

# Entwicklung einer Extraktormessröhre mit CNT-Feldemissionskathode für Druckmessungen in kryogenen Vakuumsystemen

Marcel Lotz

Masterarbeit  
am Institut für Angewandte Physik  
der Goethe-Universität Frankfurt am Main

in Kooperation mit dem  
GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung

Gutachter:  
Prof. Dr. Oliver Kester  
Dr. Stefan Wilfert

31. Mai 2013





# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1. Motivation . . . . .	1
1.2. GSI und FAIR . . . . .	2
<b>2. Theorie</b>	<b>5</b>
2.1. Definition Vakuum . . . . .	5
2.2. Kryogene Beschleuniger-Vakuumsysteme . . . . .	6
2.3. Konventionelle UHV/XHV Druckmesstechniken . . . . .	9
2.3.1. Funktionsweise von Ionisationsmanometern . . . . .	9
2.3.2. Triodenionisationsmanometer . . . . .	10
2.3.3. Messbereichsbegrenzende Effekte . . . . .	11
2.3.4. Bayard-Alpert-Messröhren . . . . .	13
2.3.5. Extraktormanometer . . . . .	15
2.4. Mit Feldemissionskathode modifizierte Glühkathodenionisationsmanometer	16
2.4.1. Theorie der Feldemission . . . . .	16
2.4.2. Bedeutsame Entwicklungen von Ionisationsmanometern mit Feld- emissionskathode . . . . .	19
<b>3. Druckmessung in kryogenen UHV und XHV-Systemen</b>	<b>22</b>
3.1. Stand der Technik . . . . .	22
3.2. Überlegungen zur Entwicklung einer Extraktorröhre mit CNT-Kathode .	23
<b>4. Experimentelle Untersuchungen zum grundlegenden Emissionsverhalten der CNT-Kathode</b>	<b>25</b>
4.1. Experimentelle Aufbauten . . . . .	26
4.2. Experimentelle Ergebnisse . . . . .	30
4.2.1. $I_G-U_G$ -Kennlinien . . . . .	31
4.2.2. $I-U_A$ -Kennlinien . . . . .	32
4.2.3. Variation des Abstands $d_{AK}$ . . . . .	36
4.2.4. Emissionseigenschaften bei Erhöhung des Drucks . . . . .	38
4.2.5. Untersuchung zur Langzeitstabilität der Emission . . . . .	39
<b>5. Untersuchung der messtechnischen Eigenschaften einer CNT-basierten Ex- traktorröhre</b>	<b>42</b>
5.1. Bestimmung der geometrischen Blendenparameter durch numerische Si- mulationen . . . . .	42
5.2. Experimentelle Aufbauten . . . . .	44

5.3. Bestimmung des Arbeitspunktes . . . . .	46
5.3.1. Verhalten bei Variation der Blendenspannung und des Abstands .	46
5.3.2. Verhalten bei Variation der Anoden- und Reflektorspannung . . .	49
5.3.3. Bestimmung der Röntgengrenze mittels Alpert-Methode . . . . .	54
5.4. Vergleich der Elektronentrajektorien im Ionisationsvolumen von CNT- und Glühkathoden-Extraktor . . . . .	55
5.5. Langzeitmessverhalten des CNT-basierten Extraktors . . . . .	60
5.6. Druckabhängiges Verhalten der Messröhre . . . . .	60
<b>6. Zusammenfassung und Fazit</b>	<b>67</b>
<b>Literatur</b>	<b>68</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>74</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>77</b>
<b>Anhang:</b>	
<b>I. Datenblatt der CNT-Kathode</b>	<b>80</b>
<b>II. Kennlinien für den Glühkathoden-Extraktor</b>	<b>81</b>
<b>III. Eingabedateien für die Simulationen mit AMaze</b>	<b>83</b>
<b>IV. Verwendete Symbole und Konstanten</b>	<b>86</b>
<b>Danksagung</b>	<b>88</b>

# 1. Einleitung

## 1.1. Motivation

Am GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung wird aktuell mit der „Facility for Antiproton and Ion Research“ FAIR eine neue Beschleunigeranlage aufgebaut, die Schwerionenstrahlen mit sehr hoher Brillianz und hohen Strahlintensitäten bei Energien von einigen GeV/u erzeugt und für Experimente bereitstellt. Das Herzstück dieser Anlage wird der neue Doppelbeschleunigerring SIS100/300 mit einem Umfang von 1100 Metern.

Um die hohen Anforderungen an die Strahlparameter zu erfüllen, sind über 80 % der Strahlführungselemente des SIS100 für kryogene Temperaturen unterhalb von 10 K ausgelegt. Um Teilchenstrahlverluste möglichst gering zu halten, muss die H<sub>2</sub>-Teilchendichte im Vakuum unterhalb von  $n_{H_2} = 3 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-3}$  liegen, was einem Wasserstoffpartialdruck von  $p_{H_2} < 4 \cdot 10^{-12} \text{ mbar}$  bei  $T = 10 \text{ K}$  beziehungsweise  $p_{H_2} < 1 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$  bei Raumtemperatur entspricht. Da diese Bedingung nicht nur integral über den ganzen Beschleuniger gemittelt, sondern auch lokal an jeder Position eingehalten werden muss, ist der Einsatz von Druckmessgeräten auch in den Tieftemperaturbereichen des Rings sinnvoll.

Ein für diesen Druckbereich geeigneter Manometertyp ist das Glühkathodenionisationsmanometer. Bei diesem Druckmessgerät emittiert eine elektrisch geheizte Glühkathode Elektronen, die zu einer meist gitterförmigen Anode beschleunigt werden. Dabei erreichen sie kinetische Energien, die zur Ionisierung des Restgases ausreichen. Die entstehenden Restgasionen werden von einer negativ vorgespannten Elektrode, dem sogenannten Ionenkollektor, angezogen. Der am Ionenkollektor gemessene Strom ist in einem großen Vakuumbereich direkt proportional zur Restgasteilchendichte. Mit Hilfe des idealen Gasgesetzes kann von der Restgasteilchendichte auf den Druck geschlossen werden.

Solche Glühkathodenionisationsmanometer haben jedoch entscheidende Nachteile beim Einsatz in kryogenen Vakuumumgebungen. So muss die Wärme, die von der Glühkathode über Wärmestrahlung abgegeben wird, abgeführt werden, was zusätzliche Kühlleistung erfordert. Außerdem entsteht durch die hohe Temperatur der Kathode eine Störung des thermodynamischen Gleichgewichts der Restgasatmosphäre in unmittelbarer Umgebung der Messröhre, wodurch die Druckmessung verfälscht werden kann. Dieser Störeffekt tritt nicht nur unter kryogenen, sondern auch unter Raumtemperaturbedingungen auf.

Möchte man dennoch ein Glühkathodenionisationsmanometer in einem Tieftemperatur-Vakuumsystem betreiben, gibt es prinzipiell nur zwei Möglichkeiten, diese Nachteile zu umgehen. Entweder man trennt die Glühkathode vom restlichen Aufbau der Druckmessröhre und positioniert diese auf der Raumtemperaturseite hinter einem Kalt-Warm-Übergang, von wo aus die Elektronen über elektrische oder magnetische Felder

zum Ionisationsmanometer geführt werden [1], oder man ersetzt die Glühkathode durch eine alternative Elektronenquelle mit deutlich verringerter oder sogar vernachlässigbarer Wärmeentwicklung, wie zum Beispiel einer Feldemissionskathode. Letzteres wurde in den vergangenen 5 Jahrzehnten bereits mehrfach erfolgreich untersucht und zeigte vielversprechende Ergebnisse [2–5].

Soweit es dem Autor bekannt ist, wurde bisher jedoch noch nie der Einsatz eines mit einer Feldemissionskathode modifizierten Ionisationsmanometers unter kryogenen Bedingungen untersucht. Deshalb beschäftigt sich diese Arbeit mit einem abgewandelten Ionisationsmanometer vom Extraktortyp. Üblicherweise hat dieses Vakuummeter eine untere Messgrenze von  $1 \cdot 10^{-12}$  mbar, was es für den Einsatz im SIS100 prädestiniert. Bei der in dieser Arbeit untersuchten Extraktormessröhre wurde die Glühkathode entfernt und durch einen Feldemitter, in diesem Fall eine Schicht aus Kohlenstoffnanoröhren (eng: **carbon nanotubes**, CNT) substituiert. Durch die fehlende Wärmeentwicklung dieses Kathodentyps können die Nachteile der Glühkathode nahezu vollständig umgangen werden. In der jüngsten Fachliteratur findet man einige erfolgreiche Beispiele bezüglich der Funktionalität von Extraktorröhren mit CNT-Kathode (siehe Abschnitt 3.2), allerdings ausschließlich für den Einsatz unter Raumtemperaturbedingungen. Ziel dieser Arbeit soll demnach der Test und die Charakterisierung des Betriebsverhaltens der Extraktorröhre mit CNT-Kathode unter Raumtemperatur- und kryogenen Vakuumbedingungen sein.

Zu Beginn dieser Arbeit wird auf die GSI und das FAIR-Projekt näher eingegangen. Im darauf folgenden Theoriekapitel geht es darum, was Vakuum eigentlich ist und wie es sich kategorisieren lässt. Des Weiteren wird auf die konventionelle Druckmesstechnik im Ultrahochvakuumbereich mittels Ionisationsmanometern, den verschiedenen Entwicklungen im Bereich dieser Messröhren und ihre physikalischen Messgrenzen eingegangen. Ein Abschnitt beschäftigt sich mit einigen Meilensteinen in der bisherigen Entwicklung von Emissionskathodenionisationsmanometern mit „kalten“ Emittern. Die experimentellen Untersuchungen sind in zwei Kapitel aufgeteilt: Das erste beschäftigt sich mit den Untersuchungen des Emissionverhaltens der CNT-Kathode, das zweite mit der Bestimmung eines günstigen Arbeitspunktes für den mit der CNT-Kathode modifizierten Extraktor und der Untersuchung seiner messtechnischen Eigenschaften. Ergänzt werden diese Messungen durch einige numerische Simulationen. Den Abschluss dieser Arbeit bildet eine Zusammenfassung mit einem Fazit und einem kurzen Ausblick.

## 1.2. GSI und FAIR

Das GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH ist eine Forschungseinrichtung, die sich auf die Beschleunigung von schweren Ionen spezialisiert hat. Dazu betreibt sie mehrere große Beschleunigeranlagen, um sie Forschern aus dem In- und Ausland zur Verfügung zu stellen. Für Schwerionenstrahlen gibt es eine vielfältige Anzahl an Verwendungen. Unter anderem werden damit Atom- und Kernphysik, Biophysik, Plasmaphysik und Materialforschung betrieben. Des Weiteren wird in der GSI an der Weiterentwicklung der Forschungsanlage und deren Detektoren gearbeitet.

Gegründet wurde die GSI im Jahr 1969. Die Gesellschafter der GSI sind das Bundesland Hessen, das Bundesland Rheinland-Pfalz, der Freistaat Thüringen und zu einem großen Teil die Bundesrepublik Deutschland. Seit einigen Jahren ist die GSI Teil der Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungszentren. Bei der GSI sind 1075 Mitarbeiter beschäftigt, von denen 600 Wissenschaftler und Ingenieure sind. Dazu kommen weitere 1200 Gast-Wissenschaftler von Hochschulen und anderen Forschungszentren pro Jahr [6].

## Beschleunigeranlagen der GSI

Für die Beschleunigung der Schwerionenstrahlen hält die GSI drei große Beschleunigeranlagen bereit, wobei durch das FAIR-Projekt weitere hinzukommen werden. Das sind [7]

- der UNILAC - ein 120 Meter langer Linearbeschleuniger, der die Ionen auf ungefähr 20% der Lichtgeschwindigkeit beschleunigt,
- das SIS18 - ein Schwerionensynchrotron mit einem Umfang von 216 m. In ihm werden die Ionen in einigen hunderttausend Umläufen auf 90% der Lichtgeschwindigkeit beschleunigt
- und der ESR - ein 108 Meter langer Experimentierspeicherring, der die Ionen für mehrere Millionen bis Milliarden Umläufe für Experimente speichert.

Außerdem existieren einige Großgeräte für die Erzeugung, den Transport und die Verwendung des Ionenstrahls [6], nämlich

- der Fragmentseparator FSR,
- der Hochenergie- und Hochleistungslaser Phelix,
- verschiedene Spektrometer und Detektorsysteme
- und eine medizinische Bestrahlungseinheit zur Krebstherapie.

## FAIR

Mit FAIR, der „Facility for Antiproton and Ion Research“, wird eines der weltweit größten Forschungsvorhaben bei der GSI umgesetzt. Durch den Aufbau weiterer Beschleunigeranlagen sollen Antiprotonen- und Ionenstrahlen mit höchsten Strahlintensitäten, hohen Strahlenergien und -leistungen und einer brillanten Strahlqualität erzeugt und in effizientem Parallelbetrieb genutzt werden können [8].

Einer der Hauptbestandteile der neuen FAIR-Beschleunigeranlage wird ein 1100 Meter langer Doppelringbeschleuniger, das Schwerionensynchrotron SIS100/300. In diesem Synchrotron wird der mit der bestehenden Anlage der GSI vorbeschleunigte Ionenstrahl auf Strahlenergien von mehreren GeV/u gebracht. Im Anschluss kann der Strahl zu verschiedenen Experimentierplätzen oder Speicherringen transportiert werden. Das sind im

Einzelnen der **H**ochenergiespeicherring HESR, der „**R**ecycled **E**xperimental **S**torage **R**ing“ RESR, der „**C**ollector **R**ing“ CR, der **N**eue **E**xperimentierspeicherring NESR und der **S**uperfragmentseparator Super-FRS [8]. Ein Überblick über die FAIR-Anlage mit dem bereits bestehenden Teil der GSI ist in Abbildung 1.1 zu sehen.

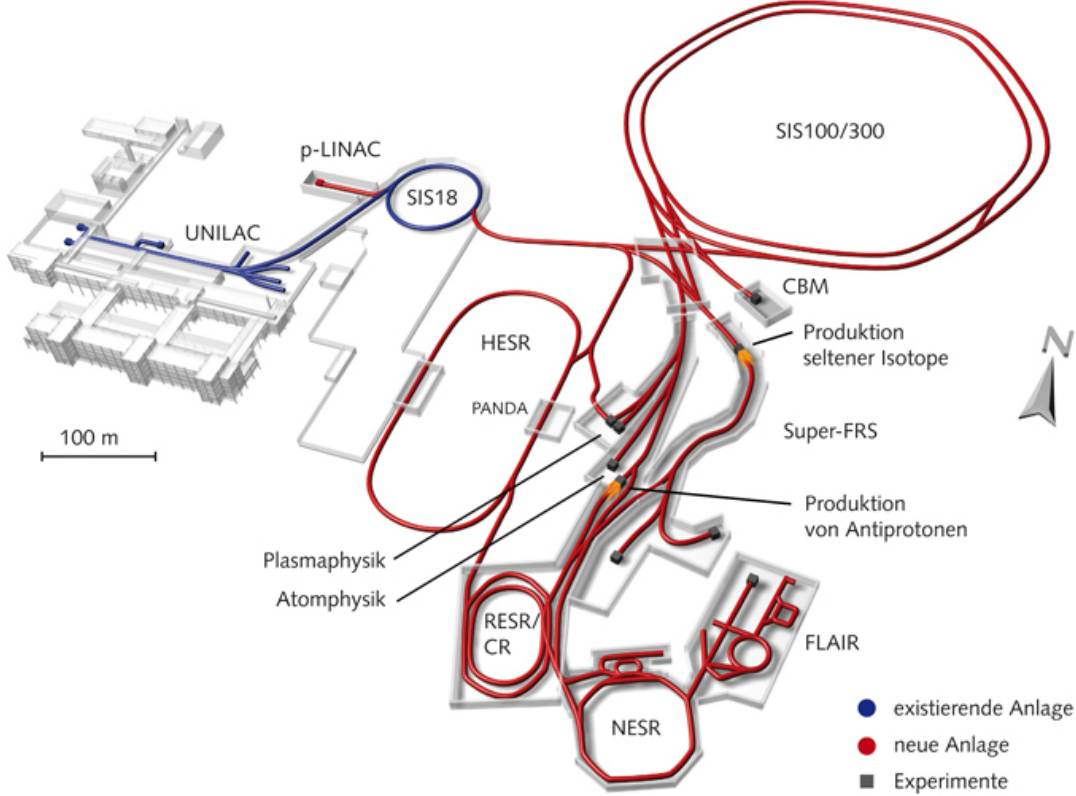


Abbildung 1.1.: Bestehende GSI-Anlage (links) mit der geplanten FAIR-Erweiterung (rechts) [8].

## 2. Theorie

### 2.1. Definition Vakuum

Die Definition des Vakuumbegriffs ist in Deutschland in einer DIN-Norm festgelegt: „Vakuum heißt der Zustand eines Gases, wenn in einem Behälter der Druck des Gases und damit die Teilchenzahldichte niedriger ist als außerhalb oder wenn der Druck des Gases niedriger ist als 300 mbar, d. h. kleiner als der niedrigste auf der Erdoberfläche vorkommende Atmosphärendruck“ [9].

Heutzutage ist man in der Lage, Vakuumdrücke bis unterhalb von  $1 \cdot 10^{-12}$  mbar zu erzeugen und aufrechtzuerhalten. Diese 15 Druckdekaden unterteilt man in verschiedene Vakuumbereiche, die in Tabelle 2.1 charakterisiert sind. Die für die Teilchendichte angegebenen Werte beziehen sich dabei auf eine Temperatur von  $T = 273$  K.

Um den Druck beziehungsweise die Teilchendichte messen zu können, verwendet man in der Vakuumtechnik Vakuum- oder Manometer. Diese werden entsprechend ihres Messprinzips in unterschiedliche Arten unterteilt. Es existiert eine große Vielfalt an Vakuummetern, da jedes einzelne nur in einem bestimmten Messbereich mit ausreichender Genauigkeit arbeitet. Tabelle 2.2 gibt eine Übersicht über einige in der Vakuumtechnik häufig eingesetzte Vakuummetertypen. Es gibt vielfältige Bemühungen, den Messbereich einzelner Vakuummeter auszudehnen, bisher existiert jedoch noch keines, das die gesamten 15 Druckdekaden mit hinreichender Genauigkeit abdeckt.

Die physikalische Größe Druck ist definiert als Kraft pro Fläche, das heißt  $p = F/A$ . Alle mechanischen Vakuummeter, die im Grob- und Feinvakuumbereich eingesetzt werden (vgl. Tabelle 2.2), basieren auf dem Prinzip der Druckmessung über die Kraftwirkung. Bereits im oberen Hochvakuumbereich wird allerdings die Kraft, welche die Restgasteilchen durch ihre Impulsübertragung auf eine Fläche ausüben, sehr klein. So ist die Kraft, die beispielsweise auf die Membran eines handelsüblichen Membranvakuummeters bei Drücken von  $10^{-4}$  mbar wirkt, so gering, dass sie sich ohne erheblichen technischen Auf-

Bezeichnung	Abkürzung	Druck [mbar]	Teilchendichte [ $1/\text{cm}^3$ ]
Grobvakuum	GV	300 - 1	$10^{19}$ - $10^{16}$
Feinvakuum	FV	1 - $10^{-3}$	$10^{16}$ - $10^{13}$
Hochvakuum	HV	$10^{-3}$ - $10^{-7}$	$10^{13}$ - $10^9$
Ultrahochvakuum	UHV	$10^{-7}$ - $10^{-12}$	$10^9$ - $10^4$
Extremes Ultrahochvakuum	XHV	$< 10^{-12}$	$< 10^4$

Tabelle 2.1.: Einteilung in unterschiedliche Vakuumbereiche [10]. Die Teilchendichten sind auf Zehnerpotenzen gerundet.

Messprinzip	Vakuometer	Messbereich [mbar]
Mechanische Vakuummeter	Membranvakuometer	1000 – 1
	Flüssigkeitsmanometer	1000 – 1
	Federelastisches Vakuummeter	1000 – 10 <sup>-4</sup>
Ionisationsvakuummeter	Triode	10 <sup>-2</sup> – 10 <sup>-7</sup>
	Bayard-Alpert-Vakuummeter	10 <sup>-2</sup> – 10 <sup>-11</sup>
	Extraktor	10 <sup>-4</sup> – 10 <sup>-12</sup>
	Penning-Vakuummeter	10 <sup>-2</sup> – 10 <sup>-9</sup>
	Inverses Magnetron	10 <sup>-4</sup> – 10 <sup>-12</sup>
	Wärmeleitungs-vakuummeter	100 – 10 <sup>-4</sup>
	Gasreibungsvakuummeter	1 – 10 <sup>-7</sup>

Tabelle 2.2.: Mechanismen, Arten und Messbereich einiger häufig eingesetzter Vakuometer. Die Messbereiche sind auf Zehnerpotenzen gerundet [11, 12].

wand nicht mehr messen lässt. Deshalb ist eine Druckmessung über die Kraftwirkung ab diesem Druckbereich nicht mehr sinnvoll. Stattdessen wendet man in der Vakuumtechnik Messprinzipien an, bei denen der Druck indirekt über eine zum Druck proportionale Größe, wie zum Beispiel der Viskosität oder der Wärmeleitung über das Gas, ermittelt wird. Aber auch hier ist die Druckabhängigkeit nur auf bestimmte Vakuumbereiche begrenzt. Für den Hoch- und Ultrahochvakuumbereich ist nur noch der Einsatz von Ionisationsmanometer sinnvoll, die den Druck über die Restgasteildichte bestimmen. Das Funktionsprinzip dieser Manometer wird in Abschnitt 2.3.1 ausführlich beschrieben.

Neben den Totaldruckmessröhren gibt es auch Partialdruckmessgeräte, die ebenfalls auf dem Prinzip der Restgasionisation basieren. Bei diesen wird das Restgas elektrisch nach seinem Verhältnis von Ladung zu Masse  $q/m$  separiert. Dadurch kann der Partialdruck jeder einzelnen Gasart bestimmt werden.

## 2.2. Kryogene Beschleuniger-Vakuumsysteme

In vielen großen Beschleunigerringen, wie zum Beispiel dem LHC am CERN und dem SIS100 an der GSI, werden supraleitende Beschleunigerstrukturen für den Transport, die Fokussierung und die Beschleunigung hochenergetischer Ionen eingesetzt beziehungsweise ist deren Einsatz geplant. Da die supraleitenden Beschleunigerkomponenten in der Regel mit flüssigem Helium (eng: liquid **helium**, LHe) gekühlt werden, nutzt man deren Kühlung oftmals gleichzeitig zum Evakuieren der Strahlrohre aus. Durch die Kühlung der Vakuumkammern eines supraleitenden Beschleunigers entsteht an den Rezipientinnenwänden ein pumpender Effekt, das sogenannte Kryopumpen. Trifft ein Restgasteilchen auf eine hinreichend kalte Oberfläche, bleibt es mit einer hohen Wahrscheinlichkeit darauf haften und gibt infolge des Temperatenausgleichs einen großen Teil seiner Energie ab, wodurch es aus der Gasphase entfernt und gepumpt wird.

Im Folgenden sollen die beiden Mechanismen des Kryopumpens, die Kryosorption und die Kryokondensation, näher erläutert werden.



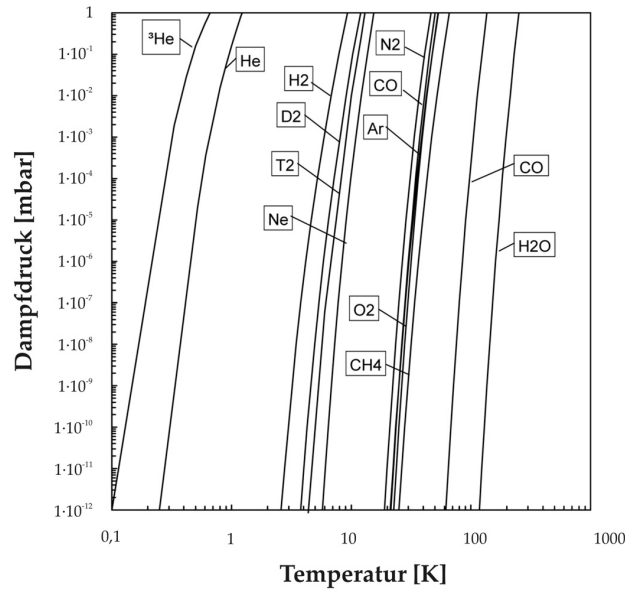


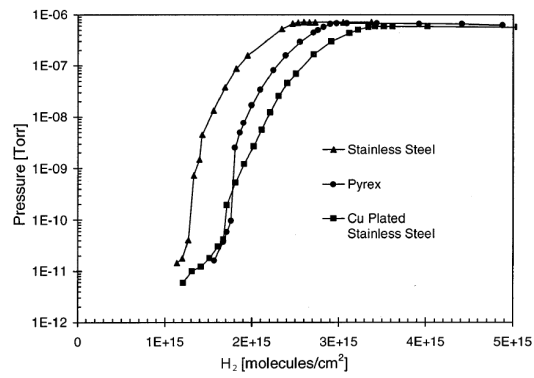
Abbildung 2.1.: Sättigungsdampfdruckkurve für verschiedene Gase bei Temperaturen zwischen  $T = 0,1$  und  $1000$  K [14].

## Kryokondensation

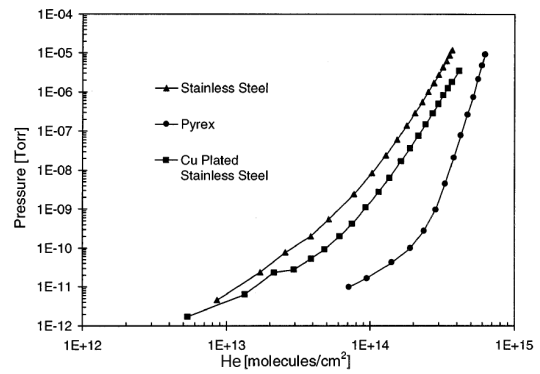
Der Bedeckungsgrad  $\theta$  einer Oberfläche gibt an, wie viele Monolagen einer Gasart auf dieser Oberfläche adsorbiert sind. Ist der Bedeckungsgrad einer tiefkalten Oberfläche, wie zum Beispiel der Kammerwand eines Beschleunigers, größer als eins, wirkt diese wie eine Kryokondensationspumpe. Der zugehörige Effekt, die Kryokondensation, ist eine physikalische und reversible Bindung von Gasteilchen über van-der-Waals-Kräfte auf einer *arteigenen* Oberfläche [13]. Der dabei im Strahlrohr entstehende Enddruck entspricht dem Sättigungsdampfdruck dieser Gasart bei der Temperatur  $T$ . Wie man in Abbildung 2.1 erkennen kann, beträgt der Sättigungsdampfdruck der meisten Gase bei Temperaturen unterhalb von  $10$  K weniger als  $10^{-12}$  mbar. Das bedeutet, dass eine kalte Oberfläche bei dieser Temperatur für die meisten Gase wie eine nahezu ideale Pumpe wirkt. Die Ausnahmen bilden hier Neon, Wasserstoff und Helium.

## Kryosorption

Durch eine Vorevakuierung der Strahlrohre kann man erreichen, dass ihr Bedeckungsgrad  $\theta < 1$  wird. In diesem Fall arbeitet das Strahlrohr wie eine Kryosorptionspumpe. Bei der Kryosorption werden die Gasteilchen ebenfalls über van-der-Waals-Kräfte reversibel gebunden, anders als bei der Kryokondensation jedoch an einer *artfremden* Oberfläche, dem Kryosorbens [13]. Nachdem eine vollständige Monolage das Kryosorbens bedeckt, geht die Kryosorption in die Kryokondensation über. Die Bindungskräfte, die bei der Kryosorption zwischen Gasteilchen und Kryosorbens wirken, sind im Vergleich zu den Kräften, die bei der Kryokondensation zwischen den Gasteilchen untereinander auftre-



(a) Wasstoffisotherme



(b) Heliumisotherme

Abbildung 2.2.: Bedeckungsisothermen für Wasserstoff und Helium bei 4,2 K [15].

ten, deutlich größer [13]. Dadurch sinkt der Enddruck unter den Sättigungsdampfdruck auf einen vom Bedeckungsgrad  $\theta$  und der Temperatur  $T$  abhängigen Gleichgewichtsdampfdruck. In Abbildung 2.2 ist dieser Gleichgewichtsdampfdruck für die Kryosorption von Wasserstoff und Helium auf verschiedenen Oberflächen dargestellt. In dem Graphen für Wasserstoff erkennt man sehr gut den Übergang des Dampfdrucks in die Sättigung.

## 2.3. Konventionelle UHV/XHV Druckmesstechniken

### 2.3.1. Funktionsweise von Ionisationsmanometern

Für den in dieser Arbeit relevanten Druckbereich (UHV und XHV) eignen sich wie bereits erwähnt nur sogenannte Ionisationsmanometer, bei denen die Druckmessung indirekt durch die Messung der Restgasteilchendichte erfolgt. Es existieren zwei verschiedene Arten von Ionisationsmanometern:

Bei *Ionisationsmanometern mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern* wird eine Spannung von einigen Kilovolt zwischen einer ungeheizten Kathode und einer Anode angelegt, wodurch eine Gasentladung gezündet wird. Deren Entladungsstrom ist abhängig vom Druck und kann zur Druckmessung genutzt werden. Durch die zusätzliche Verwendung eines magnetischen Feldes werden die Elektronen auf komplizierte Schraubenbahnen gezwungen, wodurch deren Weglänge von der Kathode zur Anode stark vergrößert wird. Dadurch erhöht sich die Ionisierungseffizienz, sodass die Gasentladung bis zu sehr niedrigen Drücken aufrechterhalten werden kann.

Bei *Emissionskathodenionisationsmanometern* werden durch eine Emissionskathode, wie zum Beispiel einer Glüh- oder Feldkathode, freie Elektronen generiert und als Elektronenstrom  $I_-$  zur Anode hin beschleunigt. Auf ihrer Flugstrecke  $l$  wird das Restgas ionisiert. Die positiven Ionen werden von einem in Bezug auf die Anode negativ vorgelegten Kollektor angezogen und als Ionenstrom  $I_+$  registriert. Aus dem Verhältnis der beiden Ströme und dem Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  für die Restgasionisation mit Elektronen lässt sich die Restgasteilchendichte berechnen zu

$$n = \frac{I_+}{I_- \cdot \sigma \cdot l}. \quad (2.1)$$

Über die allgemeine Gasgleichung für ideale Gase lässt sich aus der Restgasteilchendichte der Druck  $p$  bestimmen zu

$$p = nk_B T = \frac{I_+ k_B T}{I_- \cdot \sigma \cdot l}, \quad (2.2)$$

wobei  $k_B$  die Boltzmannkonstante ist. Aus dieser Gleichung wird ersichtlich, dass der Druck nicht nur von der Restgasteilchendichte  $n$ , sondern auch von der Temperatur  $T$  des Restgases abhängig ist. Dieser Sachverhalt ist von großer Bedeutung bei der Bestimmung von Drücken mittels Ionisationsmanometern in Tieftemperatur-Vakuumsystemen.

Da der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  sich nur aufwändig für die jeweilige Restgaszusammensetzung berechnen lässt und die Flugstrecke  $l$  meist nur unter großen Vereinfachungen berechnet und in einigen Fällen ausschließlich simuliert werden kann, werden diese Größen zusammen mit der Boltzmannkonstanten  $k_B$  und der Temperatur  $T$  oft zur Vakuummeterkonstanten  $C$  zusammengefasst, die gewöhnlich über eine Kalibrierung bestimmt wird. Es gilt dann der Zusammenhang

$$p = \frac{I_+}{C(T)I_-} \quad \Leftrightarrow \quad I_+ = C(T)I_- p. \quad (2.3)$$

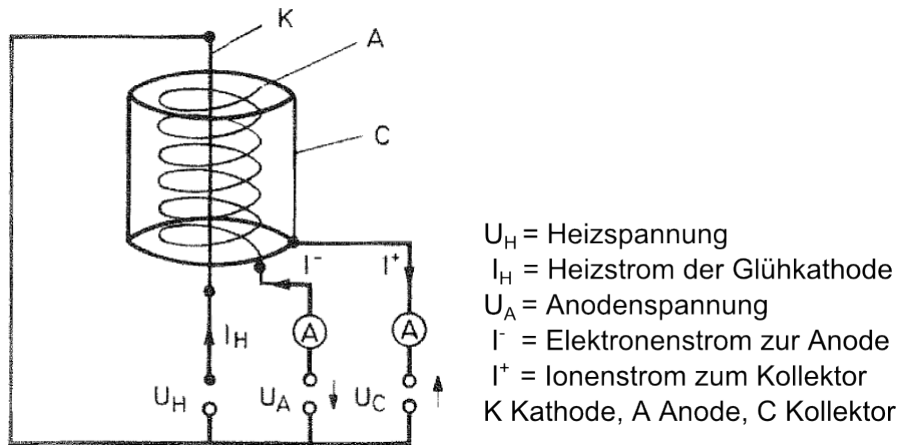


Abbildung 2.3.: Aufbau eines Ionisationsmanometers vom Triodentyp mit Schaltung [16].

Es bleibt anzumerken, dass die Temperaturabhängigkeit des Drucks durch die Temperaturabhängigkeit der Vakuummeterkonstante  $C$  bedingt ist. Man beachte, dass diese Konstante in der englischen Fachliteratur fast ausnahmslos mit  $S$  („sensitivity“) bezeichnet wird. Nach einem Vorschlag von *Jousten* [16] wird die Empfindlichkeit  $S$  eines Manometers in dieser Arbeit jedoch definiert zu

$$S = \frac{I_+}{p} \quad \Rightarrow \quad S = CI_- . \quad (2.4)$$

### 2.3.2. Triodenionisationsmanometer

Von den Emissionskathodenionisationsmanometern haben sich fast ausschließlich *Glühkathodenionisationsmanometer* kommerziell durchgesetzt, bei denen die freien Elektronen durch eine Glühkathode bereitgestellt werden. Der einfachste und älteste Aufbau eines Glühkathodenionisationsmanometers ist die konzentrische Triode (siehe Abbildung 2.3). Bei dieser befindet sich in der Mitte eine axial gespannte Glühkathode, welche mittels direktem Stromdurchgang (Heizstrom  $I_H$ ) erhitzt wird. Eine um die Glühkathode konzentrisch angeordnete Drahtwendel dient als Anode. Durch die angelegte Potentialdifferenz  $U_A$  zwischen Anode und Kathode entsteht ein elektrisches Feld, das die an der Glühkathode emittierten Elektronen zur Anode hin beschleunigt. Je nach Aufbau oszillieren die Elektronen einige Male durch und um die Anode herum, ehe sie dort als Elektronenstrom  $I_-$  registriert werden. Auf dem Weg befindliche Restgasteilchen werden mit dem Wirkungsquerschnitt  $\sigma$  ionisiert, dann von dem gegenüber dem heißen Filament negativ vorgespannten Ionenkollector  $I_C$  angezogen und als Ionenstrom  $I_+$  detektiert. Die Heizspannung  $U_H$  wird dabei so eingestellt, dass die Temperatur der Glühkathode ausreicht, um einen hinreichend großen Elektronenstrom  $I_-$  zu emittieren. Ein typischer Wert für diesen Strom liegt bei  $I_- = 1 \text{ mA}$  [16]. Die Beschleunigungsspannung  $U_A$  ist so gewählt, dass die Wechselwirkungswahrscheinlichkeit mit dem Restgas, also

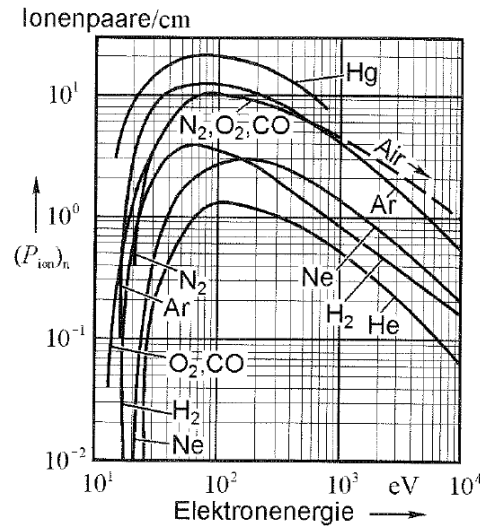


Abbildung 2.4.: Differentielle Ionisierung  $(P_{\text{ion}})_n$  in Abhängigkeit von der Elektronenenergie für verschiedene Gasarten bei  $p = 1 \text{ mbar}$  und  $T = 273 \text{ K}$  [16].

der Wirkungsquerschnitt  $\sigma$ , maximal wird. Wie in Abbildung 2.4 zu sehen ist, liegt das Maximum der spezifischen Ionisierung für die meisten vakuumrelevanten Gasarten bei ungefähr  $E_{\text{kin}} \sim 100$  bis  $200 \text{ eV}$ . Um nahe an dieser optimalen Energie zu liegen, wird die Beschleunigungsspannung meist im Bereich von  $U_A \sim 150 \text{ V}$  gewählt.

