel, A.; Mozetič, M., Zalar, A.:
Vacuum **71** (2003), 225-228
- [2.55] Vesel, A.; Mozetič, M.:
Vacuum **73** (2004), 281-284
- [2.56] Vesel, A.; Mozetic, M.; Zumer, M.; Zajec, B.:
Vacuum **78** (2005), 13-17
- [2.57] Vesel, A.; Mozetič, M.:
Vacuum **80** (2005), 253-257
- [2.58] Redhead, P. A.; Hobson, J. P.; Kornelsen, E. V.:
The physical basis of ultrahigh vacuum
American Institute of Physics (AIP), New York (1993)
- [2.59] Woods, R. O.:
J. Vac. Sci. Technol. **10(3)**, (1973), 433-435
- [2.60] Humphries, S. Jr.; Hwang, Ch.:
Rev. Sci. Instrum. **55(10)** (1984), 1663-1665
- [2.61] Nicolaescu, D.; Filip, V.; Okuyama, F.:
Ultramicroscopy **73** (1998), 129-137
- [2.62] Nicolaescu, D.; Filip, V.; Okuyama, F.:
Appl. Surf. Sci. **126** (1998), 292
- [2.63] Nicolaescu, D.; Filip, V.:
Eur. Phys. J. AP **10** (2000), 33-42
- [2.64] Kaminsky, M.:
Atomic and ionic impact phenomena on metal surfaces
Springer Verlag Berlin · Heidelberg · New York (1965)
- [2.65] Hagsturm, H. D.:
Phys. Rev. **89** (1953), 244
Phys. Rev. **96** (1954), 325
Phys. Rev. **104** (1956), 672

- [2.66] Kapzow, N. A.:
Elektrische Vorgänge in Gasen und im Vakuum
Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin (1955)
- [2.67] Jepsen, R. L.:
Le Vide **14** (1959), 80-94
- [2.68] Smirnitskaya, G. V.; Nguen-Khyn Ti:
Sov. Phys. Tech. Phys. **14** (1969), 522 (in Russisch)
- [2.69] Schuurman, W.:
Physica **36** (1967), 136-160
- [2.70] Hooper, E. B.:
Adv. Electron **27** (1969), 295-343
- [2.71] Bălăceanu, M.; Popovici, C.:
St. Cerr. Fiz. Tom **29(10)** (1977), 1057-1076
- [2.72] Schuurman, W.:
Physica **43** (1969), 513-516
- [2.73] Jepsen, R. L.:
J. Appl. Phys. **32(12)** (1961), 2619-2626
- [2.74] Reykhrudel, E. M.; Smirnitskaja, G. V.; Nguen-Khyn Ti:
Proc. 8th Intern. Conf. Phenomena Ionized Gases; Wien (1967), 187
- [2.75] Knauer, W.:
J. Appl. Phys. **33(6)** (1962), 2093-2099
- [2.76] Swingler, D. L.:
Proc. 8th Int. Vacuum Congress, Cannes (1980), Vol. 2, 238-241
- [2.77] Redhead, P. A.:
Vacuum **38 (8-10)** (1988), 901-906
- [2.78] Reykhrudel, E. M.; Sheretov, E. P.:
Radio Eng. Elect. Phys. **3** (1966), 449 (in Russisch)
- [2.79] Kervalishvili, N. A.; Kortkhondzhiya, V. P.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **10** (1966), 1682 (in Russisch)
- [2.80] Popov, Y. S.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **12** (1967), 81 (in Russisch)
- [2.81] Reykhrudel, E. M.; Smirnitskaja, G. V.; Nguen-Khyn Tee:
Sov. Phys. Tech. Phys. **14** (1969), 789 (in Russisch)
- [2.82] Chumenkov, V. P.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **21** (1976), 710 (in Russisch)
- [2.83] Reykhrudel, E. M.; Smirnitskaja, G. V.; Egiazaryan, G. A.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **18** (1973), 83 (in Russisch)
- [2.84] Lamont, L. T.:
Proc. 4th Intern. Vacuum Congress (1968), 345-348
- [2.85] Backus, J.:
Characteristics of electrical discharges in magnetic fields
Mc GrawHill, New York (1949), Kap. 11
- [2.86] Bohm, D.:
National Nuclear Energy Series **1,5** (1949), 77ff und 173ff
- [2.87] Bedienungsanleitung für
Kaltkathoden- Messröhre IKR 250 (Pfeiffer Vacuum)

