

Ein Ionisationsmanometer für den Druck-
bereich von 10^{-5} bis zu 10 Torr

An Ionization Gauge for the Pressure
Range 10^{-5} to 10 Torr

H.G. Schäffler, E.W. Blauth, W. Heiland

IPP 2/75

Juli 1969

I N S T I T U T F Ü R P L A S M A P H Y S I K
G A R C H I N G B E I M Ü N C H E N

INSTITUT FÜR PLASMAPHYSIK

GARCHING BEI MÜNCHEN

Ein Ionisationsmanometer für den Druckbereich von 10^{-5} bis zu 10 Torr

An Ionization Gauge for the Pressure Range 10^{-5} to 10 Torr

H.G. Schäffler, E.W. Blauth, W. Heiland

IPP 2/75

Juli 1969

Die nachstehende Arbeit wurde im Rahmen des Vertrages zwischen dem Institut für Plasmaphysik GmbH und der Europäischen Atomgemeinschaft über die Zusammenarbeit auf dem Gebiete der Plasmaphysik durchgeführt.

IPP 2/75

H.G. Schäffler
E.W. Blauth
W. Heiland

An Ionization Gauge for the
Pressure Range 10^{-5} to 10 Torr

Juli 1969 (in German)

Abstract

Two ionization gauges are described which allow pressure measurements with high reproducibility (better than 10%) in the region 10^{-5} to 10 torr even after the cathode has been changed. A linear relation between the pressure and pressure display is obtained up to about 0.5 torr. Deviations from linearity at high pressures are ascribed to multiple ionization by the same electron and increasing energy losses due to electron scattering from gas atoms at low energies. The measurements were made with some rare gases as well as with hydrogen, nitrogen and oxygen.

Inhalt

1. <u>IONISATIONSMANOMETER</u>	
1.1 Historischer Überblick.....	1
1.2 Druckmessung mit Ionisationsmanometerröhren.....	1
1.3 Spezielle Anforderungen an Ionisationsmanometerröhren für Drücke bis zu einigen Torr.....	3
2. <u>EXPERIMENTELLE ANORDNUNG</u>	
2.1 Aufbau der Ionisationsmanometerröhren.....	4
2.2 Berechnung der Potentialverteilung in der Vierdrahröhre.....	5
2.3 Kathodenmaterial.....	6
2.4 Meßanordnung.....	7
3. <u>ERGEBNISSE</u>	
3.1 Röhrencharakteristiken.....	9
3.1.1 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen Kathode und Anode.....	9
3.1.2 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen den Hilfselektroden und der Kathode.....	10
3.1.3 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen Kathode und Ionenkollektor.....	11
3.1.4 Der Ionenstrom als Funktion des Drucks in Abhängigkeit von der Kathoden-Kollektor-Spannung.....	12
3.1.5 Der Elektronenemissionsstrom als Funktion der Kathodentemperatur....	14
3.1.6 Der Ionenstrom als Funktion des Elektronenemissionsstroms.....	15
3.2 Arbeitspunkt der Ionisationsmanometerröhren.....	16
3.3 Kalibrierungskurven für verschiedene Gase.....	17
3.4 Betriebsbedingungen der Ionisationsmanometerröhren.....	22
3.5 Fehlerabschätzung, Meßunsicherheit, Reproduzierbarkeit.....	22
4. <u>DISKUSSION</u>	23
5. <u>ANHANG</u>	
5.1 Erweiterung des Meßbereichs der Sechsdrahröhren.....	24
5.2 Aufbau der Meßröhre im Detail.....	25
5.3 Messungen zur Ionenemission der Kathode.....	25
5.3.1 Zeitliches Verhalten des emittierten Ionenstroms.....	26
5.3.2 Ionenemission als Funktion der Kathodentemperatur.....	27
5.3.3 Massenspektrometrischer Nachweis der emittierten Ionen.....	28
5.4 Symbole und Abkürzungen.....	29
6. <u>LITERATUR</u>	30

ZUSAMMENFASSUNG

Zwei Ionisationsmanometer für den Druckbereich von 10^{-5} bis 10 Torr werden beschrieben. Die beiden Ionisationsmanometer wurden so konstruiert, daß auch nach dem Ausheizen bis 400° C oder nach Auswechseln einer Elektrode eine gute Reproduzierbarkeit der Druckmessung erreicht wird. Als Elektroden werden vier oder sechs gleiche, zueinander parallele Drähte verwendet. Die Elektrodendrähte sind durch Löcher in Elektrodenhalterungen gespannt, die ihrerseits auf Keramikscheiben aufgelötet sind.

Der Einfluß verschiedener Parameter (Elektrodenabstände, Elektrodenpotentiale, Elektronenstrom) auf den Ionenstrom wurde gemessen, insbesondere der Ionenstrom als Funktion des Druckes (für die Edelgase bis Krypton, Stickstoff, Wasserstoff und Sauerstoff). Man erhält einen linearen Zusammenhang zwischen Druck und Ionenstrom vom 10^{-5} Torr-Bereich bis zu etwa 0,5 Torr. Abweichungen von der Linearität bei hohen Drücken werden der mehrfachen Ionisation durch ein Elektron und den anwachsenden Energieverlusten der Elektronen durch inelastische, nicht ionisierende Stöße mit Gasatomen zugeschrieben. Die untere Druckmeßgrenze ist durch die Kleinheit des zu messenden Ionenstroms gegeben.

1. IONISATIONSMANOMETER

1.1 Historischer Überblick

Seit BUCKLEY [1] das Ionisationsprinzip zur Druckmessung in Vakuumsystemen eingeführt hat, wurde das Ionisationsmanometer zum meistgebrauchten Druckmeßinstrument [2, 3, 4]. Es zeichnet sich durch einfache Handhabung und einen großen Meßbereich aus. Mit kommerziellen Röhren vom BAYARD-ALPERT-Typ [5] ist die Druckmessung im Bereich von 10^{-10} Torr bis 10^{-2} Torr möglich. Es wurden Versuche unternommen, den Meßbereich sowohl zu niedrigeren Drücken, als auch zu höheren Drücken hin auszudehnen. SCHULZ und PHELPS [6] haben nachgewiesen, daß es möglich ist, mit Ionisationsmanometern Drücke bis zu 1 Torr zu messen. Dies zu erreichen gibt es zwei Möglichkeiten: Einmal können handelsübliche Trioden und Pentoden verwendet werden (SCHULZ und PHELPS [6], KOHLRAUSCH [7], GEOPHYSICS CORPORATION OF AMERICA [8], VALSAMAKIS [9], SMALL [10]); zum anderen sind Ionisationsmanometerröhren bekannt, die speziell für den Druckbereich bis zu 1 Torr entwickelt wurden (SCHULZ und PHELPS [6], HINZPETER [11], SCHERZER, BLAUTH und MEYER [12], PENCHKO, RAFAL'SON und TSYMBEROV [13], CLEAVER [14], WALTERS und CRAIG Jr. [15]).

Dabei zeigt es sich, daß weder die technologischen Schwierigkeiten noch die auftretenden physikalischen Probleme voll befriedigend gelöst sind. Als technologische Schwierigkeit tritt besonders die Justierung der Elektroden auf, da bei den notwendigen geringen Elektrodenabständen (1 Millimeter und kleiner) kleine Änderungen in der Justierung der Elektroden starke Änderungen der Kalibrierungskurven nach sich ziehen. Es werden meist Flächen- elektroden verwendet, deren genaue Justierung bei Auswechseln einer Elektrode, oder aber beim Ausheizen der Ionisationsmanometerröhre nicht gewährleistet ist. Außerdem sind Flächen- elektroden nur mit erheblichem Aufwand zu entgasen. Physikalische Probleme treten sowohl bei hohen Drücken (Torrbereich), als auch bei niederen Drücken (10^{-5} Torr) auf und führen zu einem Abweichen der Kalibrierungskurven von der Linearität. Die Ionenemission aus der Kathode [16, 17, 18, 19], die besonders bei niederen Drücken Abweichungen von der Linearität verursachen kann, wurde bisher nicht berücksichtigt. In Fig. 1 ist eine Reihe bekannter Ionisationsmanometerröhren zusammengestellt.

1.2 Druckmessung mit Ionisationsmanometerröhren

Bei Ionisationsmanometerröhren wird das Verhältnis des Ionenkollektorstroms I^+ zum Elektronenemissionsstrom I^- als Funktion des Drucks p gemessen:

$$\frac{I^+}{I^-} = S p \quad (1)$$

Dabei ist S die Empfindlichkeit der Meßröhre gemessen in Torr^{-1} , wenn p in Torr gemessen wird. S hängt von der Elektrodenanordnung, von den angelegten Potentialen und von der zu messenden Gasart ab, sollte jedoch nicht vom Druck abhängen. PENCHKO, RAFAL'SON und TSYMBEROV [13], sowie CLEAVER [14] geben eine empirische Formel für die Abhängigkeit des Druckes vom Verhältnis Ionenkollektorstrom zu Elektronenemissionsstrom an:

$$\frac{I^+}{I^-} = S' p^n = S(p) p \quad (2)$$

wobei $n = 1.04$ [13] und $n = 0.92$ [14] ist. Die Empfindlichkeit der Röhre ist also nicht mehr druckunabhängig. Von CLEAVER [14] wird weiterhin angegeben, daß n unabhängig von der Größe des Elektronenemissionsstroms, von den Elektrodenpotentialen und von der verwendeten Gasart sei.