Ionisationsmanometer vom Triodentyp werden hauptsächlich im Fein- und Hochvakuumbereich eingesetzt (vgl. Tabelle 2.2). Bei höheren und niedrigeren Drücken verursachen physikalische Effekte eine Abweichung vom linearen Zusammenhang zwischen Ionenstrom und Druck. Im folgenden Abschnitt soll auf die verschiedenen Effekte näher eingegangen werden.

### 2.3.3. Messbereichsbegrenzende Effekte

Vergleicht man bei verschiedenen Arten von Glühkathodenionisationsmanometern den gemessenen Druck  $p_A$  mit dem real vorherrschenden Druck  $p_W$  im Rezipienten, erhält man einen Zusammenhang wie in Abbildung 2.5 gezeigt. Man erkennt im Bereich von mittleren Drücken (bezogen auf den Messbereich jedes einzelnen Manometertyps) den typischen linearen Zusammenhang zwischen diesen beiden Größen, deren Verhältnis proportional zur Vakuummeterkonstanten  $C$  des Manometers ist. Betrachtet man den Bereich der Kurve bei hohen Vakuumdrücken, zeigen die Ionisationsvakuummeter einen Druck an, der niedriger ist als der tatsächlich vorhandene. Dieses Phänomen kann durch die Verkürzung der mittleren freien Weglängen der Elektronen erklärt werden. Bei tiefen Drücken zeigt das Manometer einen höheren Druck an als im Rezipient tatsächlich vorherrscht. Dabei spielen maßgeblich zwei Effekte eine Rolle, der Röntgen- und der ESD-Effekt.

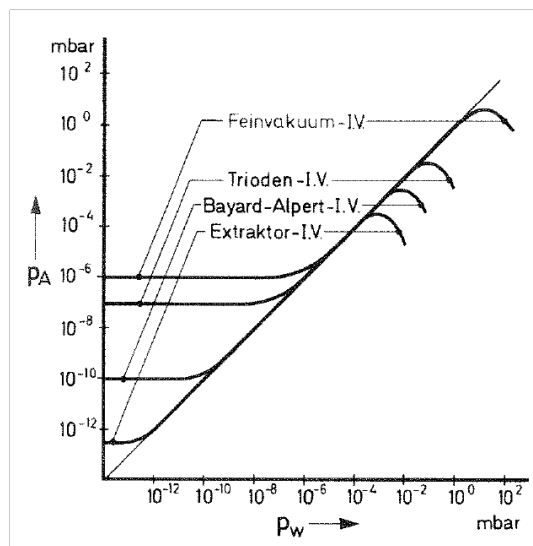


Abbildung 2.5.: Verhältnis von realem ( $p_w$ ) und vom Manometer angezeigtem Druck ( $p_A$ ) [16]. I.V. steht für Ionisationsvakuummeter.

## Hohe Drücke

Bei hohen Drücken durchläuft die  $p_A$ - $p_w$ -Kennlinie eines Emissionskathodenionisationsmanometers ein Maximum und fällt mit weiter steigenden Drücken wieder ab. Dadurch wird die Druckanzeige doppeldeutig. Bei manchen Konstruktionen kommt es außerdem zusätzlich zu einem überproportionalen Anstieg des Ionenstroms noch bevor das Maximum durchlaufen wird. Beide Effekte rühren von der Verkürzung der mittleren freien Weglänge der Elektronen her. Aufgrund der hohen Restgasteilchendichte kommt es zu mehrfacher Ionisation durch ein Elektron (vgl. dazu auch Abbildung 2.4), was in einem höheren Ionenstrom  $I_+$  bei gleichem Elektronenstrom  $I_-$  resultiert [17]. Bei größeren Restgasteilchendichten kommt es teilweise zu inelastischen Stößen der Elektronen mit dem Restgas, wodurch diese einen Teil ihrer Energie abgeben. Dadurch erreichen sie nicht mehr die Energien zum Ionisieren des Restgases und der Ionenstrom  $I_+$  sinkt [16].

Dies sind nur zwei der Effekte, die bei hohen Drücken eine Abweichung vom linearen Zusammenhang zwischen Ionenstrom und Druck verursachen. Für eine Vertiefung der Thematik sei auf die weiterführende Literatur verwiesen [10, 16, 17].

## Röntgeneffekt und inverser Röntgeneffekt

Beim Röntgeneffekt produzieren die beschleunigten Elektronen an der Anode durch Bremsstrahlung hochenergetische Röntgenphotonen. Treffen diese Photonen auf den Ionenkollector, können sie dort Photoelektronen herauslösen. Da das Abfließen von Ionen und das Auslösen von Elektronen aus der Ionenkollectorelektrode einen Strom mit gleichem Vorzeichen erzeugt, addieren sich diese beide Ströme. Weil die Anzahl der Röntgenquanten und damit auch die Anzahl der Photoelektronen proportional zu der

Anzahl der beschleunigten Elektronen  $I_-$  ist, gilt für den angezeigten Druck

$$p_a = \frac{(I_+ + I_R)}{I_- \cdot C} = p_W + p_R, \quad (2.5)$$

wobei  $I_R$  dem konstanten Stromoffset durch die Röntgenquanten entspricht. Für kleine Drücke läuft der angezeigte Druck gegen den Grenzwert  $p_R$ , der sogenannten Röntgen­grenze.

Der inverse Röntgeneffekt hingegen hat einen entgegengesetzten Effekt auf den am Kollektor gemessenen Ionenstrom. Hierbei treffen die an der Anode erzeugten Röntgen­quanten auf die Innenseite der Rohrwand, in der die Messröhre installiert ist, und lösen dort Photoelektronen heraus. Vom Anodenpotential beschleunigt, gelangen sie auf den Kollektor, wo sie als Elektronenstrom  $I_{iR}$  gemessen werden und damit den Ionenstrom  $I_+$  reduzieren. In diesem Fall gilt

$$p_a = \frac{(I_+ - I_{iR})}{I_- \cdot C} = p_W - p_{iR}, \quad (2.6)$$

wobei  $p_{iR}$  der durch den inversen Röntgeneffekt verursachten Röntgen­grenze entspricht. Der „normale“ und der inverse Röntgeneffekt kompensieren sich teilweise.

### Elektronenstoßdesorption

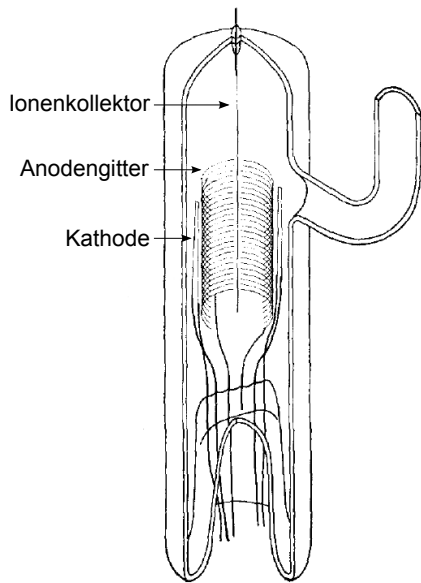
Treffen die beschleunigten Elektronen auf das Anodengitter, regen sie dort Adsorbate zur Desorption an, wobei sowohl ionisierte, als auch neutrale Teilchen desorbieren können. Diesen Effekt nennt man **Elektronenstoßdesorption** (ESD). Während die neutralen Teilchen zu einer geringen Erhöhung des lokalen Drucks führen, werden die desorbierten Ionen vom Kollektor angezogen und abgesaugt und somit dem druckabhängigen Ionen­strom überlagert. Für den angezeigten Druck ergibt sich

$$p_a = \frac{(I_+ + I_{ESD})}{I_- \cdot C}, \quad (2.7)$$

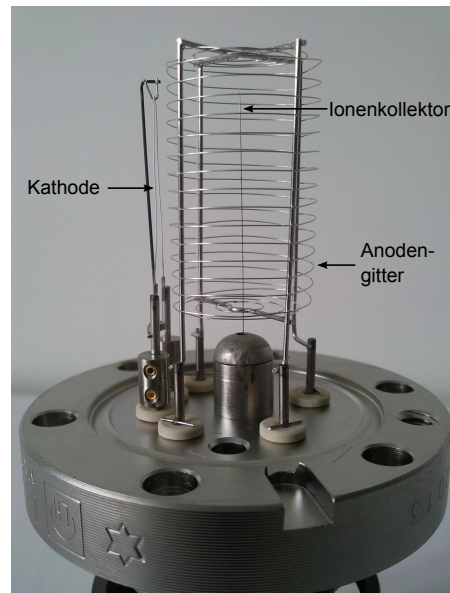
mit  $I_{ESD}$  als Ionenstromanteil durch ESD-Ionen. Dieser Anteil ist dabei zeitlich nicht konstant und hängt stark von der vakuumtechnischen Vorgeschichte des Emissionska­thodenionisationmanometers ab. Durch aktives oder passives Ausheizen sowie durch Elektronenbombardement der Anode kann dieser Effekt verringert werden. Die von der Anode desorbierten Ionen besitzen eine etwas höhere kinetische Energie als Restgasionen, wodurch sie mit Hilfe eines geeigneten Energieseparators ausgefiltert werden können [17]. Diesen Umstand kann man ausnutzen, um den Offsetstrom durch ESD-Ionen zu verrin­gern oder im besten Fall sogar auf nahezu null zu reduzieren.

### 2.3.4. Bayard-Alpert-Messröhren

Entsprechend Abbildung 2.5 weisen klassische Triodenmessröhren einen vergleichsweise hohen unteren Grenzdruck auf. Dieser liegt typischerweise im Bereich von  $10^{-7}$  mbar und



(a) Originalzeichnung aus der Veröffentlichung von *Bayard* und *Alpert* [18]



(b) Kommerzielle BAG der Firma *Oerlikon Leybold Vacuum*

Abbildung 2.6.: Bayard-Alpert-Messröhren.

wird hauptsächlich durch den Röntgeneffekt verursacht. Um den Messbereich zu tieferen Drücken hin zu erweitern, haben *Bayard* und *Alpert* 1950 ein Ionisationsvakuummeter entwickelt, dessen Ionenkollector nur noch aus einem sehr dünnen Draht bestand, welcher axial im Zentrum des Anodengitters ausgespannt wurde und damit im Vergleich zur Triode die Position mit der Kathode tauschte. Durch die viel kleinere Oberfläche des Ionenkollectors ist der Wechselwirkungsbereich für einfallende Röntgenquanten gegenüber der klassischen Triodenmessröhre ungefähr um einen Faktor 100 reduziert [18]. Durch diese Maßnahmen ergab sich eine Senkung der unteren Messgrenze in den Bereich von  $10^{-10}$  mbar bei ungefähr gleich großer Vakuummeterkonstante  $C$ .

In Abbildung 2.6 sind der Aufbau aus der Originalveröffentlichung von *Bayard* und *Alpert* und eine aktuelle, kommerziell erhältliche Bayard-Alpert-Messröhre vom Typ IE 414 der Firma *Oerlikon Leybold Vacuum* gezeigt. Man erkennt in beiden Abbildungen die Glühkathode (mit einer zusätzliche Hilfskathode gegenüber in der Messröhre von *Bayard* und *Alpert*), das Anodengitter und den axial ausgespannten, dünnen Kollektordraht.

Forschungsarbeiten haben gezeigt, dass es durch die Optimierung der Röhrengemeometrie und durch die Verwendung extrem dünner Ionenkollectoren sogar möglich ist, den Messbereich von Bayard-Alpert-Röhren bis zu Drücken von  $p < 10^{-11}$  mbar auszudehnen [19, 20].



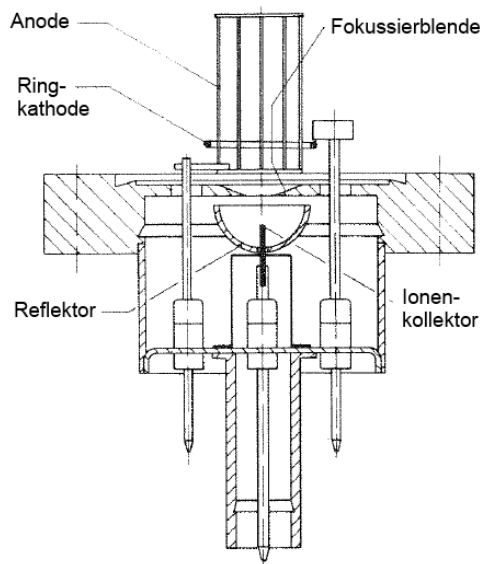


Abbildung 2.7.: Aufbau eines klassischen Extraktormanometers [16].

### 2.3.5. Extraktormanometer

In zahlreichen Beschleunigern und speziellen Forschungseinrichtungen ist es notwendig, noch tiefere Drücke messtechnisch zu erfassen. Die einzigen kommerziell erhältlichen Messröhren, deren untere Messgrenze bis zu  $1 \cdot 10^{-12}$  mbar herabreicht, sind die sogenannten Extraktormessröhren. Bei diesem nach *Redhead* [21] aufgebauten Glühkathodenionisationsvakuummeter befindet sich der Ionenkollector außerhalb des Ionisationsvolumens, abgeschirmt durch eine Blende, unterhalb des Anodengitters (siehe Abbildung 2.7). Dadurch kann nur noch ein Bruchteil der entstehenden Röntgenphotonen auf den Ionenkollector treffen. Eine zusätzliche Reflektorelektrode, deren Potential etwas niedriger als das der Anode gewählt wird, fokussiert die durch die Blende tretenden Ionen auf den Kollektor. Durch diese Maßnahmen werden sowohl die obere als auch die untere Messgrenze zu tieferen Drücken hin verschoben (vgl. Tabelle 2.2).

Seit der Entwicklung des Extraktors wurde viel daran geforscht, die Abschirmung des Ionenkollectors vor einfallenden Röntgenphotonen weiter zu verbessern, um die untere Messgrenze zu noch tieferen Drücken hin zu verschieben. Eine Entwicklung dazu war die Messröhre von *Helmer* und *Hayward* [22], bei der der Ionenkollector um 90 Grad zur Blende versetzt angeordnet wurde, wodurch dieser vor dem direktem Einfall von Röntgenstrahlung geschützt war. Die Fokussierung der Ionen auf den Kollektor wurde durch ein elektrisches Feld realisiert. *Watanabe* [23] benutzte bei seiner Extraktorgeometrie sogar einen um 180 Grad gedreht angeordneten Ionenkollector und nutzte den Durchflug der Ionen durch das elektrische Feld für eine Separation der ESD-Ionen von den Restgasionen. Dadurch ergab sich eine Senkung der unteren Messgrenze auf einen Druck von  $p = 2 \cdot 10^{-13}$  mbar.

## 2.4. Mit Feldemissionskathode modifizierte Glühkathodenionisationsmanometer

Der Einsatz von Glühkathoden als Elektronenquelle in Ionisationsmanometern hat sich zwar seit über 60 Jahren bewährt, er bringt jedoch auch einige Probleme mit sich, die sich negativ auf die Druckmessung auswirken können. Zum einen stört die Wärmeentwicklung der Glühkathode das thermodynamische Gleichgewicht, zum anderen entsteht durch thermisches Ausgasen der Kathode und benachbarter Elektroden eine lokale Druckerhöhung, die ebenfalls zu einer fehlerhaften Druckmessung führen kann. Aufgrund dieser Nachteile versuchten zahlreiche Forscher, den Einfluss der Glühkathode auf die Genauigkeit der Druckmessung zu eliminieren, indem sie Manometer mit alternativen Emissionskathoden entwickelten. Ein möglicher Kathodentyp für den Einsatz in Ionisationsmanometern sind Feldemissionskathoden, deren Emissionsmechanismus auf dem Tunneleffekt basiert. Aufgrund der nahezu vernachlässigbaren Wärmeentwicklung erscheint dieser Kathodentyp als vielversprechende Alternative zu Glühkathoden.

### 2.4.1. Theorie der Feldemission

Die Feldemission ist ein quantenmechanischer Prozess, bei dem durch Anlegen einer hohen Potentialdifferenz zwischen zwei Elektroden ein elektrisches Feld mit Feldstärken  $E$  im Bereich von  $\text{kV}/\mu\text{m}$  generiert wird, wodurch Elektronen aus der Kathode herausgelöst werden. Sie beruht hauptsächlich auf zwei Effekten: Erstens wird die Austrittsarbeit durch das angelegte elektrische Feld reduziert (Shottky-Effekt) und zweitens wird die Wahrscheinlichkeit für eine Tunnelionisation durch eine Verformung des Potentialverlaufs zwischen Metall und Vakuum erhöht [10]. Die benötigten Feldstärken werden durch eine Kombination aus hohen Spannungen, kleinen Abständen und Felderhöhungen infolge gezielter Anpassung der Materialform erzeugt.

Die Feldemissionsstromdichte  $J$  wird durch die Fowler-Nordheim-Gleichung beschrieben zu [24]

$$J = \frac{e^3}{8\pi h \Phi t(y)^2} E^2 \exp\left(-\frac{8\pi\sqrt{2m_{\text{el}}(\Phi)^3}}{3heE} v(y)\right), \quad (2.8)$$

$$\text{mit } t(y) \approx 1 + 0,1107y^{1,33}, \quad v(y) \approx 1 - y^{1,69} \quad (2.9)$$

$$\text{und } y = \frac{1}{\Phi} \sqrt{\frac{e^3 E}{4\pi\epsilon_0}}. \quad (2.10)$$

Dabei ist  $J$  die Elektronenstromdichte,  $e$  die Elementarladung,  $m_{\text{el}}$  die Masse eines Elektrons,  $\Phi$  die Austrittsarbeit,  $h$  das Plancksche Wirkungsquantum und  $\epsilon_0$  die elektrische Feldkonstante. Die Fowler-Nordheim-Gleichung gilt aber nur unter der Annahme einiger Vereinfachungen. Zum einen ist dieser Zusammenhang nur für  $T = 0\text{ K}$  gültig, zum anderen werden Elektronen in niedrigen Energiezuständen vernachlässigt, da ihre Austrittswahrscheinlichkeit durch die hohe Energiebarriere nahezu null ist. Außerdem

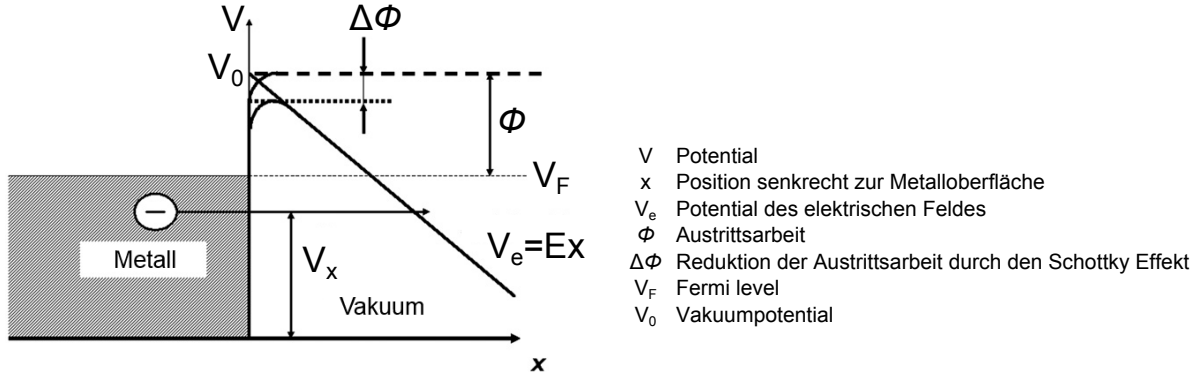


Abbildung 2.8.: Vereinfachtes Potentialmodell für die Feldemission aus Metallen [26].

muss das Material von Anode und Kathode identisch sein. Ferner muss die Elektronenenergie im Material viel höher liegen als nach dem Austreten [25]. Des Weiteren wurden die effektive Elektronenmasse in Metall und im Vakuum als gleich angenommen.

Unter der Voraussetzung einer dreieckförmigen Potentialbarriere (sogenanntes Fowler-Nordheim-Tunneln, siehe Abbildung 2.8), können die Gleichungen (2.9) gleich eins gesetzt werden [24]. Fasst man die Konstanten der Fowler-Nordheim-Gleichung zusammen, ergibt sich die vereinfachte Form

$$J = a \frac{E^2}{\Phi} \exp\left(-b \frac{\Phi^{3/2}}{E}\right), \quad (2.11)$$

wobei 
$$a = \frac{e^3}{8\pi h} = 1,54 \cdot 10^{-6} \frac{\text{A} \cdot \text{eV}}{\text{V}^2} \quad (2.12)$$

und 
$$b = \frac{8\pi\sqrt{2m_{el}}}{3he} = 1,07 \cdot 10^{38} \frac{\sqrt{\text{kg}}}{\text{C} \cdot \text{eV} \cdot \text{s}}$$

$$= 6,83 \cdot 10^9 \frac{\text{V}}{\text{eV}^{3/2} \cdot \text{m}} \quad (2.13)$$

gesetzt wurden. Stellt man diese Gleichung um, ergibt sich der Zusammenhang

$$\ln\left(\frac{J\Phi}{aE^2}\right) = -b \frac{\Phi^{3/2}}{E} \quad (2.14)$$

mit 
$$E = \frac{\beta U}{d} \quad \text{und} \quad J = \frac{I}{A_{em}}. \quad (2.15)$$

Dabei steht  $\beta$  für den Felderhöhungsfaktor,  $U$  für die zwischen den Elektroden angelegte Spannung,  $d$  für den Abstand zwischen den Elektroden,  $I$  für den Emissionsstrom und  $A_{em}$  für die emittierende Fläche. Unter Verwendung der eingeführten Größen erhält man schließlich

$$\ln\left(\frac{I}{U^2}\right) = \frac{-b\Phi^{3/2}d}{\beta} \cdot \frac{1}{U} - \ln\left(\frac{\Phi d^2}{aA_{em}\beta^2}\right). \quad (2.16)$$

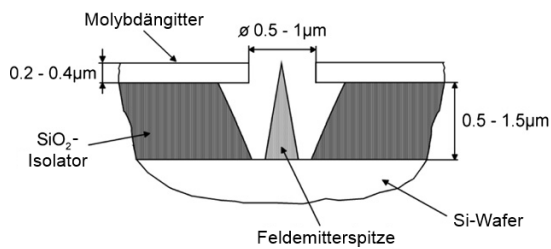
Diese Form kann als Geradengleichung mit der Steigung  $m = \frac{-b\Phi^{3/2}d}{\beta}$  und dem Ordinatenabschnitt  $y_0 = -\ln\left(\frac{\Phi d^2}{aA_{em}\beta^2}\right)$  interpretiert werden. Wählt man nun in einem kartesischen Koordinatensystem als Abszisse  $U^{-1}$  und als Ordinate  $\ln(IU^{-2})$ , erhält man für den Fall einer ausschließlich auf Feldemission beruhenden Emission den sogenannten Fowler-Nordheim-Plot. Aus der Steigung dieser Geraden lässt sich bei bekannter Austrittsarbeit  $\Phi$  der Felderhöhungsfaktor  $\beta$  und die effektiv emittierende Fläche  $A_{em}$  bestimmen.

Nicht jede Oberfläche ist geeignet, um über Feldemission freie Elektronen zu erzeugen. Dazu muss das Material eine geringe Austrittsarbeit besitzen und sollte mikroskopisch kleine Unebenheiten und Spitzen aufweisen, um Felderhöhungen zu erzeugen. Andersherum muss bei unerwünschter Feldemission das Material eine hohe Austrittsarbeit und eine möglichst glatte Oberfläche besitzen, was zum Beispiel durch Elektropolieren erreicht werden kann. Gängige Feldemitter sind zum Beispiel einzelne Metallspitzen, Feldemitterarrays und Kohlenstoffnanoröhren [26].

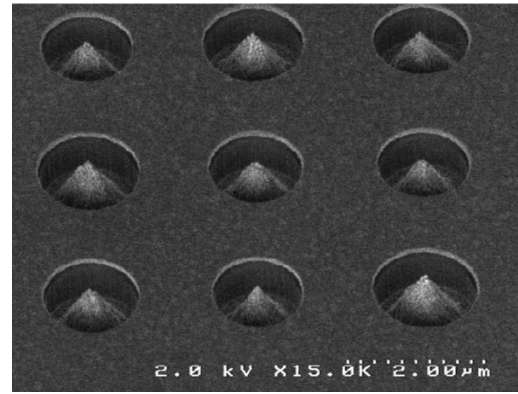
Einzelne Metallspitzen können mit einem Radius von einigen 100 Nanometern hergestellt werden. Sie emittieren nahezu punktförmig mit relativ kleinem Extraktionswinkel, weshalb sie für viele Anwendungen, wie zum Beispiel dem Einsatz in Ionisationsvakuummetern, eher ungeeignet sind. Außerdem erzeugt eine einzelne Spitze in der Regel nur einen sehr geringen Strom. Zusätzlich sind solche einzelnen Spitzen sehr empfindlich gegenüber Ionenbombardement. Dabei erzeugen die im elektrischen Feld beschleunigten Elektronen durch Stöße mit dem Restgas positiv geladene Ionen, die wiederum mit hohen Energien auf die Metallspitze treffen und diese zerstäuben können. Infolgedessen verrunden die Spitzen allmählich und die Emission nimmt ab.

Mit Hilfe der modernen Mikrosystemtechnologie wurde es möglich, Feldemitterspitzen extrem dicht gepackt in sogenannte Feldemitterarrays zu integrieren. Die Spitzen sind meist aus Silizium oder Molybdän gefertigt und auf einem Halbleiter-Wafer regelmäßig angeordnet. Diese Wafer können mit einer Dichte von einigen Millionen Spitzen pro Quadratcentimeter besetzt werden. Die erste und wahrscheinlich bekannteste Entwicklung eines Feldemitterarrays ist die sogenannte Spindt-Kathode [27]. In Abbildung 2.9 sind der Querschnitt einer einzelnen Spitze und ein mit einem SE-Mikroskop aufgenommenes Bild einer typischen Spindt-Kathode gezeigt. Das Bild lässt folgenden Aufbau der Spindt-Kathode erkennen: In konusförmigen Vertiefungen befinden sich die einzelnen Spitzen aus Molybdän. Umgeben sind sie von einer Schicht aus Isolatormaterial, auf dem sich eine dünne Gitterschicht befindet. Durch Anlegen einer positiven Spannung an diese Gitterschicht wird das für die Feldemission notwendige elektrische Feld erzeugt. Durch eine spezielle Beschichtung der emittierenden Spitzen kann die Austrittsarbeit des Materials gesenkt werden, sodass sich die Emissionseigenschaften verbessern.

Ein weiterer gängiger Feldemittertyp sind die Kohlenstoffnanoröhren. Diese wurden erstmals 1991 von Iijima [28] entdeckt. Es sind Röhren mit einem Durchmesser von 0,5 bis 50 nm, die entweder aus einer einzelnen (SWNT: **s**ingle **w**alled **n**anotubes) oder aus mehreren (MWNT: **m**ulti **w**alled **n**anotubes), schwach miteinander wechselwirkenden Graphenschichten bestehen. Durch die schwache Wechselwirkung der Schichten unterscheiden sich die Eigenschaften zwischen MWNT und SWNT kaum voneinander. Je nach



(a) Querschnitt durch eine einzelne Spitze.



(b) SEM-Bild.

Abbildung 2.9.: Ansichten einer Spindt-Kathode [26].

Struktur werden drei verschiedene Arten von CNTs unterschieden: armchair, zigzag und chiral. Bei dieser Unterscheidung kommt es darauf an, wie die hexaedrische Struktur zu ihren Nachbarn orientiert ist. Dabei gibt diese Orientierung die elektrischen Eigenschaften der CNT-Schicht an: armchair-CNT-Schichten sind metallisch leitend, zigzag- und chirale Schichten sind Halbleiter mit unterschiedlich großer Bandlücke [29].

Wie experimentell gezeigt werden konnte, beträgt die Austrittsarbeit  $\Phi$  von MWNT-Schichten ungefähr  $\Phi = 5 \text{ eV}$ , was dem Wert von Graphit entspricht [30]. Mit dieser Austrittsarbeit wäre bei einer glatter Oberfläche eine Feldstärke von  $2500 \text{ V}/\mu\text{m}$  notwendig, um Elektronen durch Feldemission herauslösen zu können. Durch die kleinen Radien der CNT-Spitzen wird dieser Wert jedoch um einen Faktor  $\beta \approx 1000\text{-}3000$  abgesenkt [31]. Damit ergibt sich eine Schwellenfeldstärke von maximal  $2,5 \text{ V}/\mu\text{m}$ .

## 2.4.2. Bedeutsame Entwicklungen von Ionisationsmanometern mit Feldemissionskathode

Wie eingangs bereits erwähnt, hat es auf dem Gebiet der Ionisationsmanometer mit substituierter Glühkathode bereits einige Experimente und Veröffentlichungen gegeben. Viele davon konnten zeigen, dass es grundsätzlich möglich ist, die heiße Kathode durch einen Feldemitter zu ersetzen. Einen umfassenden Überblick über die verschiedenen Entwicklungen von feldemitterbasierten Emissionskathodenionisationsmanometern gibt ein Artikel von *Wilfert* und *Edelmann* [26], aus dem hier einige wichtige Veröffentlichungen vorgestellt werden sollen.

Einer der wahrscheinlich ersten Versuche, ein Ionisationsmanometer mit einer Feldemissionskathode herzustellen, gingen bereits 1964 von *Mourad et al.* aus [2]. Die Autoren entwickelten eine Messröhre, deren Feldkonfiguration die Elektronen auf extrem verlängerten Umlaufbahnen zur Anode zwangen. Eine Version dieser sogenannte „Orbitron gauge“ hatte zusätzlich zu einer Glühkathode noch eine Wolframspitze als Elektronenemitter, deren Emissionscharakteristik sich jedoch mit der Zeit veränderte und sich

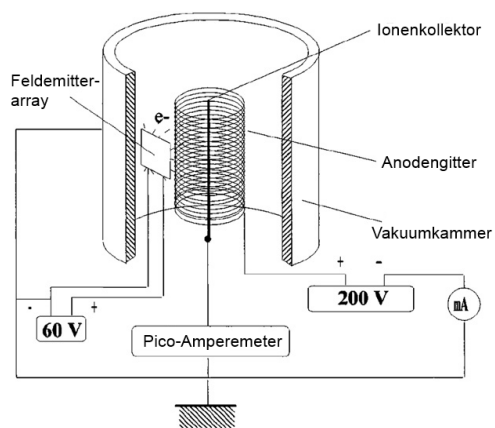
damit für den Einsatz in dieser Druckmessröhre nicht geeignet hat. Es wurde weiter mit einzelnen Spitzen und MIM-Kathoden (eng: **metal-insulator-metal emitter**) experimentiert, doch waren die emittierten Ströme zu gering, um sie in kommerziellen Messgeräten wie der Bayard-Alpert-Messröhre zu verwenden.

Die ersten Feldemitterarrays wurden in den frühen 1990er Jahren in Emissionskathodenionisationsmanometern verbaut. 1994 haben *Baptist* und *Py* ein Patent auf die Entwicklung einer Bayard-Alpert-Röhre mit einem Feldemitterarray angemeldet [3]. Zwei Jahre später wurden die ersten Ergebnisse dieser Röhre veröffentlicht [32]. Die verwendete Molybdän-Spindtkathode, die an die Stelle der substituierten Glühkathode positioniert wurde (siehe Abbildung 2.10(a)), hatte eine emissive Fläche von  $20 \text{ mm}^2$  und beinhaltete 280.000 Spitzen. Damit konnte ein Elektronenstrom von ungefähr  $1 \text{ mA}$  erzeugt werden, bei einer angelegten Extraktionsspannung von  $60 \text{ V}$ . Mit einer stufenweise Anpassung des Emissionsstroms in verschiedenen Druckbereichen wurde in unterschiedlichen Gasatmosphären ein linearer Zusammenhang zwischen Druck und Ionenstrom über 7 Dekaden, von  $10^{-10}$  bis  $10^{-3} \text{ mbar}$ , gefunden. Dabei lag die Vakuummeterkonstante sogar etwas höher als die der Bayard-Alpert-Messröhre mit Glühkathode. Die Emission war über einen langen Zeitraum hinweg stabil, zeigte aber in einigen Gasatmosphären, wie zum Beispiel Sauerstoff, nach einigen tausend Stunden Betriebszeit einen leichten Rückgang.

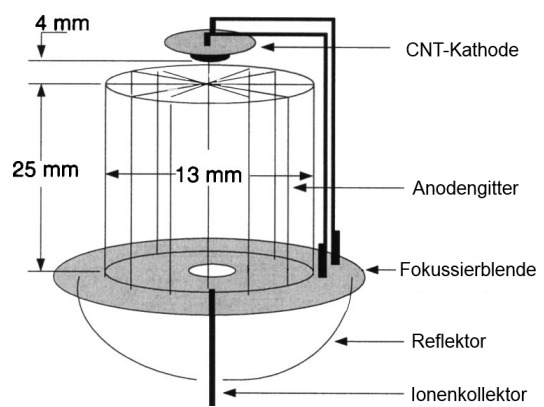
Das erste Ionisationsmanometer mit einer CNT-Kathode wurde 2004 von *Dong* und *Myneni* realisiert [4]. Die Autoren nutzten eine MWNT-Kathode, die sie gegenüber der Oberseite des Anodengitters eines Extraktors montierten (siehe Abbildung 2.10(b)). Mit einem Emissionsstrom von  $45 \text{ }\mu\text{A}$  konnte in einem Druckbereich von  $10^{-6}$  bis  $10^{-10} \text{ mbar}$  ein linearer Zusammenhang zwischen Druck und Ionenstrom gefunden werden, wobei die untere Messgrenze unter anderem durch sehr geringe Ionenströme ( $10^{-14} \text{ A}$ ) begrenzt war. Eine hohe Langzeitstabilität des Emissionsstroms mit Schwankungen unterhalb von  $5\%$  über einen Zeitraum von  $73 \text{ h}$  konnte auch hier gezeigt werden.