- [2.88] Jouston, K. (Hrsg.):
Wutz Handbuch Vakuumtechnik - Theorie und Praxis
Vieweg Verlag Wiesbaden (2004)
- [2.89] Li, D.; Jouston, K.:
J. Vac. Sci. Technol. **A21** (2003), 937-946
- [2.90] Edelmann, Chr.:
Vakuumphysik und -technik
Akademische Verlagsgesellschaft Geest&Portig K. G. (1978)
- [2.91] Brown, E; Leck, J. H.:
Brit. J. Appl. Phys. **6** (1955), 161
- [2.92] Jepsen, R. L.:
Proc. 4th Intern. Vacuum Congress (1968), 317-324
- [2.93] Hartwig, H.; Kouptsidis, J. S.:
J. Vac. Sci. Technol. **11** (1974), 1154
- [2.94] Reykhrudel, E. M.; Smirnitskaja, G. V.; Borinsenko, A. E.:
Radiotekh. Elektron **1** (1956), 253 (in Russisch)
- [2.95] Hall, L. D.:
Rev. Sci. Instrum. **29** (1958), 367
- [2.96] Hseuh, H. C.; Jiang, W. S.; Mapes, M.:
J. Vac. Sci. Technol. **A13(3)** (1995), 531-535
- [2.97] Leck, J. H.:
J. Sci. Instrum. **30** (1953), 271
- [2.98] Barnes, G.; Gaines, J.; Kees, J.:
Vacuum **12** (1962), 141
- [2.99] Rhodin, T, N; Rovner, L. H.:
Trans. 7th Nat. Symp. Vac. Technol. (1960), 228
- [2.100] Kornelsen, E. V.:
Trans. 7th Nat. Symp. Vac. Technol. (1960), 29
- [2.101] Li, D.; Jouston, K.:
Vacuum **70** (2003), 531-541
- [2.102] Mukugi, K.; Tsuchidate, H.; Oishi, N.:
Vacuum **44(5-7)** (1993), 591-593
- [2.103] Lassiter, W. S.:
J. Vac. Sci. Technol. **5(5)** (1968), 147-151
- [2.104] Limp, H.:
Deutsches Patent, Nr. DE 30 47 744 (1982)
- [2.105] Power, B. D.; Priestland, C. R. D.:
Britisches Patent, Nr. GB 1.535.314 (1978)
- [2.106] Hayashi, C.:
J. Vac. Sci. Technol. **3** (1966), 286-287
- [2.107] Kendall, B. R. F.; Drubetsky, E.:
J. Vac. Sci. Technol. **A14(3)** (1996), 1292-1296
- [2.108] Welch, K. M., Smart, L. A.; Todd, J.:
J. Vac. Sci. Technol. **A14(3)** (1996), 1288-1291
- [2.109] Peacock, R. N.; Peacock, N. T.:
Deutsches Patent, Nr. DE 42 07 906 A1 (1992)

- [2.110] Datenblätter
Kaltkathoden- Messköpfe IKR 070, IKR 251, IKR 250
PFEIFFER VACUUM, Asslar
- [2.111] Limp, H.:
Deutsches Patent, Nr. DE 1.648.352 (1967)
- [2.112] Limp, H.:
Deutsches Patent, Nr. DE 36 42 670 A1 (1988)
- [2.113] Baptist, R.; Bachalet, F.:
Vacuum **48(11)** (1997), 947-951
- [2.114] Baptist, R. :
US- Patent, Nr.: US 5.767.629 (1998)
- [2.115] Küster, G.; Große-Bley, W.:
Deutsches Patent, Nr.: DE 197 17 263 A1 (1998)
- [2.116] Knauer, W.; Fafarman, A.; Poeschel, R. L.:
Appl. Phys. Letters **3(7)** (1963), 111-112
- [2.117] Hoh, F. C.:
Physics Fluids **6(8)** (1963), 1184-1191
- [2.118] Redhead, P. A.:
Canad. J. Phys. **43** (1965), 1001-1014
- [2.119] Lange, W. J.:
J. Vac. Sci. Technol. **7(1)** (1969), 228-232
- [2.120] Worrell, F. T. :
Rev. Sci. Instrum. **34(12)** (1963), 1384-1384
- [2.121] Kervalishvili, N. A.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **13** (1968), 476 (in Russisch)
- [2.122] Kervalishvili, N. A.; Kortkhondzhiya, V. P.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **18** (1974), 1203 (in Russisch)
- [2.123] Kervalishvili, N. A.; Kortkhondzhiya, V. P.; Machabeli, G. Z.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **20** (1975), 572 (in Russisch)
- [2.124] Thomas Jr., S. R.; Goerz, D. A.; Pickles, W. L.:
J. Vac. Sci. Technol. **A4(3)** (1986), 1736-1739
- [2.125] Peacock, R. N.; Peacock, N. T.:
J. Vac. Sci. Technol. **A8(3)** (1990), 2806-2809
-
- [3.1] Akasishi, K.:
J. Vac. Sci. Technol. **8** (1971), 658-660
- [3.2] Jepsen, R. L.:
Le Vide **14** (1959), 80
- [3.3] Smentkowski, V. S.:
Progr. Surf. Sci. **64** (2000), 1-58
- [3.4] Young, J. R.:
J. Vac. Sci. Technol. **5(4)** (1968), 102-104
- [3.5] Rudnitskii, E. M.:
Zh. Tekhn. Fiz. **37** (1968), 927-931