1.3 Spezielle Anforderungen an Ionisationsmanometerröhren für Drücke bis zum Torrbereich

Zur Konstruktion einer Ionisationsmanometerröhre für hohe Drücke sind die Bedingungen von SCHULZ und PHELPS [6] zu beachten:

- a) Definierte Elektronenwege, die sich mit dem Druck nicht ändern.
- b) Die Empfindlichkeit S der Meßröhre muß klein sein gegen den reziproken Wert des höchsten zu messenden Drucks, da Gleichung (1) nur linear ist, so lange I^+/I^- , d. h. S_p kleiner als eins ist.
- c) Die Wirksamkeit des Ionenkollektors darf sich mit dem Druck nicht ändern.

Die Bedingungen a) und b) verlangen kurze Elektronenwege, d. h. kleinen Kathoden-Anoden-Abstand. b) verlangt außerdem niedrige Beschleunigungsspannungen für die Elektronen, da die Ionisierungsquerschnitte der zu messenden Gase mit abnehmender Elektronenenergie (unter etwa 60 eV) rasch abnehmen LOTZ [20], MASSEY, BURHOP [21], KIEFFER, DUNN [22] (Fig. 19). Wegen c) wurden, wie von SCHULZ und PHELPS [6] vorgeschlagen, großflächige Ionenkollektoren verwendet (großflächig gegen die Kathode).

Weitere Forderungen an eine Meßröhre für hohe Drücke sind:

- a) Die Meßröhre soll im Druckbereich von ca. 10^{-4} Torr (Überlappung mit dem Meßbereich von BAYARD-ALPERT-Röhren) bis zu einigen Torr (Überlappung mit dem Meßbereich von Membranmanometern) verwendbar sein.
- b) Die Meßröhre soll nach Gleichung (1) einen linearen Zusammenhang zwischen Druck und Ionenstrom aufweisen.
- c) Die Ausführung der Meßröhre muß UHV-beständig und ausheizbar (400° C) sein.
- d) Die Elektroden müssen leicht zu entgasen sein.
- e) Der Aufbau der Meßröhre muß so gestaltet sein, daß einzelne Elektroden leicht auszuwechseln sind (insbesondere die Kathode). Dabei darf sich die Justierung der Elektroden nicht merklich ändern.

Das Problem ist eine mechanisch einfache und stabile Elektrodenanordnung zu finden und zugleich eine druckunabhängige Kollektorwirksamkeit zu erreichen. Dieses Problem wird unter Berücksichtigung der obigen Forderungen bei den hier zu beschreibenden Ionisationsmanometerröhren gelöst.

2. EXPERIMENTELLE ANORDNUNG

2.1 Aufbau der Ionisationsmanometerröhren

Die experimentellen Ergebnisse, die in dieser Arbeit beschrieben werden, wurden mit zwei Arten von Ionisationsmanometerröhren erzielt (Fig. 2 und Fig. 3). Beide haben parallele Drähte als Elektroden, und zwar die eine vier (Fig. 2) und die andere sechs (Fig. 3). Vier bzw. sechs parallel gespannte Drähte mit 0,1 mm Durchmesser sind an den Ecken eines Quadrats (Abstand zweier gegenüberliegender Drähte 0,8 mm) bzw. eines gleichseitigen Sechsecks (Abstand zweier gegenüberliegender Drähte 0,9 mm) angeordnet. Die Drähte sind jeweils an einem Ende durch Federn gespannt. Bei der Vierdrahröhre wird ein Draht als Kathode und der gegenüberliegende als Anode verwendet, die beiden restlichen Drähte dienen als Ionenkollektoren. Bei der Sechsdrahröhre gibt es zwei symmetrische Schaltungen: Schaltung 1, ein Draht ist Kathode, der gegenüberliegende Anode, die beiden der Anode benachbarten sind Ionenkollektoren und die beiden der Kathode benachbarten sind Hilfelektroden zur Verhinderung eines Ionenstroms von der Kathode zu den Ionenkollektoren; Schaltung 2, ein Draht wird als Kathode, der gegenüberliegende als Ionenkollektor verwendet, die beiden dem Ionenkollektor benachbarten Drähte dienen als Anoden und die beiden der Kathode benachbarten Drähte dienen als Hilfelektroden, die die im Raum zwischen der Kathode und den Anoden gebildeten Ionen auf sammeln, um zu verhindern, daß die Kathode durch Ionenbeschuß zerstört wird.

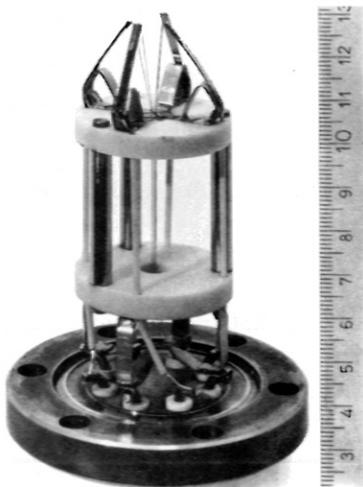


Fig. 2 Vierdrahtionisationsmanometer



Fig. 3 Sechsdrahtionisationsmanometer



Fig. 4 Elektrodenhalterung der Vierdrahröhre



Fig. 5 Elektrodenhalterung der Sechsdrahröhre

2.2 Berechnung der Potentialverteilung in der Vierdrahröhre

Die Potentialverteilung in der Umgebung der Elektroden wurde an der IBM-7090 Rechenanlage des IPP-Garching für die Vierdrahröhre berechnet und ist in Fig. 6a und b für zwei verschiedene Anodenpotentiale dargestellt. Für die Berechnung der Potentialverteilung wurden die Elektrodendrähte als unendlich ausgedehnte Linienquellen in ihren Achsen abgebildet.