Seitdem gab es viele weitere Untersuchungen zur Substituierbarkeit des heißen Filaments durch eine Feldemissionskathode in Trioden und Bayard-Alpert-Messröhren. Die Ergebnisse der Entwicklungen haben eindeutig gezeigt, dass CNT-Kathoden zuverlässig als Elektronenquelle mit geringer Wärmeentwicklung in Emissionskathodenionisationsmanometern eingesetzt werden können [5, 33–35]. Doch bringen diese „kalten“ Kathoden auch Nachteile gegenüber den thermischen Kathoden mit sich. So sind die Kosten für die Herstellung einer CNT-Schicht sehr viel höher als für eine Glühkathode, zudem sind ihre Emissionseigenschaften stark von der Austrittsarbeit abhängig, die sich durch Adsorbate ändern kann [36, 37].

Dagegen haben diese Emitter erhebliche Vorteile. Durch die geringe Leistungsaufnahme können sie sehr gut in kryogenen Vakuumumgebungen eingesetzt werden. Eine schnelle Reaktionszeit lässt den Emissionsstrom in kürzester Zeit über die angelegte Spannung nachregeln. Durch die geringere Temperatur im Gegensatz zu den Glühkathoden produzieren sie sehr viel weniger thermische Strahlung, stören das thermische Gleichgewicht nicht und wechselwirken im Gegensatz zu thermischen Kathoden kaum mit dem Restgas.



(a) BAG mit Spindt-Kathode nach *Baptist* und *Py* [3].



(b) Extraktor mit CNT-Kathode nach *Dong* und *Myneni* [4].

Abbildung 2.10.: Zwei bisherige Entwicklungen von feldemitterbasierten Emissionskathodenionisationsmanometern.

# 3. Druckmessung in kryogenen UHV und XHV-Systemen

## 3.1. Stand der Technik

Wie bereits erwähnt sind momentan ausschließlich Emissionskathodenionisationsmanometer in der Lage, Drücke im Bereich des UHV und XHV zu messen. Zwar konnte *Rao* zeigen, dass ein Extraktormanometer auch bei den Temperaturen des flüssigen Heliums ( $T = 4,2\text{ K}$ ) eingesetzt werden kann und eine zuverlässige Druckanzeige liefert [38], die hohen Temperaturen der Glühkathode sind jedoch in kryogenen Vakuumbereichen äußerst problematisch. Aufgrund dessen wurde bisher oftmals auf den Einsatz dieses Manometers verzichtet. Stattdessen wurden zum Beispiel integrale Methoden wie die Abschätzung der Restgasteilchendichte über den Strahlverlust beziehungsweise die Strahllebensdauer verwendet. Bei dieser Methode werden die Teilchenstrahlverluste durch Wechselwirkung mit dem Restgas vermessen und mit Hilfe der entsprechenden Wechselwirkungswahrscheinlichkeiten auf eine Restgasteilchendichte zurückgerechnet. Ein Nachteil dieser Methode ist, dass diese Wechselwirkungswahrscheinlichkeiten stark von der Art und Zusammensetzung des Restgases abhängig sind. Ist diese unbekannt, kann allenfalls eine grobe Abschätzung gemacht werden. Des Weiteren ist diese Methode, wie bereits angesprochen, eine integrale Messung, was bedeutet, dass ausschließlich eine Aussage über die mittlere Teilchendichte auf der durchflogenen Strecke gemacht werden kann. Lokale Druckschwankungen werden somit nicht registriert.

An den bestehenden kryogenen Beschleunigerringen wird das Problem der Druckmessung in den kalten Ringsektionen unterschiedlich gelöst. So wird sich zum Beispiel beim LHC am CERN darauf beschränkt, Bayard-Alpert- und Penningionisationsmanometer in den Raumtemperaturbereichen des Beschleunigerrings zur Überwachung der Drücke zu verwenden. In den Tieftemperatursektoren, die teilweise bei  $1,9\text{ K}$  betrieben werden, sind keine Druckmessgeräte installiert [39]. Am RHIC in Brookhaven hingegen werden Ionsiationsmanometer mit gekreuzten elektromagnetischen Feldern vom inversen Magnetron-Typ eingesetzt [40]. Diese werden über ein  $1,5\text{ m}$  langes, flexibles Rohrstück, das durch den Thermoschild und die thermische Isolation hindurchgeht, mit der kryogenen Vakuumkammer ( $T = 4\text{ K}$ ) verbunden. Dadurch kann das inverse Magnetron bei Zimmertemperatur betrieben werden. Der große Nachteil dieses Verfahrens ist, dass durch den Kalt-Warm-Übergang ein Druck gemessen wird, der nur bedingt dem Druck in den kryogenen Bereichen entspricht. Die Druckmessung über die Restgasteilchendichte setzt immer die Kenntnis der Gastemperatur voraus, die durch den Temperaturübergang nur geschätzt werden kann. Gravierender ist jedoch der Einfluss der Gasabgabe, die auf



der Raumtemperaturseite den Druck stark erhöht. Dadurch ist der gemessene Wert maximal eine grobe Abschätzung des tatsächlichen Vakuumdrucks innerhalb des kryogenen Bereichs. Dies konnte auch am RHIC beobachtet werden, an dem nach dem Herunterkühlen ein Druck im mittleren  $10^{-10}$  mbar Bereich gemessen wurde, der Druck in den tiefkalten Strahlrohren jedoch unterhalb von  $10^{-11}$  mbar liegen müsste [41].

## 3.2. Überlegungen zur Entwicklung einer Extraktorröhre mit CNT-Kathode

Eine Alternative zu den im vorherigen Abschnitt erwähnten Messmethoden für den Druck in kryogene Vakuumbereichen wäre die direkte Druckmessung innerhalb dieser Sektionen mittels CNT-basierter Extraktorröhren. Eine mögliche Umsetzung solch eines modifizierten Extraktors ist in Abbildung 3.1 zu sehen. Darin erkennt man eine CNT-Kathode der Firma *Xintek* in einem Edelstahlgehäuse, welche gegenüber dem Anodengitter einer kommerziellen Extraktorröhre vom Typ IE 514 der Firma *Oerlikon Leybold Vacuum* angebracht war. Dass diese Konfiguration gute Ergebnisse bezüglich einer hohen Vakuummeterkonstante liefert, konnte in verschiedenen Veröffentlichungen [4, 42] bereits gezeigt werden. Zwischen der CNT-Kathode und dem Anodengitter ist wahrscheinlich der Einsatz einer Blende sinnvoll, um die Elektronenenergie unabhängig von der Extraktionsgitterspannung einstellen zu können. Kathode und Blende werden von jeweils einem Stahlstift gehalten, der gleichzeitig für die Spannungsversorgung zuständig ist und mit einem der freien Durchführungspins am Extraktor verbunden ist, sodass keine weitere Spannungsdurchführung für den Betrieb benötigt wird. Ein mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Hülsen elektrisch isolierter Draht sorgt für die elektrische Kontaktierung der CNT-Schicht.

Um dieses erfolgsversprechende Design umsetzen zu können, wurden im Rahmen dieser Arbeit numerische Simulationen und Experimente durchgeführt, die in den nächsten Kapiteln vorgestellt werden.

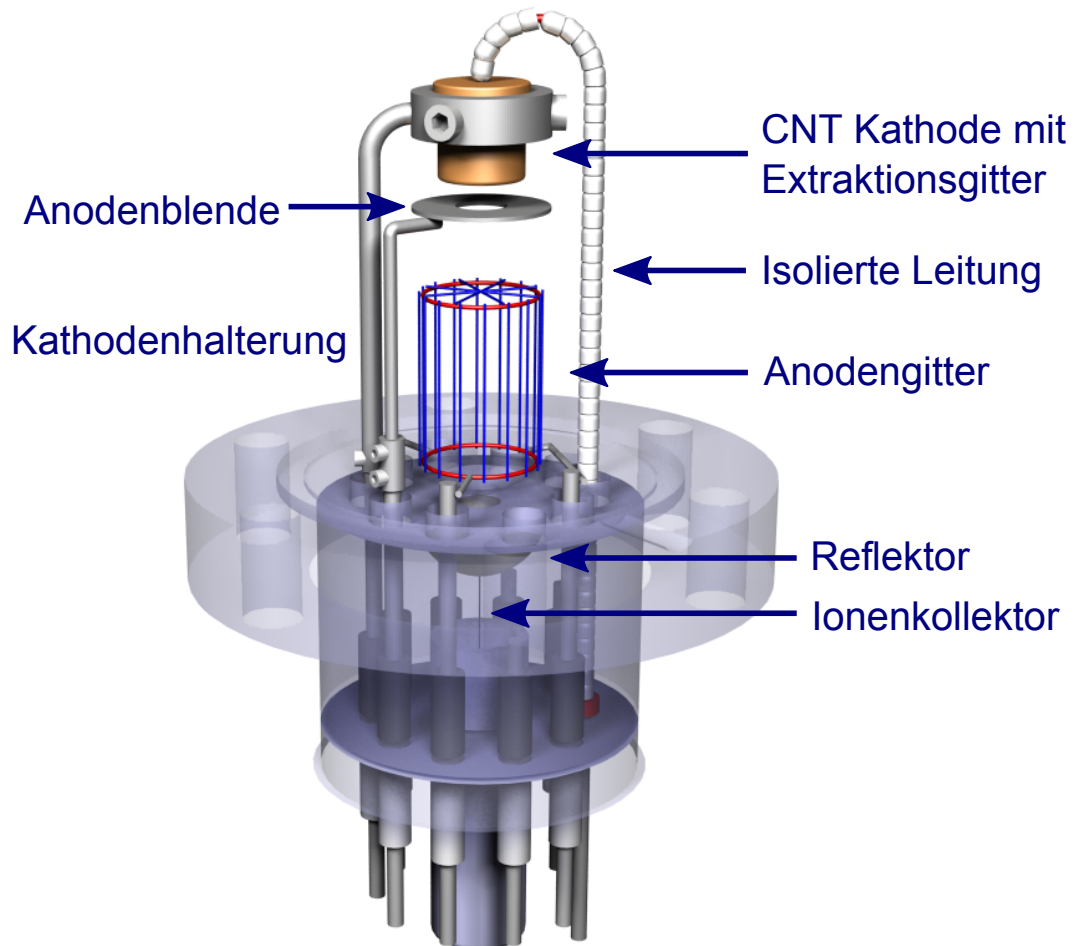


Abbildung 3.1.: 3D-Modell der CNT-basierten Extraktorröhre.

## 4. Experimentelle Untersuchungen zum grundlegenden Emissionsverhalten der CNT-Kathode

Die Entwicklung des feldemitterbasierten Ionisationsmanometers erforderte zunächst die eingehende Untersuchung der Emissionseigenschaften der in Frage kommenden Feldkathode. Für die Arbeit stand eine CNT-Kathode vom Typ XTC-T01-SSC-C2.5x2.5 der Firma *Xintek* zur Verfügung (Abbildung 4.1, siehe auch Datenblatt in Anhang I). Diese Kathode besteht aus einem kompakten Edelstahlzylinder, in dessen axialer Bohrung die eigentliche emissive CNT-Schicht mit einem Durchmesser von 2,5 mm auf einem nichtleitenden Material aufgebracht ist. Ein als Extraktionselektrode dienendes Wolframgitter ist in einem Abstand von 200  $\mu\text{m}$  vor der Schicht angeordnet und mit dem Edelstahlgehäuse leitend verbunden.

Eine wichtige Bedingung für die einzusetzende Kathode war, dass der von der CNT-Schicht bereitgestellte Elektronenstrom  $I_-$  in der gleichen Größenordnung liegen sollte wie der Elektronenstrom der Glühkathode. Dieser liegt in der Regel zwischen 0,01 und 10 mA [16]. Die Extraktormessröhre beispielsweise wird bei einem Emissionsstrom von 1,6 mA betrieben [12]. Im Datenblatt des Herstellers ist für die CNT-Kathode eine Stromdichte von  $J = 25 \text{ mA/cm}^2$  bei  $E = 4 \text{ V}/\mu\text{m}$  angegeben. Bei einer Emissionsfläche von  $A = \frac{\pi}{4}d^2 = 0,049 \text{ cm}^2$  errechnet sich unter der Voraussetzung einer homogenen Emission über die gesamte Kathodenoberfläche ein theoretischer Strom von  $I_G = 1,227 \text{ mA}$  bei einer Extraktionsgitterspannung von  $U_G = 800 \text{ V}$ . Mit der vom Hersteller angegebenen Transmission  $\tau = 0,7$  beträgt der daraus resultierende, für die Ionisation des Restgases im Extraktor bereitstehende Strom  $I_- = 860 \mu\text{A}$ . Dieser Strom wäre in der gleichen Größenordnung wie der Emissionsstrom eines Glühkathoden-Extraktors und damit ausreichend, um die Glühkathode zu ersetzen.

Ob die zur Verfügung stehende Kathode den theoretisch erwarteten Stromwert tatsächlich liefert, sollte in den Voruntersuchungen zunächst geprüft werden. Im Weiteren musste getestet werden, inwiefern die Feldkathode auch hinreichend langzeitstabil emittiert. Zum Thema Langzeitstabilität des Emissionsstroms bei CNT-Kathoden gibt es bisher bereits einige Veröffentlichungen, in denen eine gute Stabilität im Bereich von Stunden [5, 43], aber eine Abnahme der Emission im Bereich von Tagen [44], festgestellt wurde. Innerhalb dieser Arbeit wurden zu dieser Thematik Untersuchungen unter kryogenen Vakuumbedingungen durchgeführt.

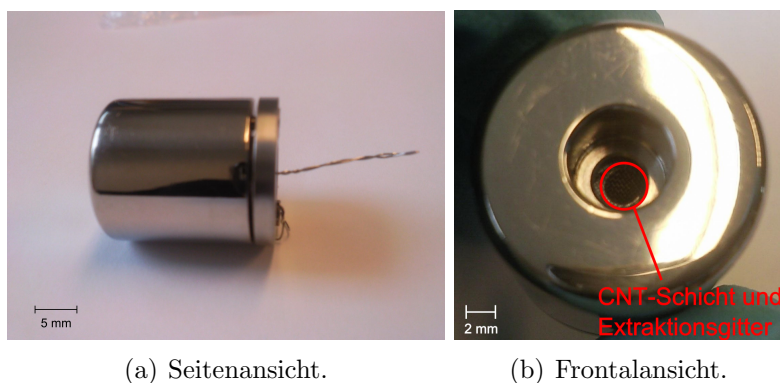


Abbildung 4.1.: Für die Experimente verwendete CNT-Kathode.

## 4.1. Experimentelle Aufbauten

Für die experimentelle Untersuchung der Emissionseigenschaften der CNT-Kathode wurden zwei Versuchsaufbauten realisiert, einer für Experimente bei Raumtemperatur und einer für Experimente bei kryogenen Temperaturen. Der Versuchsaufbau für die Messungen bei Raumtemperatur ist in Abbildung 4.2 gezeigt.

Als Testrezipient diente eine DN 100 CF-Zylinderkammer mit fünf DN 40 CF-Abgangsflanschen, der mittels einer Turbomolekularpumpe (TMP) vom Typ ET 300 WS der Firma *Ebara*, welche ein Saugvermögen von 270 l/s für Stickstoff besitzt, evakuiert wurde. Als Vorpumpe diente eine trockene Vakuumpumpe vom Typ PDV250, ebenfalls der Firma *Ebara*. Abbildung 4.3(a) zeigt die für die CNT-Kathode entwickelte Halterung. Dem Kathodengehäuse direkt gegenüber positioniert befand sich der Anodenkopf, der auf einer Lineardurchführung montiert war (siehe Abbildung 4.3(b)). Dadurch war es möglich, verschiedene Anoden-Kathoden-Abstände  $d_{AK}$  einzustellen. Ein Foto durch den DN 100 CF-Flansch mit Sichtfenster (siehe Abbildung 4.2(c)) zeigt die sich gegenüberstehende Kathode und Anode und die Leitung zur Anode, die aus konstruktiv-technischen Gründen von der Seite der Kathode durchgeführt werden musste. Um den Totaldruck im Rezipienten zu überwachen, wurde eine Weitbereichsmessröhre (eng: **w**ide **r**ange **g**auge, WRG) vom Typ PBR 260 der Firma *Pfeiffer Vakuum* für den Bereich von  $5 \cdot 10^{-10}$  mbar bis 1000 mbar verwendet. Für die Messung noch tieferer Drücke wurde später zusätzlich eine Extraktorröhre vom Typ IE 514 der Firma *Oerlikon Leybold Vacuum* installiert. Für die Analyse der Restgaszusammensetzung kam ein Quadrupolmassenspektrometer (QMS) vom Typ Prisma, ebenfalls der Firma *Pfeiffer Vacuum* zum Einsatz. Um eine gegenseitige Beeinflussung der Ionenquelle des QMS und der Totaldruckmessröhren zu vermeiden, wurden die Komponenten über Eck montiert. Für die Spannungsversorgung von Gitter und Anode wurden zwei Netzteile der Firma *FUG*, ein MCN 350-1200 und ein MCN 35-1200, verwendet. Die Ströme wurden mit einem Elektrometer vom Typ 6314 und einem Picoamperemeter vom Typ 6485, beide der Firma *Keithley*, gemessen. Ein  $R_S = 1 \text{ M}\Omega$  Widerstand wurde zur Strombegrenzung im Fall eines Spannungsdurchbruchs in die CNT-Zuleitung integriert.

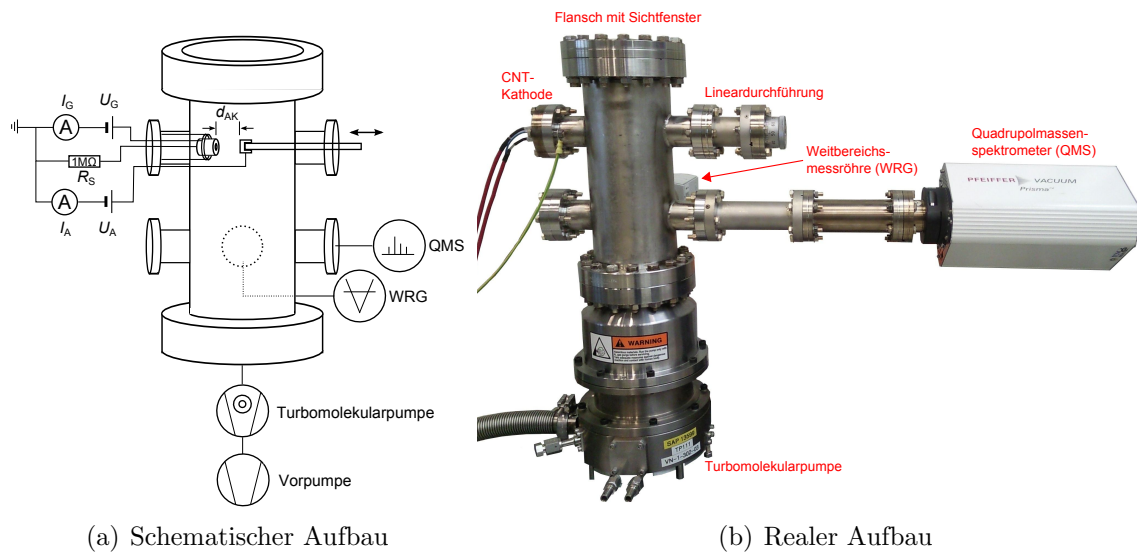
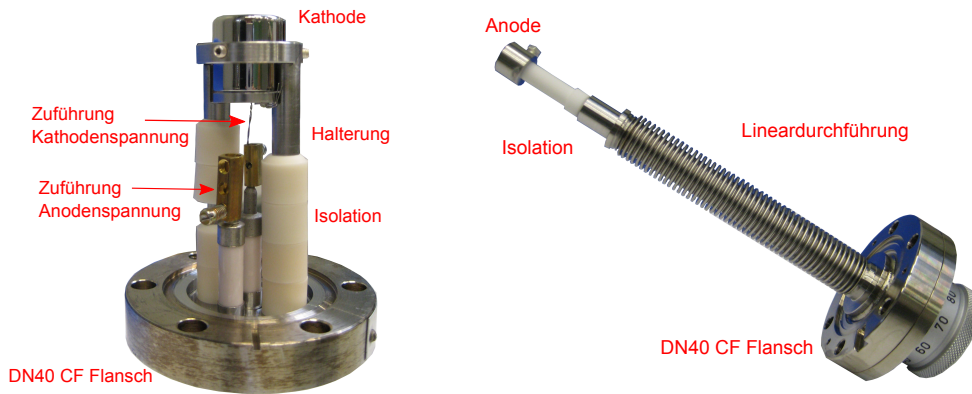


Abbildung 4.2.: Versuchsaufbau zur Untersuchung der Emissionseigenschaften der CNT-Kathode bei Raumtemperatur.



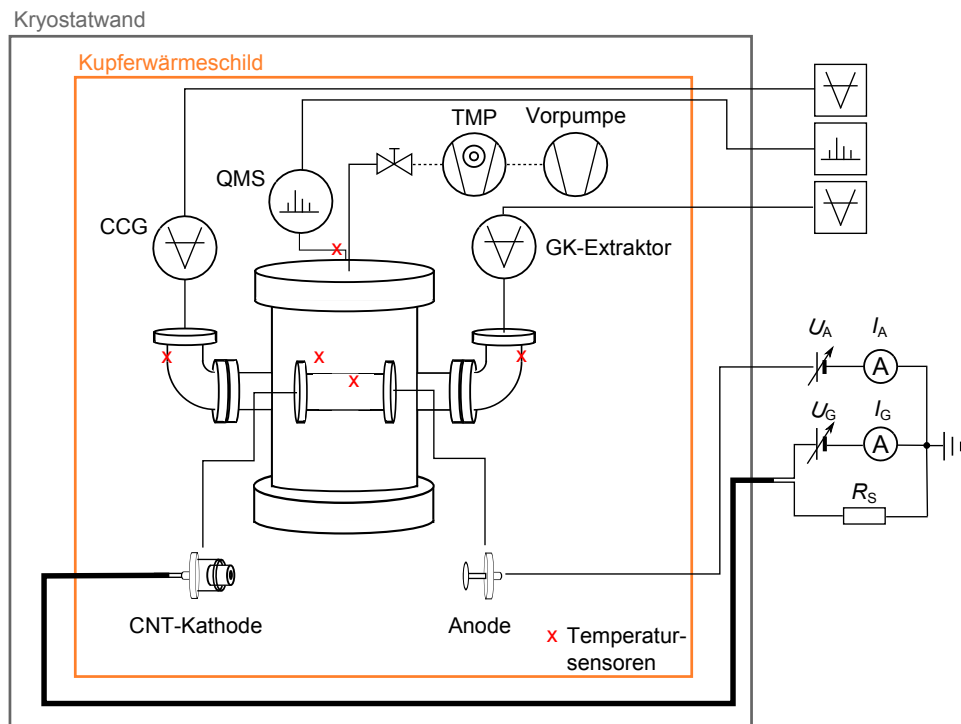
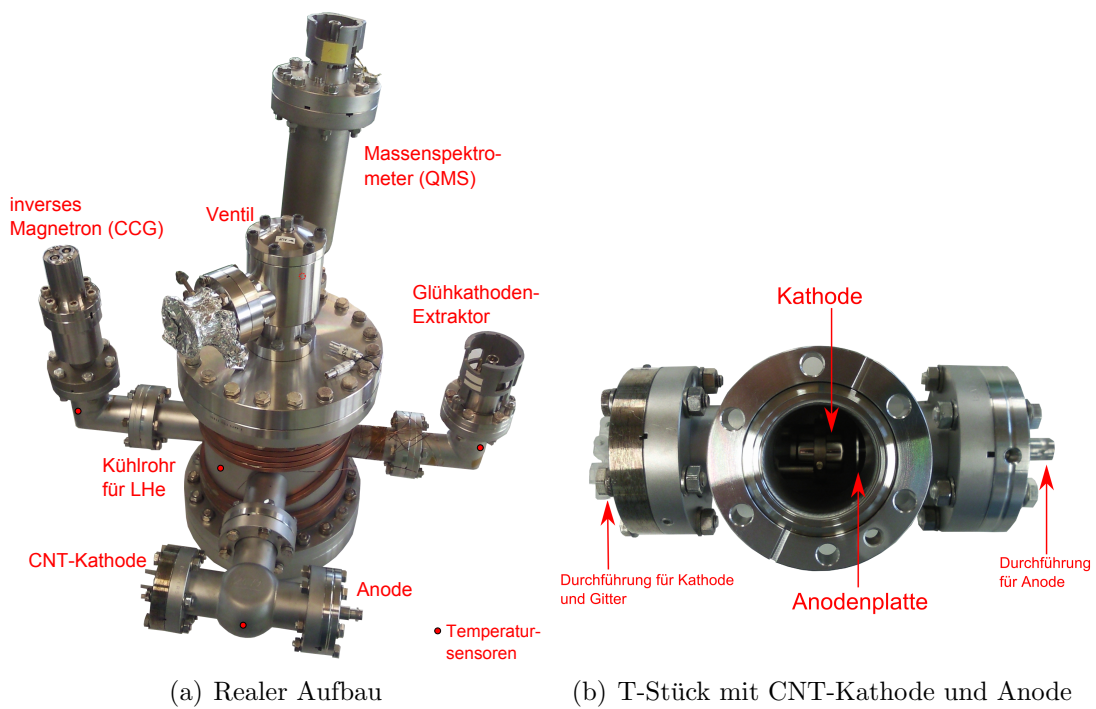
(a) Kathode in Halterung

(b) Anode mit Lineardurchführung

Abbildung 4.3.: Hauptkomponenten des ersten Versuchsaufbaus.

Unter Verwendung des beschriebenen Pumpstandes wurden die Emissionseigenschaften der CNT-Kathode hinsichtlich Gitterstrom  $I_G$ , Anodenstrom  $I_A$  und Transmission  $\tau = I_A/(I_A + I_G)$  in Abhängigkeit von der Anodenspannung  $U_A$ , der Gitterspannung  $U_G$ , dem Abstand zwischen CNT-Kathodengehäuse und Anode  $d_{AK}$  und der Zeit  $t$  bestimmt.

Für die Untersuchung der Emissionseigenschaften der Kathode unter Tieftemperaturbedingungen wurde ein anderer Versuchsaufbau verwendet. Zum Einsatz kam hier eine DN 160 CF-Zylinderkammer mit vier DN 40 CF-Abgängen. Dessen Außenwand war mit einem kupfernen Kühlrohr umwickelt (siehe Abbildung 4.4(a)). Dieser Rezipient wurde im Universalkryostaten der GSI durch Kühlung mit flüssigem Helium ( $T = 4,2$  K) auf tiefe Temperaturen heruntergekühlt. An den vier Abgängen wurden ein Quadrupolmassenspektrometer vom Typ Quadruvac PGA 100 der Firma *Leybold*, ein Extraktor der Firma *Oerlikon Leybold Vacuum*, ein inverses Magnetron vom Typ IKR 070 der Firma *Balzars* und die CNT-Kathode in ihrer Triodenanordnung installiert. Sämtliche Kabel wurden durch das Kupferwärmeschild und aus dem Universalkryostaten herausgeführt und die Messelektronik auf der Raumtemperaturseite betrieben. In Abbildung 4.4(c) ist der schematische Aufbau des Experiments gezeigt. Mit Hilfe eines mobilen Pumpstandes bestehend aus TMP und Membranpumpe wurde der Rezipient bis auf Drücke von etwa  $5 \cdot 10^{-7}$  mbar vorevakuiert. Nach Erreichen des Drucks wurde das UHV-Ventil geschlossen, die mobile Pumpeinheit abgetrennt und aus dem Universalkryostaten entfernt. Danach wurde der gesamte Kryostat geschlossen und die Pumpen für die Erzeugung des Isolationsvakuums eingeschaltet. Der Abkühlvorgang wurde initiiert, als der Druck im Isolationsvakuum  $p_{Iso} < 10^{-3}$  mbar war. Während des Abkühlvorgangs fiel der Druck im Versuchsrezipienten kontinuierlich ab. Nach ungefähr zwei Tagen lag die Temperatur des Rezipienten im Kryostaten bei ungefähr  $T_{Kammer} = 30$  K. Bei dieser Wandtemperatur herrschte im kryogenen Rezipienten ein Restgasdruck von ungefähr  $p_{Ext} = 5 \cdot 10^{-11}$  mbar ( $N_2$ -Raumtemperaturäquivalent). Das QMS zeigte erwartungsgemäß Wasserstoff (Massenzahl 2) als dominierende Restgaskomponente (siehe Abbildung 4.5).



(c) Schematischer Aufbau - TMP und Vorpumpe wurden nur zum Abpumpen des Rezipienten verwendet und danach aus dem Kryostaten entfernt.

Abbildung 4.4.: Versuchsaufbau für die Messungen im Kryostaten.



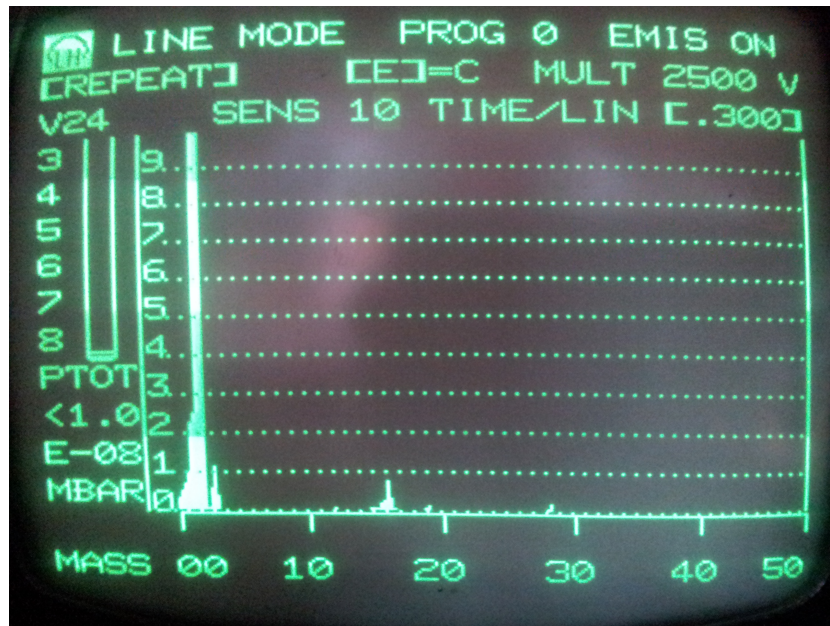


Abbildung 4.5.: Restgasspektrum im Rezipienten nach Herunterkühlen auf  $T_{\text{Kammer}} < 30 \text{ K}$ .

Für die Messungen am Universalkryostaten wurden Cernox Temperatursensoren von der Firma *LakeShore* vom Model CX-1050-SD angebracht, die während des Kühlvorgangs kontinuierlich gemessen haben. Die insgesamt sieben Sensoren waren an folgenden Stellen auf der Außenseite des Rezipienten befestigt:

- Am Winkelstück in Höhe des Extraktorfilaments ( $T_{\text{Ext}}$ ),
- direkt unter dem DN 40 CF-Flansch des inversen Magnetrons ( $T_{\text{CCG}}$ ),
- am Winkelstück in Höhe des QMS-Filaments ( $T_{\text{QMS}}$ ),
- in der Mitte des T-Stücks, das die CNT-Kathode beinhaltete ( $T_{\text{CNT}}$ ),
- in dem Bereich zwischen den Kühlschlangen ( $T_{\text{Kammer}}$ ),
- auf der LHe-Vorlaufleitung ( $T_{\text{Vorlauf}}$ )
- und auf der LHe-Rücklaufleitung ( $T_{\text{Rücklauf}}$ ).

Die Position der ersten fünf Sensoren ist in Abbildung 4.4 eingezeichnet.

## 4.2. Experimentelle Ergebnisse

Für die ersten in diesem Abschnitt vorgestellten Experimente wurde die CNT-Kathode als Diode betrieben. Dazu wurde die CNT-Schicht auf Erdpotential gelegt und das Extraktionsgitter positiv vorgespannt. Bei den folgenden Versuchen wurde die gegenüber



der Kathode positionierte Anode ebenfalls positiv vorgespannt, wodurch die CNT-Kathode in einem Triodenmodus betrieben wurde. In diesem Verschaltungssetup war vor allem die Transmission  $\tau$ , die durch das Extraktionsgitter erreicht werden konnte, interessant. Wichtig für den späteren Einsatz im der modifizierten Extraktorröhre war die Untersuchung des Einflusses, den der Abstand zwischen dem Gehäuse der Kathode und der Anode  $d_{AK}$  hatte, denn genau wie Gitter- und Anodenpotential beeinflusst dieser Abstand die Transmission. Diese Messungen wurden alle bei Drücken im mittleren UHV-Bereich durchgeführt. Zusätzlich wurden die emissiven Eigenschaften der Kathode bei höheren Drücken untersucht. Außerdem wurde in mehreren Versuchen die eingangs bereits erwähnte Langzeitstabilität der Emission geprüft. Dazu wurde die CNT-Kathode bei tiefen Temperaturen mehrfach im Dauerbetrieb über jeweils 40 Stunden getestet.

Durch den Spannungsabfall am Schutzwiderstand  $R_S = 1\text{ M}\Omega$  sind die Spannungen, die an Extraktionsgitter und Anode anliegen, geringer als die auf dem Netzteil angezeigten Spannungen. In den folgenden Kapiteln wird sich, wenn nicht anders vermerkt, immer auf die korrigierten Spannungen beziehungsweise Potentiale an Extraktionsgitter und Anode bezogen. Diese sind berechnet nach dem Ohm'schen Gesetz zu

$$U_{\text{corr}} = U - I_{\text{ges}} \cdot R_S. \quad (4.1)$$

Hierbei ist  $U$  die von der Spannungsquelle angezeigte Spannung und  $I_{\text{ges}}$  die Summe der beiden Ströme  $I_{\text{ges}} = I_G + I_A$ .

#### 4.2.1. $I_G$ - $U_G$ -Kennlinien

Für die ersten Untersuchungen der CNT-Kathode wurde der Aufbau so weit wie möglich vereinfacht. Deswegen wurde zuerst die Anodenspannung konstant auf  $U_A = 0\text{ V}$  gehalten und somit eine Diodenschaltung realisiert, in der alle Elektronen, die aus der CNT-Schicht emittiert wurden, auf das Gitter oder das mit dem Gitter leitend verbundene Gehäuse trafen. Untersucht man den Emissionsstromverlauf in Abhängigkeit von der Gitterspannung, erhält man die Emissionskennlinie der CNT-Kathode im Diodenmodus. Diese Kennlinien haben gezeigt, dass die Spannung, bei der die CNT-Kathode einen messbaren Emissionsstrom von  $1\text{ nA}$  lieferte, ungefähr  $U_G = 300\text{ V}$  betrug. Bei einer Spannung von  $U_G = 750\text{ V}$  konnte ein Emissionsstrom von ungefähr  $I_G = 425\text{ }\mu\text{A}$  gemessen werden. Dieser Wert liegt um einen Faktor 1,5 bis 2,2 unterhalb der vom Hersteller spezifizierten Werte.