- [3.6] Smirnitskaja, G. V.; Nguen-Khyn Tee:
Proc. 4th Intern. Vacuum Congress (1968), 356-360
- [3.7] Jepsen, R. L.:
Proc. 4th Intern. Vacuum Congress (1968), 317-324
- [3.8] Bächler, W.:
Vak. Techn **17**(3) (1968), 59
- [3.9] Andrews, D.:
Proc. 4th Intern. Vacuum Congress (1968), 325-331
- [3.10] Vesel, A.; Mozetič, M., Zalar, A.:
Appl. Surf. Sci. **246** (2005), 126-131
- [3.11] Lempicki, A.:
J. Sci. Instrum. **32** (1955), 221
- [3.12] Baglin, V.; Bojko, J.; Gröbner, O.; Henrist, B.:
Proc. EPAC 2000, Wien, Österreich, 217-221
- [3.13] Grasenick, F.; Haefer, R. A.:
Monatsh. Chemie **83** (1952), 1069
- [3.14] Christy, R. W.:
J. App. Phys. **31** (1960), 1680
- [3.15] Harkins, W. D.:
Trans. Farady Soc. **30** (1934), 221
- [3.16] Eisenhut, O.; Conrad, R.:
Trans. Farady Soc. **30** (1934), 215
- [3.17] Pintassilgo, C. D.; Loureiro, J.; Cernogora, G; Touzeau, M.:
Plasma Sources Sci. Technol. **8** (1999), 463-478
- [3.18] Haefer, R. A.:
Acta Physica Austriaca **9** (1954), 1
- [3.19] Möllenstedt, G.; Hubig, W.:
Optik **11** (1954), 528
- [3.20] Haefer, R. A.:
Trans. 8th National Vacuum Symposium & 2nd International Vacuum
Congress (1961), 1346
- [3.21] Haefer, R. A.; Mohamed, A. A.:
Acta Physica Austriaca **11** (1957), 193
- [3.22] Klemperer, O. E. H.:
Britisches Patent, Nr.: GB 555 134 (1943)
- [3.23] Peacock, R. N.; Peacock, N. T.:
US-Patent, Nr.: US 4 967 157
- [3.24] Conn, G. K.; Daghish, H. N.:
J. Sci. Instrum. **31** (1954), 433 – 434
- [3.25] Takeshi, K. :
Japanisches Patent, Nr.: JP 4.158.234 (1992)
- [3.26] O'Neal, C. D.:
US- Patent, Nr.: US 4.000.457 (1976)
- [3.27] Kageyama, K.; Utsunomiya, S.:
US- Patent, Nr.: US 3.872.377 (1975)
Britisches Patent, Nr.: GB 1.380.094 (1975)