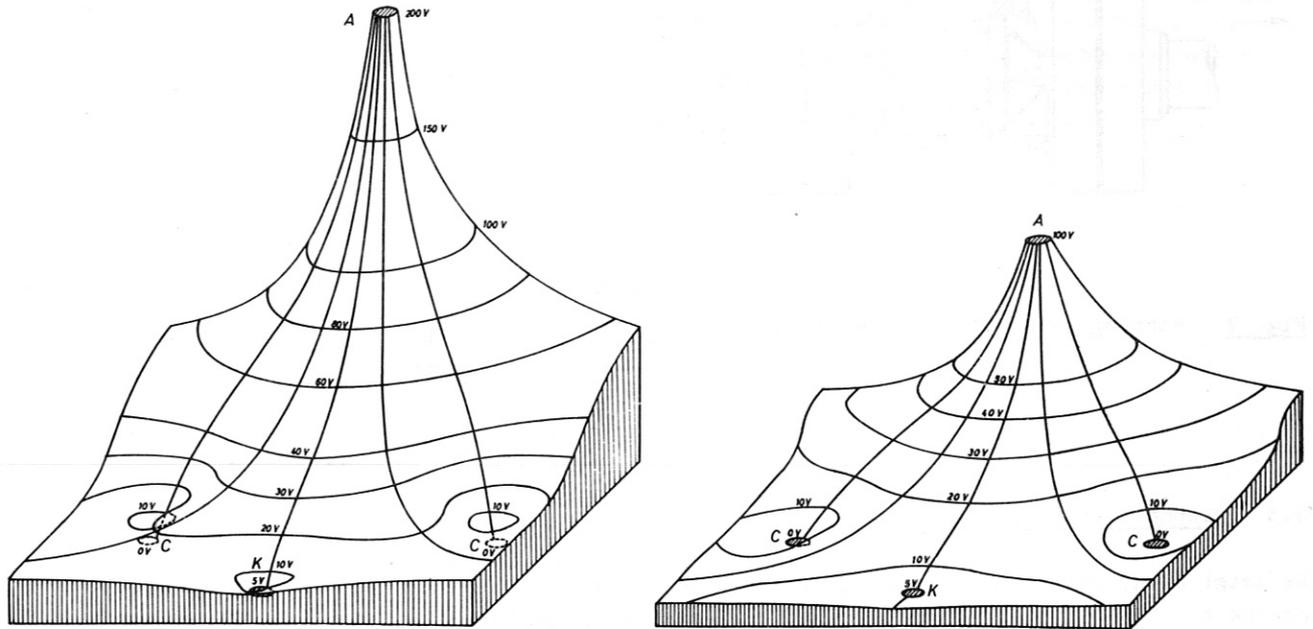


Fig. 6 Potentialverteilung in der Vierdrahröhre

a) $U_{AC} = 200 \text{ V}$
 $U_{KC} = 5 \text{ V}$

b) $U_{AC} = 100 \text{ V}$
 $U_{KC} = 5 \text{ V}$

Aus den Spannungen zwischen Kathode und Anode, sowie Kathode und Ionenkollektoren wurden die Ladungen der Elektroden ermittelt. Die Einzelpotentiale der Elektroden wurden zu der gesamten Potentialverteilung überlagert. Die Wirkung des geerdeten Metallgehäuses, das die Ionisationsmanometerröhre umgibt (kreisförmiger Querschnitt, Fig. 7) wurde durch vier am Metallgehäuse nach außen gespiegelte Linienquellen mit jeweils negativen Ladungen berücksichtigt. Raumladungen in der Umgebung der Elektroden, sowie Ströme wurden vernachlässigt. In Fig. 6 a) und b) zeigt sich einmal, daß die Kathode ganz von einem positiven Potentialwall umschlossen ist, dessen Höhe von den angelegten Potentialen bestimmt wird. Zum anderen zeigt sich, daß bei genügend kleiner Beschleunigungsspannung die Elektronen erst in dem von den Ionenkollektoren und der Anode aufgespannten Raum genügend Energie erreichen um ionisieren zu können.

Die Potentialverteilung der Sechsdraht-
röhre wurde nicht berechnet, sie ist
analog zu der der Vierdraht-
röhre. Die Höhe
des positiven Potentialwalls um die Kathode
wird allerdings im Gegensatz zur Vier-
draht-
röhre durch die zusätzlichen Hilfs-
elektroden bestimmt und ist weitgehend
unabhängig von dem angelegten Anodenpotential.

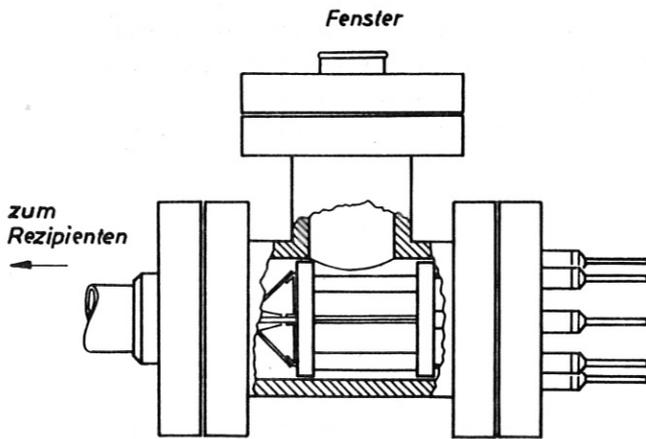


Fig. 7 Röhrengehäuse mit Vierdraht-
röhre

2.3 Kathodenmaterial

Es zeigt sich, daß der Elektronenemissionsstrom bei der vorliegenden Potentialverteilung oberhalb $1 \cdot 10^{-7}$ A raumladungsbegrenzt ist (Fig. 16). Das heißt, es sind, bedingt durch die Potentialverteilung und unabhängig vom Kathodenmaterial, keine Emissionsströme möglich, die wesentlich über $1 \cdot 10^{-7}$ A liegen. Das Material für die Kathode wird also nur durch die zu messenden Gase bestimmt. Für chemisch inaktive Gase, einschließlich Wasserstoff (auch Sauerstoff bis etwa 0,1 Torr), können gewöhnliche Wolfram- oder Tantal-Kathoden verwendet werden. Für chemisch aktive Gase empfiehlt es sich Edelmetallkathoden zu verwenden (Rhodium, Platin/Rhodium).

2.4 Meßanordnung

Die Ionisationsmanometerröhren wurden im Bereich unterhalb $1 \cdot 10^{-3}$ Torr gegen eine BAYARD-ALPERT-Ionisationsmanometerröhre, im Bereich von $1 \cdot 10^{-3}$ bis 5 Torr gegen ein McLeod-Manometer und im Bereich über 5 Torr gegen ein Membranmanometer kalibriert.

Der Aufbau des Pumpstandes geht aus Fig. 8 hervor. Die Apparatur wurde ausgepumpt mit einer Vorpumpe, einer Do-30 Öldiffusionspumpe als Boosterpumpe und einer zweistufigen Hickmanpumpe. Über letzterer befand sich eine Doppelkugelkühlfalle (KF_1), die wie die Kühlfalle vor dem McLeod-Manometer (KF_2) mit flüssigem Stickstoff gefüllt wurde. Durch die Ventile V_1 , V_2 , V_3 und V_4 konnte der Rezipient von den Pumpen, vom McLeod-Manometer und vom Membranmanometer abgetrennt werden. Der gestrichelte Teil in Fig. 8 ist bis 400°C ausheizbar. Der Gaseinlaß erfolgte über ein GRANVILLE-PHILLIPS-Variable-Leak.

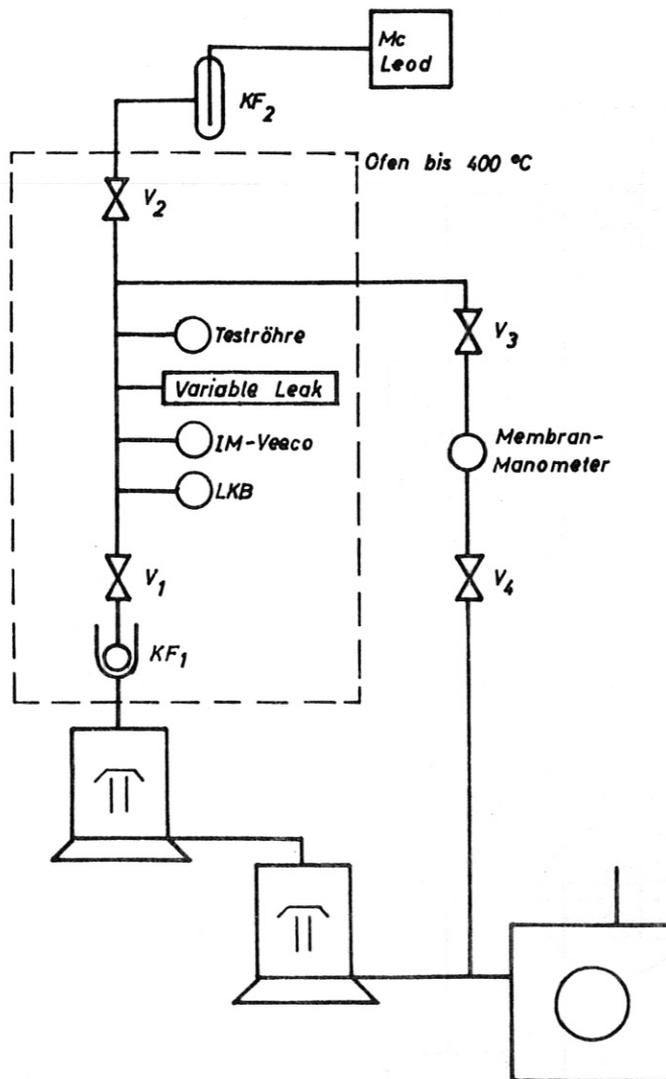
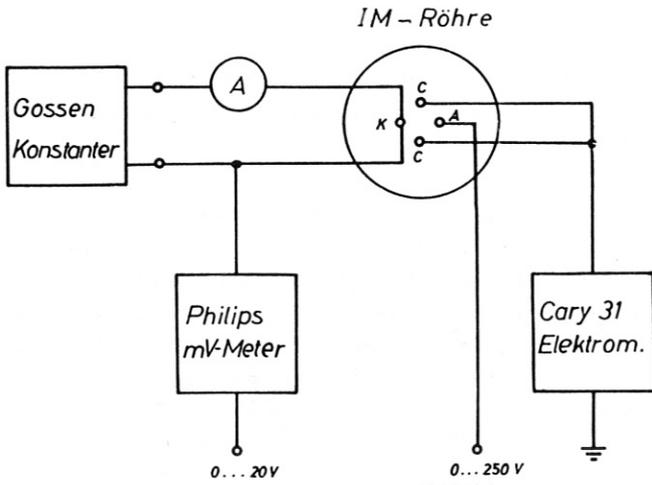


Fig. 8

Aufbau des Pumpstandes



Die Schaltung der Ionisationsmanometer-
röhren geht aus Fig. 9, 10 und 11 hervor.
Der Elektronenemissionsstrom wurde im Kathoden-
kreis mit einem PHILIPS-DC-mV-Meter, der
Ionenstrom im Ionenkollektorkreis mit einem
Cary-31-Elektrometer gemessen. Die benötigten
Spannungen wurden von einem stabilisierten
Netzgerät der Firma OLTRONIX geliefert, die
Kathode wurde durch ein stromstabilisiertes
Netzgerät der Firma GOSSEN geheizt.