Um eine Aussage über die Temperaturabhängigkeit der Emissionseigenschaften der CNT-Kathode treffen zu können, wurde die Emissionskennlinie im ersten experimentellen Aufbau mehrfach bei Raumtemperatur und im zweiten experimentellen Aufbau mehrfach bei unterschiedlich tiefen Temperaturen aufgenommen. In Abbildung 4.6 sind die Emissionskennlinien und die dazugehörigen Fowler-Nordheim-Plots für die Temperaturen  $T_{\text{CNT}} = \{300, 96, 60, 53, 47\}\text{ K}$  dargestellt. Diese Temperaturen wurden an dem T-Stück gemessen, in welchem die CNT-Kathode integriert war. Die Temperaturen, die bei diesen Versuchen am Rezipienten gemessen wurden, lagen deutlich tiefer, bei  $T_{\text{Kammer}} = 40$  bis  $17\text{ K}$ . Der Druck lag bei dieser Versuchsreihe stets unterhalb von

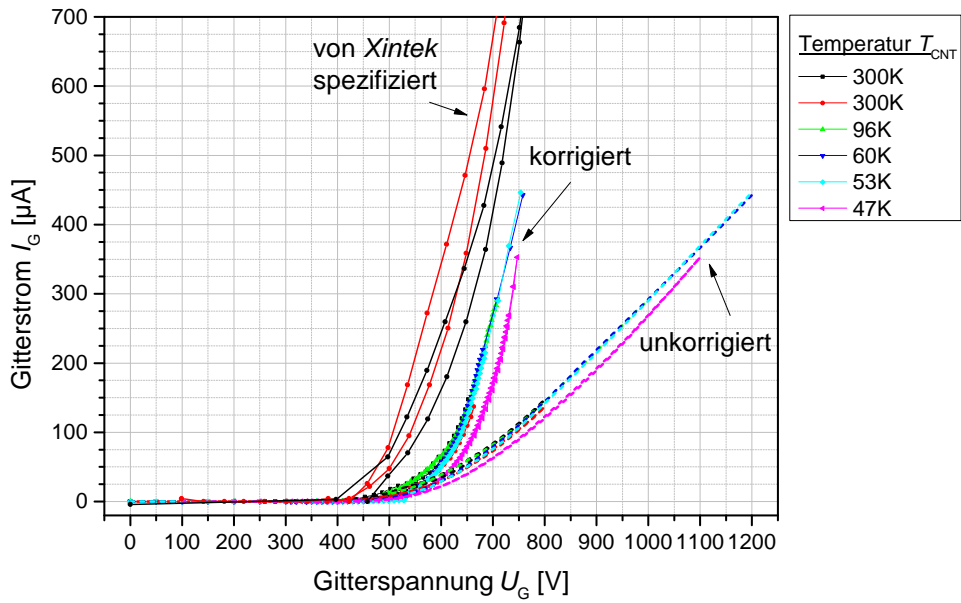
$p_{\text{Ext}} = 10^{-7}$  mbar. Zusätzlich zu den korrigierten Emissionskennlinien sind zum direkten Vergleich die von *Xintek* spezifizierten Emissionskennlinien aus dem Datenblatt (siehe Anhang I) und die unkorrigierten Emissionskennlinien eingezeichnet. Wie man im oberen Diagramm erkennen kann, scheint die Emission der CNT-Kathode bis zu einer Temperatur von  $T_{\text{CNT}} = 53$  K temperaturunabhängig zu sein. Die Kennlinie für  $T_{\text{CNT}} = 47$  K zeigte jedoch eine deutliche Abweichung von dem Emissionsverhalten bei höheren Temperaturen. Um herauszufinden, ob dies ein Temperatureffekt war, wurde eine zweite Messreihe durchgeführt, bei der das Emissionsverhalten bei Temperaturen zwischen  $T_{\text{CNT}} = 60$  K und  $T_{\text{CNT}} = 35$  K näher untersucht wurde. Diese tieferen Temperaturen wurden durch eine Verbesserung der thermischen Isolierung des Rezipienten (siehe Abschnitt 5.2) ermöglicht. Es konnte festgestellt werden, dass sich die Abweichung im Emissionsverhalten nicht in diesem Maß reproduzieren ließ, wodurch auf einen messtechnischen Fehler für die Kennlinie bei 47 K zu schließen ist. Es war jedoch ein geringer Rückgang des Emissionsstroms zu tieferen Temperaturen hin zu verzeichnen. Ob dieser tatsächlich ein Temperatureffekt war oder vielleicht nur auf eine Verschlechterung der Emissionsfähigkeit mit der Betriebszeit zurückzuführen ist, müsste in einer weiterführenden Arbeit untersucht werden.

Aus dem annähernd linearen Verlauf der Fowler-Nordheim-Plots (Abbildung 4.6 unten) lässt sich als Emissionsmechanismus auf eine dominierende Feldemission schließen. Eine die Feldemission überlagernde thermische Emission konnte messtechnisch nicht festgestellt werden.

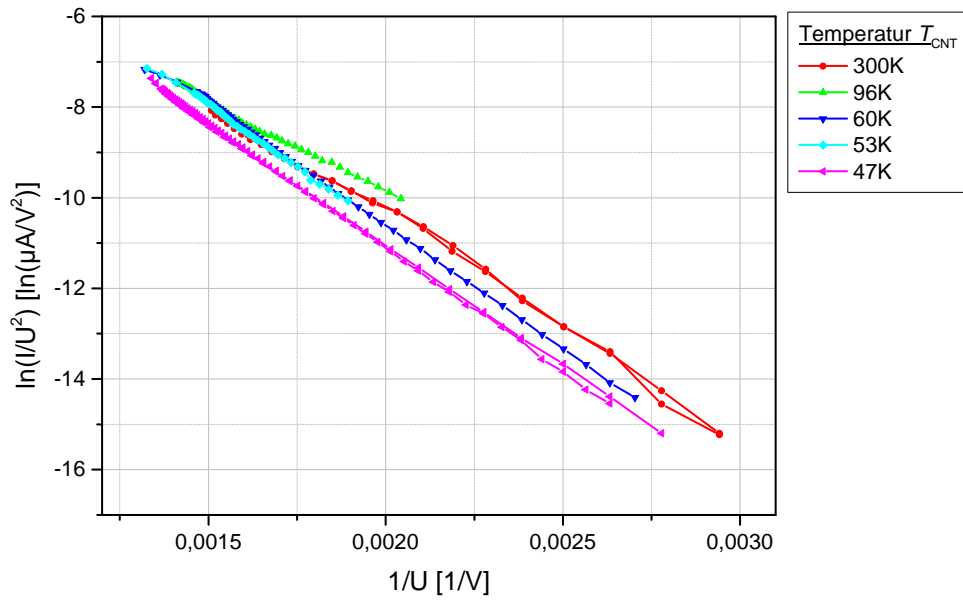
Aus Gleichung (2.16) wird ersichtlich, dass aus der Steigung  $m$  und dem Ordinatenabschnitt  $y_0$  der Fowler-Nordheim-Geraden der Felderhöhungsfaktor  $\beta$  und die effektive, emissive Fläche  $A_{\text{em}}$  bestimmt werden können, falls die Austrittsarbeit  $\Phi$  bekannt ist. Nimmt man für  $\Phi$  den Wert von Graphit ( $\Phi = 5$  eV) an, was in guter Näherung auch dem Wert für CNT-Schichten entspricht [30], erhält man einen mittleren Felderhöhungsfaktor von  $\beta = 2862$ . Aus dem Ordinatenabschnitt und dem mittleren Wert von  $\beta$  lässt sich auf die effektive emissive Fläche schließen, die sich nicht auf die gesamte CNT-Schicht, sondern nur auf die Spitzen der Kohlenstoffnanoröhren beschränkt. Man erhält einen mittleren Wert von  $A_{\text{em}} = 2,04 \cdot 10^{-14}$  m<sup>2</sup>. Setzt man voraus, dass die Oberfläche einer durchschnittlichen MWNT-Spitze als Kreisfläche mit einem Durchmesser von 20 nm angenähert werden kann, ergibt sich daraus, dass ungefähr 650 Spitzen an der Emission beteiligt sind. Da aber weder der Radius noch die emissive Fläche einer Spitze genau bekannt sind, ist dies nur eine sehr grobe Abschätzung. Trotzdem stimmt dieser Wert relativ gut mit den Ergebnissen von *Gröning et al.* überein, der bei seinen Untersuchungen eine Dichte von 10000 emittierenden Spitzen/cm<sup>2</sup> bei einer elektrischen Feldstärke von  $E = 3,5$  V/ $\mu$ m nachweisen konnten [30]. In Tabelle 4.2.1 sind die Parameter der Ausgleichsgeraden sowie  $\beta$  und  $A_{\text{em}}$  für alle Fowler-Nordheim-Geraden zusammengefasst.

#### 4.2.2. $I-U_A$ -Kennlinien

Für die vorherigen Untersuchungen wurde die Anodenspannung  $U_A = 0$  V gesetzt. Wird diese Spannung erhöht, werden einige der emittierten Elektronen durch das Gitter transmittiert und an der Anode als Anodenstrom  $I_A$  registriert. Es ergibt sich eine klassische



(a) Emissionskennlinien. Bei den durchgängigen Linien wurde der Fehler durch den Schutzwiderstand herausgerechnet.



(b) Fowler-Nordheim-Plots.

Abbildung 4.6.: Emissionskennlinien und Fowler-Nordheim-Plots bei unterschiedlichen Temperaturen.

$T_{\text{CNT}}$ [K]	$m$ [V]	$y_0$ [ $\ln(\text{A}/\text{V}^2)$ ]	$\beta$	$A_{\text{em}}$ [ $10^{-14} \text{ m}^2$ ]
300	$-5147 \pm 85$	$-13,6 \pm 0,2$	2967	1,83
300	$-4874 \pm 52$	$-14,5 \pm 0,2$	3133	0,67
94	$-5618 \pm 120$	$-13,1 \pm 0,3$	2718	3,59
60	$-5438 \pm 19$	$-13,5 \pm 0,1$	2808	2,26
53	$-5514 \pm 51$	$-13,5 \pm 0,1$	2770	2,32
47	$-5509 \pm 27$	$-13,9 \pm 0,1$	2772	1,55
arithm. Mittel	-5350	-13,7	2862	2,04

Tabelle 4.1.: Steigung  $m$  und Ordinatenabschnitt  $y_0$  der Fowler-Nordheim-Geraden und daraus resultierende Werte für den Felderhöhungsfaktor  $\beta$  und die emittierende Fläche  $A_{\text{em}}$  bei verschiedenen Temperaturen.

Triodenschaltung mit Kathode, Gitter und Anode. Die Untersuchung dieser Konfiguration ist wichtig, da die Transmission des Extraktionsgitters, also das Verhältnis von Anoden- zu Gesamtstrom, ein wichtiger Parameter für den Einsatz der CNT-Kathode als Elektronenquelle ist. Deswegen wurden für unterschiedliche Gitterspannungen die Ströme  $I_A$ ,  $I_G$  und  $I_{\text{ges}}$  bei variiertem Anodenspannung  $U_A$  aufgenommen. Ein Beispiel für diese  $I$ - $U_A$ -Kennlinien für eine Gitterspannung von  $U_G = 720 \text{ V}$  und einem Abstand  $d_{\text{AK}} = 3 \text{ mm}$  ist in Abbildung 4.7 gezeigt.

Beträgt die Anodenspannung null, fließt der gesamte von der CNT-Kathode emittierte Elektronenstrom auf das Gitter. Wird die Anode positiv vorgespannt, kommt es zunächst zu einem leichten Anstieg des Anodenstroms, mit zunehmender Anodenspannung registriert man jedoch wieder einen Abfall von  $I_A$ , der bis in den negativen Bereich hineingeht. Bei ungefähr  $U_A = 200 \text{ V}$  erreicht der Anodenstrom sein Minimum und steigt danach wieder leicht an. Bei einer Anodenspannung knapp unterhalb der Gitterspannung ist ein rapider Anstieg des Anodenstroms zu beobachten, der dann rasch in die Sättigung übergeht.

Vermutlich entsteht dieser Kennlinienverlauf aus der Überlagerung zweier Effekte, dem gewöhnlichen Verhalten einer Triode und dem Sekundärelektroneneffekt. Demnach steigt der Anodenstrom bei Erhöhung der Anodenspannung an, da ein Teil der Elektronen anstatt auf das Gitter auf die Anode gezogen werden (Anlaufgebiet). Bei geringen Elektronenenergien ist die Sekundärelektronenausbeute (eng: secondary electron yield, SEY) noch gering, steigt jedoch sehr schnell auf ein Maximum bei ungefähr 300-400 eV [45, 46] (vgl. Abbildung 4.7 oben). Übersteigt die Sekundärelektronenausbeute den Wert eins, werden mehr Elektronen aus dem Material herausgeschlagen als auftreffen, sodass ein negativer Strom an der Anode gemessen wird. Nach Durchlaufen des SEY-Maximums fällt die Kennlinie sanft ab und nach den Daten von *Hilleret et al.* für Edelstahl niemals unter eins [45]. Wird die Anodenspannung  $U_A$  jedoch auf einen Wert nahe der Gitterspannung  $U_G$  gebracht, werden zuerst nur einige, dann aber rasch mehr Elektronen statt auf das Gitter auf die Anode beschleunigt, da diese jetzt die größte Potentialmulde darstellt. Deswegen geht der Anodenstrom für diese Spannungen sehr schnell in die Sättigung über. Im Sättigungsbereich treffen ungefähr 38 % des Gesamt-

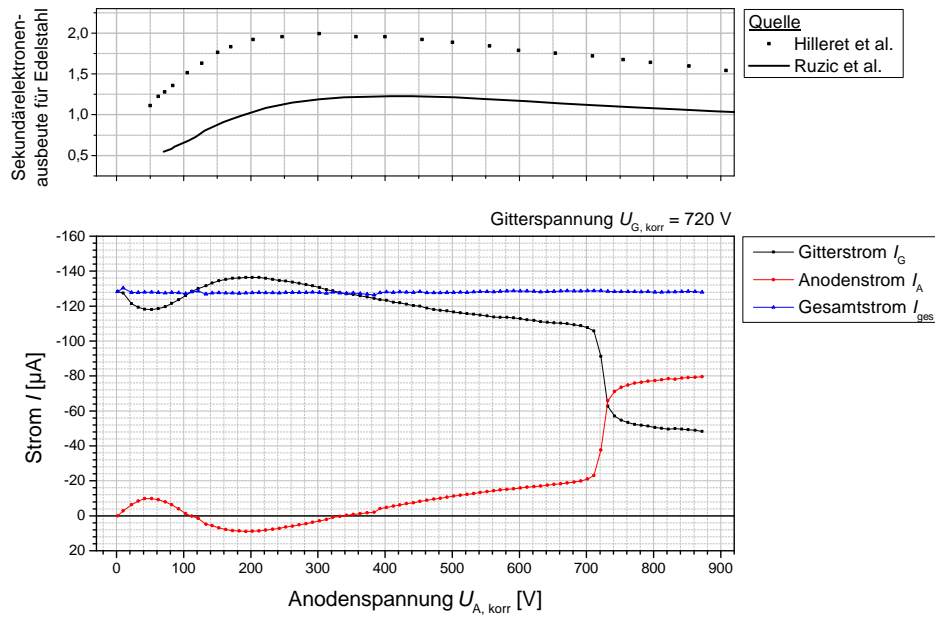


Abbildung 4.7.: Sekundärelektronenausbeute für Edelstahl [45,46] und  $I$ - $U_A$ -Kennlinien bei einer Gitterspannung von  $U_G = 720 \text{ V}$ .

stroms auf das Gitter. Somit beträgt die Transmission bei hohen Anodenspannungen  $\tau \approx 62 \%$ .

Der Gitterstrom  $I_G$  verhält sich annähernd umgekehrt zum Anodenstrom, bei bis auf geringe Schwankungen konstantem Gesamtstrom (Summe aus Anoden- und Gitterstrom).

Um die oben genannte Theorie über den Verlauf der Kennlinien zu bestätigen, wurde zusätzlich der Einfluss der Gitterspannung auf die  $I_A$ - $U_A$ -Kennlinie untersucht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.8 für Gitterspannungen zwischen  $U_G = 570$  und  $720 \text{ V}$  gezeigt.

Man erkennt, dass der Emissionsstrom mit steigender Gitterspannung größer wird, was durch ein erhöhtes elektrisches Feld an der CNT-Schicht zu erklären ist. Außerdem verschiebt sich die Anodenspannung, bei der ein steiler Anstieg des Anodenstroms zu sehen ist, wie zu erwarten für höhere Gitterspannungen zu höheren Werten. Sie liegt immer knapp oberhalb der Gitterspannung, da an diesem Punkt die Sekundärelektronen, die an der Anode gebildet werden, stärker von der Anode als von der Kathode angezogen werden und dadurch wieder zurück auf die Anode fliegen. Ebenfalls erkennt man, dass sich das Minimum der Kennlinie mit steigender Gitterspannung nicht verschiebt, was ein weiterer Hinweis für die Theorie des Sekundärelektroneneffekts als Begründung für den Verlauf dieser Anodenkennlinien ist.

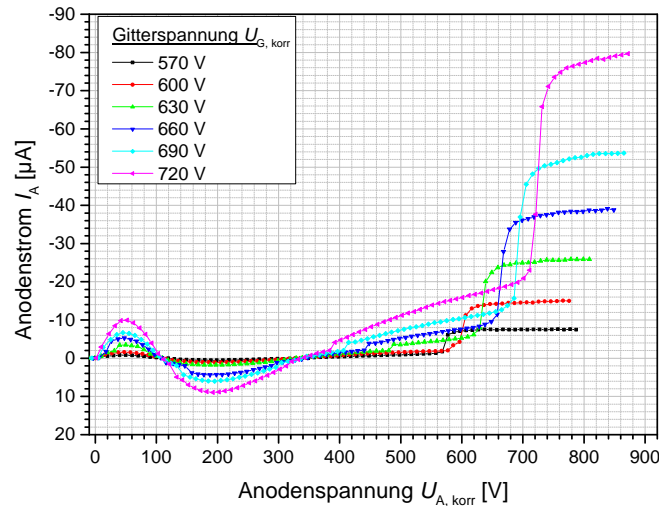
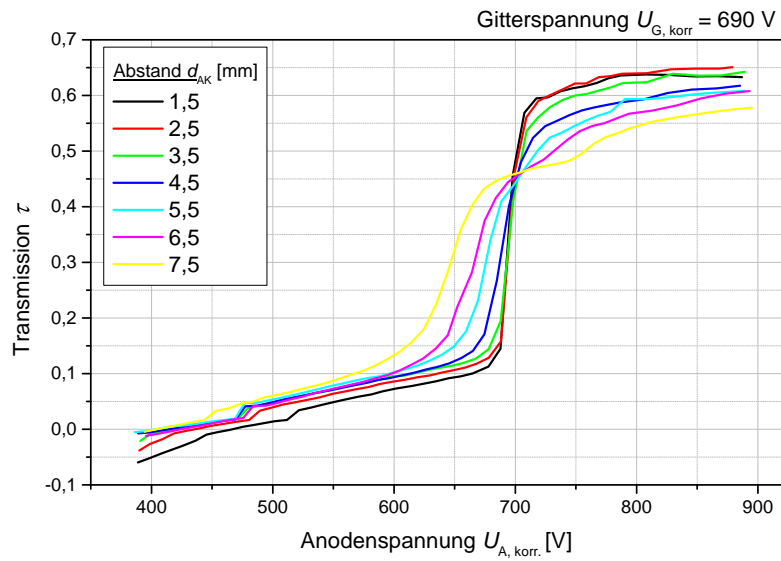


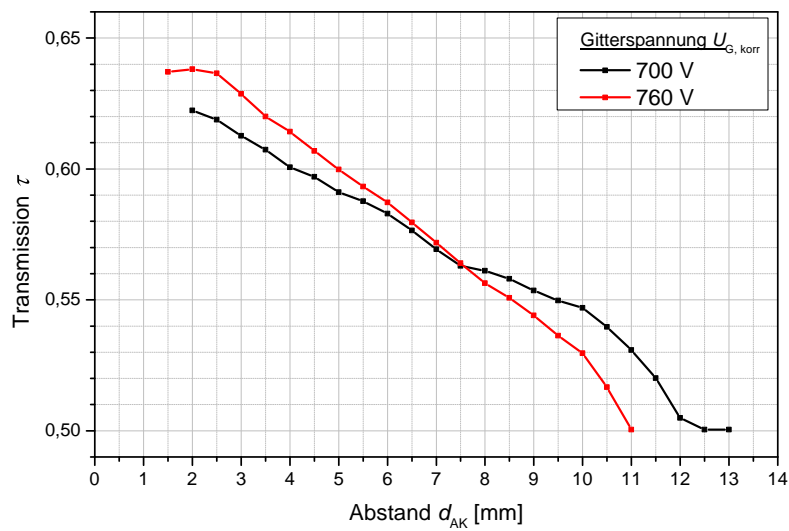
Abbildung 4.8.:  $I_A$ - $U_A$ -Kennlinie für unterschiedliche Gitterspannungen bei  $d_{AK} = 3,5$  mm.

### 4.2.3. Variation des Abstands $d_{AK}$

Neben der Anodenspannung hat auch der Abstand zwischen Kathodengehäuse und Anode  $d_{AK}$  einen entscheidenden Einfluss auf die Transmission des Extraktionsgitters. Um diesen zu untersuchen, wurden mit Hilfe der Lineardurchführung verschiedene Werte für  $d_{AK}$  eingestellt und  $I$ - $U_A$ -Kennlinien aufgenommen, aus denen die  $\tau$ - $U_A$ -Kennlinien berechnet wurden. Die Auswirkungen auf die Transmission, die sich durch die Variation des Abstandes ergaben, sind in Abbildung 4.9(a) veranschaulicht. Hält man die Gitterspannung konstant und variiert die Anodenspannung, ist der Anstieg der Transmissionskurve für unterschiedliche Abstände unterschiedlich groß, wobei gilt, dass je kleiner der Abstand, desto größer ist der Anstieg der Transmission. Wichtiger für den Einsatz der Kathode im Extraktor ist jedoch, dass auch die maximale Transmission vom Abstand abhängig ist. Um diesen Effekt genauer zu beleuchten, ist in Abbildung 4.9(b) der funktionelle Zusammenhang zwischen der Transmission und dem Abstand  $d_{AK}$  bei konstantem Anoden- und Gitterpotential aufgetragen. Die Gitterspannung wurde für die erste Messreihe zu  $U_G = 760$  V und für die zweite Messreihe zu  $U_G = 760$  V gewählt. Die Anodenspannung lag dabei jeweils 200 V höher als die Gitterspannung. Man erkennt für beide Messreihen einen Abfall der Transmission für größer werdende Abstände. Daraus folgt, dass der Abstand zwischen Kathodengehäuse und Anode möglichst klein gewählt werden sollte. Trotzdem muss ein gewisser Mindestabstand eingehalten werden, um bei höheren Drücken Spannungsdurchschläge zu vermeiden. Deshalb wird für die Konstruktion des modifizierten Extraktors später ein Abstand von 3 mm zwischen dem Gehäuse der CNT-Kathode und der Anodenblende gewählt. Bei diesem Abstand beträgt die Transmission  $\tau$  durch das Extraktionsgitter knapp 63%. Dieser Wert liegt etwas unterhalb



(a) Zusammenhang zwischen Anodenspannung und Transmission



(b) Zusammenhang zwischen maximaler Transmission und Anoden-Kathoden-Abstand  $d_{AK}$

Abbildung 4.9.:  $\tau$ - $U_A$ -Kennlinien für verschiedene Abstände  $d_{AK}$  und  $\tau$ - $d_{AK}$ -Kennlinien für zwei unterschiedliche Spannungen  $U_G$ .

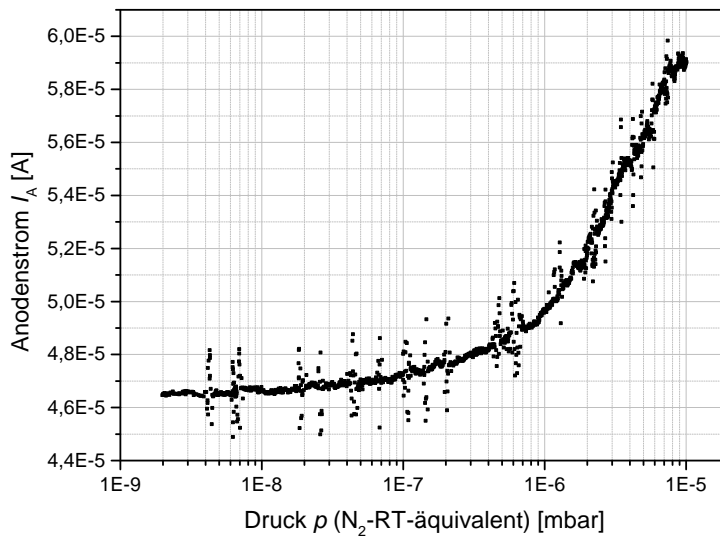


Abbildung 4.10.: Anstieg des Anodenstroms während des Einlassens von  $H_2$ .

der vom Hersteller spezifizierten 70 %. Durch die Abweichung der Emissionsströme und der Transmission von den Herstellerwerten liegt der zur Verfügung stehende Strom zum Ionisieren des Restgases um mehr als einen Faktor 2 tiefer als erwartet. Infolgedessen muss man davon ausgehen, dass der CNT-basierte Extraktor eine geringere Empfindlichkeit aufweisen wird als der Extraktor mit Glühkathode. Trotzdem sollte der von der CNT-Kathode gelieferte Strom ausreichen, um den funktionellen Nachweis erbringen zu können, dass der mit CNT-Kathode modifizierte Extraktor Drücke bis mindestens in den mittleren UHV-Bereich messtechnisch erfassen kann.

#### 4.2.4. Emissionseigenschaften bei Erhöhung des Drucks

Nach Gleichung (2.8) ist der Feldemissionsstrom unabhängig vom Umgebungsdruck. Im Experiment war allerdings bei konstanter Gitterspannung eine Zunahme des Emissionsstroms mit einer Erhöhung des Drucks zu verzeichnen. In Abbildung 4.10 ist für den Versuchsaufbau mit dem modifizierten Extraktor (siehe Abschnitt 5.2) der Zusammenhang zwischen dem Anodenstrom und dem Druck für Messungen bei tiefen Temperaturen ( $T_{\text{Kammer}} \approx 15 \text{ K}$ ) gezeigt. Für dieses Experiment wurde Wasserstoff durch ein Kupferrohr mit einem Durchmesser von 4 mm von der Raumtemperaturseite aus eingelassen. Auch bei den Raumtemperaturexperimenten konnte dieser Effekt für die drei Gase Wasserstoff, Helium und Stickstoff bestätigt werden. In allen Fällen war nicht nur ein Anstieg des Anodenstroms, sondern auch des Gitterstroms zu verzeichnen.

Da diese Stromzunahme sowohl bei tiefen Temperaturen als auch bei Raumtemperatur auftritt, kann sie nicht durch Kryosorption oder andere temperaturabhängige Effekte hervorgerufen sein. Auch ein Sekundärelektroneneffekt, bei dem die Elektronen das Rest-



gas ionisieren und dadurch weitere Elektronen erzeugen, kann nicht die Ursache sein, da die differentielle Ionisierung bei Drücken von  $p = 10^{-5}$  mbar viel zu gering ist, um einen Elektronenstrom in der Größenordnung von  $10^{-5}$  A zu generieren. Um die Ursache dieses Effekts zu klären, müssen deshalb weitere Untersuchungen durchgeführt werden.

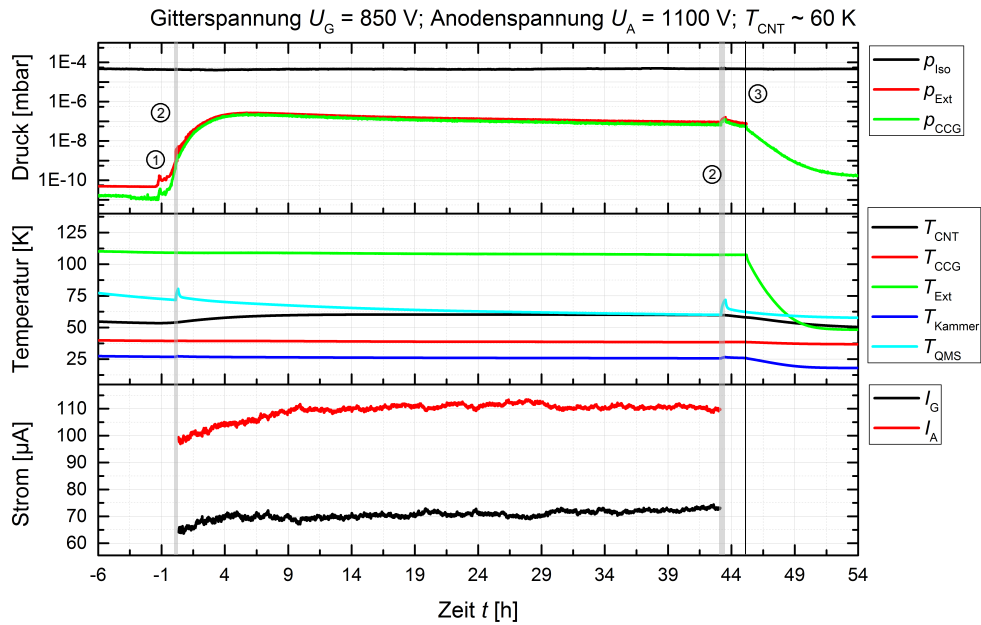
#### 4.2.5. Untersuchung zur Langzeitstabilität der Emission

Um die Langzeitstabilität der Emission zu untersuchen, wurde die CNT-Kathode mehrfach bei unterschiedlichen Emissionsströmen unter kryogenen Bedingungen getestet und Gitter- und Anodenstrom aufgezeichnet. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in den Abbildungen 4.11(a) bis 4.11(c) zu sehen. Dabei sind in Abbildung 4.11(a) im oberen Diagramm der Druck, in der Mitte der Temperaturverlauf, der an den unterschiedlichen Positionen am heruntergekühlten Testrezipient gemessen wurde und im unteren Diagramm die am Gitter und an der Anode gemessenen Ströme, jeweils über die Zeit, aufgetragen. Die anderen beiden Abbildungen zeigen ausschließlich den Verlauf der Ströme während des Dauerbetriebs.

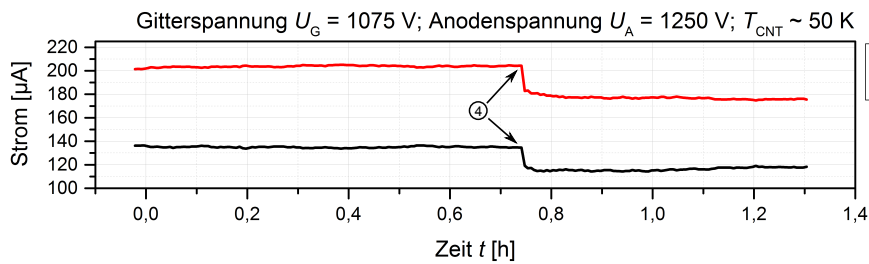
Betrachtet man den Stromverlauf in Abbildung 4.11(a), erkennt man nach dem Einstellen der Gitterspannung auf  $U_{G, \text{unkorr.}} = 850$  V und  $U_{A, \text{unkorr.}} = 1100$  V, dass sowohl der Anoden- als auch der Gitterstrom für einige Stunden anstiegen, bis sie dann mit  $110 \mu\text{A}$  beziehungsweise mit  $70 \mu\text{A}$  einen relativ konstanten Wert annahmen. Durch diesen anfänglich ansteigenden Gesamtstrom waren die korrigierten Spannungen im Verlauf des Experiments nicht konstant, weshalb hier die unkorrigierten Spannungen angegeben wurden. Für den Bereich des konstanten Gesamtstroms nach ungefähr zehn Stunden Kathodenbetrieb können die korrigierten Spannungen berechnet werden zu  $U_{G, \text{korrr.}} = 670$  V und  $U_{A, \text{korrr.}} = 920$  V. Der Anstieg des Emissionsstroms ist bei jedem Einschaltvorgang zu sehen, dauert aber beim ersten Anschalten nach einem Belüftungs- und Abpumpzyklus deutlich länger als bei jedem weiteren Einschaltvorgang während des gleichen Zyklus. Zusätzlich zu einem Anstieg des Stroms erkennt man ebenfalls einen vom inversen Magnetron und dem Extraktor registrierten Druckanstieg nach dem Einschalten der CNT-Kathodenemission um mehr als drei Druckdekaden (Abbildung 4.11(a), Position ①). Durch das geringe Saugvermögen am Rezipienten blieb der Druck während des gesamten Betriebs der Kathode bei  $p > 5 \cdot 10^{-8}$  mbar ( $\text{N}_2$ -Raumtemperaturäquivalent). Erst nach dem Ausschalten der CNT-Kathode und des Extraktors sank der Druck wieder auf  $p_{\text{CCG}} < 2 \cdot 10^{-10}$  mbar. Der Ursprung der desorbierten Gase liegt vermutlich in der CNT-Kathode, die durch ihre haarige Struktur eine große Oberfläche bildet, an der eine große Gasmenge adsorbieren kann. Dass bereits eine Stunde vor dem Start der Messung der Druck rapide anstieg, ist den Voruntersuchungen geschuldet, bei denen die Kathode mehrfach in Betrieb genommen wurde, um verschiedene Einstellungen für die Messung zu testen.

In den grau schraffierten Bereichen (Position ②) direkt vor und nach dem Experiment wurde das Massenspektrometer kurzzeitig eingeschaltet, um die Restgaszusammensetzung im Rezipienten zu untersuchen. In beiden Spektren war, wie erwartet, Wasserstoff die dominierende Gasspezies.

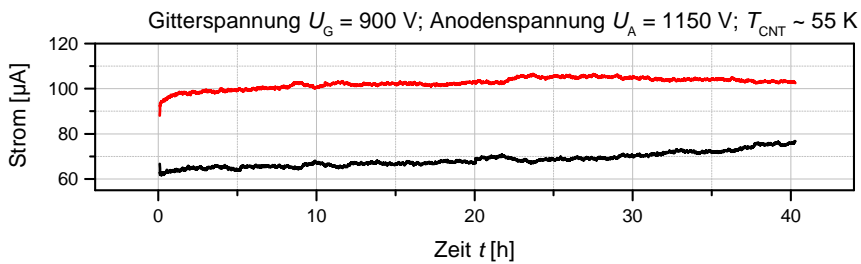
Dass die Wärme des Glühfilaments tatsächlich einen entscheidenden Einfluss auf die



(a) Erste Messung bei  $I_A \approx 100 \mu\text{A}$



(b) Messung bei  $I_A \approx 200 \mu\text{A}$



(c) Zweite Messung bei  $I_A \approx 100 \mu\text{A}$

Abbildung 4.11.: Ergebnisse der Langzeitmessungen in kryogener Umgebung. Die Diagramme enthalten Informationen über Druck ( $N_2$ -RT-äquivalent), Temperaturen und Ströme. Die Erläuterung befindet sich im Text. Alle Spannungswerte sind unkorrigiert.