- [3.28] Grigorév, A. M.:
Proc. 4th Int. Vacuum Congr. (1968), 671
- [3.29] Cherenshchykov, S. A.:
Vacuum **73** (2004), 285-289
- [3.30] Pakulin, V. N.:
Izmeritelnaja Tekhnika, **1** (1984), 36
- [3.31] Tallon, J. A. F.; Gontero, G. M.; Annency, H. S.:
Deutsches Patent, Nr.: DE 164 8 689 A1 (1971)
- [3.32] unbekannt:
Le Vide **131** (1967), 289
- [3.33] ALCATEL Doppelplasma- Röhre CF 2P:
3. Annoncen- Seite, Vacuum **19**(10) (1969)
- [3.34] Küster, G.; Große-Bley, W.:
Deutsches Patent, Nr.: DE 197 17 263 A1 (1998)
- [3.35] Wutz, M.; Adam, H.; Walcher, W.:
Theorie und Praxis der Vakuumtechnik
Vieweg Verlag, Braunschweig (1986)
- [3.36] Kendall, B. R. F.; Drubetsky, E.:
J. Vac. Sci. Technol. **A15**(3) (1997), 740
- [3.37] Hyatt, D. L.; Peacock, N. T.:
Proc. 37th Annual Technical Conference,
Society of Vacuum Coaters (1994), o. Seitenangabe
-
- [4.1] Haefler, R. A.:
Trans. 8th National Vacuum Symposium & 2nd International Vacuum
Congress (1961), 1346 -1351
- [4.2] Haefler, R. A.:
Vakuum-Technik **2** (1961), 41-44
- [4.3] Haefler, R. A.:
Vakuum-Technik **4** (1961), 95-99
- [4.4] Edelmann, Chr., Wilfert, St.:
Vakuum-Messeinrichtung: Kaltkathoden-Ionisationsmanometer
Patent DE 102 43 634 A1, Deutsches Patent- und Markenamt
Patent WO 2004/4029572 A1, Internationales Patentamt
Offenlegungstag: 08.04.2004
- [4.5] Saito, K.; Inayoshi, S.; Ikeda, Y.; Yang, Y.; Tsukahara, S.:
J. Vac. Sci. Technol. **A13**(3) (1996), 559-561
- [4.6] Schiller, S.; Kirchhoff, V.; Kopte, T.:
Proc. 1st International Conference on Coating of Glasses ICCG,
Saarbrücken, Germany (1996)
- [4.7] Bartsch, H.:
*Physikalische Grundlagenuntersuchungen zur Prozessstabilität und zur
Homogenität des Teilchen- und Energiestroms auf das Substrat beim sta-
tionären reaktiven Pulssputtern mit dem Doppelringmagnetron*
Dissertation, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, FNW (1999)

- [4.8] Kirchhoff, V.:
Bipolares Puls-Magnetron-Sputtern mittels eines Dual-Magnetron-Sputter-Systems
Dissertation, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, FNW (1997)
- [4.9] Flügel, T.:
Der Einfluss der Prozessparameter beim Dual-Magnetron-Sputtern auf die Schichteigenschaften, insbesondere die Permeation bei TiN_x - und Al_xO_y -Systemen
Diplomarbeit, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, FNW (1993)
- [4.10] Edelmann, Chr.:
Druckmessung - Druckerzeugung
Akademie-Verlag Berlin (1980)
- [4.11] von Ardenne, M.:
Tabellen zur angewandten Physik
1. Band: Elektronenphysik, Übermikroskopie, Ionenphysik
Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin (1973)
- [4.12] Stöcker, H.:
Taschenbuch der Physik
Verlag Harri Deutsch, Thun · Frankfurt (Main) (1998)
- [5.1] Larbalestier, D. C.; King, H. W.:
Cryogenics, March (1973), 160
- [5.2] Bedienungsanleitung
RFT Stelltrafo TST 280/6
Technisch- physikalische Werkstätten Thalheim (Erzgeb.), DDR
- [5.3] Bedienungsanleitung
Picoamperemeter MV 40
Präcitronic Dresden, GDR
- [5.4] Bedienungshandbuch
Kalibrierpumpstand CS 1001
Fa. Leybold, Köln
- [5.5] Biehl, St.:
Untersuchungen zur Messgenauigkeit und Gasartabhängigkeit der UHV-Messung unterschiedlicher Glühkathoden-Ionisationsmanometerröhren mittels eines Kalibrierpumpstandes
Diplomarbeit, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, FNW (1996)
- [5.6] Alpert, D.:
J. Appl. Phys. **24** (1953), 860
- [5.7] Schindler, N.:
Gasabgabemessungen an metallischen Proben
Dissertation, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, FNW (1997)
- [5.8] Varićak, M.; Vošicki, B.:
J. Sci. Instrum. **32** (1955), 346-348
- [5.9] Belič, L. I.; Belič, I.; Erjavec, B.; Šetina, J.:
Vacuum **71/4** (2003), 505-515