Fig. 9 Blockschaltbild der Vierdrahrtröhre

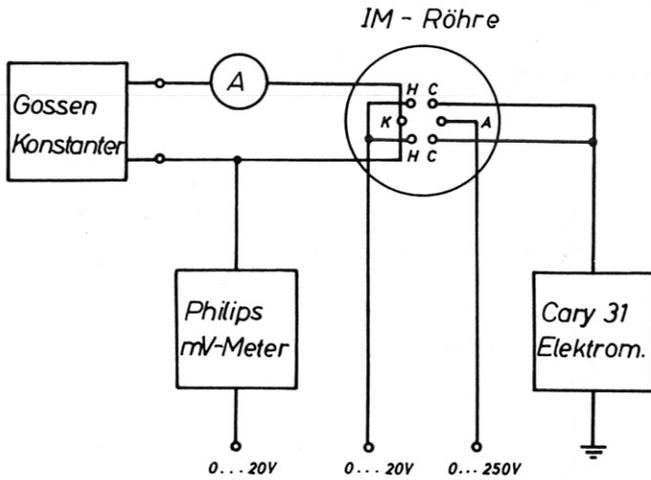


Fig. 10 Blockschaltbild der Sechsdrahrtröhre
Schaltung 1

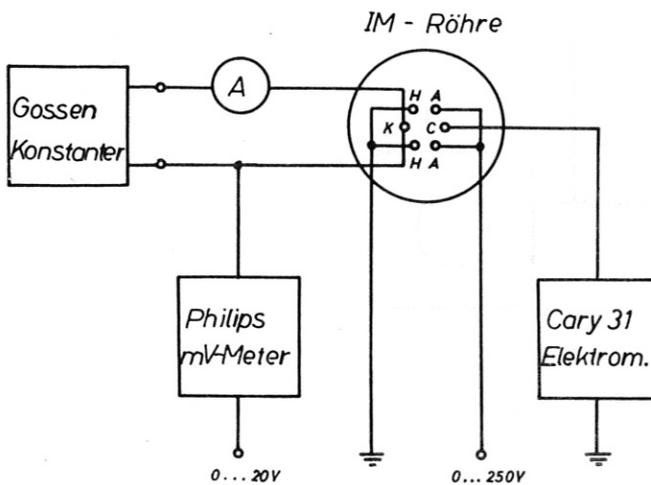


Fig. 11 Blockschaltbild der Sechsdrahrtröhre
Schaltung 2

3. ERGEBNISSE

3.1 Röhrencharakteristiken

3.1.1 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen Kathode und Anode

In Fig. 12 ist der Ionenstrom in Abhängigkeit von der Spannung zwischen Anode und Kathode über einen Bereich von 50 V bis 170 V dargestellt. Fig. 12 a) wurde mit einer Vierdraht-
röhre mit einem Anoden-Kathoden-Abstand von 0,8 mm aufgenommen, Fig. 12 b) mit einer
Vierdraht-
röhre mit einem Anoden-Kathoden-Abstand von 0,55 mm. Als Parameter wurde in Fig. 12 a)
die Kathoden-Kollektor-Spannung verwendet. Die Kurven wurden in Argonatmosphäre bei einem
Druck von $5 \cdot 10^{-5}$ Torr (Fig. 12 a) bzw. $6 \cdot 10^{-5}$ Torr (Fig. 12 b) mit einem Elektronenemissions-
strom von $1 \cdot 10^{-8}$ A aufgenommen.

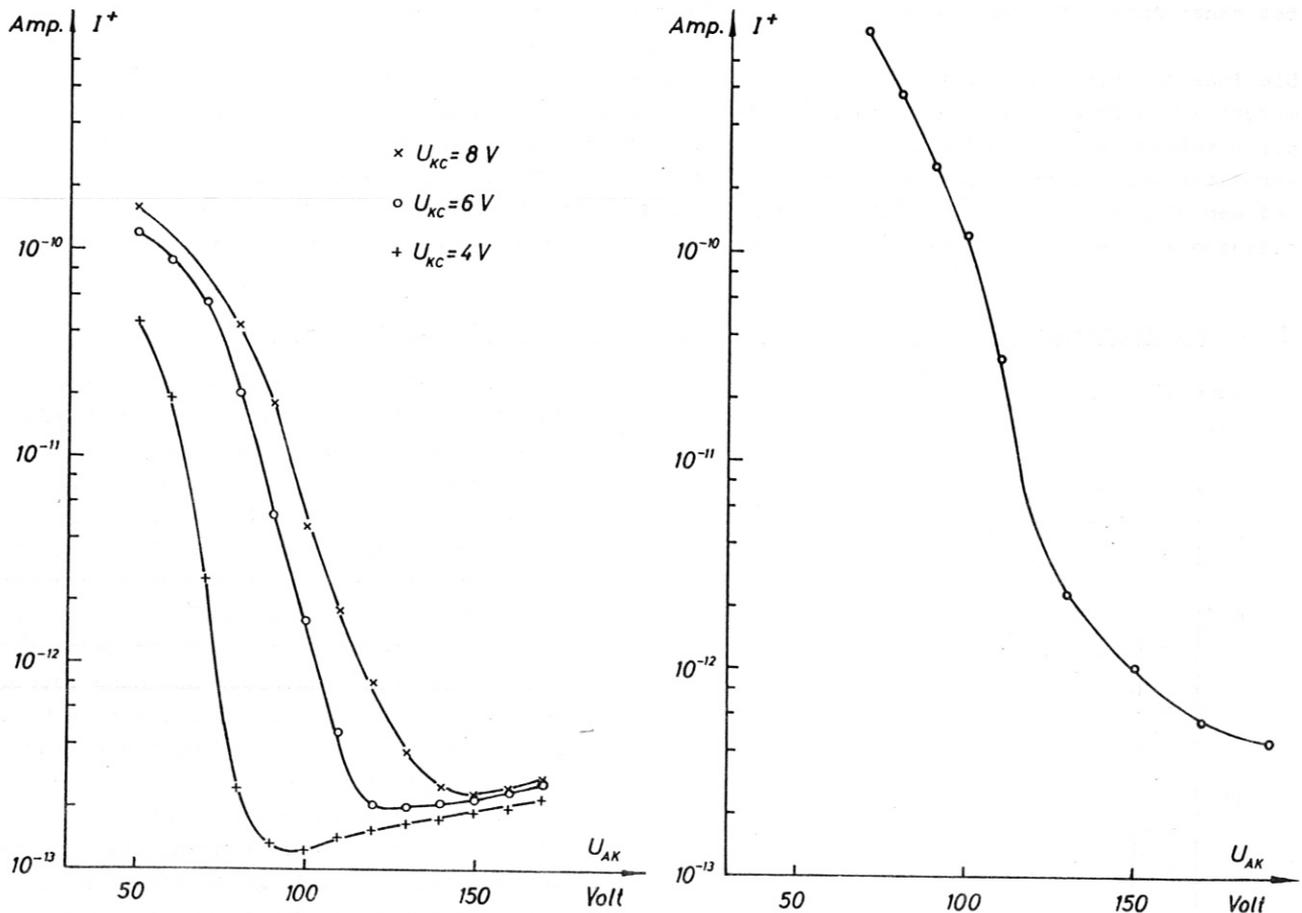


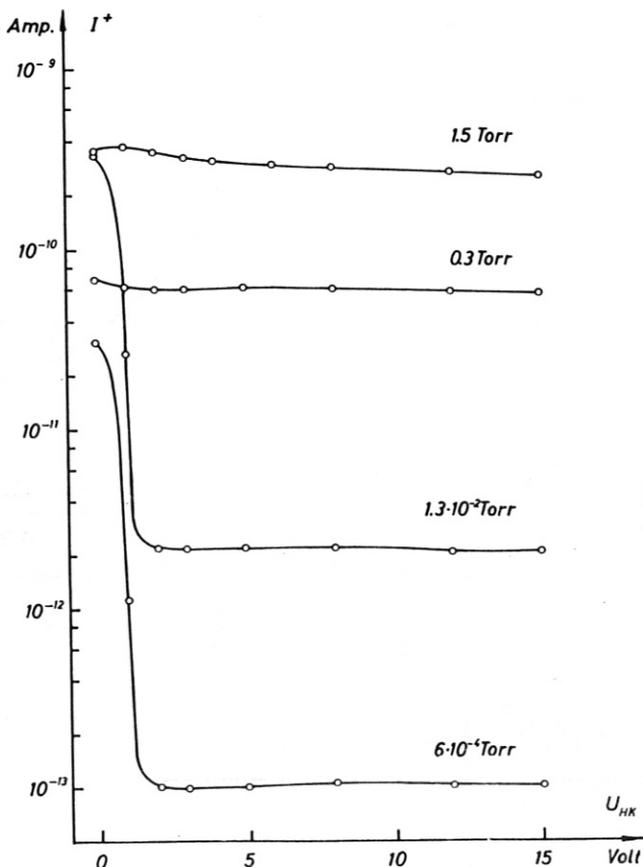
Fig. 12 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen Anode und Kathode