Temperatur an anderen Positionen im Rezipienten hatte, ließ sich sehr gut beim Ausschalten des Extraktors bei ungefähr Stunde 45 beobachten (Position ③). Die Temperatur am Extraktor sank nach dem Ausschalten innerhalb von neun Stunden ungefähr um 60 K. Zusätzlich zeigten auch die Temperatursensoren an der Kammer und der CNT-Kathode einen allmählichen Temperaturrückgang aufgrund der Wärmeleitung des Edelstahls. So sank die Temperatur an der Kammerwand innerhalb dieser neun Stunden noch um mehr als  $\Delta T_{\text{Kammer}} = 5 \text{ K}$  und erreichte damit eine Temperatur unterhalb von 20 K.

Die nächste Langzeitmessung wurde für einen Anodenstrom von  $200 \mu\text{A}$  angesetzt, was einem Emissionsstrom von insgesamt  $335 \mu\text{A}$  entspricht. Nach ungefähr 45 Minuten Dauerbetrieb gab es jedoch einen abrupten Rückgang beider Ströme um ungefähr 10 % (Position ④), sodass das Experiment vorzeitig abgebrochen wurde. Man beachte, dass durch das Absinken des Stroms die korrigierten Spannungen anstiegen und dadurch den Stromrückgang teilweise kompensierten. Der tatsächliche Emissionsstromverlust liegt also deutlich höher als 10 %. Es wird vermutet, dass der sprunghafte Rückgang in der  $I_A$ - und  $I_G$ - $t$ -Kennlinie durch eine partielle Zerstörung der CNT-Schicht verursacht worden ist. Die in Richtung Gitter beschleunigten Elektronen erzeugen durch Wechselwirkung mit dem umgebenden Restgas positive Gasionen. Diese Ionen treffen wiederum aufgrund der hohen Potentialdifferenz zwischen Anode und Kathode mit hoher kinetischer Energie auf die CNT-Kathode. Es ist daher vorstellbar, dass einzelne Kohlenstoffnanoröhren durch Ionenbombardement zerstört wurden und den Stromrückgang verursacht haben. Da nicht alle Röhren den gleichen Beitrag zur Emission liefern, sondern einige wenige Röhren mit einer großen Länge und einem hohen Felderhöhungsfaktor dominieren [24], kann die Zerstörung weniger Röhren einen starken Einbruch der Emission verursachen.

Um eine weitere Zerstörung der Kathode zu vermeiden, wurde die anschließende Langzeitmessung wieder mit einem Anodenstrom von  $I_A \approx 100 \mu\text{A}$  durchgeführt. Erwartungsgemäß musste bei dieser Messung aufgrund der partiellen Zerstörung der CNT-Schicht eine höhere Gitter- und Anodenspannung eingestellt werden als bei der ersten Messung. Die Spannungswerte wurden zu  $U_{G,\text{unkorr.}} = 900 \text{ V}$  und  $U_{A,\text{unkorr.}} = 1150 \text{ V}$  erhöht. Wie in der ersten Messung war hier ebenfalls ein problemloser Langzeitbetrieb über 40 Stunden mit relativ konstanten Strömen zu erkennen. Aus diesen Ergebnissen folgt, dass ein Langzeitbetrieb der CNT-Kathode mit Emissionsströmen von  $I_A = 100 \mu\text{A}$  beziehungsweise  $I_{\text{ges}} = 180 \mu\text{A}$  problemlos möglich zu sein scheint. Ein Stromrückgang ist bei diesen Strömen während eines Dauerbetriebs von 40 h messtechnisch nicht nachweisbar gewesen.

Es bleibt anzumerken, dass die eingesetzte inverse Magnetron-Messröhre auch bei den in diesen Experimenten vorherrschenden kryogenen Vakuumbedingungen problemlos und zuverlässig bis zu Temperaturen von  $T_{\text{CCG}} = 40 \text{ K}$  gearbeitet hat. Dabei lieferte sie vergleichbare Druckwerte wie der Glühkathodenextraktor. Das Problem des Ausbleibens beziehungsweise der Erlöschung der Gasentladung, wie sie von *Rao* beim Betrieb einer inversen Magnetronröhre in einer LHe-Umgebung bei  $T = 4,2 \text{ K}$  beschrieben wurde [47], konnte bei diesen Messungen nicht beobachtet werden.

# 5. Untersuchung der messtechnischen Eigenschaften einer CNT-basierten Extraktorröhre

Nachdem die Emissionseigenschaften der CNT-Schicht eingehend untersucht wurden, erfolgte der Einbau der CNT-Kathode gegenüber eines kommerziell erhältlichen Extraktormanometers vom Typ IE 514 der Firma *Oerlikon Leybold Vacuum*, bei dem die Glühkathode entfernt wurde. Dieser Aufbau entspricht weitestgehend der möglichen Realisierung eines kompakten, modifizierten Extraktors, die in Abbildung 3.1 bereits präsentiert wurde. Mit diesem Aufbau konnten sämtliche Parameter für den effektiven Einsatz des CNT-basierten Extraktors als Vakuummeter bestimmt und die Abhängigkeit des Ionenstroms vom Druck für verschiedene Gase bei Raumtemperatur und bei kryogenen Temperaturen aufgenommen werden. In den folgenden Abschnitten wird zuerst auf die Veränderungen in den Versuchsaufbauten im Vergleich zu den Aufbauten aus dem vorherigen Kapitel eingegangen. Anschließend werden Simulationsrechnungen präsentiert, aus deren Ergebnissen der Abstand zwischen Kathodengehäuse und Blende und weitere Blendenparameter festgelegt wurden. Darauf folgt der experimentelle Teil, in dem der Arbeitspunkt, das heißt die Parameter  $U_A$ ,  $U_B$ ,  $d_{BA}$  und  $U_R$ , für einen effizienten Betrieb des Manometers festgelegt wurde. Mittels der Alpert-Methode wurde schließlich der Wert für die Röntgengrenze der modifizierten Extraktormessröhre bestimmt. Ein Vergleich der Elektronentrajektorien in CNT- und Glühkathodenextraktor wird anschließend gegeben. Wie für die CNT-Kathode wurde auch für den CNT-basierten Extraktor das Langzeitmessverhalten untersucht, insbesondere in Hinblick auf das Ausgasverhalten der Konstruktion. Am Ende des Kapitels steht die Untersuchung des linearen Zusammenhangs zwischen dem gemessenen Ionenstrom am Kollektor und dem Druck im Rezipienten.

## 5.1. Bestimmung der geometrischen Blendenparameter durch numerische Simulationen

Bevor der experimentelle Aufbau mit dem modifizierten Extraktor begonnen werden konnte, mussten die geometrischen Parameter für die Anodenblende, nämlich Aperturradius  $r_A$ , Dicke  $b$  und Abstand zum Kathodengehäuse  $d_{BK}$ , festgelegt werden. Da die Herstellung von Blenden und Halterungen mit unterschiedlichen Parametern und die Vermessung jeder Kombination hinsichtlich der Transmissionseigenschaften einen hohen Aufwand bedeutet hätte, wurden diese Parameter mithilfe numerischer Simulationen

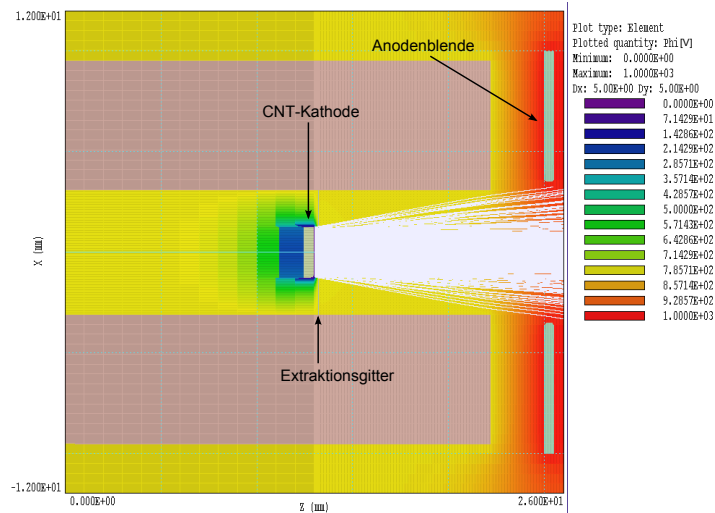


Abbildung 5.1.: Simulation der Elektronentrajektorien durch die Anodenblende bei  $U_G = 800 \text{ V}$  und  $U_B = 1000 \text{ V}$ .

ermittelt. Dafür wurde ein vereinfachter Aufbau des CNT-basierten Extraktors ohne Halterungen und Spannungszuführungen in das Programm *AMaze* der Firma *Field Precision* [48] geladen. Dieses Programm kann für fast beliebige, dreidimensionale Geometrien sowohl die elektrischen Felder als auch die Trajektorien beliebiger geladener Teilchen durch diese Felder berechnen. Das Programm basiert auf der „Finite Elemente Methode“ (FEM) und verwendet ein hexahedronales Mesh. Die Geometrien können über vorgegebene Objekte (zum Beispiel Zylinder oder Quader), eigene 2-dimensionale Geometrien, die mit sogenannten Extrusions in die dritte Dimension verlängert oder mit Turnings um eine Achse gedreht werden können, oder aber über **Surface Tessellation Language** (STL)-Dateien direkt eingegeben werden.

Die Parameter der Anodenblende müssen so gewählt werden, dass eine hohe Transmission durch die Anodenblende entsteht. Für den Blendenabstand wurden einige Parameter rund um den Wert  $d_{BK} = 3 \text{ mm}$  getestet, da dieser Wert als günstiger Abstand zwischen Kathode und Anode im Triodenmodus gefunden wurde (siehe dazu Abschnitt 4.2.3). Auch Blendendicke und Aperturradius wurden in den theoretischen Rechnungen variiert, bis ein entsprechendes Optimum gefunden wurde. In Abbildung 5.1 ist die nach mehreren Simulationen gefundene, optimale Einstellung für die Blende gezeigt. In dieser Abbildung ist zusätzlich zu den Elektronentrajektorien, die für eine Startverteilung mit 7500 in einem Radius von 1,25 mm zufällig verteilten Elektronen berechnet wurden, das elektrische Potentialfeld farblich hinterlegt. Man erkennt außerdem die Größe der Meshzellen, die je nach Anforderung an die Auflösung des elektrischen Potentialfeldes für verschiedene Bereiche angepasst wurde. In Anhang III befinden sich die *AMaze*-Eingabedateien für diese Simulation.

Die im untersuchten Bereich als optimal gefundenen Parameter sind  $d_{BK} = 3 \text{ mm}$ ,  $r_A = 3,5 \text{ mm}$  und  $b = 0,5 \text{ mm}$ . Konstruktionsbedingt musste die Blendendicke jedoch auf  $b = 1 \text{ mm}$  erhöht werden, da sich sonst beim Verschweißen der Teile wahrscheinlich

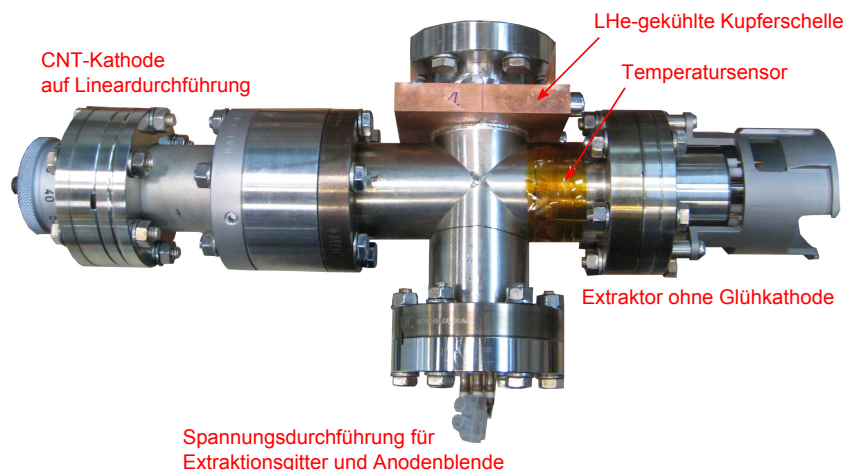


Abbildung 5.2.: DN 40 CF-Kreuzstück mit CNT-basiertem Extraktor.

die Blende verzogen hätte. Mit diesen Parametern besteht den numerischen Simulationen zu Folge eine Transmission durch die Anodenblende von über 99 %.

Die in diesen Simulationen verwendeten Potentiale waren  $U_G = 800 \text{ V}$  und  $U_B = 1000 \text{ V}$ . Damit die Elektronen nicht von der Blende reflektiert werden, wurde die Blendenspannung größer als die Gitterspannung gewählt. Im Experiment hat sich jedoch gezeigt, dass diese Einstellung für die Blendenspannung nicht optimal ist.

## 5.2. Experimentelle Aufbauten

Die Experimente mit dem CNT-basierten Extraktor wurden in einem ähnlichen Aufbau durchgeführt wie die Messungen der Emissionseigenschaften der CNT-Kathode. Der Rezipient für Raumtemperaturmessungen mit Turbomolekularpumpe und Massenspektrometer sowie das Gaseinlasssystem wurden beibehalten. Die Vorpumpe wurde wegen eines Defekts gegen eine Scrollpumpe der Firma *Edwards* vom Typ nXDS 15i ausgetauscht. Die Position der WRG wurde verändert und zusätzlich eine konventionelle Extraktormessröhre mit Glühkathode eingebaut. Der modifizierte Extraktor wurde kompakt in ein DN 40 CF-Kreuzstück montiert (siehe Abbildung 5.2), um ihn nahezu problemlos an andere Pumpstände montieren zu können.

Die CNT-Kathode wurde zusammen mit der 1 mm dicken Blende mit einem Aperturradius von  $r_A = 3,5 \text{ mm}$  auf eine Keramikscheibe mit einem Durchmesser von 38 mm montiert, welche wiederum an der Lineardurchführung befestigt war (siehe Abbildung 5.3). Letztere hatte keine Spannungsdurchführungen, sodass diese an einem der  $90^\circ$  zur Kathode versetzten Flansche montiert werden musste. Die CNT-Schicht konnte durch eine Kontaktierung mit der Lineardurchführung auf Erdpotential gelegt werden. Für diese Experimente wurde auf den Einbau des Schutzwiderstandes verzichtet. Am der CNT-Kathode gegenüberliegenden DN 40 CF-Flansch wurde eine Extraktormessröhre, bei der die Glühkathode entfernt wurde, montiert.

Der Betrieb der CNT-basierten Extraktorröhre erforderte vier unterschiedliche Be-

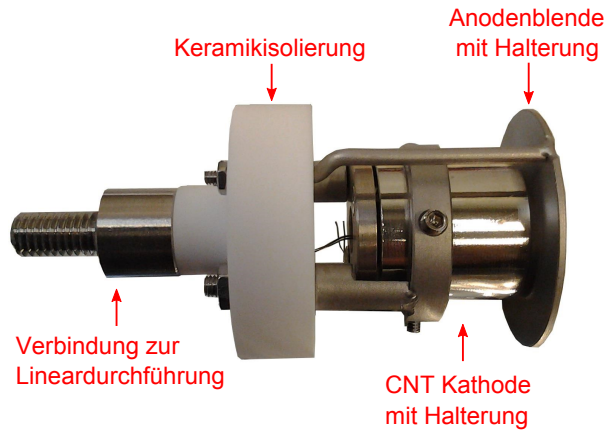


Abbildung 5.3.: CNT-Kathode und Anodenblende mit Halterungen.

triebspotentiale, nämlich die Gitterspannung  $U_G$ , die Anodenblendenspannung  $U_B$ , die Anodengitterspannung  $U_A$  und die Reflektorspannung  $U_R$ . Für die Bereitstellung der Spannungen standen die beiden bereits beschriebenen Netzgeräte der Firma *FUG* und zwei Netzgeräte vom Typ GEN 600 - 2,6 der Firma *Heinzinger* zur Verfügung. Letztere waren über eine RS232-Schnittstelle ansteuerbar und wurden deshalb für die Anoden- und die Reflektorspannung des Extraktors verwendet. Die Steuerung erfolgte über ein in *LabView* geschriebenes Programm, das die Spannungen innerhalb des gewählten Parameterraums automatisiert einstellen konnte. Der Ionenkollektorstrom wurde mit dem bereits erwähnten *Keithley* Elektrometer vom Typ 6314, der Anodenstrom mit dem *Keithley* Picoamperemeter vom Typ 6485 aufgenommen. Ein analoges Picoamperemeter vom Typ 414S, ebenfalls der Firma *Keithley*, wurde für die Überwachung des Gitterstroms verwendet.

Für die Experimente am Kryostaten wurden wegen der noch relativ hohen Temperaturen im Bereich von  $T_{\text{Kammer}} \geq 15 \text{ K}$ , die bei den Experimenten im Triodenaufbau gemessen wurden, einige Veränderungen vorgenommen. Die Kontaktfläche zwischen dem kupfernen Kühlrohr und der Rezipientenaußenwand wurde, für eine bessere Wärmeleitung, mittels Hartlot vergrößert. Außerdem wurde ein zusätzlicher thermischer Schild aus Kupfer dicht am Rezipienten angebracht, der an die Heliumversorgung der Vakuumkammer angekoppelt wurde. Dieser Schild diente zur Abschirmung der Rezipientenwand vor der Wärmestrahlung, die vom großen Thermoschild und den Kabeln innerhalb des großen Thermoschilds abgegeben wurde. Des Weiteren wurden die bereits in Abbildung 5.2 gezeigten Kupferschellen für alle DN 40 CF-Abgänge des Rezipienten gefertigt, die die Wärmeleitung zwischen den DN 40 CF-Abgängen und dem Rezipienten unterbrechen sollten. Auch diese waren mit der Heliumversorgung thermisch verbunden. Wie sich gezeigt hat, waren diese Verbesserungen sehr erfolgreich, da sowohl die Endtemperaturen, als auch die Wärmeleitung von einem auf den anderen DN 40 CF-Abgang erheblich reduziert werden konnte.

Zusätzlich zu diesen beiden modifizierten Pumpständen wurde noch ein weiterer experimenteller Aufbau verwendet. Dabei handelte es sich um einen nach DIN-Norm ge-

fertigten Pumpstand, der zur Kalibrierung von Vakuummetern verwendet wird [49]. Abbildung 5.4 zeigt den Aufbau des Experiments am Kalibrierpumpstand. Durch eine Kombination aus Turbomolekular- und Kryopumpe ließ sich der ausheizbare Pumpstand auf Drücke im niedrigen  $10^{-10}$  mbar Bereich evakuieren. Die angeschlossene Turbomolekularpumpe war eine TW 70 H der Firma *Oerlikon Leybold Vacuum*, die mit einer Scrollpumpe der Firma *Edwards* vom Typ XDS10 als Vorpumpe betrieben wurde. Die Kryopumpe der Firma *SHI Cryogenics group* ist vom Typ CP-8. Die Kugelform des Pumpstandes soll garantieren, dass sich eingelassenes Gas gleichmäßig verteilt und damit ein gleichmäßiger Druck im gesamten Rezipienten herrscht.

### 5.3. Bestimmung des Arbeitspunktes

Für die Bestimmung des Arbeitspunktes der CNT-basierten Extraktormessröhre ist es sinnvoll, die Empfindlichkeit  $S = I_+/p$  zu maximieren, da diese den Proportionalitätsfaktor zwischen Signal und Messgröße bestimmt. Die Empfindlichkeit ist bei diesem Aufbau von fünf Parametern abhängig. Das sind die Spannungen am Extraktionsgitter ( $U_G$ ), Anodenblende ( $U_B$ ), Anodengitter ( $U_A$ ) und Reflektor ( $U_R$ ) und die Distanz zwischen Blende und Anodengitter ( $d_{BA}$ ).

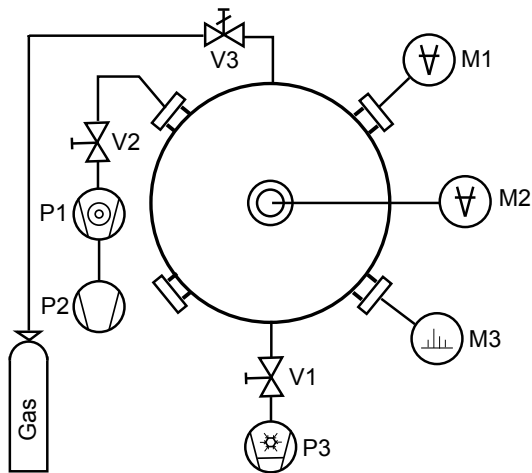
Vereinfacht gilt  $S = \frac{I_+(I_-, U_A, U_R)}{p}$  mit  $I_-(U_G, U_B, U_A, d_{BA})$ . Unter Ausnutzung dieser Abhängigkeiten wurde entschieden, zuerst den Elektronenstrom am Anodengitter  $I_-$  und die Empfindlichkeit  $S$  bei Variation der Blendenspannung in Abhängigkeit von Anodenspannung und Abstand zu maximieren und damit die Parameter  $U_B$  und  $d_{BA}$  festzulegen. Dabei wurde der Emissionsstrom durch die Erfahrungen aus den Untersuchungen der CNT-Kathode auf einen Wert von  $150 \mu\text{A}$  festgelegt. Das dafür benötigte Extraktionsgitterpotential lag im Bereich von  $U_G = 710 \text{ V}$ . Danach konnten die beiden Parameter  $U_A$  und  $U_R$  optimiert werden, was in einer gleichzeitigen Untersuchung dieser Größen getan wurde.

Alle Messungen in diesem Abschnitt sind in dem vorgestellten Rezipienten für Raumtemperaturmessungen bei einem Druck von  $p \approx 5 \cdot 10^{-9}$  mbar durchgeführt worden.

#### 5.3.1. Verhalten bei Variation der Blendenspannung und des Abstands

Zuerst wurde der Einfluss der Blendenspannung auf den Anodenstrom und die Empfindlichkeit gemessen. Da diese Größen von weiteren Parametern abhängig waren, wurde die  $I_- - U_B$  und die  $S - U_B$ -Kennlinie für verschiedene Anodenpotentiale  $U_A$  und Abstände  $d_{BA}$  aufgenommen. Das Reflektorpotential wurde für diese Messungen auf  $U_R = 205 \text{ V}$  festgelegt, da mit diesem Potential auch der Glühkathoden-Extraktor betrieben wird. Für die Anodenspannung wurde  $U_A = 250 \text{ V} \pm 30\%$  gewählt. Der Abstand zwischen Blende und Anodengitter wurde unter Verwendung der Lineardurchführung auf  $d_{BA} = \{5, 10, 15\} \text{ mm}$  gesetzt. Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 5.5 und 5.6 zu sehen. Betrachtet man zuerst die  $I_- - U_B$ -Kennlinie für  $U_A = 250 \text{ V}$  und  $d_{BA} = 5 \text{ mm}$ , erkennt man mit steigender Blendenspannung zuerst ein leichtes Absinken und danach einen





- M1 Glühkathoden-Extraktor IM 514
- M2 CNT-basierter Extraktor
- M3 Quadrupolmassenspektrometer Prisma
- P1 Turbomolekularpumpe TW 70 H
- P2 Scrollpumpe XDS10
- P3 Kryopumpe CP-8
- V1, V2 Absperrventile
- V3 Feindosierventil

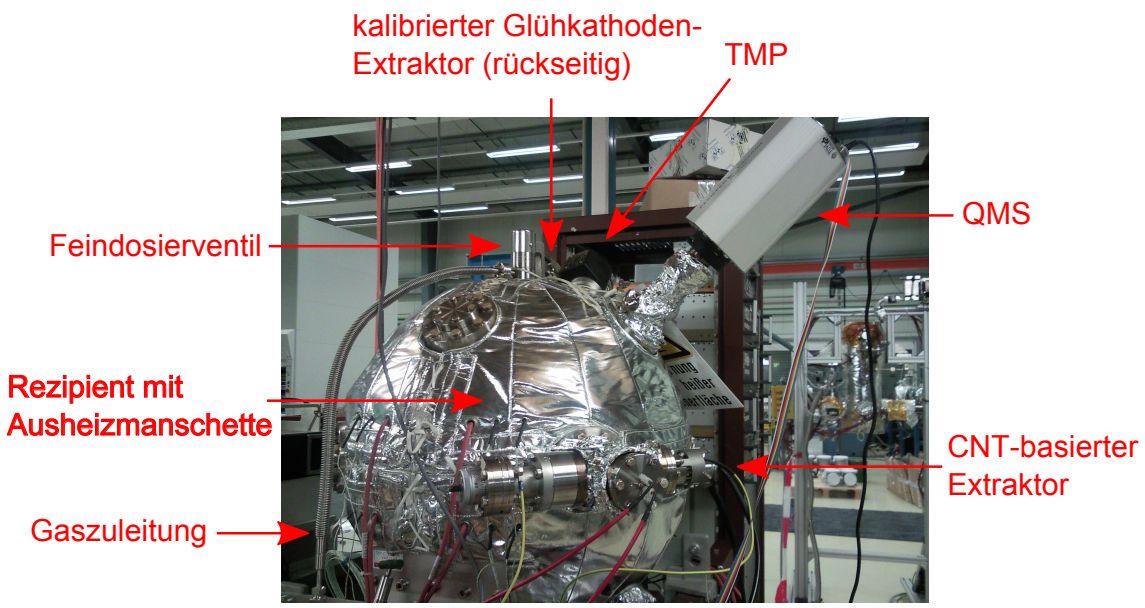


Abbildung 5.4.: Schematischer Aufbau und Fotografie des Messaufbaus am Kalibrierpumpstand.

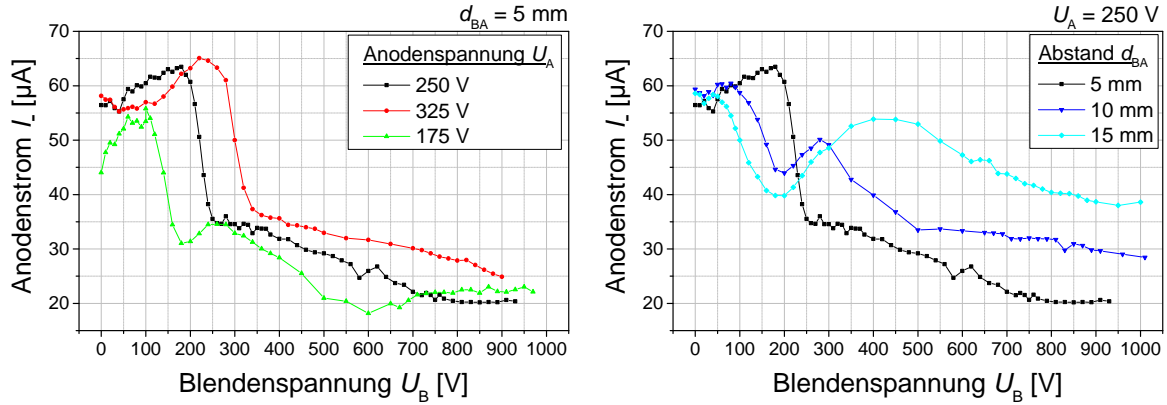


Abbildung 5.5.: Auswirkung der Blendenspannung auf den Elektronenstrom unter Variation von  $U_A$  und  $d_{BA}$ .

Anstieg des Anodenstroms bis zu einem Maximum bei  $U_B = 200 \text{ V}$ . Nach dem Erreichen des Maximums folgt ein rapider Stromabfall auf ungefähr die Hälfte des Maximalwerts. Erhöht man danach die Spannung weiter, sinkt der Anodenstrom kontinuierlich ab. Bei Variation der Anodenspannung verschiebt sich das Maximum des Anodenstroms für höhere Anodenspannungen zu höheren Blendenspannungen und umgekehrt. Dabei ist der Kurvenverlauf ähnlich, die Absolutwerte weichen jedoch stark voneinander ab. Bei einer Vergrößerung des Abstands  $d_{BA}$  verschiebt sich das erste Maximum zu kleineren Blendenspannungen und es entsteht ein weiteres Maximum bei höheren  $U_B$ . Die Höhe dieses zweiten Maximums wächst mit größer werdendem Abstand, erreicht aber bis zu einem Abstand von 15 mm nicht den Wert des ersten Maximums. Eine genaue Erklärung für diesen Kurvenverlauf kann ohne eine detaillierte Studie mit weiteren experimentellen oder aus numerischen Simulationen gewonnenen Ergebnissen nicht gegeben werden. Es zeigt sich lediglich, dass sich niedrige Abstände  $d_{BA}$  und hohe Anodenspannungen  $U_A$  vorteilhaft in Hinblick auf hohe Anodenströme  $I_-$  auswirken.

Da die Untersuchung des Anodenstroms keinen optimalen Wert für Blendenspannung und Abstand lieferte, wurde danach die Empfindlichkeit  $S$  des CNT-basierten Extraktors bei Variation von  $U_A$  und  $d_{BA}$  untersucht. Wie man in Abbildung 5.6 erkennt, hat diese für alle  $d_{BA}$  ein deutliches Maximum in dem Bereich um  $U_B = 100 \text{ V}$ . Für einen Abstand  $d_{BA} = 5 \text{ mm}$  ist der Absolutwert von  $S$  maximal, weswegen diese beiden Werte,  $d_{BA} = 5 \text{ mm}$  und  $U_B = 100 \text{ V}$ , als Betriebsparameter festgehalten werden konnten. Für den Parameter  $U_A$  konnte noch kein Betriebswert festgelegt werden, da der Absolutwert der Empfindlichkeit stark vom Zusammenspiel zwischen der Anoden- und der Reflektorspannung abhängt. Da die Position der maximalen Empfindlichkeit jedoch auch von  $U_A$  unabhängig zu sein scheint, kann die Blendenspannung auch ohne Kenntnis des letztendlichen Betriebswerts von  $U_A$  festgelegt werden. Ebenfalls in diesem Graphen zu erkennen ist die hervorragende Reproduzierbarkeit der  $S$ - $U_B$ -Kennlinie, hier am Beispiel für die Parameter  $d_{BA} = 5 \text{ mm}$  und  $U_A = 250 \text{ V}$  gezeigt.

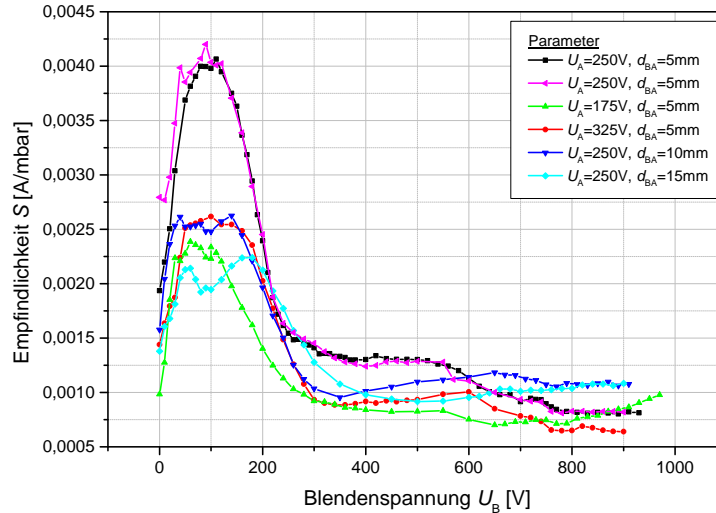


Abbildung 5.6.: Empfindlichkeit des CNT-basierten Extractors bei Variation der Blendenspannung.

### 5.3.2. Verhalten bei Variation der Anoden- und Reflektorspannung

Nachdem die Blendenspannung und der Abstand zwischen Blende und Anodengitter bestimmt wurden, mussten für die Festlegung des Arbeitspunktes nur noch die Parameter  $U_A$  und  $U_R$  definiert werden. Durch eine Automatisierung der Messung mittels der computersteuerbaren *Heinzinger*-Netzteile, konnten diese beiden Größen gleichzeitig und in Abhängigkeit voneinander untersucht werden. Dadurch ergibt sich für jede der Messgrößen ein dreidimensionales Abbild. Für diese Messungen wurde die Anoden- und die Reflektorspannung im Bereich zwischen  $0 \leq U_A, U_R \leq 500$  V mit einer Schrittweite von  $\Delta U_A, \Delta U_R = 10$  V variiert und die oben gefundenen Werte für die Blendenspannung  $U_B = 100$  V und den Abstand  $d_{BA} = 5$  mm verwendet. Der Druck im Rezipienten betrug  $p = 2,5 \cdot 10^{-9}$  mbar. Für die Bestimmung des Arbeitspunktes wurden in diesem Abschnitt neben der Empfindlichkeit  $S$  zusätzlich die beiden Parameter Anodenstrom  $I_+$  und Vakuummeterkonstante  $C = \frac{I_+}{I_A \cdot p}$  (vgl. Gleichung (2.3)) untersucht.