- [6.1] Peacock, R. N.; Peacock, N. T.:
J. Vac. Sci. Technol.. **A6** (1988), 1141
- [6.2] Peacock, R. N.; Peacock, N. T.:
J. Vac. Sci. Technol.. **A8** (1990), 2806
- [6.3] Autorenkollektiv
Bollinger, H.; Teubner, W. (Hsgr.):
Industrielle Vakuumentchnik
Deutscher Verlag für Grundstoff-Industrie, Leipzig (1980)
- [6.4] Betriebsanleitung (Datenblatt)
Kaltkathoden- Messröhre "Compact Cold Cathode Gauge IKR 251"
PFEIFFER VACUUM Asslar (2004)
- [6.5] Bächeler, W.:
Trans. 3rd Int. Vac. Congr. (1965), Vol. 2, 609
- [6.6] Schuurman, W.; Brandt, B.:
Proc. Int. Conf. Phenomena Ionized Gases, Belgrad (1966), 506-510
- [6.7] Peacock, R. N.; Peacock, N. T.:
US-Patent, Nr.: US 4 967 157
- [6.8] Kauert, R.:
Numerische Berechnung von Glühkathoden-Ionisationsmanometern
Dissertation, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, FNW (1999)
- [6.9] Bedienungsanleitung
HAMEG, 20MHz Storage Scope Typ HM205-3
- [6.10] Autorenkollektiv:
Fachkenntnisse Elektrotechnik · Energieelektronik · Energietechnik
Verlag Handwerk und Technik Hamburg (1997)
- [6.11] Kaganskii, M. G.; Kaganskii, D. L.; Klyucharev, A. N.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **9** (1964), 815 (in Russisch)
- [6.12] Volosok, V. I.; Chirikov, B. V.:
Sov. Phys. Tech. Phys. **2** (1957), 2437 (in Russisch)
- [6.13] <http://www.inovap.homepage.t-online.de/>
- [6.14] Ranjan, R.; Allain, J. P.; Hendricks, M. R.; Ruzic, D. N.:
J. Vac. Sci. Technol. **A 19/3** (2001), 1004 - 1007
- [6.15] von Seefeld, H., Schmidl, H., Behrisch, R., Scherzer, B. M. U.:
Journal of Nuclear Materials **63** (1976), 215-221
- [6.16] Grasenick, F.; Haefer, R. A.:
Monatsh. Chemie **83** (1952), 1069
- [6.17] Olal, E.; Nägel, F.; Ugrösdyd, L.:
Vakuum-Technik **17(1)** (1967), 10-11
- [6.18] Kendall, B. R. F.; Drubetsky, E.:
J. Vac. Sci. Technol. **A14(3)** (1996), 1292-1296
- [6.19] Chastain, J. (Editor):
Moulder, J. F.; Stickle, W. F.; Sobol, P. E.; Bomben, K. D.:
Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy - A Reference Book of Standard Spectra for Identification and Interpretation of XPS Data
Perkin-Elmer Corporation, Physical Electronic Division, Minnesota, USA (1992)