- a) Vierdraht-
röhre 0,8 mm
Anoden-Kathoden-Abstand
(Testgas: Ar,
 $p=5 \cdot 10^{-5}$ Torr)
- b) Vierdraht-
röhre 0,55 mm
Anoden-Kathoden-Abstand
(Testgas: Ar,
 $p=6 \cdot 10^{-5}$ Torr)

In Fig. 12 a) und 12 b) zeigt sich fortschreitend von kleinen Anoden-Kathoden-Spannungen zu größeren hin zunächst ein starker Abfall des Ionenstroms und daran anschließend wieder ein leichter Anstieg. Der relativ hohe Ionenstrom bei kleinen Anoden-Kathoden-Spannungen wird, wie im Anhang (5.3) ausführlich gezeigt wird, von der Kathode emittiert [12, 17, 18, 19]. Diese emittierten Ionen können nur so lange zu den Ionenkollektoren gelangen, solange der positive Potentialwall, der die Kathode umgibt (Abschnitt 2.2), so niedrig ist, daß sie ihn durch ihre thermische Energie überwinden können. Erhöht man nun die Anoden-Kathoden-Spannung bei festgehaltener Kathoden-Kollektor-Spannung, dann wird der positive Potentialwall zwischen Kathode und Ionenkollektor größer. Das hat zur Folge, daß der Ionenstrom im Kollektorkreis abnimmt und schließlich ein Minimum erreicht. Ab diesem Punkt besteht fast der gesamte Ionenstrom aus den durch Elektronenstoß erzeugten Gasionen; der von der Kathode zu den Ionenkollektoren fließende Ionenstrom ist verschwindend klein. Geht man zu noch höheren Anoden-Kathoden-Spannungen, so nimmt der Ionenstrom wieder geringfügig zu, da sich durch Änderung der Anoden-Kathoden-Spannung einmal die Energie der Elektronen und damit der Wirkungsquerschnitt für Ionisation durch Elektronenstoß, zum anderen aber auch die Wirksamkeit des Ionenkollektors ändert. Bei der Vierdrahröhre mit einem Anoden-Kathoden-Abstand von 0,55 mm (Fig. 12 b) läßt sich der Ionenstrom aus der Kathode bei kleinen Drücken auch bei einer Anoden-Kathoden-Spannung von 200 V nicht mehr unterdrücken.

Die Ionenemission aus der Kathode konnte massenspektrometrisch an dem verwendeten Kathodenmaterial (Wolfram) bestätigt werden (Anhang 5.3, Fig. 25). Ionenemission zeigte sich bei allen verwendeten Kathodenmaterialien (Wolfram, Tantal, Rhodium, Platin/10% Rhodium). Das Verhalten des emittierten Ionenstroms ist hierbei geringfügig vom Material abhängig. Auch bei dem ultrareinen Wolframdraht der Firma MATERIALS RESEARCH CORP., New York, war Ionenemission in etwa der gleichen Stärke vorhanden wie bei dem normalen gereinigten Wolframdraht.

3.1.2 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen den Hilfselektroden und der Kathode



Bei der Sechsdrahröhre wurden gegenüber der Vierdrahröhre zusätzlich zwei Hilfselektroden eingebaut, damit der Ionenstrom von der Kathode zu den Ionenkollektoren unabhängig von der Kathoden-Anoden-Spannung unterdrückt werden kann. Fig. 13 zeigt den Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen den Hilfselektroden und der Kathode. Parameter ist der Druck, Testgas ist Wasserstoff. Die Anoden-Kathoden-Spannung beträgt 50 V, die Kathoden-Kollektor-Spannung 5 V. Man sieht, daß ab etwa 2 V Hilfselektroden-Kathoden-Spannung die Ionen, die aus der Kathode emittiert werden, nicht mehr zum Ionenkollektor fließen können, obwohl eine verhältnismäßig niedrige Anoden-Kathoden-Spannung (50 V) verwendet wurde. Durch die Hilfselektroden wird in unmittelbarer Nähe der Kathode ein positiver Potentialwall aufgebaut, der von den emittierten Ionen nicht mehr überwunden werden kann. Man sieht aus Fig. 13 außerdem, daß die Hilfselektroden auch bei höherer Hilfselektroden-Kathoden-Spannung nur einen sehr geringen Einfluß auf die sonstigen Eigenschaften der Röhre ausüben.

Fig. 13 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen der Kathode und den Hilfselektroden (Sechsdrahröhre, 0,9 mm Anoden-Kathoden-Abstand, Schaltung 1, Testgas H₂, U_{KC}=5V, U_{AK}=50 V).

3.1.3 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen Kathode und Ionenkollektor

In Fig. 14 ist der Ionenstrom als Funktion der Kathoden-Kollektor-Spannung dargestellt, mit dem Druck als Parameter, und zwar in Fig. 14 a) für die Vierdrahrtröhre und in Fig. 14 b) für die Sechsdrahrtröhre. Die Kurven wurden in Argon- bzw. Wasserstoffatmosphäre mit einem Elektronenemissionsstrom von $1 \cdot 10^{-8}$ A aufgenommen. Die Anoden-Kathoden-Spannung beträgt 100 V bzw. 50 V. Die Vierdrahrtröhre hatte einen Anoden-Kathoden-Abstand von 1,4 mm, die Sechsdrahrtröhre von 0,9 mm.

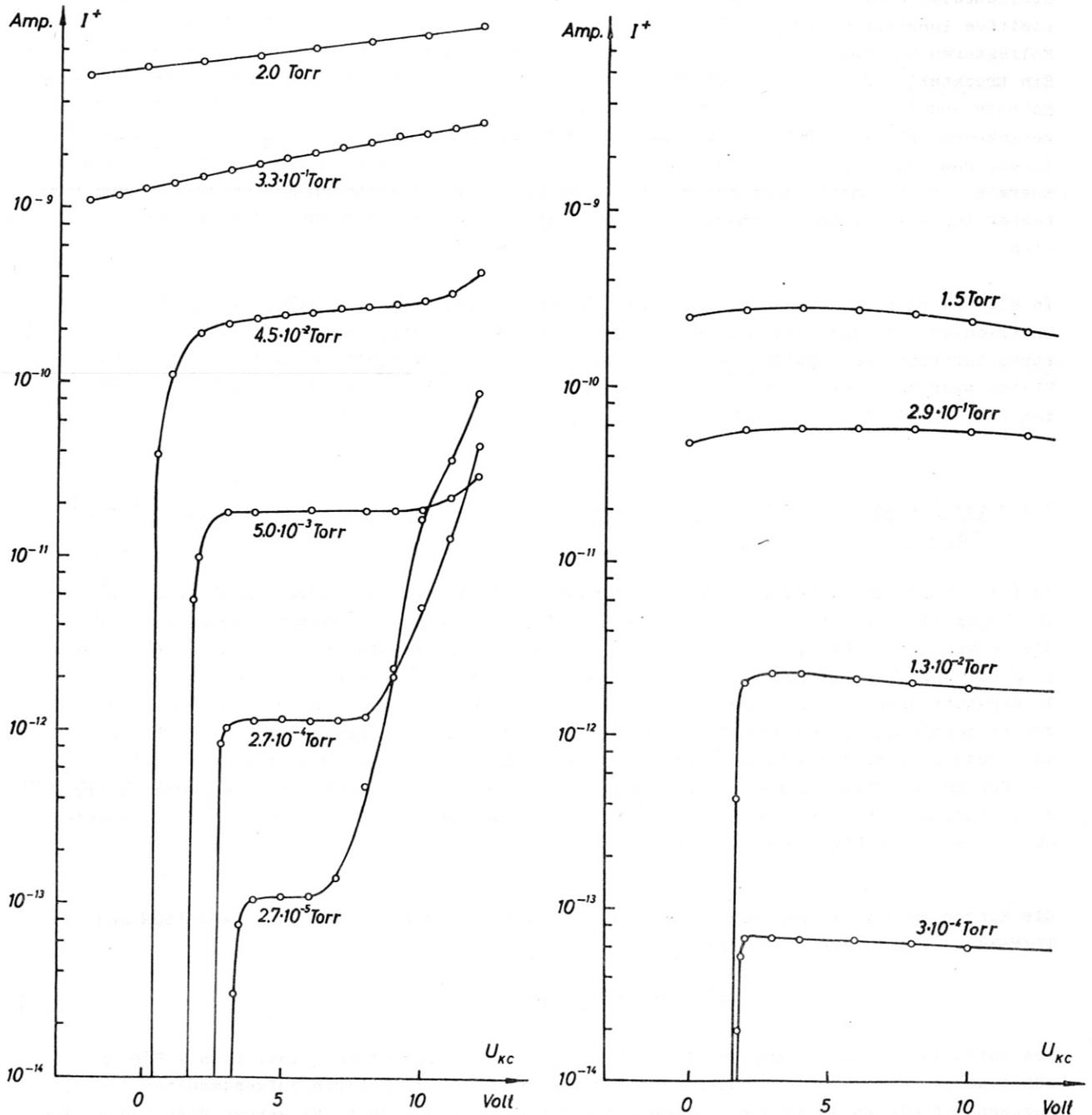


Fig. 14 Der Ionenstrom als Funktion der Spannung zwischen der Kathode und den Ionenkollektoren

a) Vierdrahrtröhre
(1,4 mm Anoden-Kathoden-Abstand,
Testgas: Ar, $U_{AK} = 100$ V)

b) Sechsdrahrtröhre, Schaltung 1
(0,9 mm Anoden-Kathoden-Abstand
Testgas: H_2 , $U_{AK} = 50$ V, $U_{HK} = 6$ V)