#### Auswirkung auf den Anodenstrom

Um selbst im unteren Druckbereich noch einen hinreichend großen Ionenstrom messtechnisch erfassen zu können, muss bei der Bestimmung eines günstigen Arbeitspunktes der Röhre ein entsprechend hoher Anodenstrom gewählt werden. Das Verhalten des Anodenstroms in Abhängigkeit von Anoden- und Reflektorspannung ist in Abbildung 5.7 gezeigt. Man erkennt, dass bei Variation der Anodenspannung ein Anlaufgebiet und ein Sättigungsgebiet, mit einem kurzen Einbruch des Stroms bei  $U_A \approx U_B$ , entstanden. Dabei war der Einfluss des Reflektorpotentials relativ gering. Dieses Verhalten ließ sich auch für weitere Blendenspannungen verifizieren (siehe dazu Abbildung 5.7 unten). Der Grund für den Einbruch des Anodenstroms ist wahrscheinlich ein Abfließen der Elek-

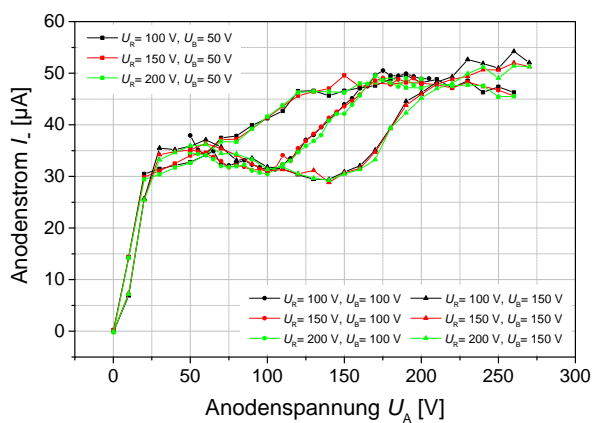
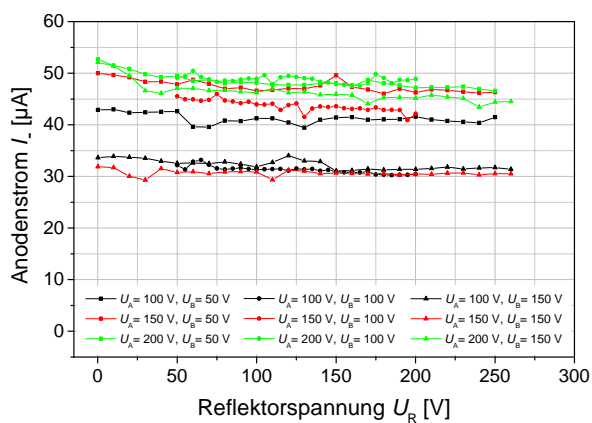
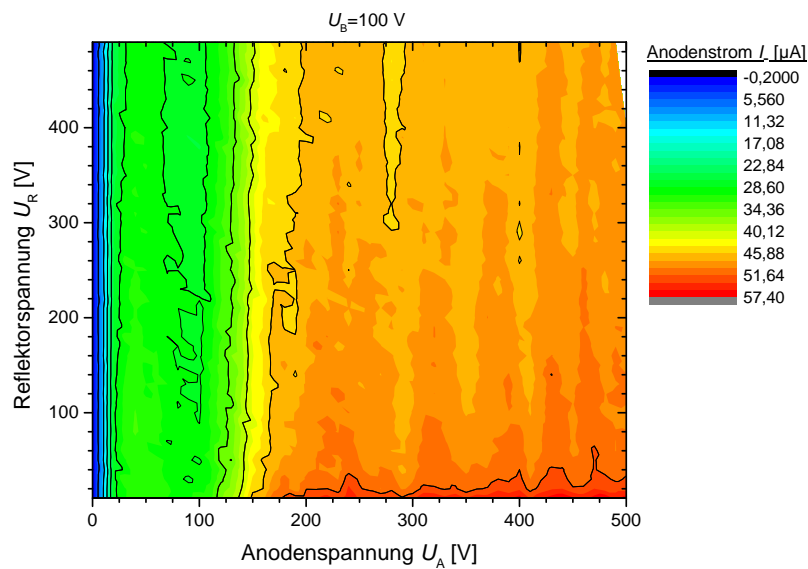
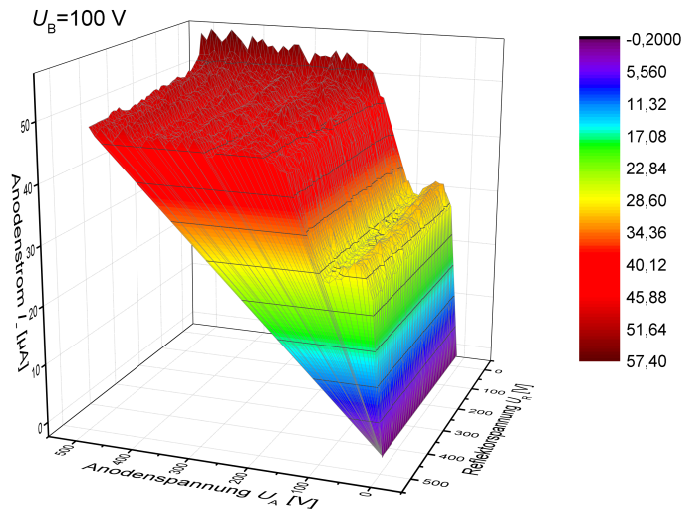


Abbildung 5.7.: Anodenstrom  $I_a$  in Abhängigkeit von der Anoden ( $U_A$ )- und der Reflektorspannung ( $U_R$ ).

tronen auf die Blende statt auf das Anodengitter, wenn Anoden- und Blendenpotential gleich groß gewählt sind.

### Auswirkung auf die Vakuummeterkonstante

Die oftmals für den Vergleich verschiedener Emissionskathodenionisationsmanometer angegebene Größe ist die Vakuummeterkonstante  $C$ . Sie ist für eine definierte Restgaszusammensetzung und Temperatur nur von der Länge der Elektronentrajektorien innerhalb des Ionisationsvolumens abhängig und somit eine Messgerätekonstante. Wie bei der Empfindlichkeit  $S$  gilt auch hier: Je höher  $C$ , desto größer das Messsignal. In Abbildung 5.8 sind die aus Abbildung 5.7 bekannten Diagramme für die Vakuummeterkonstante  $C$  gezeigt. In den beiden oberen Graphen erkennt man, dass die Vakuummeterkonstante für  $U_A \approx U_R$  am größten wird. Genauer sieht man im Konturplot, dass diese zusammenhängenden Maxima leicht unterhalb der eingezeichneten Diagonale  $U_A = U_R$  liegen. Das stimmt gut mit den Betriebsparametern des IM 514 Glühkathoden-Extraktors überein, der mit  $U_A = 220\text{ V}$  und  $U_R = 205\text{ V}$  betrieben wird. Innerhalb dieser Maxima erkennt man ein lokales Maximum bei  $U_A \approx U_R \approx 100\text{ V}$ , was gerade auch der Blendenspannung  $U_B$  entspricht. Dieses Verhalten wurde auch für andere Blendenspannungen getestet und es konnte gezeigt werden, dass sich das Maximum immer bei einer Anoden- und Reflektorspannung ungefähr gleich der Blendenspannung befindet (siehe auch Abbildung 5.8 unten). Durch diese Abhängigkeit von  $U_B$  kann das lokale Maximum nicht durch den Verlauf der differentiellen Ionisierung (vgl. Abbildung 2.4) begründet werden. Stattdessen ist wahrscheinlich der bereits gezeigte Einbruch des Anodenstroms bei  $U_A \approx U_R \approx U_B$  für die Erhöhung der Vakuummeterkonstante  $C \propto I_-^{-1}$  verantwortlich. Möchte man den Effekt des Anodenstroms aus der Vakuummeterkonstante herausrechnen, muss man sie mit  $I_-$  multiplizieren und erhält die Empfindlichkeit  $S$ . Die Untersuchung dieser Größe wird im nächsten Abschnitt beschrieben.

Wird einer der Parameter Anoden- oder Reflektorspannung konstant gehalten und nur der andere variiert, ergeben sich  $C-U_A$ - beziehungsweise  $C-U_R$ -Kennlinien. Diese sind ebenfalls in Abbildung 5.8 (unten) gezeigt. Man erkennt in ihnen, dass der Einfluss der Blendenspannung  $U_B$  nur minimal ist, wenn  $U_A$  beziehungsweise  $U_R$  ungleich  $U_B$  ist.

### Auswirkung auf die Empfindlichkeit

Die Empfindlichkeit für diese Messreihe ist in Abbildung 5.9 zu sehen. Sie zeigt einen sehr ähnlichen Verlauf wie die Vakuummeterkonstante, wobei das beschriebene Maximum bei  $U_A \approx U_R \approx 100\text{ V}$  nicht vorhanden ist. Das bedeutet, dass die Ursache für das Maximum der Vakuummeterkonstante ausschließlich im Abfall des Anodenstroms lag. Da der Verlauf der Empfindlichkeit jedoch auch kein Minimum in diesem Bereich zeigt, ist davon auszugehen, dass die im Anodenstrom „fehlenden“ Elektronen trotzdem einen Beitrag zur Ionisation des Restgases leisten beziehungsweise dieser Teil der Elektronen auch bei anderen Blendenspannungen nicht zur Ionisation des Restgases beiträgt. Wie erwartet zeigen die  $S-U_A$ - beziehungsweise  $S-U_R$ -Kennlinien, dass die Empfindlichkeit unabhängig von der Blendenspannung ist.

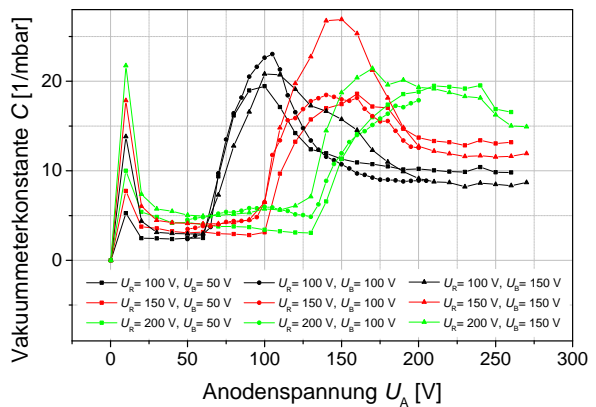
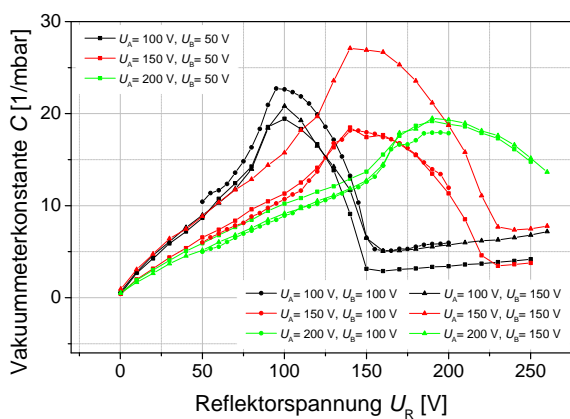
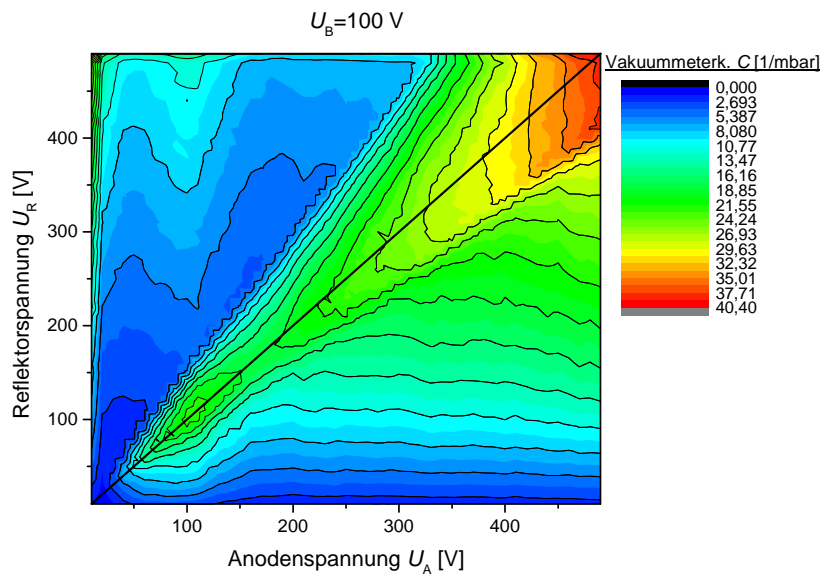
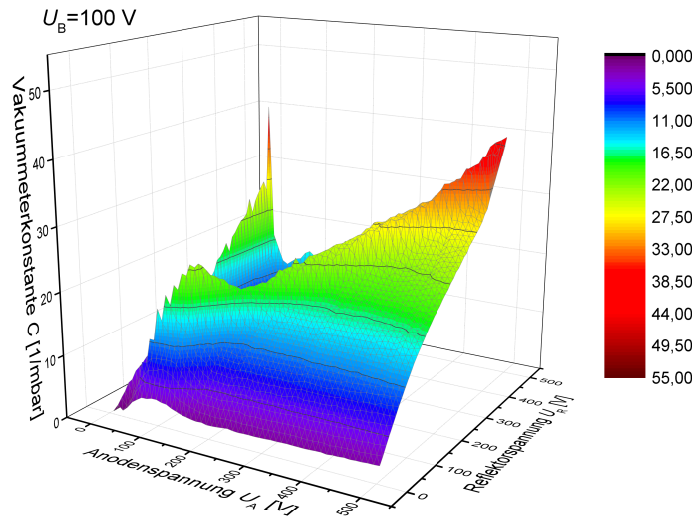


Abbildung 5.8.: Vakuummeterkonstante  $C$  in Abhängigkeit von der Anoden ( $U_A$ )- und der Reflektorspannung ( $U_R$ ).

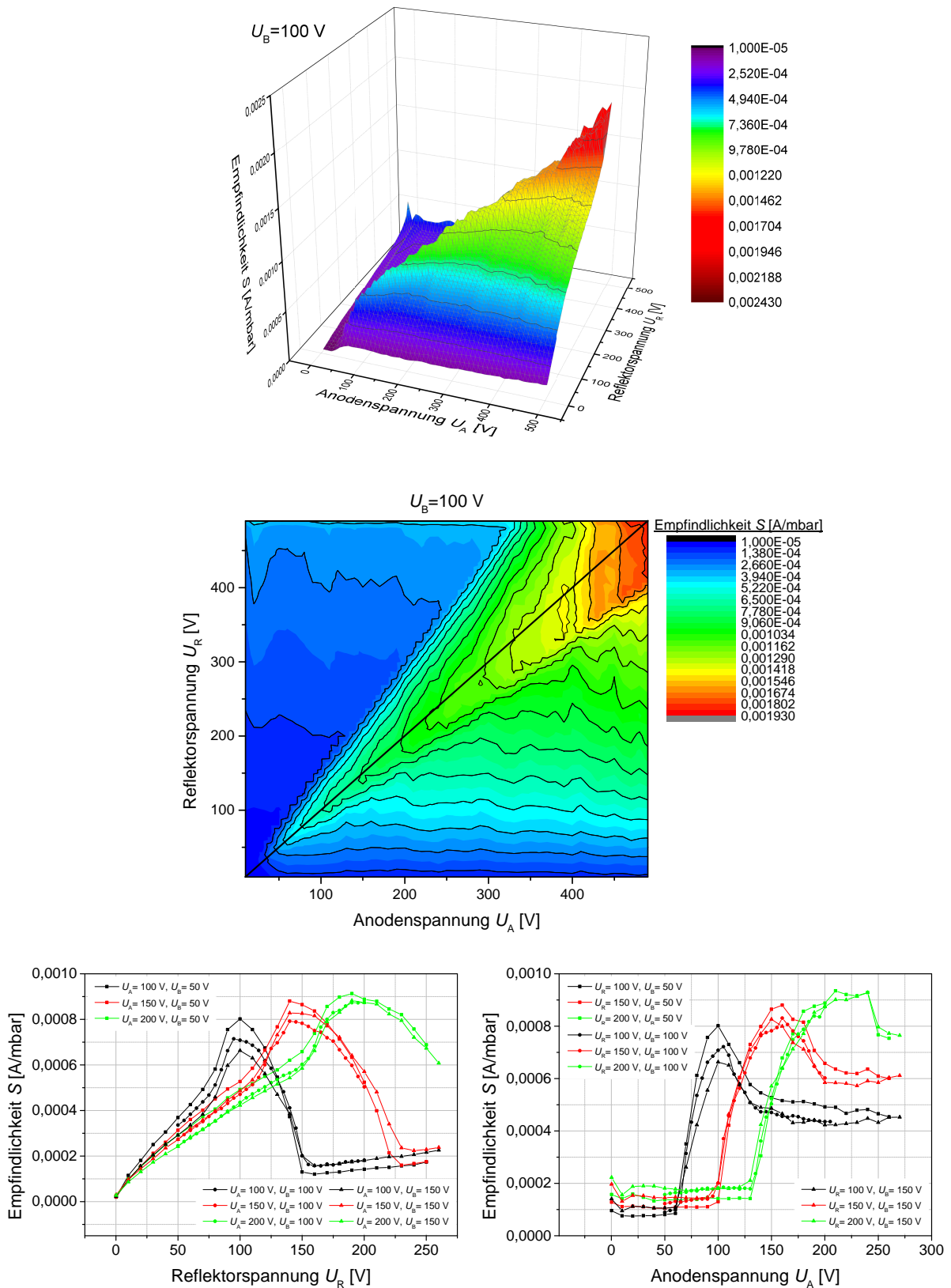


Abbildung 5.9.: Empfindlichkeit  $S$  in Abhängigkeit von der Anoden ( $U_A$ )- und der Reflektorspannung ( $U_R$ ).



Da in den Messungen für die Empfindlichkeit  $S$  kein lokales Maximum festgestellt wurde, ließ sich kein optimaler Wert für Anoden- und Reflektorspannung festlegen. Als untere Grenze für die Anodenspannung konnte  $U_A = 175 \text{ V}$  definiert werden, um im Sättigungsbereich des Anodenstroms zu arbeiten. Eine obere Grenze war aufgrund der mit der Anodenspannung durchgängig ansteigenden Empfindlichkeit nicht festlegbar. Es musste jedoch eine Kombination aus Anoden- und Reflektorpotential gewählt werden, bei dem  $U_R$  knapp unterhalb  $U_A$  liegt. Um den Röntgeneffekt gering zu halten, wurde sich für relativ geringe Spannungen entschieden. So wurde die Anodenspannung auf  $U_A = 210 \text{ V}$  und die Reflektorspannung auf  $U_R = 200 \text{ V}$  festgelegt. Eine quantitative Bestimmung des Röntgenstroms für die gewählten Parameter mittels Alpert-Methode wird im nächsten Abschnitt vorgestellt.

### 5.3.3. Bestimmung der Röntgengrenze mittels Alpert-Methode

Mittels der Alpert-Methode lässt sich die Röntgengrenze  $p_R$  des CNT-basierten Extraktors feststellen. Dazu wird der Ionenstrom als Funktion des Anodenpotentials bei möglichst geringem Druck aufgenommen. Oberhalb einer Anodenspannung von ungefähr  $U_A > 1 \text{ kV}$  ergibt sich in der doppellogarithmischen Darstellung der  $I_+-U_A$ -Kennlinie eine Gerade [17]. Extrapoliert man diese Gerade bis zum Anodenpotential am Arbeitspunkt, in diesem Fall  $U_A = 210 \text{ V}$ , erhält man den dort herrschenden Röntgenstrom  $I_R$ . Dieser verursacht einen konstanten Offsetstrom, der sich dem Kollektorstrom überlagert. Zusammen mit dem Strom durch ESD-Ionen bestimmen diese beiden Ströme hauptsächlich die untere Messgrenze eines Emissionskathodenionisationsmanometers. Die Alpert-Methode wurde für den gefundenen Arbeitspunkt drei Mal für Spannungen bis zu  $U_A = 2 \text{ kV}$ , bei einem Druck von  $p_W = 2,6 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ , angewendet (siehe Abbildung 5.10). Das Ergebnis liegt bei einem Röntgenstrom zwischen  $I_R = 2 \cdot 10^{-14}$  und  $8,7 \cdot 10^{-15} \text{ A}$ . Mittels der Gleichungen (2.3) und (2.5) lässt sich die Röntgengrenze berechnen zu

$$p_R = \frac{I_R}{C \cdot I_-} = \frac{p_W \cdot I_R}{I_+}. \quad (5.1)$$

Bei einem durchschnittlichen Ionenstrom von  $I_+ = 2,5 \cdot 10^{-12} \text{ A}$  entspricht der oben genannte Röntgenstrom einer Röntgengrenze von  $9,0 \cdot 10^{-12} \text{ mbar} < p_R < 2,1 \cdot 10^{-11} \text{ mbar}$ . Dieser Wert liegt eine Größenordnung über dem des Glühkathoden-Extraktors [50]. Das kann unter anderem durch die Positionierung der Kathode oberhalb des Anodengitters verschuldet sein. Durch die logarithmische Darstellungsweise ist der Teil des Graphen, der linear ansteigt, relativ kurz, weshalb diese Ergebnisse eine hohe Ungenauigkeit besitzen.



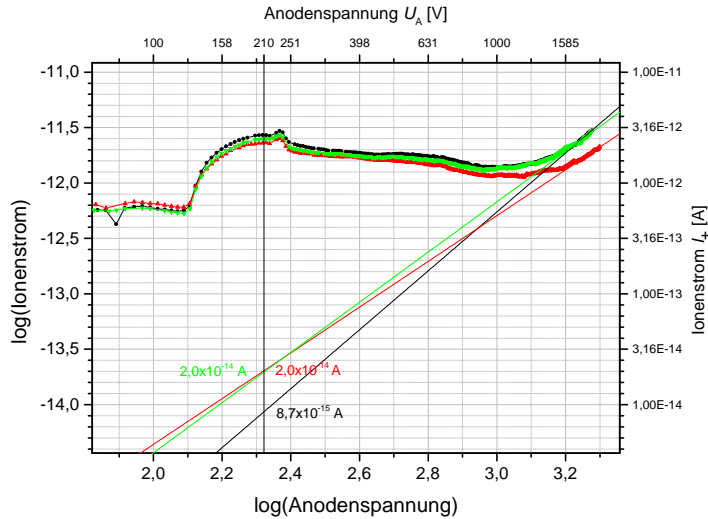


Abbildung 5.10.:  $I_+$ - $U_A$ -Kennlinie zur Bestimmung der Röntgengrenze mittels Alpert-Methode.

## 5.4. Vergleich der Elektronentrajektorien im Ionisationsvolumen von CNT- und Glühkathoden-Extraktor

In diesem Abschnitt soll es um den Vergleich der Elektronentrajektorien eines handelsüblichen Extraktors mit Glühkathode und des modifizierten Extraktors gehen. Die hier vorgestellten Ergebnisse wurden in numerischen Simulationen mit *AMaze* berechnet. Für beide Simulationen wurde die Extraktorgeometrie im STL-Format in das Simulationsprogramm *AMaze* geladen. Bei den Simulationsrechnungen mit dem Glühkathoden-Extraktor wurde eine ringförmige Glühkathode um das Anodengitter herum hinzugefügt. Die Rechnungen mit dem CNT-basierten Extraktor wurden um die im letzten Abschnitt gezeigte Kombination aus Kathode und Blende ergänzt. Die Potentiale wurden im Fall des Glühkathoden-Extraktors auf die Betriebsparameter des IM 514 gesetzt (Kathodenpotential  $U_K = 100$  V, Anodenpotential  $U_A = 220$  V und Reflektorpotential  $U_R = 205$  V). Für den CNT-basierten Extraktor wurden die Werte für den gefundenen Arbeitspunkt  $U_K = 0$  V,  $U_B = 100$  V,  $U_A = 210$  V und  $U_R = 200$  V verwendet.

Um die Elektronentrajektorien zu bestimmen, berechnet das Programm zuerst die entstehende Potentialverteilung. Für den Fall des CNT-basierten Extraktors ist das Potentialfeld in Abbildung 5.11 gezeigt. Interessant an diesem Potentialfeld ist vor allem, dass das Anodengitter trotz der wenigen Streben wie ein Faradayischer Käfig wirkt und das Innere vor den Potentialen außerhalb abschirmt.

Für die Simulation des Glühkathodenextraktors wird nach der Berechnung der Potentialfeldverteilung die Oberfläche des Filaments als Elektronenquelle definiert und pro Meshzelle ein Elektron mit  $E_{\text{kin}} = 0$  eV gestartet. Damit erhält man Elektronentrajektorien

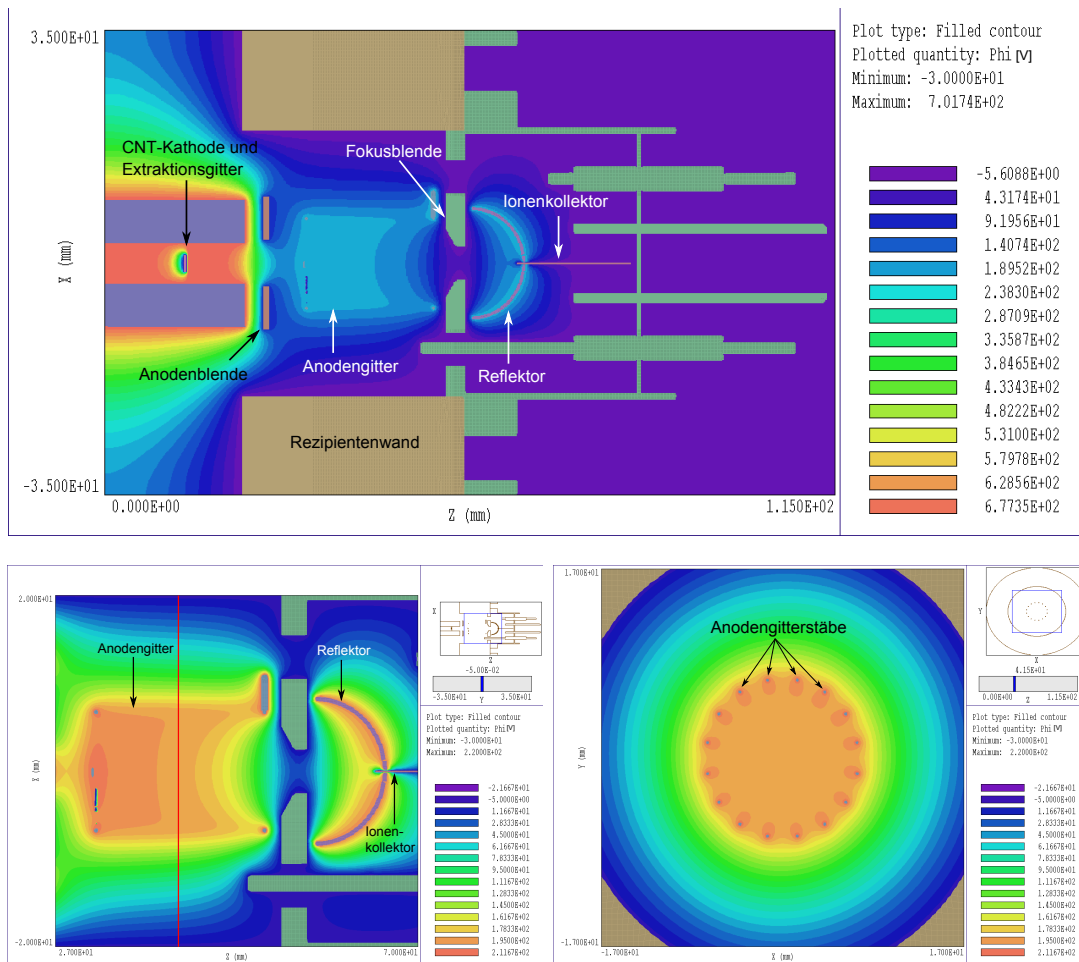


Abbildung 5.11.: Potentialverteilung im Bereich des CNT-basierten Extraktors. Gesamter Aufbau (oben), Vergrößerung im Bereich des Anodengitters (links unten) und Schnitt durch die Z-Achse in der Mitte (rote Linie) des Anodenkäfigs (rechts unten).

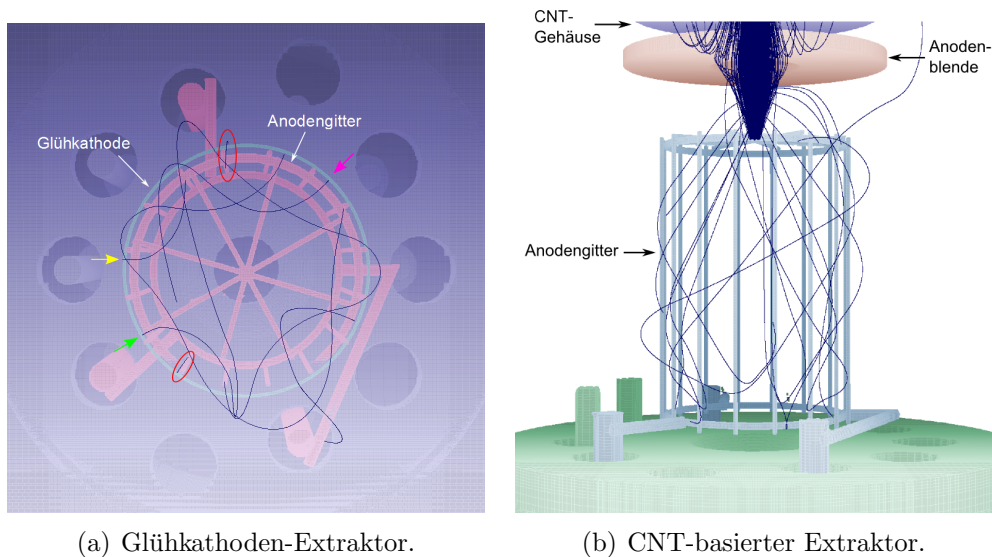


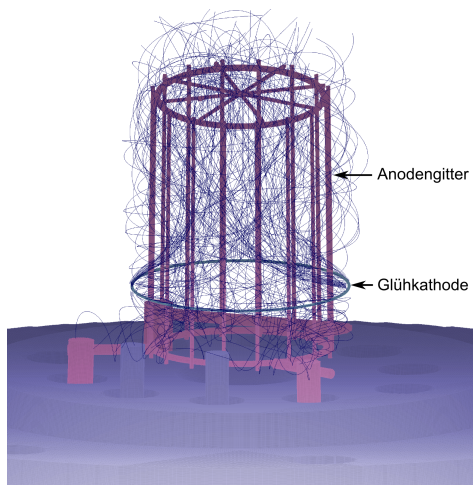
Abbildung 5.12.: Direkter Vergleich einiger weniger Elektronentrajektorien beider Extraktortypen.

rien, wie sie, der Übersichtlichkeit halber in geringer Zahl, in Abbildung 5.12(a) gezeigt sind. Dort erkennt man, dass einzelne Elektronen, die von der Glühkathode emittiert wurden, direkt auf das Anodengitter beschleunigt werden (rot eingekreist), während andere zwischen zwei der Gitterstäbe hindurchfliegen. Manche der Elektronen fliegen dann in einer abgerundeten Bahn von der Innenseite auf die Anode (gelber Pfeil), andere pendeln bis zu acht Mal, bevor sie auf die Anode treffen (grüner Pfeil). Ein paar der Elektronen treffen auch gar nicht auf die Anode, sondern gehen nach dem Pendeln auf dem geerdeten Extraktorgehäuse verloren (pinker Pfeil). In Abbildung 5.13 ist die gleiche Simulation mit mehr Teilchen und von einer  $90^\circ$  gedrehten Position aus gezeigt. Man erkennt zusätzlich zur Pendelbewegung für die meisten Elektronen eine Aufwärtsbewegung hin zum Anodendeckel, die aus der Potentialdifferenz zwischen der Fokussierblende, die auf Erdpotential liegt, und dem Anodendeckel mit dem positiven Potential  $U_A$  resultiert. Die Auswertung der Elektronentrajektorienlänge ergibt eine durchschnittliche Flugstrecke von 20 mm bis zum Auftreffen auf die Anode.

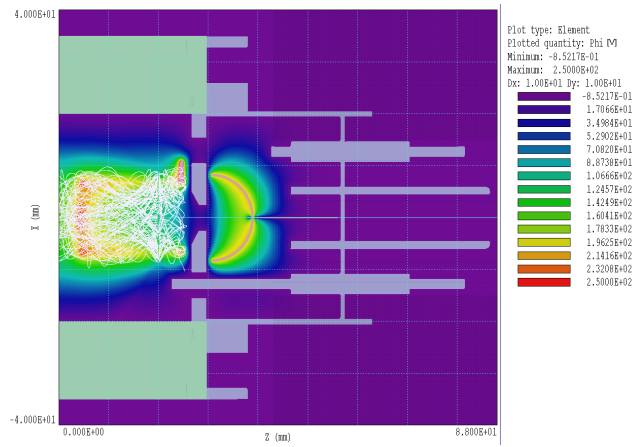
Für den mit der CNT-Kathode modifizierten Extraktor sind die Elektronentrajektorien in Abbildung 5.12(b) eingezeichnet. Man erkennt, dass ein Großteil der Elektronen direkt auf das Anodengitter trifft. In dieser Simulation ist das ein Anteil von 93 %. Die restlichen 7 % treten zwischen den Anodenstäben hindurch und fliegen in Richtung Extraktorgehäuse. Dort treffen sie entweder auf die Anode oder werden reflektiert, sodass es auch hier wieder zu verlängerten Umlaufbahnen der Elektronen kommt. Sollten die numerischen Simulationen stimmen, bedeutet das, dass die Empfindlichkeit des modifizierten Extraktors bei gleichem Anodenstrom um einen Faktor 14 niedriger sein wird als die des Glühkathoden-Extraktors, da nur  $1/14$  der als Anodenstrom  $I_-$  detektierten Elektronen zur Ionisation beitragen. Die Auswertung der Elektronentrajektorienlänge

gestaltet sich als schwierig und je nachdem, welche Teilchen man in die Auswertung mit einbezieht, ergibt sich für Elektronen, welche die Anode zumindest einmal passiert haben, eine Flugbahnlänge zwischen 20 und 25 mm (ab dem Anodenkäfig gerechnet).

Wie sich in den späteren experimentellen Untersuchungen gezeigt hat, unterscheiden sich die Ergebnisse aus den numerischen Simulationen von denen aus den Experimente. So bedeutet nach den Simulationen beispielsweise ein Abstand  $d_{BA} > 5$  mm eine verbesserte Transmission durch den Anodenkäfig, während sich bei den Experimenten ein Abstand von  $d_{BA} = 5$  mm als optimal für den Betrieb des CNT-basierten Extraktors herausgestellt hat.

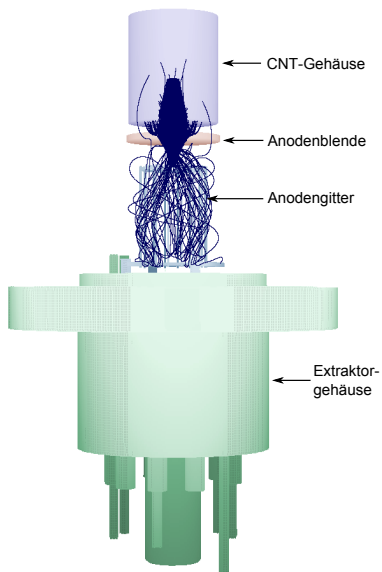


(a) 3D-Ansicht

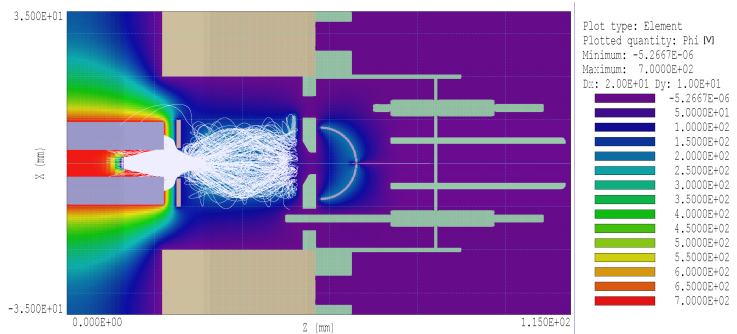


(b) 2D-Ansicht mit Potentialfeldverteilung

Abbildung 5.13.: Elektronentrajektorien im Glühkathoden-Extraktor.



(a) 3D-Ansicht



(b) 2D-Ansicht

Abbildung 5.14.: Elektronentrajektorien im CNT-basierten Extraktor.