Anhang

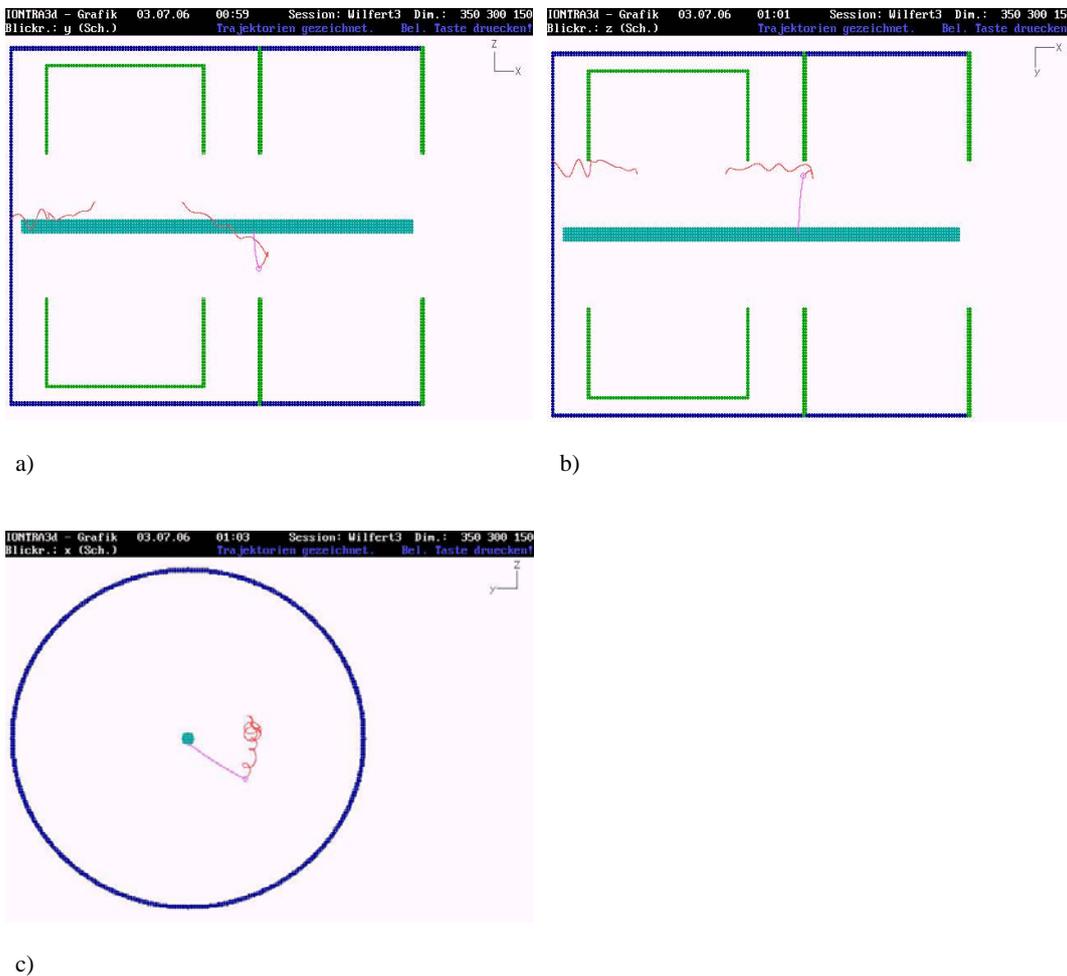


Abbildung A2: Mithilfe des Simulationsprogramms IONTRA 3d [6.8] numerisch berechnete Ionen- und Elektronentrajektorien in der Messkammer des vorgeschlagenen Kaltkathoden- Ionisationsmanometers bei negativ vorgespannter Stabelektrode, aus verschiedenen Perspektiven. Rechnungen nach KAUERT. Simulationsparameter: $U_K = -2000V$, $B = 70mT$, $p = 10^{-2}mbar$.

Danksagung

Für die umfangreiche fachliche Betreuung im Verlauf der Untersuchungen und während der Anfertigung der vorliegenden Arbeit sei insbesondere meinem Betreuer Herrn Prof. i. R. Dr. rer. nat. habil. Chr. Edelmann herzlich gedankt. Er hat mir in seinen Lehrveranstaltungen nicht nur die Grundlagen der Vakuumphysik und -technik vorzüglich vermittelt, sondern auch die Begeisterung für dieses Forschungsgebiet geweckt. Ich danke ihm vor allem für seine stets zuverlässige Hilfe, zahlreichen fruchtbringenden Diskussionen und seine wertvollen Hinweise. Mit seinen vielen interessanten Ideen und hilfreichen Gedanken hat er wesentlichen Anteil am Zustandekommen dieser Dissertation gehabt.

Weiterhin bin ich Herrn Dr. rer. nat. R. Kauert, einem ehemaligen Mitarbeiter der Abteilung Vakuumphysik, zu großem Dank verpflichtet, der trotz Zeitmangels so freundlich war, die IONTRA 3d Simulationsrechnungen für die verbesserte Kaltkathoden- Ionisationsmanometerröhre durchzuführen. Des Weiteren bin ich Herrn Dr. rer. nat. N. Schindler für die Gasabgabemessungen der Superisoliationsfolien und Herrn Dipl.- Phys. B. Garke für die oberflächenanalytischen Untersuchungen der Kontaminationsschichten sehr dankbar.