In der Umgebung von 5 V Kathoden-Kollektor-Spannung zeigt sich in Fig. 14 a) bei allen Drücken ein Plateau. Bei niederen Drücken weist dieses Plateau keine Neigung auf, während bei höheren Drücken der Ionenstrom mit wachsender Kathoden-Kollektor-Spannung stetig zunimmt. Die Wirksamkeit des Ionenkollektors ist also druckabhängig und diese Druckabhängigkeit ändert sich mit der Kathoden-Kollektor-Spannung. Das hat zur Folge, daß durch Änderung der Kathoden-Kollektor-Spannung bei fester Anoden-Kathoden-Spannung die Steigung der Kurven im $\log. (I^+/I^-) - \log p$ -Diagramm beeinflußt werden kann. Bei niederen Drücken und kleiner Kathoden-Kollektor-Spannung zeigt sich ein steiler Abfall des Ionenstroms. Bei weiterem Erniedrigen der Kathoden-Kollektor-Spannung wird der "Ionenstrom" negativ. Der Beginn des Steilabfalls hängt von der Größe des Ionenstroms im jeweiligen Plateaubereich ab. Der positive Ionenstrom wird durch einen negativen Elektronenstrom von der Kathode zu den Ionenkollektoren kompensiert, der umso größer wird je kleiner die Kathoden-Kollektor-Spannung ist. Ein Bruchteil des Elektronenemissionsstroms kann bei der geringen Potentialdifferenz zwischen Kathode und Ionenkollektoren infolge der thermischen Energie der Elektronen zu den Ionenkollektoren fließen. Bei größeren Kathoden-Kollektor-Spannungen (oberhalb 7 V) steigt der Ionenstrom stark an. Die von der Kathode emittierten Ionen können durch ihre thermische Energie zu den Ionenkollektoren gelangen, da mit größerer Kathoden-Kollektor-Spannung (bei fester Anoden-Kathoden-Spannung) der Potentialwall zwischen Kathode und Kollektoren niedriger wird.

In Fig. 14 b) zeigt sich für die Sechsdrahröhre prinzipiell dasselbe, lediglich mit dem Unterschied, daß auch bei größeren Kathoden-Kollektor-Spannungen kein emittierter Ionenstrom auftritt. Der positive Potentialwall um die Kathode, gebildet hauptsächlich durch die Hilfelektroden, verhindert auch bei größerer Kathoden-Kollektor-Spannung einen Ionenstrom von der Kathode zu den Ionenkollektoren.

3.1.4 Der Ionenstrom als Funktion des Drucks in Abhängigkeit von der Kathoden-Kollektor-Spannung

In Fig. 15 ist das Verhältnis von Ionenstrom zu Elektronenemissionsstrom als Funktion des Drucks in einem Bereich von $3 \cdot 10^{-4}$ Torr bis 3 Torr gezeichnet. Testgas war Wasserstoff, die verwendete Sechsdrahröhre hatte einen Anoden-Kathoden-Abstand von 0,9 mm und wurde in Schaltung 1 betrieben. Es zeigt sich, wie schon in 3.1.3 angedeutet, daß bei fester Anoden-Kathoden-Spannung durch Variation der Kathoden-Kollektor-Spannung die Steigung der Proportionalitätsgeraden im $\log (I^+/I^-) - \log p$ -Diagramm geringfügig geändert werden kann. Und zwar sind sowohl Steigungen kleiner eins, als auch größer eins zu erzielen. Die Kurven der Vierdrahröhre sind analog zu den angegebenen Kurven der Sechsdrahröhre, allerdings kann hierbei die Kathoden-Kollektor-Spannung nur in geringem Umfang im Bereich der Plateaus der Fig. 14 a) variiert werden.

Die Kurven in Fig. 15 gehorchen in ihrem linearen Teil der von PENCHKO, RAFAL'SON und TSYMBEROV [13] angegebenen Formel:

$$I^+ = S \cdot p^n I^- = S(p) p I^- \quad (2)$$

Das heißt aber, daß die Empfindlichkeit der Meßröhre druckabhängig ist. Dies wiederum rührt daher, daß sich der Prozentsatz der von den Ionenkollektoren aufgesammelten Ionen, bezogen auf die im Volumen erzeugten Ionen mit dem Druck ändert. Es werden über den ganzen Druckbereich weniger Ionen aufgesammelt als durch Elektronenstoß erzeugt werden. Durch die Kathoden-Kollektor-Spannung beeinflusbar ist hauptsächlich der Prozentsatz der aufgesammelten Ionen bei niederen Drücken. Bei Steigung der Proportionalitätsgeraden größer eins werden also bei hohen Drücken nicht mehr, sondern bei niederen Drücken weniger Ionen aufgesammelt. Durch geeignete Elektrodenpotentiale kann $n=1$ über einen großen Druckbereich eingestellt werden.

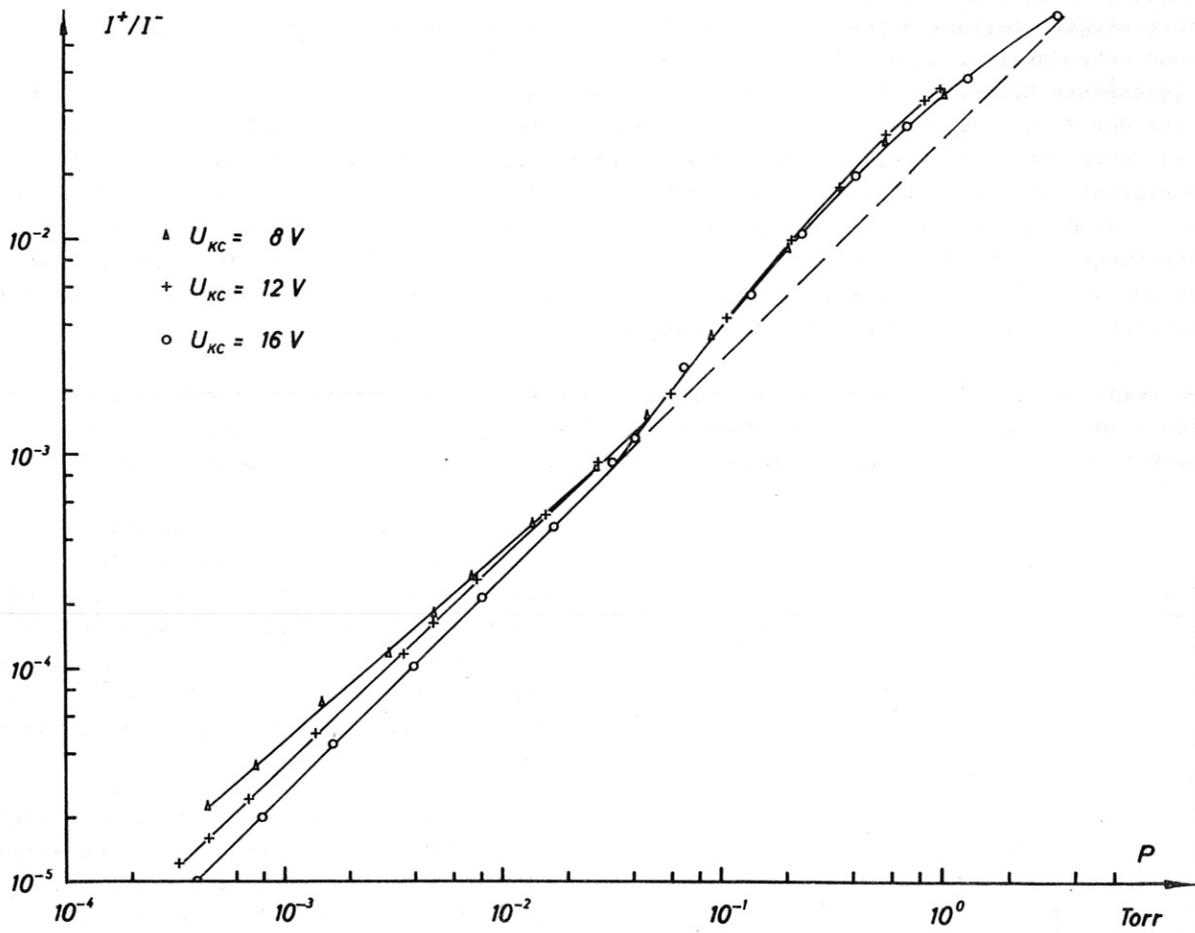
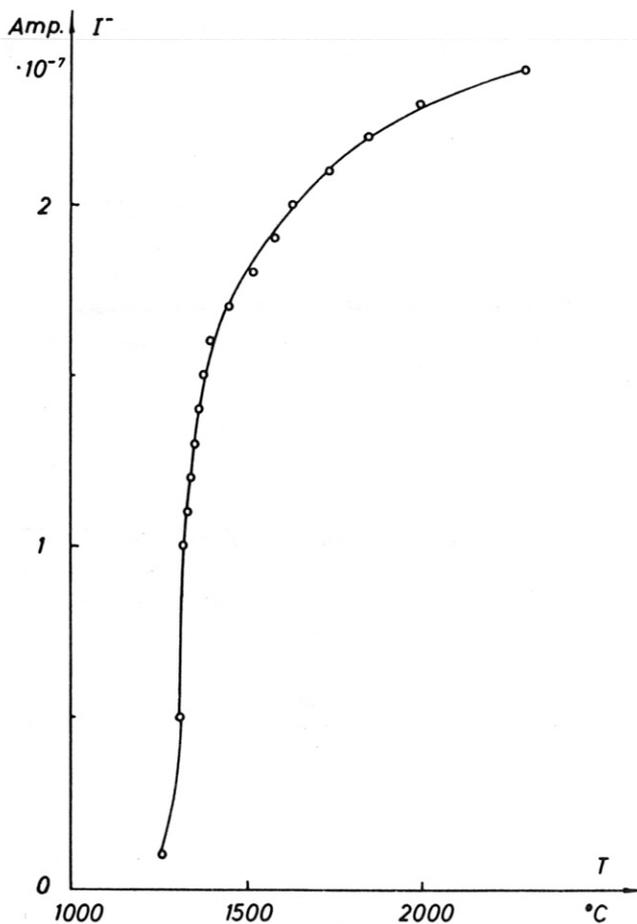