## 5.5. Langzeitmessverhalten des CNT-basierten Extraktors

Bei den Untersuchungen des modifizierten Extraktors ist aufgefallen, dass in den ersten Betriebsstunden nach dem Abpumpen des Rezipienten eine starke Abnahme des gemessenen Ionenstroms mit der Zeit zu verzeichnen war. Der am Glühkathodenextraktor gemessene Druck  $p = 2,2 \cdot 10^{-11}$  mbar war hingegen konstant. Zu sehen ist dieses Verhalten in Abbildung 5.15, in der Ionen- und Anodenstrom gegen die Zeit aufgetragen sind. Das Experiment wurde bei tiefen Temperaturen ( $T_{\text{CNT}} = 35$  K) durchgeführt und die CNT-Kathode vorher für einige Stunden in Betrieb genommen, um einen konstanten Emissionsstrom zu erhalten. Vom Beginn des Evakuierens bis zum Beginn des Experiments wurde der modifizierte Extraktor zu Testzwecken insgesamt 35 Minuten betrieben, ohne dabei die Ströme messtechnisch zu erfassen. Das Experiment wurde nach vier Stunden Dauerbetrieb für 22,5 Stunden unterbrochen, um zu untersuchen, ob der Ionenstrom beim Wiedereinschalten größer als vor dem Ausschalten ist (in Abbildung 5.15 grau hinterlegter Bereich).

Innerhalb der ersten Stunden wurde eine rapide Abnahme des Ionenstroms festgestellt, die sich dann langsam einem Grenzwert von ungefähr  $I_+ = 0,2 \mu\text{A}$  annäherte. Der Anodenstrom blieb dabei relativ konstant. Dieser Effekt stammt vermutlich von einer großen Oberflächenbelegung des Anodengitters. Die auf die Anode auftreffenden Elektronen verursachen anfänglich eine elektronenstoßinduzierte Desorption, wodurch es zu einer lokalen Druckerhöhung kommt. Die Unterbrechung des Experiments zeigte weder auf den Ionen- noch auf den Anodenstrom einen Effekt. Bei einem Druck von  $p = 2,2 \cdot 10^{-11}$  mbar scheint es also in der zeitlichen Größenordnung von Stunden nicht zu einer Readsorption von Gasen auf der Oberfläche des Anodengitters zu kommen. Um eine zuverlässige Druckmessung im Bereich niedriger Drücke mit der modifizierten Druckmessröhre gewährleisten zu können, sollte diese deshalb zuvor mindestens 48 h in Betrieb genommen werden.

## 5.6. Druckabhängiges Verhalten der Messröhre

Zur Aufnahme der  $I_+$ - $p$ -Kennlinien bei Raumtemperatur wurde das DN 40 CF-Kreuzstück mit dem modifizierten Extraktor am beschriebenen Kalibrierpumpstand angebracht. Nach Erreichen des Enddrucks  $p = 2 \cdot 10^{-10}$  mbar wurden nacheinander die drei Gase Stickstoff, Wasserstoff und Helium in den Pumpstand eingelassen und jeweils die  $I_+$ - $p$ -Kennlinie des CNT-basierten Extraktors aufgenommen. Im Idealfall sollte diese Kennlinie wie bei einem Glühkathoden-Extraktormanometer linear sein. Wie in Abbildung 5.16 zu sehen ist, verliefen Ionenstrom und Druck im Bereich zwischen  $p = 1 \cdot 10^{-8}$  und  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar ( $\text{N}_2$ -äquivalent) direkt proportional zueinander. Bei niedrigeren Drücken erhielt man allerdings ein stark verrauschtes Ionenstrom-Messsignal. Da der Elektrometerverstärker in der Lage ist, Ströme bis zu  $10^{-15}$  A messtechnisch erfassen zu können, muss das Rauschen entweder am Ausgang des CNT-Extraktors oder durch eine schlechte Abschirmung des Kabels entstanden sein. Die Vakuummeterkonstante im

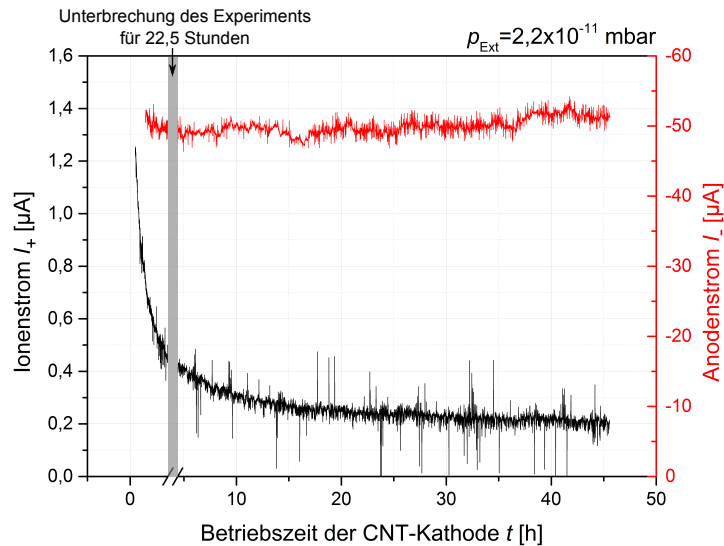


Abbildung 5.15.: Langzeitmessverhalten des CNT-basierten Extraktors. Auf der Abzisse ist die Betriebszeit der CNT-Kathode seit dem Beginn des Evakuierens aufgetragen.

Bereich des linearen Zusammenhangs betrug  $C = 0,8 \text{ mbar}^{-1}$ . Dieser Wert ist um einen Faktor 8,25 kleiner als der des Glühkathoden-Extraktors [12]. Die Ursache dieser großen Abweichung liegt vermutlich hauptsächlich an der Positionierung der Kathode über dem Anodengitter und den damit verbundenen, geänderten Elektronenbahnen. Wie bereits in Abschnitt 5.4 gezeigt, treffen viele der von der CNT-Kathode emittierten Elektronen direkt auf das Anodengitter ohne vorher Restgas ionisieren zu können.

Die gleiche Kennlinie wurde auch bei tiefen Temperaturen aufgenommen, dort allerdings nur für Wasserstoff. Dazu wurde der Rezipient abgepumpt und im Kryostaten auf eine Temperatur von unter  $T_{\text{Kammer}} = 6 \text{ K}$  heruntergekühlt. Die Temperatur des CNT-basierten Extraktors betrug dabei ungefähr  $T_{\text{CNT}} = 35 \text{ K}$ . Nach einigen Experimenten zur Langzeitstabilität von Emissions- und Ionenstrom (siehe Abschnitt 5.5), bei einem Druck von  $p_{\text{Ext}} = 2 \cdot 10^{-11} \text{ mbar}$ , wurde die Kühlleistung am Rezipienten gedrosselt, wodurch sich die Temperatur langsam erhöhte. Durch diese Temperaturerhöhung desorbierte das an den kalten Wänden kryosorbierte Restgas und es kam zu einer Druckerhöhung, die zur Kalibrierung des CNT-Extraktors genutzt wurde. Durch einen Defekt des QMS ließ sich die Restgaszusammensetzung nicht untersuchen, es ist jedoch davon auszugehen, dass bei den gemessenen Temperaturen hauptsächlich Wasserstoff desorbierte. In Abbildung 5.17 ist der zeitliche Verlauf der am CNT-basierten Extraktor gemessenen Werte für den Ionenstrom, der am Extraktor mit Glühkathode gemessenen Werte für den Druck sowie der gemessenen Kammertemperatur aufgetragen. Man erkennt deutlich, dass der modifizierte Extraktor direkt auf die Temperaturschwankungen mit einer Ionenstromschwankung reagierte, während der Glühkathoden-Extraktor einen relativ konstanten Druckwert aufwies. Die Temperatur des modifizierten Extraktors variier-

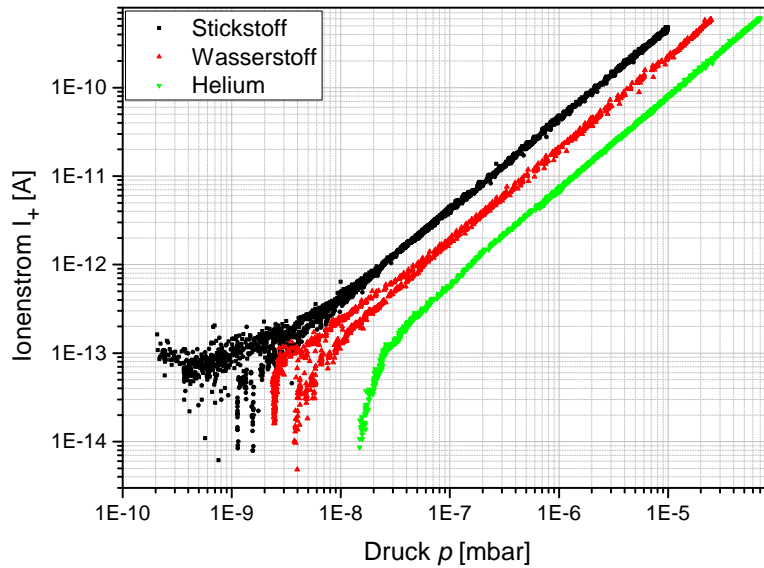


Abbildung 5.16.:  $I_+$ - $p$ -Kennlinien für Stickstoff, Wasserstoff und Helium bei Raumtemperatur.

te während der ersten 1,5 h der Messung weniger als  $\pm 0,2$  K. Daraus folgt, dass die gemessene Ionenstromerhöhung tatsächlich durch eine Desorption von Gasen aus der Zylinderkammer und nicht etwa aus dem CNT-Kreuzstück entsteht. Der CNT-basierte Extraktor scheint also viel empfindlicher auf Druckschwankungen bei tiefen Temperaturen zu reagieren als der Glühkathodenextraktor. Die  $I_+$ - $p$ -Kennlinie in Abbildung 5.18 zeigt entsprechend nur für den Bereich relativ hoher Drücke (ab  $10^{-8}$  mbar) einen linearen Zusammenhang. Theoretisch ist es möglich, dass auch bei tieferen Drücken noch ein linearer Zusammenhang zwischen Ionenstrom und Druck besteht, dieser aber aufgrund einer verfälschten Druckmessung des Glühkathoden-Extraktors nicht nachgewiesen werden konnte. Zusätzlich zum Ionenstrom ist auch die Vakuummeterkonstante über einen Druckbereich von  $10^{-8}$  bis  $10^{-5}$  mbar eingezeichnet, die ab einem Druck von  $3 \cdot 10^{-8}$  mbar einen relativ konstanten Wert von  $18,1 \text{ mbar}^{-1}$  besitzt. Das ist um einen Faktor 23 höher als bei den Messungen mit Wasserstoff bei Raumtemperatur. Teilweise kann dieser Faktor durch die thermische Transpiration und die Eigenschaft des Extraktors, den Druck nur indirekt über die Restgasteilchendichte zu bestimmen, erklärt werden. Dazu wird folgende Überlegung angestellt: Gegeben sei ein System aus zwei Vakuumbereichen, die über eine Blende miteinander verbunden sind. Beide Bereiche sind definiert über ihren Druck  $p$ , ihre Restgasteilchendichte  $n$  und ihre Temperatur  $T$  (siehe Abbildung 5.19). Die Vakuummeterkonstante des CNT-basierten Extraktors ist unabhängig von der Temperatur definiert zu (siehe auch Gleichung (2.3))

$$C = \frac{I_+}{I_- \cdot p_1}.$$



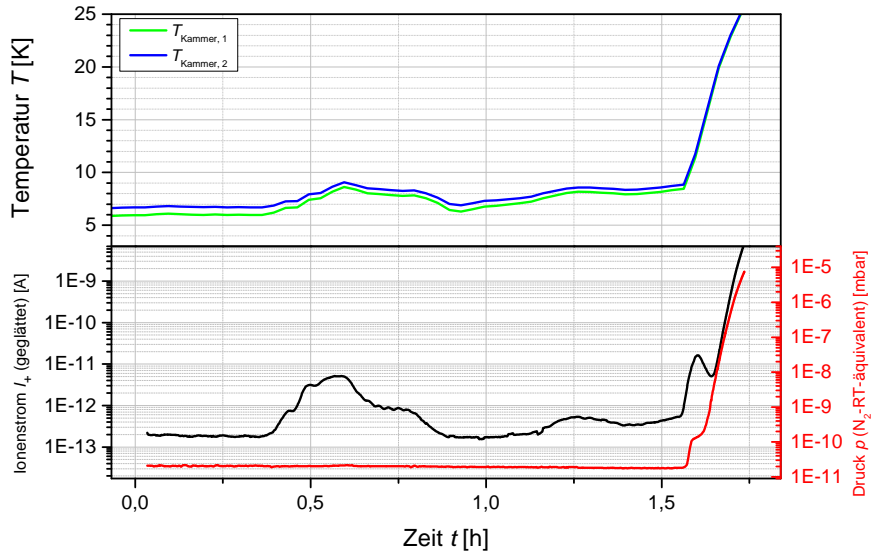


Abbildung 5.17.: Verhalten von Ionenstrom  $I_+$  und angezeigtem Druck  $p_{\text{Ext}}$  über die Zeit  $t$  im Vergleich zum Temperaturverlauf.

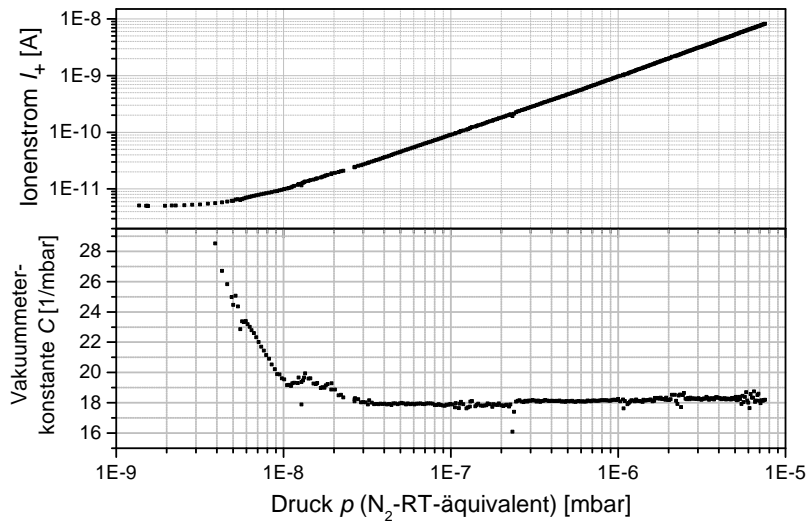


Abbildung 5.18.: Ionenstrom  $I_+$  und Vakuummeterkonstante  $C$  im Verhältnis zum Druck  $p_{\text{Ext}}$ .

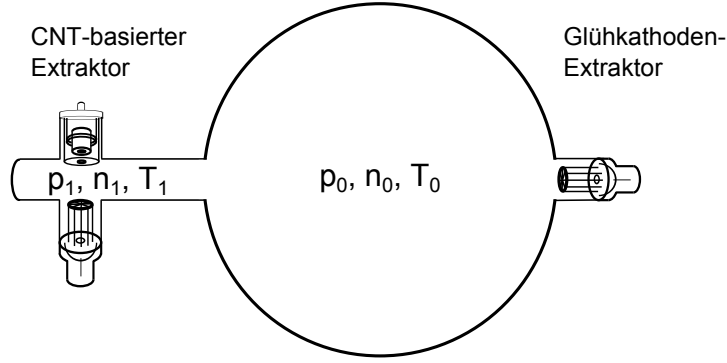


Abbildung 5.19.: Skizze für die Herleitung der Temperaturabhängigkeit der Vakuummeterkonstante.

Da sich bei Raumtemperatur ein Druckgleichgewicht einstellt, gilt

$$p_0(T = 295 \text{ K}) = p_1(T = 295 \text{ K}). \quad (5.2)$$

Damit lässt sich die Vakuummeterkonstante umschreiben zu

$$C(T_0 = 295 \text{ K}) = \frac{I_+}{I_- \cdot p_0^a}, \quad (5.3)$$

wobei  $p_0^a$  dem am Glühkathoden-Extraktor gemessenen Druck entspricht. Dieser ist definiert zu

$$p_0^a = n_0 k_B T_{\text{RT}}. \quad (5.4)$$

$T_{\text{RT}} = 295 \text{ K}$  entspricht der Raumtemperatur.

Bei tiefen Temperaturen gilt Gleichung (5.2) nicht. Mit dem idealen Gasgesetz  $p = nkT$  und der thermischen Transpiration  $\frac{n_1}{n_0} = \sqrt{\frac{T_0}{T_1}}$  lässt sich die Vakuummeterkonstante bei tiefen Temperaturen jedoch umformen zu

$$\begin{aligned} C(T_0 = 7 \text{ K}) &= \frac{I_+}{I_- \cdot p_1} = \frac{I_+}{I_- \cdot n_1 k_B T_1} = \frac{I_+}{I_- \cdot n_0 \sqrt{\frac{T_0}{T_1}} k_B T_1} \\ &= \frac{I_+}{I_- \cdot n_0 k_B T_{\text{RT}}} \frac{T_{\text{RT}}}{\sqrt{T_0 T_1}} = C(T_0 = 295 \text{ K}) \cdot \frac{T_{\text{RT}}}{\sqrt{T_0 T_1}}. \end{aligned} \quad (5.5)$$

Dabei wird in dieser Rechnung der Einfluss der hohen Temperatur der Glühkathode auf die Druckmessung vernachlässigt. Der dadurch entstehende Fehler wird bei Raumtemperatur durch die Kalibrierung des Extraktors kompensiert. Bei tiefen Temperaturen ist dieser Einfluss vermutlich erheblich größer. Alle Temperaturen in dieser Rechnung beziehen sich auf die Gastemperatur. Diese lässt sich jedoch nicht ohne Weiteres bestimmen, weshalb die auf der Außenwand des Rezipienten gemessenen Temperaturen verwendet wurden. Gerade im Fall des Glühkathodenextraktors können diese jedoch erheblich von der Gastemperatur abweichen.

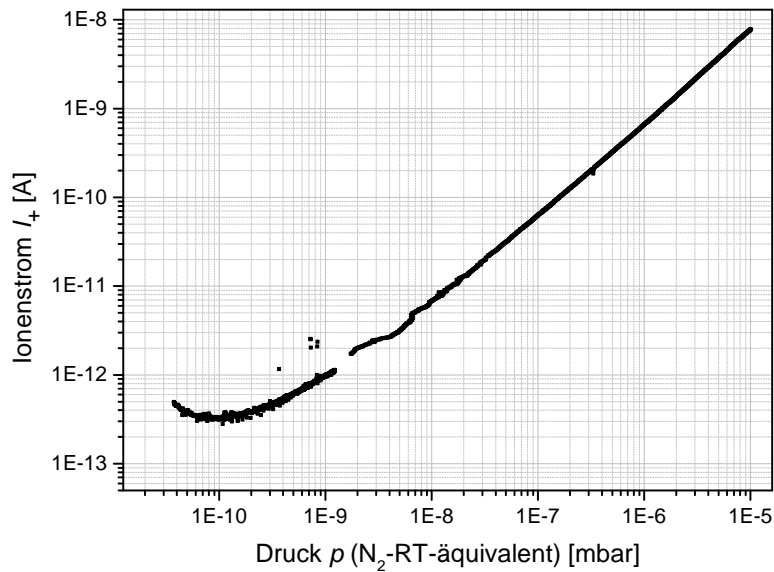


Abbildung 5.20.:  $I_+$ - $p$ -Kennlinie des CNT-basierten Extraktors bei langsamem Gaseinlass unter kryogenen Vakuumbedingungen ( $T_{\text{Kammer}} = 6 \text{ K}$ ).

Setzt man nun die gemessenen Temperaturen ( $T_{\text{RT}} = 295 \text{ K}$ ,  $T_1 = 37 \text{ K}$ ,  $T_0 = 7 \text{ K}$ ) in Gleichung (5.5) ein, erhält man

$$C(T_0 = 7 \text{ K}) = 18,3 \cdot C(T_0 = 295 \text{ K}). \quad (5.6)$$

Dieser Faktor liegt aufgrund der starken Vereinfachungen 32 % unterhalb des experimentell bestimmten Faktors.

Um Effekte durch Temperaturänderungen auszuschließen zu können, wurde das Experiment umgebaut und ein Gaseinlasssystem ergänzt. Statt die Druckänderung über die Desorption zu steuern konnte damit direkt Wasserstoff in das System eingelassen werden. Dazu wurde zwischen das Eckventil und der DN 160 CF-Zylinderkammer ein Winkelstück mit einem DN 16 CF-Abgangsflansch integriert. An diesem wurde ein dünnes Kupferrohr mit einem Durchmesser von 4 mm befestigt, das bis zur Raumtemperaturseite durchgeführt wurde. Das Kupferrohr wurde auf der Rezipientenseite von außen mit einem Kupferband thermisch mit dem großen Thermoschild verbunden, um alle anfallenden Gase außer Wasserstoff bereits dort zu Kryokondensieren. Auf der Raumtemperaturseite wurde ein DN 40 CF-T-Stück montiert, an das eine Turbomolekularpumpe zum Abpumpen der im warmen Bereich anfallenden Desorbate und ein Nadelventil zum dosieren der eingelassenen Wasserstoffmenge montiert wurde. Zum Einlassen des Gases ließ sich die Turbomolekularpumpe mit einem Eckventil abschotten. Dieser Versuchsaufbau wurde erneut auf 6 K heruntergekühlt. Da bei einem ersten Test festgestellt wurde, dass die eingelassene Gasmenge über das Nadelventil sehr schwierig dosiert werden kann und der Druckanstieg im Rezipient stark zeitverzögert eintritt, wurde zuerst nur das Eckventil

hinter der TMP geschlossen, sodass das desorbierende Gas, hauptsächlich Wasserstoff, langsam in den Rezipienten diffundierte. Erst bei einem Druck von  $10^{-9}$  mbar wurde zusätzliches Gas aus einer Wasserstoffflasche über das Dosierventil eingelassen. Die sich dadurch ergebende Kennlinie ist in Abbildung 5.20 gezeigt. Man erkennt deutlich den linearen Zusammenhang, der in diesem Experiment bis in den Bereich von ungefähr  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar hinab reicht. Diese Ergebnisse zeigen, dass eine Druckmessung mit dem verwendeten Aufbau einer CNT-basierten Extraktorröhre bis in den mittleren UHV-Bereich möglich ist.

## 6. Zusammenfassung und Fazit

Ziel dieser Arbeit war es, eine Extraktormessröhre mit einer CNT-Kathode zu bestücken und die Funktionalität dieses modifizierten Manometers sowohl bei Raumtemperatur- als auch unter kryogenen Vakuumbedingungen nachzuweisen. Dazu wurden zunächst Untersuchungen zu den Emissionseigenschaften der verwendeten CNT-Kathode durchgeführt. Wie diese gezeigt haben, wich der Emissionsstrom ungefähr um den Faktor 2 von den Herstellerspezifikationen ab. Die Transmission der Kathode lag ebenfalls etwas unterhalb des spezifizierten Werts von  $\tau = 70\%$ . Dadurch war der Strom, der für die Ionisation des Restgases im Emissionskathodenionisationsmanometer bereitgestellt werden konnte, geringer als erwartet, aber dennoch ausreichend, um den CNT-basierten Extraktor mit einer im Vergleich zum Glühkathoden-Extraktor verminderten Empfindlichkeit betreiben zu können. Langzeitmessungen der Emissionscharakteristik haben ergeben, dass der Betrieb der Kathode mit zu hohen Gitterspannungen  $U_G$  beziehungsweise Gesamtströmen  $I_{ges}$  die CNT-Kathode schädigen kann. Aus diesem Grund wurde die Kathode mit einer Gitterspannungen von maximal  $U_G = 730\text{ V}$  betrieben, bei der sich ein Gesamtstrom von  $I_{ges} = 180\text{ }\mu\text{A}$  beziehungsweise ein Anodenstrom von ungefähr  $I_A = 100\text{ }\mu\text{A}$  erzielen ließ. Bei diesem Strom konnte die erhoffte Langzeitstabilität der Emission, die für den Einsatz der CNT-Kathode in einem Emissionskathodenionisationsmanometer von Bedeutung ist, nachgewiesen werden. Für den Betrieb des modifizierten Extraktors ist es ebenfalls vorteilhaft, wenn der Emissionsstrom möglichst geringen zeitlichen Schwankungen unterliegt. Um das zu gewährleisten, muss die CNT-Kathode für bis zu mehrere Stunden durchgängig betrieben werden. Während der Langzeituntersuchung zum Emissionsverhalten fiel auf, dass es nach dem Einschalten der Emission zu einer größeren Menge desorbierender Gase kam. Beim Einlassen von Gasen in den Rezipienten hat sich ein Anstieg des Emissionsstroms mit dem Druck für alle getesteten Gasarten sowohl bei Raumtemperatur als auch unter kryogenen Vakuumbedingungen gezeigt, deren Ursache bisher noch nicht vollständig verstanden ist. Dabei stieg die Elektronstromausbeute mit steigenden Drücken an. Diese Erhöhung wird signifikant für Drücke oberhalb von  $5 \cdot 10^{-7}\text{ mbar}$ .

Die Untersuchungen des mit der CNT-Kathode modifizierten Extraktors haben gezeigt, dass dieser sowohl bei Raumtemperatur als auch bei tiefen Temperaturen zuverlässig arbeitet und bei Drücken von  $5 \cdot 10^{-9}$  bis  $1 \cdot 10^{-5}\text{ mbar}$  ( $\text{N}_2$ -Raumtemperaturäquivalent) ein lineares Verhältnis zwischen Ionenstrom und Druck anzeigt. Die nach der Alpert-Methode gefundene Röntgengrenze beträgt  $2 \cdot 10^{-11}\text{ mbar}$  und liegt damit eine Größenordnung höher als die des Glühkathoden-Extraktors. Die für den Arbeitspunkt gefundenen Parameter sowie die gemessene Empfindlichkeit und Vakuummeterkonstante sind in Tabelle 6.1 zusammengefasst. Der Einsatz der Blende zwischen Kathode und Anodengitter hat sich als sinnvoll erwiesen, um die Elektronenenergie regeln und damit

$I_{\text{ges}}$	=	150 $\mu\text{A}$
$U_{\text{B}}$	=	100 V
$U_{\text{A}}$	=	210 V
$U_{\text{R}}$	=	200 V
$d_{\text{BK}}$	=	3 mm
$d_{\text{BA}}$	=	5 mm
$C(T = 295 \text{ K})$	=	0,8 mbar $^{-1}$
$C(T = 5 \text{ K})$	=	13,2 mbar $^{-1}$
$S(T = 295 \text{ K})$	=	$4,5 \cdot 10^{-5}$ A/mbar
$S(T = 5 \text{ K})$	=	$6,2 \cdot 10^{-4}$ A/mbar

Tabelle 6.1.: Zusammenfassung der Parameter der CNT-basierten Extraktorröhre.

die Elektronenstromausbeute erhöhen zu können. Während der Experimente bei tiefen Temperaturen hat sich gezeigt, dass der CNT-basierte Extraktor viel hochempfindlich auf Temperaturänderungen von einigen Kelvin mit einer Änderung des Ionenstroms reagiert hat. Somit lässt sich für diese Arbeit zusammenfassend sagen, dass der mit der CNT-Kathode modifizierte Extraktor für den Einsatz in kryogenen Vakuumsystemen hervorragend geeignet ist und dort in der bisherigen Konfiguration ohne die störende Wärmeentwicklung einer Glühkathode Drücke bis in den mittleren UHV-Bereich nachweisen kann.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten numerischen Simulationen haben gezeigt, dass in dem gewählten Aufbau des modifizierten Extraktors ein Großteil der emittierten Elektronen nicht in den Ionisationsraum innerhalb des Anodengitters eindringt, sondern vorher auf dessen obere Gitterstreben trifft. Dadurch sinkt die Ionisationsrate, was sich in einer geringeren Vakuummeterkonstante beziehungsweise Empfindlichkeit auswirkt. Um das zu verhindern, gibt es einen Vorschlag für das Design eines neuen feldemitterbasierten Extraktors, das in Abbildung 6.1 gezeigt ist. In dieser schematischen Zeichnung erkennt man einen Extraktor, dessen Glühkathode durch einen Metallring ersetzt wurde, der als Halterung für mehrere Feldkathoden fungiert. Der Anspruch an die eingesetzten Feldemitter ist weiterhin eine langzeitstabile Emission mit Strömen im Bereich von mA bei möglichst niedrigen Extraktionsspannungen. Da die in dieser Arbeit verwendete CNT-Kathode eine gute und langzeitstabile Emission gezeigt hat, wird die Integration von bis zu vier dieser Kathoden mit größerer emissiver Fläche in Betracht gezogen.

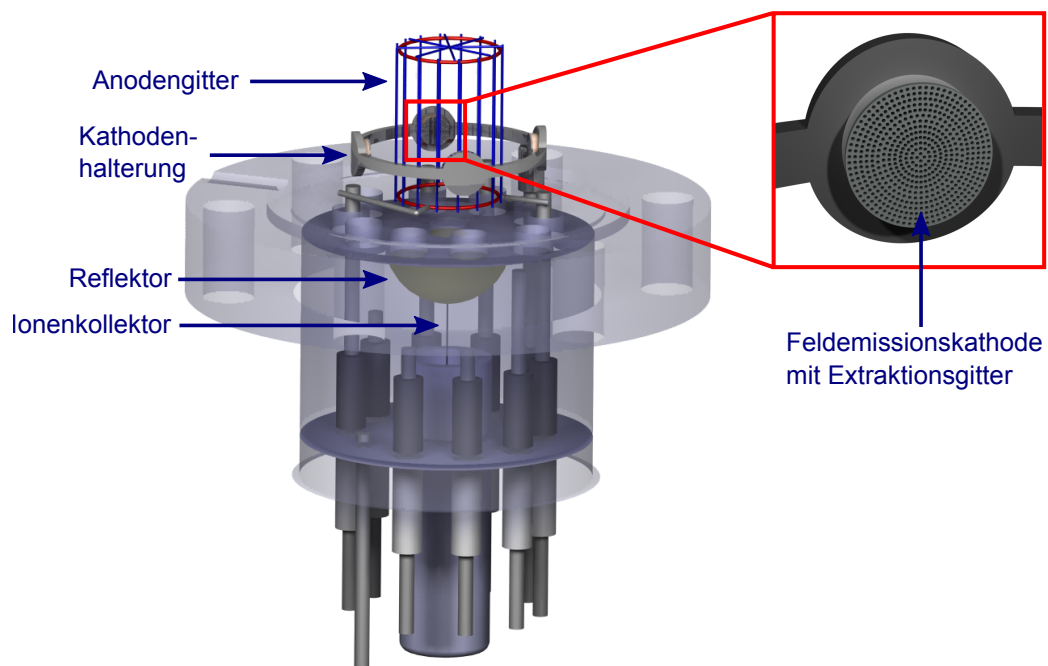


Abbildung 6.1.: Vorschlag für den Aufbau einer mit mehreren Feldemitterkathoden modifizierten Extraktorröhre.