Meinen Kolleginnen Frau Dipl.-Phys. S. Petzold, Frau Dipl.-Phys. K. Keutel, Frau Ing. U. Kühne, Frau Dr.-Ing. M. Schulz sowie meinen Kollegen Herren Dr. rer. nat. U. Schreppel und Dr. rer. nat. D. Schlußner möchte ich an dieser Stelle herzlich dafür danken, dass sie mir immer wieder Mut zugesprochen haben, die Arbeit an der Dissertation fortzusetzen.

Besonderer Dank gilt Herrn G. Nuglisch, der mir jederzeit mit seinem Fachwissen zur Seite stand und mir durch seine zuverlässige Unterstützung den Weg für die Durchführung zahlreicher experimenteller Untersuchungen ebnete. Ferner danke ich Herrn J. Weissenborn und seinen Kollegen aus der Feinmechanischen Werkstatt für die präzise Anfertigung zahlreicher Röhrenkomponenten und Vakuumbauteile, ohne deren Hilfe die konstruktive Realisierung der Manometerröhre wohl nicht gelungen wäre.

Bei all denen, die in irgendeiner Weise zum Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben und hier nicht namentlich genannt wurden, bedanke ich mich an dieser Stelle recht herzlich.

Verzeichnis der bisherigen Veröffentlichungen

- Kauert, R.; Edelmann, Chr.; Biehl, St.; Kieler, O.F.O., Knapp, W.;
Wilfert, St.:
Numerical investigations of hot cathode ionization gauges
Vacuum **51**(1), (1998), 53-59
- Edelmann, Chr.; Kauert, R.; Wilfert, St.:
Anwendung der Elektronendriftgeschwindigkeit zur Druckmessung
Vortrag, Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft,
Münster (Deutschland) 1999
- Wilfert, St.:
Vakuum-Messeinrichtung
Gebrauchsmusterschrift: DE 299 20 740 U1,
Gebrauchsmusterinhaber: Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg
Deutsches Patent- und Markenamt, Eintragungstag: 20.04.2000
- Wilfert, St.:
Vakuum-Messeinrichtung
Patent: DE 199 57 050 A1,
Deutsches Patent- und Markenamt, Offenlegungstag: 31.05.2001
- Wilfert, St.:
Vakuum-Messverfahren
Patent: DE 199 57 059 A1,
Deutsches Patent- und Markenamt, Offenlegungstag: 31.05.2001

- Kauert, R.; Wilfert, St.; Edelmann, Chr.:
Bayard-Alpert gauge with additional ion collector for pressure measurements from 10^{-9} ... 10^{+1} mbar
Vacuum **57** (2000), 283-293
- Wilfert, St.; Kauert, R.; Edelmann, Chr.:
Untersuchungen zum Nachweis der Nutzbarkeit elastischer Wechselwirkungsprozesse zwischen niederenergetischen Elektronen und Gasteilchen zur Druckmessung
Vakuum in Forschung und Praxis **3** (2000), 199-204
- Wilfert, St.; Edelmann, Chr.; Kauert, R.:
Modifiziertes Bayard-Alpert-Ionisationsmanometer für Druckmessungen von 10^{-9} ... 10^{+1} mbar
Vakuum in Forschung und Praxis **2** (2001), 123-128
- Edelmann, Chr.; Wilfert, St.; Kauert, R.:
Vacuum gauges using elastic collisions between slow electrons and gas molecules
Vacuum **60** (2001), 191-196
- Edelmann, Chr.; Wilfert, St.:
Trends and problems in the development of hot filament ionisation gauges for total pressure measurements in the vacuum range
Recent Res. Devel. Vacuum Sci. & Tech. Vol. **3** (2001) Vol. II, 271-290
- Wilfert, St.:
Möglichkeiten und Grenzen der Miniaturisierung von Ionisationsmanometern
Vakuum in Forschung und Praxis **5** (2002), 304-309
- Schindler, N.; Wilfert, St.:
Surface analysis on contamination layers in cold cathode gauges
Vortrag, Jahrestagung der DVG, Magdeburg (Deutschland), 2002
- Wilfert, St.:
The contamination effect of cold-cathode gauges
J. Vac. Soc. Jpn. Vol. **46/1** (2003), 31-37
- Edelmann, Chr.; Wilfert, St.:
Miniaturisierte Vakuummessensoren – Der neue Entwicklungstrend in der modernen Vakuummestechnik
Hauptvortrag VA, Frühjahrstagung der DPG, Dresden (Deutschland), 2003