Fig. 15 Abhängigkeit der Steigung der Kalibrierungskurven von der Kathoden-Kollektor-Spannung.
(Sechsdrahtrohre, Anoden-Kathoden-Abstand 0,9 mm, Schaltung 1, Testgas: H_2 , $U_{AK} = 98\text{ V}$, $U_{HK} = 6\text{ V}$).

3.1.5 Der Elektronenemissionsstrom als Funktion der Kathodentemperatur

Der Elektronenstrom, der zur Anode fließt, besteht aus dem Elektronenemissionsstrom aus der Kathode und dem Sekundärelektronenstrom der durch Ionisierungsprozesse der primär aus der Kathode emittierten Elektronen im Raum zwischen Kathode und Anode erzeugt wird. Bei hohen Drücken besteht deshalb fast der gesamte im Anodenkreis gemessene Elektronenstrom aus Sekundärelektronen. SCHULZ [23] und SCHULZ und PHELPS [6] hielten den im Anodenkreis gemessenen Elektronenstrom konstant. Sie nahmen so in Kauf daß der Elektronenemissionsstrom aus der Kathode mit wachsendem Druck kleiner wurde. Das hat zur Folge, daß der Ionenstrom vor Erreichen der tatsächlichen oberen Linearitätsgrenze der Kalibrierungskurven abzufallen beginnt. Die Kalibrierungskurven weichen etwa eine 10er-Potenz früher von der Linearität ab. Es ist deshalb vorteilhaft, den Elektronenemissionsstrom im Kathodenkreis der Ionisationsmanometerröhre zu messen und konstant zu halten, da hierbei der Sekundärelektronenstrom nicht mitgemessen wird. Bei allen Messungen die in der vorliegenden Arbeit angegeben sind, wurde der Elektronenemissionsstrom im Kathodenkreis gemessen.

Fig. 16 zeigt für die Vierdrahröhre mit 0,8 mm Anoden-Kathoden-Abstand bei einer Anoden-Kathoden-Spannung von 100 V und einer Kathoden-Kollektor-Spannung von 3,4 V den Elektronenemissionsstrom als Funktion der Kathodentemperatur. Testgas war Argon, der Druck betrug $1,5 \cdot 10^{-4}$ Torr.



Als Kathode wurde ein Wolframdraht (0,1 mm Durchmesser) verwendet. Man sieht aus Fig. 16, daß der Elektronenemissionsstrom bei der gegebenen Potentialverteilung oberhalb $1 \cdot 10^{-7}$ A raumladungsbegrenzt ist. Emissionsströme über $2,5 \cdot 10^{-7}$ A sind nicht möglich, da die Kathode vorher durchbrennt.

Analoge Kurven wurden für die zwei Schaltungen der Sechsdrahröhre aufgenommen. Dabei zeigt sich, daß bei der Schaltung 1 der Elektronenemissionsstrom ebenfalls oberhalb $1 \cdot 10^{-7}$ A, bei der Schaltung 2 dagegen erst oberhalb $3 \cdot 10^{-7}$ A raumladungsbegrenzt ist.

Fig. 16 Der Elektronenemissionsstrom als Funktion der Kathodentemperatur. (Vierdrahröhre, Anoden-Kathoden-Abstand 0,8 mm, Wolframkathode 0,1 mm \varnothing , Testgas: Ar, $p = 1,5 \cdot 10^{-4}$ Torr, $U_{KC} = 3,4$ V, $U_{AK} = 100$ V).

3.1.6 Der Ionenstrom als Funktion des Elektronenemissionsstroms

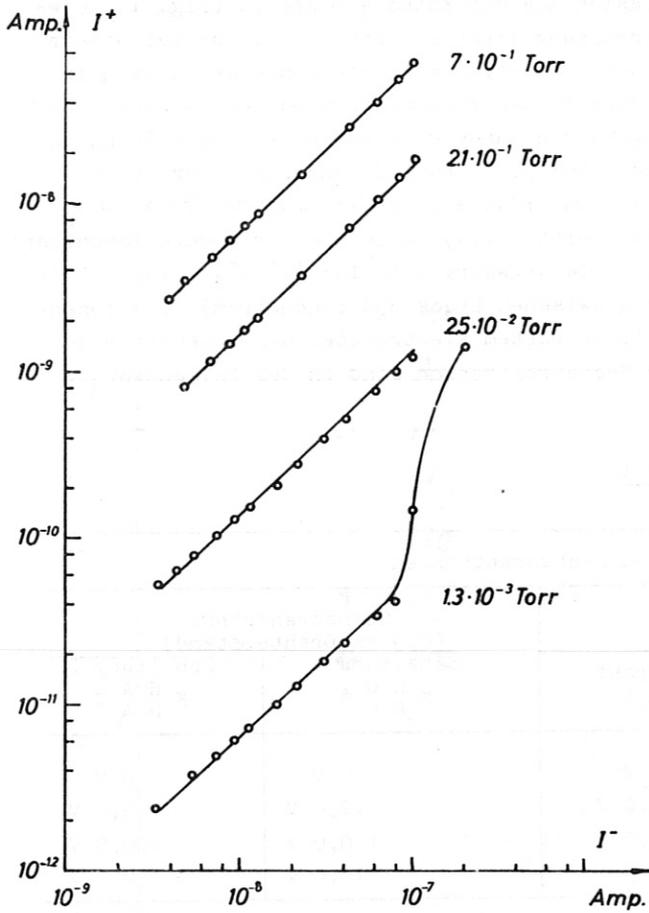


Fig. 17 Der Ionenstrom als Funktion des Elektronenemissionsstroms.
(Vierdrahröhre, Anoden-Kathoden-Abstand 1,4 mm, Testgas: Ar, $U_{KC} = 8$ V, $U_{AK} = 150$ V).

Fig. 17 zeigt die Abhängigkeit des Ionenstroms vom Elektronenemissionsstrom in einem Bereich von $3 \cdot 10^{-9}$ A bis $1,5 \cdot 10^{-7}$ A für verschiedene Drücke. Testgas Argon, Kathoden-Kollektor-Spannung 8 V, Anoden-Kathoden-Spannung 150 V. Zur Messung wurde eine Vierdrahröhre mit einem Anoden-Kathoden-Abstand von 1,4 mm verwendet.