# Literaturverzeichnis

- [1] KOLLMUS, Holger ; WILFERT, Stefan: *Ionisationsmanometer mit thermisch entkoppelter Elektronenquelle*. Patentanmeldung am 07.11.2011, Deutsches Patent und Markenamt, 2011
- [2] MOURAD, W. G. ; PAULY, T. ; HERB, R. G.: Orbitron Ionization Gauge. In: *Review of Scientific Instruments* 35 (1964), Nr. 6, 661-665. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1746679>. – DOI 10.1063/1.1746679
- [3] BAPTIST, Robert ; PY, Christophe: *Ionization vacuum gauge using a cold micro-point cathode*. US patent 5,278,510, 1994
- [4] DONG, Changkun ; MYNENI, Ganapati R.: Carbon nanotube electron source based ionization vacuum gauge. In: *Applied Physics Letters* 84 (2004), Nr. 26, S. 5443–5445. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1767956>. – DOI 10.1063/1.1767956. – ISSN 0003–6951
- [5] KNAPP, W ; SCHLEUSSNER, D ; WÜEST, M: Investigation of ionization gauges with carbon nanotube (CNT) field-emitter cathodes. In: *Journal of Physics: Conference Series* 100 (2008), Nr. 9, 092007. <http://stacks.iop.org/1742-6596/100/i=9/a=092007>
- [6] GSI HOMPAGE: *Zahlen und Fakten*. [https://www.gsi.de/start/ueber\\_uns/zahlen\\_fakten.htm](https://www.gsi.de/start/ueber_uns/zahlen_fakten.htm), Stand: 27.05.2013, 2013
- [7] GSI HOMPAGE: *Portrait*. [https://www.gsi.de/forschung\\_beschleuniger/beschleunigeranlage.htm](https://www.gsi.de/forschung_beschleuniger/beschleunigeranlage.htm), Stand: 27.05.2013, 2013
- [8] GSI HOMPAGE: *FAIR Beschleunigeranlagen*. [http://www.gsi.de/start/fair/aufbau\\_der\\_fair\\_beschleunigeranlage.htm](http://www.gsi.de/start/fair/aufbau_der_fair_beschleunigeranlage.htm), Stand: 07.03.2013, 2013
- [9] DIN 28400 TEIL 1 (MAI 1990): *Vakuumtechnik; Benennungen und Definitionen; Allgemeine Benennungen*. 1990
- [10] EDELMANN, Christian: *Vakuumphysik*. Spektrum Akademischer Verlag GmbH, 1998
- [11] DIN 28400 TEIL 3 (1991): *Vakuumtechnik; Benennungen und Definitionen; Vakuummeßgeräte*. 1991



- [12] OERLIKON LEYBOLD VACUUM HOMEPAGE: *IONIVAC-Sensoren*. <http://www.oerlikon.com/leyboldvacuum/de/e-katalog/page682.html#/686>, Stand 27.05.13, 2012
- [13] WILFERT, Stefan: Überlegungen zu den Vakuumsystemen der SIS 100/300-Ringe Teil I / Otto-Von-Guericke-Universität, Magdeburg. 2005. – interner Bericht
- [14] DAY, C: Basics and applications of cryopumps. In: *CERN Accelerator School Proceedings* (2007)
- [15] WALLÉN, E.: Adsorption isotherms of He and H<sub>2</sub> at liquid He temperatures. In: *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 15 (1997), Nr. 2, 265-274. <http://dx.doi.org/10.1116/1.580523>. – DOI 10.1116/1.580523
- [16] JOUSTEN, Karl: *Wutz Handbuch Vakuumtechnik*. 10. Auflage. Vieweg+Teubner, 2010
- [17] KIELER, Oliver: *Optimierung von Extraktormanometern zur Totaldruckmessung im UHV und XHV*, Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, Dissertation, 1998
- [18] BAYARD, Robert T. ; ALPERT, Daniel: Extension of the Low Pressure Range of the Ionization Gauge. In: *Review of Scientific Instruments* 21 (1950), Nr. 6, 571-572. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1745653>. – DOI 10.1063/1.1745653
- [19] VACOM HOMEPAGE: *Barion<sup>®</sup> XHV*. [http://www.vacom.de/3/2/barion\\_xhv.php](http://www.vacom.de/3/2/barion_xhv.php), Stand 27.05.12, 2012
- [20] HSEUH, H. C. ; LANNI, C.: Summary Abstract: A thin-collector Bayard–Alpert gauge for 10<sup>-12</sup> Torr vacuum. In: *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 5 (1987), Nr. 5, 3244-3246. <http://dx.doi.org/10.1116/1.574847>. – DOI 10.1116/1.574847
- [21] REDHEAD, P. A.: New Hot-Filament Ionization Gauge with Low Residual Current. In: *Journal of Vacuum Science and Technology* 3 (1966), Nr. 4, 173-180. <http://dx.doi.org/10.1116/1.1492470>. – DOI 10.1116/1.1492470
- [22] HELMER, J. C. ; HAYWARD, W. H.: Ion Gauge for Vacuum Pressure Measurements below 1 x 10<sup>-10</sup> Torr. In: *Review of Scientific Instruments* 37 (1966), Nr. 12, 1652-1654. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1720076>. – DOI 10.1063/1.1720076
- [23] WATANABE, Fumio: Ion spectroscopy gauge: Total pressure measurements down to 10<sup>-12</sup> Pa with discrimination against electron-stimulated-desorption ions. In: *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 10 (1992), Nr. 5, 3333-3339. <http://dx.doi.org/10.1116/1.577821>. – DOI 10.1116/1.577821
- [24] JONGE, Niels de ; BONARD, Jean-Marc: Carbon nanotube electron sources and applications. In: *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A* 362 (2004), S. 2239–2266

- [25] GEHRING, Andreas: *Simulation of Tunneling in Semiconductor Devices*, Technische Universität Wien, Dissertation, 2003
- [26] WILFERT, Stefan ; EDELMANN, Christian: Field emitter-based vacuum sensors. In: *Vacuum* 86 (2012), S. 556–571
- [27] SPINDT, C. A.: A Thin-Film Field-Emission Cathode. In: *Journal of Applied Physics* 39 (1968), Nr. 7, 3504-3505. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1656810>. – DOI 10.1063/1.1656810
- [28] IJIMA, Sumio: Helical microtubules of graphitic carbon. In: *Nature* 354 (1991), S. 56–58
- [29] BAUGHMAN, Ray H. ; ZAKHIDOV, Anvar A. ; HEER, Walt A.: Carbon Nanotubes - the Route Toward Applications. In: *Science* 297 (2002), S. 787–792
- [30] GRÖNING, O. ; KÜTTEL, O. M. ; EMMENEGGER, Ch. ; GRÖNING, P. ; SCHLAPBACH, L.: Field emission properties of carbon nanotubes. In: *Journal of Vacuum Science and Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* 18 (2000), Nr. 2, 665-678. <http://dx.doi.org/10.1116/1.591258>. – DOI 10.1116/1.591258
- [31] BONARD, Jean-Marc ; SALVETAT, Jean-Paul ; STÖCKLI, Thomas ; HEER, Walt A. ; FORRÓ, László ; CHÂTELAIN, André: Field emission from single-wall carbon nanotube films. In: *Applied Physics Letters* 73 (1998), Nr. 7, 918-920. <http://dx.doi.org/10.1063/1.122037>. – DOI 10.1063/1.122037
- [32] BAPTIST, R. ; BIETH, C. ; PY, C.: Bayard-Alpert vacuum gauge with microtips. In: *Journal of Vacuum Science and Technology B* 14 (1996), Nr. 3, 2119-2125. <http://dx.doi.org/10.1116/1.588883>. – DOI 10.1116/1.588883
- [33] HUANG, J. X. ; CHEN, Jun ; DENG, S. Z. ; XU, N. S.: Bayard-Alpert ionization gauge using carbon-nanotube cold cathode. In: *Journal of Vacuum Science Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* 25 (2007), Nr. 2, S. 651 –654. <http://dx.doi.org/10.1116/1.2433963>. – DOI 10.1116/1.2433963. – ISSN 1071–1023
- [34] LIU, Huarong ; NAKAHARA, Hitoshi ; UEMURA, Sashiro ; SAITO, Yahachi: Ionization vacuum gauge with a carbon nanotube field electron emitter combined with a shield electrode. In: *Vacuum* 84 (2009), Nr. 5, 713 - 717. <http://dx.doi.org/10.1016/j.vacuum.2009.06.016>. – DOI 10.1016/j.vacuum.2009.06.016. – ISSN 0042–207X
- [35] XIAO, Lin ; QIAN, Li ; WEI, Yang ; LIU, Liang ; FAN, Shoushan: Conventional triode ionization gauge with carbon nanotube cold electron emitter. In: *Journal of Vacuum Science Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 26 (2008), Nr. 1, S. 1 –4. <http://dx.doi.org/10.1116/1.2803713>. – DOI 10.1116/1.2803713. – ISSN 0734–2101

- [36] KIM, Changwook ; CHOI, Yong S. ; LEE, Seung M. ; PARK, Joon T. ; KIM, Bongsoo ; LEE, Young H.: The Effect of Gas Adsorption on the Field Emission Mechanism of Carbon Nanotubes. In: *Journal of the American Chemical Society* 124 (2002), Nr. 33, 9906-9911. <http://dx.doi.org/10.1021/ja026538h>. – DOI 10.1021/ja026538h
- [37] WADHAWAN, A. ; STALLCUP, R. E. ; STEPHENS, K. F. ; PEREZ, J. M. ; AKWANI, I. A.: Effects of O<sub>2</sub>, Ar, and H<sub>2</sub> gases on the field-emission properties of single-walled and multiwalled carbon nanotubes. In: *Applied Physics Letters* 79 (2001), Nr. 12, 1867-1869. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1401785>. – DOI 10.1063/1.1401785
- [38] RAO, M. G.: Sensitive Helium Leak Detection in Cryogenic Vacuum Systems. In: *Advances in Cryogenic Engineering* Bd. 41, 1996 (A Cryogenic Engineering Conference Publication), S. 1783–1788
- [39] JIMENEZ, J.M.: LHC: The world's largest vacuum systems being operated at CERN. In: *Vacuum* 84 (2009), Nr. 1, 2 - 7. <http://dx.doi.org/10.1016/j.vacuum.2009.05.015>. – DOI 10.1016/j.vacuum.2009.05.015. – ISSN 0042–207X
- [40] HSEUH, H.C. ; DAVIS, R. ; PATE, D. ; SMART, L. ; TODD, R. ; WEISS, D.: RHIC vacuum systems. In: *Vacuum* 53 (1999), 347 - 352. [http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X\(98\)00368-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0042-207X(98)00368-6). – DOI 10.1016/S0042–207X(98)00368–6. – ISSN 0042–207X
- [41] DAVIS, R ; HE, P ; HSEUH, HC ; LEE, R ; PATE, D ; SMART, L ; TODD, R ; WEISS, D: Performance of RHIC vacuum systems. In: *Proceedings of the 2001 Particle Accelerator Conference, Chicago* Bd. 3 IEEE, 2001, S. 2156–2158
- [42] DONG, Changkun ; MYNENI, G. R.: Field emitter based extractor gauges and residual gas analyzers. In: *Papers from the 45th National Symposium of the American Vacuum Society* Bd. 17, AVS, 1999, 2026-2033
- [43] CHOI, In-Mook ; WOO, Sam-Yong ; HONG, Seung-Soo: Vacuum measurement by carbon nanotube field emission. 24 (2006), Nr. 4, 1556-1559. <http://dx.doi.org/10.1116/1.2167984>. – DOI 10.1116/1.2167984
- [44] BONARD, J.-M. ; SALVETAT, J.-P. ; STÖCKLI, T. ; FORRÓ, L. ; CHÂTELAIN, A.: Field emission from carbon nanotubes: perspectives for applications and clues to the emission mechanism. In: *Applied Physics A* 69 (1999), 245-254. <http://dx.doi.org/10.1007/s003390050998>. – DOI 10.1007/s003390050998. – ISSN 0947–8396
- [45] HILLERET, N. ; BAGLIN, V. ; BOJKO, J. ; GRÖBNER, O. ; HENRIST, B. ; SCHEUERLEIN, C. ; TABORELLI, M.: The secondary electron yield of technical materials and its variation with surface treatments. In: *Proceedings of the EPAC 2000*, 2000, S. 218–221
- [46] RUZIC, D. ; MOORE, R. ; MANOS, D. ; COHEN, S.: Secondary electron yields of carbon-coated and polished stainless steel. In: *Journal of Vacuum Science and*

*Technology* 20 (1982), Nr. 4, 1313-1316. <http://dx.doi.org/10.1116/1.571569>. – DOI 10.1116/1.571569

- [47] RAO, M. G.: Recent advances in UHV techniques for particle accelerators. In: *International Conference on Vacuum Science and Technology and SRS Vacuum Systems*, 1995, S. 90–104
- [48] FIELD PRECISION HOMEPAGE: *AMaze*. <http://www.fieldp.com/amaze.html>, Stand: 27.05.2013, 2013
- [49] DIN 28418 (MAY 1976): *Vakuumtechnik; Standardverfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsgerät*. 1976
- [50] WATANABE, Fumio: New x-ray limit measurements for extractor gauges. In: *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 9 (1991), Nr. 5, 2744-2746. <http://dx.doi.org/10.1116/1.577192>. – DOI 10.1116/1.577192

# Abbildungsverzeichnis

1.1. Bestehende GSI-Anlage (links) mit der geplanten FAIR-Erweiterung (rechts) [8]. . . . .	4
2.1. Sättigungsdampfdruckkurve für verschiedene Gase bei Temperaturen zwischen $T = 0,1$ und $1000$ K [14]. . . . .	7
2.2. Bedeckungsisothermen für Wasserstoff und Helium bei $4,2$ K [15]. . . . .	8
2.3. Aufbau eines Ionisationsmanometers vom Triodentyp mit Schaltung [16].	10
2.4. Differentielle Ionisierung $(P_{\text{ion}})_n$ in Abhängigkeit von der Elektronenenergie für verschiedene Gasarten bei $p = 1$ mbar und $T = 273$ K [16]. . . . .	11
2.5. Verhältnis von realem ( $p_W$ ) und vom Manometer angezeigtem Druck ( $p_A$ ) [16]. I.V. steht für Ionisationsvakuummeter. . . . .	12
2.6. Bayard-Alpert-Messröhren. . . . .	14
2.7. Aufbau eines klassischen Extraktormanometers [16]. . . . .	15
2.8. Vereinfachtes Potentialmodell für die Feldemission aus Metallen [26]. . .	17
2.9. Ansichten einer Spindt-Kathode [26]. . . . .	19
2.10. Zwei bisherige Entwicklungen von feldemitterbasierten Emissionskathodenionisationsmanometern. . . . .	21
3.1. 3D-Modell der CNT-basierten Extraktorröhre. . . . .	24
4.1. Für die Experimente verwendete CNT-Kathode. . . . .	26
4.2. Versuchsaufbau zur Untersuchung der Emissionseigenschaften der CNT-Kathode bei Raumtemperatur. . . . .	27
4.3. Hauptkomponenten des ersten Versuchsaufbaus. . . . .	28
4.4. Versuchsaufbau für die Messungen im Kryostaten. . . . .	29
4.5. Restgasspektrum im Rezipienten nach Herunterkühlen auf $T_{\text{Kammer}} < 30$ K.	30
4.6. Emissionskennlinien und Fowler-Nordheim-Plots bei unterschiedlichen Temperaturen. . . . .	33
4.7. Sekundärelektronenausbeute für Edelstahl [45, 46] und $I-U_A$ -Kennlinien bei einer Gitterspannung von $U_G = 720$ V. . . . .	35
4.8. $I_A-U_A$ -Kennlinie für unterschiedliche Gitterspannungen bei $d_{\text{AK}} = 3,5$ mm.	36
4.9. $\tau-U_A$ -Kennlinien für verschiedene Abstände $d_{\text{AK}}$ und $\tau-d_{\text{AK}}$ -Kennlinien für zwei unterschiedliche Spannungen $U_G$ . . . . .	37
4.10. Anstieg des Anodenstroms während des Einlassens von $H_2$ . . . . .	38

4.11. Ergebnisse der Langzeitmessungen in kryogener Umgebung. Die Diagramme enthalten Informationen über Druck ( $N_2$ -RT-äquivalent), Temperaturen und Ströme. Die Erläuterung befindet sich im Text. Alle Spannungswerte sind unkorrigiert. . . . .	40
5.1. Simulation der Elektronentrajektorien durch die Anodenblende bei $U_G = 800$ V und $U_B = 1000$ V. . . . .	43
5.2. DN 40 CF-Kreuzstück mit CNT-basiertem Extraktor. . . . .	44
5.3. CNT-Kathode und Anodenblende mit Halterungen. . . . .	45
5.4. Schematischer Aufbau und Fotografie des Messaufbaus am Kalibrierpumpstand. . . . .	47
5.5. Auswirkung der Blendenspannung auf den Elektronenstrom unter Variation von $U_A$ und $d_{BA}$ . . . . .	48
5.6. Empfindlichkeit des CNT-basierten Extraktors bei Variation der Blendenspannung. . . . .	49
5.7. Anodenstrom $I_-$ in Abhängigkeit von der Anoden ( $U_A$ )- und der Reflektorspannung ( $U_R$ ). . . . .	50
5.8. Vakuummeterkonstante $C$ in Abhängigkeit von der Anoden ( $U_A$ )- und der Reflektorspannung ( $U_R$ ). . . . .	52
5.9. Empfindlichkeit $S$ in Abhängigkeit von der Anoden ( $U_A$ )- und der Reflektorspannung ( $U_R$ ). . . . .	53
5.10. $I_+$ - $U_A$ -Kennlinie zur Bestimmung der Röntgengrenze mittels Alpert-Methode.	55
5.11. Potentialverteilung im Bereich des CNT-basierten Extraktors. Gesamter Aufbau (oben), Vergrößerung im Bereich des Anodengitters (links unten) und Schnitt durch die Z-Achse in der Mitte (rote Linie) des Anodenkäfigs (rechts unten). . . . .	56
5.12. Direkter Vergleich einiger weniger Elektronentrajektorien beider Extraktortypen. . . . .	57
5.13. Elektronentrajektorien im Glühkathoden-Extraktor. . . . .	59
5.14. Elektronentrajektorien im CNT-basierten Extraktor. . . . .	59
5.15. Langzeitmessverhalten des CNT-basierten Extraktors. Auf der Abzisse ist die Betriebszeit der CNT-Kathode seit dem Beginn des Evakuierens aufgetragen. . . . .	61
5.16. $I_+$ - $p$ -Kennlinien für Stickstoff, Wasserstoff und Helium bei Raumtemperatur. . . . .	62
5.17. Verhalten von Ionenstrom $I_+$ und angezeigtem Druck $p_{Ext}$ über die Zeit $t$ im Vergleich zum Temperaturverlauf. . . . .	63
5.18. Ionenstrom $I_+$ und Vakuummeterkonstante $C$ im Verhältnis zum Druck $p_{Ext}$ . . . . .	63
5.19. Skizze für die Herleitung der Temperaturabhängigkeit der Vakuummeterkonstante. . . . .	64
5.20. $I_+$ - $p$ -Kennlinie des CNT-basierten Extraktors bei langsamem Gaseinlass unter kryogenen Vakuumbedingungen ( $T_{Kammer} = 6$ K). . . . .	65

6.1. Vorschlag für den Aufbau einer mit mehreren Feldemitterkathoden modifizierten Extraktorröhre. . . . .	69
II.1. Anodenstrom, Vakuummeterkonstante und Empfindlichkeit in Abhängigkeit von Anoden- ( $U_A$ ) und Reflektorpotential ( $U_R$ ) beim Glühkathoden-Extraktor.	82

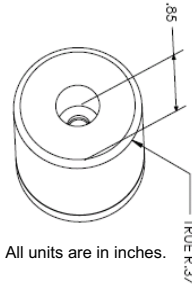
# Tabellenverzeichnis

2.1. Einteilung in unterschiedliche Vakuumbereiche [10]. Die Teilchendichten sind auf Zehnerpotenzen gerundet. . . . .	5
2.2. Mechanismen, Arten und Messbereich einiger häufig eingesetzter Vakuummeter. Die Messbereiche sind auf Zehnerpotenzen gerundet [11,12]. . . . .	6
4.1. Steigung $m$ und Ordinatenabschnitt $y_0$ der Fowler-Nordheim-Geraden und daraus resultierende Werte für den Felderhöhungsfaktor $\beta$ und die emittierende Fläche $A_{em}$ bei verschiedenen Temperaturen. . . . .	34
6.1. Zusammenfassung der Parameter der CNT-basierten Extraktorröhre. . . . .	68



# Anhang

# I. Datenblatt der CNT-Kathode



All units are in inches.

## 5. TRIODE CNT CATHODES

- CATALOG NUMBER: XTC-T01-SSC-C2.5x2.5

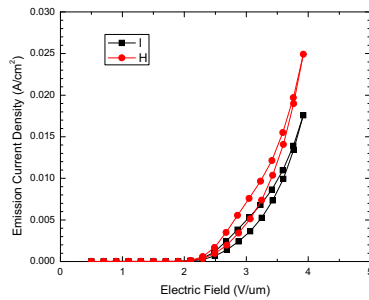
### CHARACTERISTICS:

- |                               |  |
|-------------------------------|--|
| ➤ Cathode type:               | Triode cathode   |
| ➤ Pixel number:               | 1 pixel  |
| ➤ Cathode substrate & Body:   | Molybdenum / Stainless steel   |
| ➤ Gate:                       | Tungsten   |
| ➤ Gate to cathode gap:        | ~200um   |
| ➤ Emission area:              | 1mm or 2.5mm in diameter (standard)*   |
| ➤ Emission current density**: | Up to 500mA/cm <sup>2</sup> in triode mode and pulse mode<br>Up to 25mA/cm <sup>2</sup> in triode mode and DC mode |
| ➤ Electron transmission rate: | ~70%   |
| ➤ Low threshold field:        | <4V/um @ 10mA/cm <sup>2</sup> in triode mode   |

\*Contact us for information about cathodes with non standard emission area

\*\*Actual results depend strongly on the operating environments (10<sup>-8</sup> torr or above vacuum is recommended for stable operation of the CNT cathodes)

### FIELD EMISSION PROPERTIES:



- Single pixel
- Low current test
- Triode mode
- DC mode (100% duty)
- Electron transmission rate: 70%

Xintek, Inc.

XinNano Materials, Inc.

P.O. BOX 13788, 7020 Kit Creek Road, Suite 200, Research Triangle Park, NC27709, USA  
1560, Sec. 1, Chung Shan Rd., Kuang-In Hsiang, Tao-Yuan Hsien 328, TAIWAN  
In US: 1-919-313-9638 ext 133 (PHONE); 1-919-423-1832 (CELL); 1-919-313-9639 (FAX)  
In TAIWAN: 886-3-4731718 (PHONE); 886-3-4731760 (FAX)

<http://www.xintek.com>

<http://www.xinnanomaterials.com>

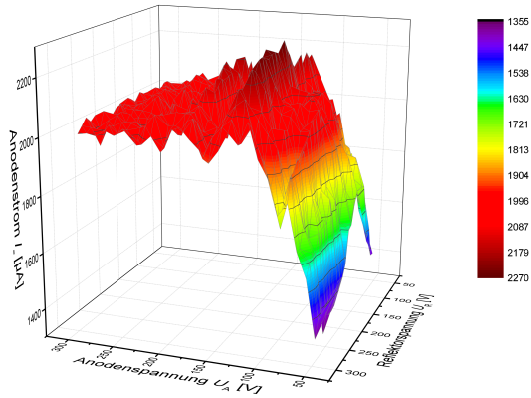
## II. Kennlinien für den Glühkathoden-Extraktor

Um ein besseres Verständnis und einen Vergleich für die am CNT-basierten Extraktor aufgenommenen Kennlinien zu bekommen, wurden die Kennlinien aus Abschnitt 5.3 zusätzlich für einen Extraktor mit Glühkathode aufgenommen. Dazu wurden die *Heinziger*-Netzteile wie beim CNT-basierten Extraktor für die Anoden- und Reflektorpotentiale und eines der *FUG*-Netzteile für die Heizspannung des Filaments angeschlossen. Die Spannung  $U_H$ , die über das Filament abfiel, wurde so gewählt, dass der Heizstrom  $I_H = 1,78 \text{ mA}$  betrug. Das Filament wurde nicht gegenüber dem Erdpotential vorgespannt. Anoden- und Reflektorpotential wurden im Bereich  $50 < U_A, U_R < 300 \text{ V}$  mit einer Schrittweite von  $\Delta U_A, \Delta U_R = 10 \text{ V}$  variiert. Die Messungen wurden bei einem Druck von  $p = 5 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$  durchgeführt.

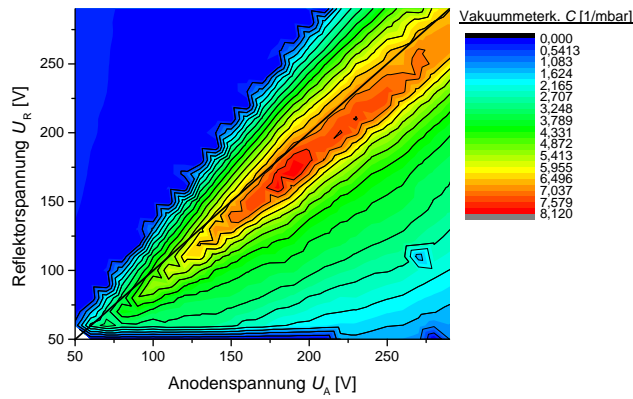
Abbildung II.1(a) zeigt den Anodenstrom  $I_-$  in Abhängigkeit von Anoden- und Reflektorspannung. Er ist relativ unabhängig vom Reflektorpotential und steigt mit steigender Anodenspannung an. Das Maximum erreicht der Anodenstrom bei  $U_A = 130 \text{ V}$  und fällt für höhere Spannungen nur noch schwach um maximal 12% unter den Maximalwert.

Die Vakuummeterkonstante  $C$  zeigt Maxima bei Reflektorpotentialen, die knapp unterhalb der eingezeichneten Diagonale  $U_A = U_R$  liegen. Es existiert ein globales Maximum bei  $U_A = 190$  und  $U_R = 170 \text{ V}$ , mit einem Wert von  $C = 8,1 \text{ mbar}^{-1}$ . Dieses Maximum entsteht durch das Maximum der differentiellen Ionisierung bei Elektronenenergien zwischen  $E_{\text{kin}} = 100$  und  $200 \text{ eV}$ .

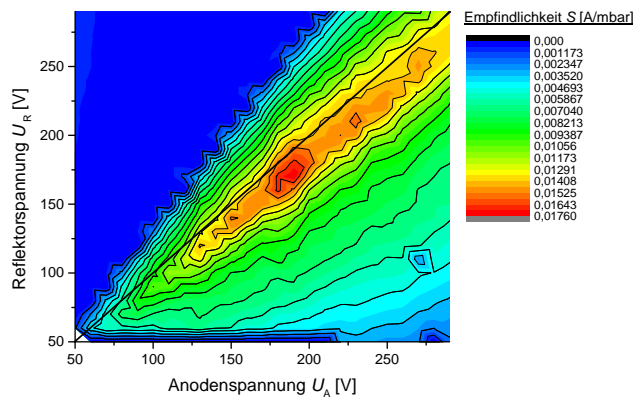
Die Empfindlichkeit  $S$  zeigt ein sehr ähnliches Verhalten wie die Vakuummeterkonstante. Ihr Maximum liegt mit  $S = 0,0176 \text{ A/mbar}$  ebenfalls bei  $U_A = 190$  und  $U_R = 170 \text{ V}$ .



(a) Anodenstrom  $I_A$ .



(b) Vakuummeterkonstante  $C$ .



(c) Empfindlichkeit  $S$ .

Abbildung II.1.: Anodenstrom, Vakuummeterkonstante und Empfindlichkeit in Abhängigkeit von Anoden- ( $U_A$ ) und Reflektorpotential ( $U_R$ ) beim Glühkathoden-Extraktor.

# III. Eingabedateien für die Simulationen mit AMaze

```
* File: Lochblende.MIN
* Eingabedatei für die Geometriedaten

GLOBAL
  XMesh
    -1.20000E+01 -3.10000E+00 5.00000E-01
    -3.10000E+00 3.10000E+00 5.00000E-02
    3.10000E+00 1.20000E+01 5.00000E-01
  End
  YMesh
    -1.20000E+01 -3.10000E+00 5.00000E-01
    -3.10000E+00 3.10000E+00 5.00000E-02
    3.10000E+00 1.20000E+01 5.00000E-01
  End
  ZMesh
    0.00000E+00 1.30000E+01 1.00000E+00
    1.30000E+01 1.33000E+01 1.00000E-02
    1.33000E+01 2.60000E+01 5.00000E-02
  End
  RegName( 1): SOLUTIONVOLUME
  RegName( 2): UPPERVOL
  RegName( 3): LOWERVOL
  RegName( 4): KATHODE
  RegName( 5): CNT
  RegName( 6): APERTURE
  RegName( 7): KATGRID
END

PART
  Region: SOLUTIONVOLUME
  Name: SOLUTIONVOLUME
  Type: Box
  Fab: 2.40000E+01 2.40000E+01 2.60000E+01
  Shift: 0.00000E+00 0.00000E+00 1.30000E+01
END

PART
  Region: LOWERVOL
  Name: LOWERVAC
  Type: Box
  Fab: 8.00000E+01 8.00000E+01 1.27500E+01
  Shift: 0.00000E+00 0.00000E+00 6.37500E+00
* Surface Region RegNo
* Surface Part PartNo
* Coat RegOld RegNew
END

PART
  Region: UPPERVOL
  Name: UPPERVAC
  Type: Box
  Fab: 8.00000E+01 8.00000E+01 1.32500E+02
  Shift: 0.00000E+00 0.00000E+00 1.93750E+01
```

```

Surface Region LOWERVOL
END

PART
Region: KATHODE
Name: KATHODEHOUSING
Type: Turning
  L  -1.1100E+01  3.1000E+00  1.1100E+01  3.1000E+00  S
  L  1.1100E+01  3.1000E+00  1.1100E+01  9.5500E+00  S
  L  1.1100E+01  9.5500E+00 -1.1100E+01  9.5500E+00  S
  L -1.1100E+01  9.5500E+00 -1.1100E+01  3.1000E+00  S
End
Fab: 0.00000E+00 3.60000E+02
Shift: 0.00000E+00 0.00000E+00 1.11000E+01
Surface Region UPPERVOL
Surface REGION LOWERVOL
*L=22.2 *Rinnen=3.1 *Raußen=9.55 *Position Ende=22.2
END

```

```

PART
Region: KATGRID
Name: KATGRID
Type: Cylinder
Fab: 3.11000E+00 6.00000E-02
Shift: 0.00000E+00 0.00000E+00 1.32300E+01
Surface Region UPPERVOL
END

```

```

PART
Region: CNT
Name: CNT
Type: Cylinder
Fab: 1.25000E+00 5.00000E-01
Shift: 0.00000E+00 0.00000E+00 1.27500E+01
Surface Region UPPERVOL Edge
Surface REGION LOWERVOL
END

```

```

PART
Region: APERTURE
Name: FOKUSSIERELEKTRODE
Type: Turning
  L  5.0000E-01  1.0000E+01 -5.0000E-01  1.0000E+01  S
  L -5.0000E-01  1.0000E+01 -5.0000E-01  3.5000E+00  S
  L -5.0000E-01  3.5000E+00  5.0000E-01  3.5000E+00  S
  L  5.0000E-01  3.5000E+00  5.0000E-01  1.0000E+01  S
End
Fab: 0.00000E+00 3.60000E+02
Shift: 0.00000E+00 0.00000E+00 2.5700E+01
Surface Region UPPERVOL Edge
*Rinnen=3.5 *Raußen=10 *Laenge=1.0 *Abstand=25.2-22.2=3
END

```

ENDFILE

---

```

* HiPhi 3.1 Script (Field Precision)
* Eingabedatei für die elektrischen Potentiale

```

```

Mesh = Lochblende
DUnit = 1.0000E+03
ResTarget = 5.0000E-08
MaxCycle = 2500

```

```

* Region 1: SOLUTIONVOLUME
Epsi(1) = 1.0000E+00

```

```
* Region 2: UPPERVOL
Epsi(2) = 1.0000E+00

* Region 3: LOWERVOL
Epsi(3) = 1.0000E+00

* Region 4: KATHODE
Potential(4) = 8.0000E+02

* Region 5: CNT
Potential(5) = 0.0000E+00

* Region 6: APERTURE
Potential(6) = 1.0000E+03

* Region 7: KATGRID
Potential(7) = 8.0000E+02

EndFile
```

---

```
* OmniTrak 3.0 Script (Field Precision)
* Eingabedatei für die Berechnung der Trajektorien
```

```
FIELDS
  EFIELD3D: Lochblende.HOU
  DUNIT: 1.0000E+03
  MAXCYCLE: 2500
  RESTARGET: 1.0000E-08
END
```

```
PARTICLES SCHARGE
  NCYCLE: 10
  AVG: 4.0000E-01
  PFILE: homogenerStrahl125
  Vacuum(E)=1
  Vacuum(E)=2
  Vacuum(E)=3
  Vacuum(E)=7
  Material(E)=4
  Material(E)=5
  Material(E)=6
END
```

```
DIAGNOSTICS
  PARTFILE: LochblendeP
  EDUMP: LochblendeE.HOU
  PARTLIST
END
```

```
ENDFILE
```

# IV. Verwendete Symbole und Konstanten

Symbole	Maßeinheit	Erklärung
$A$	[m <sup>2</sup> ]	Fläche
$A_{\text{em}}$	[m <sup>2</sup> ]	emissive Fläche
$b$	[mm]	Dicke der Anodenblende
$C$	[mbar <sup>-1</sup> ]	Vakuummeterkonstante
$d_{\text{AK}}$	[mm]	Abstand zwischen Anode und Kathodengehäuse
$d_{\text{BK}}$	[mm]	Abstand zwischen Anodenblende und Kathodengehäuse
$d_{\text{BA}}$	[mm]	Abstand zwischen Anodenblende und Anodengitter
$e$	[C]	Ladung eines Elektrons $e = 1,602 \cdot 10^{-19}$ C
$E$	[V/m]	elektrische Feldstärke
$F$	[N]	Kraft
$h$	[Js]	Plancksches Wirkungsquantum $h = 6,626 \cdot 10^{-34}$ Js
$I_-$	[A]	Anodengitterstrom
$I_+$	[A]	Ionenstrom
$I_A$	[A]	Anodenstrom
$I_{\text{ESD}}$	[A]	Strom durch ESD-Ionen
$I_G$	[A]	Extraktionsgitterstrom
$I_H$	[A]	Heizstrom
$I_{\text{ges}}$	[A]	Gesamtstrom
$I_{\text{iR}}$	[A]	inverser Röntgenstrom
$I_R$	[A]	Röntgenstrom
$J$	[mA/cm <sup>2</sup> ]	Stromdichte
$k_B$	[J/K]	Boltzmannkonstante $k_B = 1,381 \cdot 10^{-23}$ J/K
$l$	[cm]	Länge der Elektronentrajektorien
$m$	[V]	Steigung der Fowler-Nordheim-Geraden
$m_{\text{el}}$	[kg]	Masse eines Elektrons $m_{\text{el}} = 9,109 \cdot 10^{-31}$ kg
$n$	[m <sup>-3</sup> ]	Restgasteilchendichte
$p$	[mbar]	Druck
$p_a$	[mbar]	vom Manometer angezeigter Druck
$p_{\text{CCG}}$	[mbar]	vom inversen Magnetron gemessener Druck
$p_{\text{ESD}}$	[mbar]	ESD induzierter Druck
$p_{\text{Ext}}$	[mbar]	vom Extraktor gemessener Druck
$p_{\text{iR}}$	[mbar]	inverse Röntgengrenze
$p_{\text{Iso}}$	[mbar]	Druck im Isolationsvakuum



$p_R$	[mbar]	Röntgengrenze
$p_w$	[mbar]	realer Druck
$q$	[C]	Ladung
$r_A$	[mm]	Blendenaperturradius
$R_S$	[M $\Omega$ ]	Schutzwiderstand
$S$	[A/mbar]	Empfindlichkeit
$t$	[s]	Zeit
$T$	[K]	Temperatur
$U$	[V]	Spannung/Potential
$U_A$	[V]	Anoden-/Anodengitterspannung
$U_B$	[V]	Anodenblendenspannung
$U_K$	[V]	Kathodenspannung
$U_G$	[V]	Extraktionsgitterspannung
$U_H$	[V]	Heizspannung
$U_R$	[V]	Reflektorspannung
$y_0$	[ln(A/V <sup>2</sup> )]	Ordinatenabschnitt der Fowler-Nordheim-Geraden
$\beta$	[-]	Felderhöhungsfaktor
$\epsilon_0$	[As/Vm]	elektrische Feldkonstante $\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12}$ As/Vm
$\Phi$	[eV]	Austrittsarbeit
$\sigma$	[m <sup>2</sup> ]	Wirkungsquerschnitt
$\tau$	[-]	Transmission durch das Extraktionsgitter
CCG		„cold cathode gauge“, hier: inverses Magnetron
UHV		Ultrahochvakuum
QMS		Quadrupolmassenspektrometer
TMP		Turbomolekularpumpe
WRG		Weitbereichsmessröhre
XHV		Extremes Ultrahochvakuum

# Danksagung

In erster Linie möchte ich mich bei Prof. Dr. Oliver Kester bedanken, der mir die Möglichkeit geboten hat, an dieser sehr spannenden Thematik zu arbeiten, in dessen Arbeitsgruppe ich mich sehr gut aufgehoben fühlte und an den ich mich bei jeder meiner Fragen wenden konnte.

Dann möchte ich mich sehr bei meinem Betreuer an der GSI, Dr. Stefan Wilfert, bedanken, der sehr viel Zeit und Interesse in dieses Projekt investiert hat und der mich mit viel Geduld meinem Ziel Stück für Stück näher gebracht hat.

Für die Einführung und die Hilfe im Labor, Informationen für meine Arbeit und Unterstützung verschiedenster Art möchte ich mich bei den Arbeitsgruppenmitgliedern der Vakuum-Gruppe in der GSI, besonders Dr. Hartmut Reich-Sprenger, Dr. Andreas Krämer, Dr. Holger Kollmus, José Cavaco, Lukas Urban und Jörg Kurdal, sowie den Technikern in der Abteilung Christian Kolligs, Björn Mai und Semjon Stroh Wenger bedanken. Außerdem natürlich bei meinen Arbeitsgruppenmitgliedern an der Universität, allen voran Dr. Eiko Gütlich und Sabrina Geyer, die nicht nur auf fachlichen Fragen jederzeit bereit waren zu antworten.

Für die hervorragende Betreuung am Kryostaten und der Vorbereitung der Experimente unter kryogenen Bedingungen möchte ich mich bei Claus Schröder und Franz Walter bedanken.

Insgesamt noch einmal ein Dankeschön an alle, die zum Erstellen und Verbessern dieser Arbeit beigetragen haben. Danke!

**Erklärung** (nach §30 (11) Ordnung für den Bachelor- und den Masterstudiengang)

Hiermit erkläre ich, dass ich die Arbeit selbstständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Quellen und Hilfsmittel verfasst habe. Alle Stellen der Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus Veröffentlichungen oder aus anderen fremden Texten entnommen wurden, sind von mir als solche kenntlich gemacht worden. Ferner erkläre ich, dass die Arbeit nicht - auch nicht auszugsweise - für eine andere Prüfung verwendet wurde.

Frankfurt, den 31.05.2013