- Wilfert, St.; Schindler, N.:
Investigations of the long-term measuring stability of cold-cathode gauges
Appl. Phys. A **78** (2004), 663-666
- Schindler, N.; Wilfert, St.:
Surface analysis on contamination layers in cold-cathode gauges
Appl. Phys. A **78** (2004), 691-694
- Wilfert, St.; Edelmann, Chr.:
Miniaturized vacuum gauges
J. Vac. Sci. Technol. A **22(2)** (2004), 309-320
- Edelmann, Chr., Wilfert, St.:
Vakuum-Messeinrichtung: Kaltkathoden-Ionisationsmanometer
Patent DE 102 43 634 A1, Deutsches Patent- und Markenamt
Patent WO 2004/4029572 A1, Internationales Patentamt
Offenlegungstag: 08.04.2004
- Krämer, A; Bellachioma, M. C.; Kollmus, H.; Reich-Sprenger, H.;
Wilfert; St.:
The Vacuum System of FAIR Accelerator Facility
Proc., EPAC 2006, 1429 – 1431
- Wilfert, St.; Edelmann, Chr.:
**Kaltkathoden-Ionisationsmanometer vom inversen Magnetron-Typ
mit verlängerter Lebensdauer infolge der Reduktion der
Kontaminationsrate**
Fachvortrag vaQum 2006 – International Trade Fair for Vacuum Technology
and Vacuum Applications, 26.-27.09.2006, Magdeburg (Deutschland)

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name	Stefan Wilfert
Akademischer Grad:	Dipl.- Phys.
Anschrift:	Gustav-Ricker-Str. 34 39120 Magdeburg
Geburt	19. Mai 1972 in Halberstadt
Staatsangehörigkeit:	Deutsch

Schulbildung

09.1978 – 08.1988	Polytechnische Oberschule „LENIN“ Magdeburg Abschluss: mittlere Reife
09.1988 – 08.1990	Erweiterte Oberschule „GESCHWISTER SCHOLL“ Magdeburg Abschluss: allgemeine Hochschulreife

Zivildienst

09.1990 – 08.1991	Medizinische Akademie Magdeburg Klinik für Innere Medizin Abteilung: Hämatologie und Onkologie
-------------------	--

Hochschulstudium

- 10.1991 – 08.1997
Erststudium
OTTO-VON-GUERICKE UNIVERSITÄT
Magdeburg
Studienfachrichtung: Physik
Abschluss: Dipl.-Physiker
- 10.1997 – 07.1998
Zweitstudium
OTTO-VON-GUERICKE UNIVERSITÄT
Magdeburg
Studienfachrichtung: Volkswirtschaftslehre
ohne Abschluss

Beruflicher Werdegang

- 08.1997 – 07.1998
wissenschaftliche Hilfskraft an der
OTTO-VON-GUERICKE Universität
Magdeburg
Fakultät für Naturwissenschaften
Institut für Experimentelle Physik
Abteilung Vakuumphysik
- 08.1998 – 09.1999
wissenschaftlicher Mitarbeiter an der
OTTO-VON-GUERICKE Universität
Magdeburg, Medizinische Fakultät
Universitätsklinik für Hals-, Nasen- und Ohrenheilkunde
Abteilung Experimentelle Audiologie und
Medizinische Physik
- 10.1999 – 09.2002
wissenschaftlicher Mitarbeiter an der
OTTO-VON-GUERICKE Universität
Magdeburg
Fakultät für Naturwissenschaften
Institut für Experimentelle Physik
Abteilung Vakuumphysik
- 10.2002 – 03.2003
wissenschaftlicher Mitarbeiter der
Gesellschaft für Schwerionenforschung mbH
Darmstadt, Abteilung Ultrahochvakuum
- 04.2003 – 12.2003
wissenschaftlicher Mitarbeiter an der
OTTO-VON-GUERICKE Universität
Magdeburg
Fakultät für Naturwissenschaften
Institut für Experimentelle Physik
Abteilung Vakuumphysik
- seit 01.2004
wissenschaftlicher Mitarbeiter der
Gesellschaft für Schwerionenforschung mbH
Darmstadt, Abteilung Ultrahochvakuum

Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass die vorliegende Dissertationsschrift ausschließlich von mir selbst verfasst wurde und ich nur die angegebenen Literaturquellen und Hilfsmittel verwendet habe.

Magdeburg, 25.09.2006