Der Ionenstrom hängt linear vom Elektronenemissionsstrom ab, es gilt Gleichung 1. Bei kleinen Drücken und Emissionsströmen über etwa $7 \cdot 10^{-8}$ A zeigt sich wieder Ionenemission aus der Kathode. In diesem Fall wird nicht der Potentialwall um die Kathode verändert, sondern die emittierten Ionen bekommen durch die hohe Kathodentemperatur (bedingt durch die Raumladungsbegrenzung des Elektronenemissionsstroms) soviel thermische Energie, daß sie in der Lage sind den Potentialwall zu überwinden und zu den Ionenkollektoren zu gelangen. Aus diesem Grunde wurde bei den meisten Messungen der Elektronenemissionsstrom auf $1 \cdot 10^{-8}$ A konstant gehalten.

Analoge Kurven wurden für beide Schaltungen der Sechsdrahröhre aufgenommen. Der Ionenstrom hängt ebenfalls linear vom Elektronenemissionsstrom ab. Im Gebiet der Raumladungsbegrenzung des Elektronenemissionsstroms tritt allerdings kein Ionenstrom von der Kathode auf, sondern der Ionenstrom nimmt in diesem Bereich etwas ab.

3.2 Arbeitspunkt der Ionisationsmanometerröhren

Die Wahl der Elektronenbeschleunigungsspannung (Spannung zwischen Anode und Kathode) ist bei der Vierdrahröhre nach unten durch die Ionenemission aus der Kathode begrenzt (Fig. 12, etwa 100 V). Die obere Begrenzung der Beschleunigungsspannung liegt bei etwa 250 V, da bei dieser Spannung und bei hohen Drücken die Entladung in der Ionisationsmanometerröhre selbstständig wird. Es sind also im Prinzip bei der Vierdrahröhre Anoden-Kathoden-Spannungen zwischen 100 V und 250 V möglich. Für die folgenden Kalibrierungskurven wurde eine Anoden-Kathoden-Spannung von 100 V verwendet. Bei der Sechsdrahröhre sind prinzipiell auch Spannungen unter 100 V möglich, da die Ionenemission aus der Kathode durch die Hilfselektroden unterdrückt wird. Die Kathoden-Kollektor-Spannung ist dann (nach Abschnitt 3.1.4) durch die verwendete Beschleunigungsspannung festgelegt, da die Steigung der Kalibrierungskurven im $\log(I^+/I^-) - \log p$ -Diagramm gleich eins sein soll (linearer Zusammenhang zwischen Druck und Ionenstrom). Die Ionenkollektoren werden auf Erdpotential gelegt, um mit geerdetem Elektrometer den Ionenstrom zu messen. Die verwendeten Potentiale der Vier- und Sechsdrahröhren sind in der folgenden Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1

Potentiale der Vier- und Sechsdrahröhren				
	Vierdrahröhre		Sechsdrahröhre (0,9 mm Drahtabstand)	
	0,8 mm Draht- abstand	1,4 mm Draht- abstand	Schaltung 1 K H C A H C	Schaltung 2 K H A C H A C
Ionenkollektor	0 V	0 V	0 V	0 V
Kathode	3,4 V	6,0 V	12,0 V	5,0 V
Anode	103,4 V	106,0 V	110,0 V	200,0 V
Hilfselektroden	-	-	18,0 V	0 V

Das Hilfselektrodenpotential der Schaltung 1 der Sechsdrahröhre ist durch Fig. 13 festgelegt, d. h. die Spannung zwischen den Hilfselektroden und der Kathode muß nur größer als 3 V sein, damit die Ionen, die aus der Kathode emittiert werden, nicht zu den Ionenkollektoren fließen können. Bei Schaltung 2 der Sechsdrahröhre werden die Hilfselektroden auf Erdpotential gelegt, damit sie möglichst alle im Raum zwischen der Kathode und den beiden Anoden erzeugten Ionen auf sammeln. Außerdem muß das Kathodenpotential gegen den Ionenkollektor so positiv sein, daß auch bei kleinen Drücken der Bruchteil des Elektronenstroms, der infolge der thermischen Energie der Elektronen in der Lage ist zu dem Ionenkollektor zu fließen, wesentlich kleiner ist als der zu messende Ionenstrom. Der Elektronenemissionsstrom ist nach Abschnitt 3.1.5 oberhalb $1 \cdot 10^{-7}$ A bzw. $3 \cdot 10^{-7}$ A raumladungsbegrenzt. Über $7 \cdot 10^{-8}$ A Emissionsstrom zeigt sich bei der Vierdrahröhre ein Einfluß der aus der Kathode emittierten Ionen. Deshalb wurde bei der Vierdrahröhre zur Druckmessung ein Elektronenemissionsstrom von $1 \cdot 10^{-8}$ A verwendet. Bei der Sechsdrahröhre in Schaltung 2 können auch größere Emissionsströme bis $1 \cdot 10^{-7}$ A verwendet werden.

3.3 Kalibrierungskurven für verschiedene Gase

Als vernünftigster Anoden-Kathoden-Abstand bei der Vierdrahröhre erwies sich 0,8 mm, da bei diesem Abstand die Ionenemission aus der Kathode noch unterdrückt werden kann (Abschnitt 3.1.1).

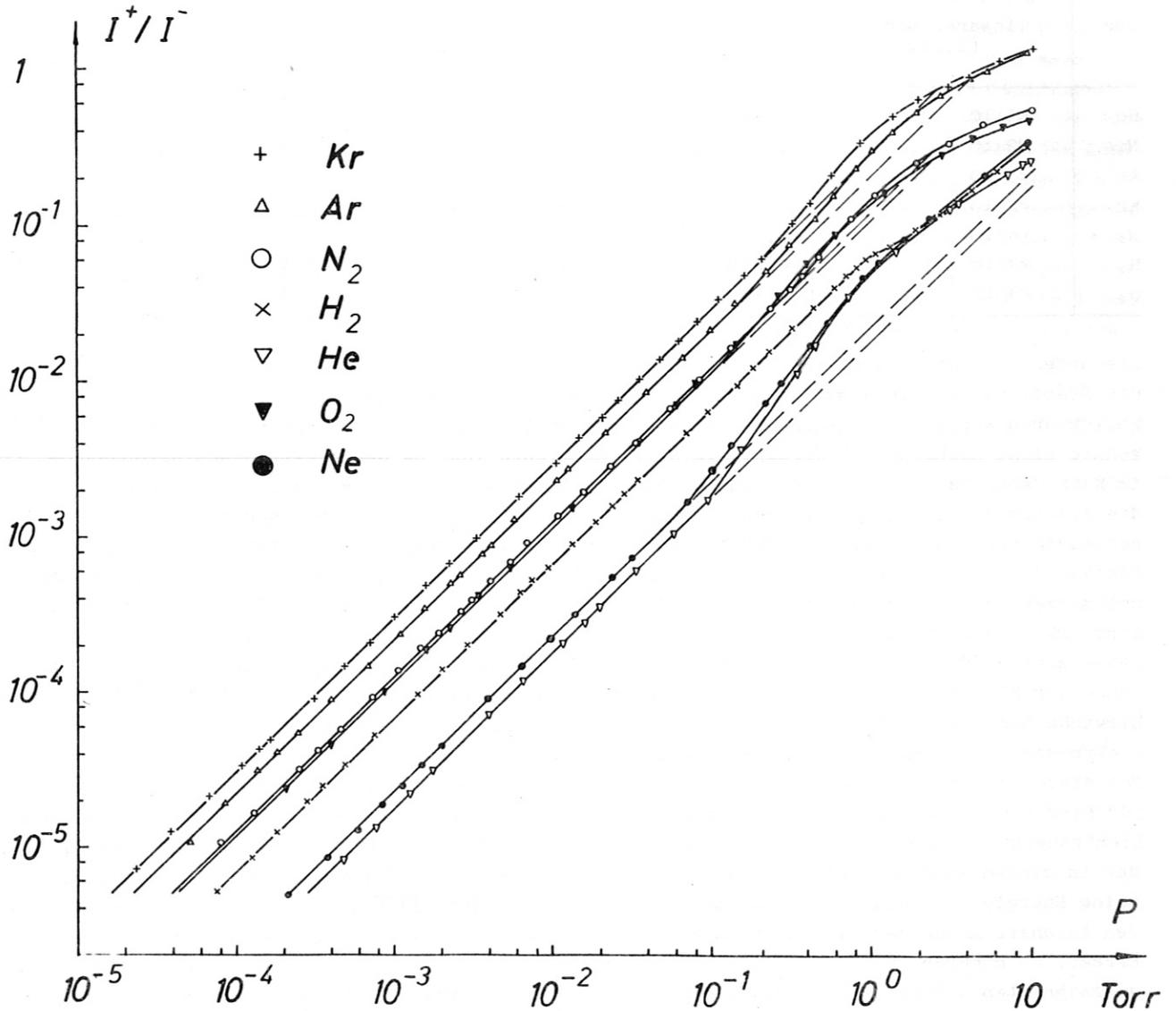


Fig. 18

Kalibrierungskurven der Vierdrahröhre
(Anoden-Kathoden-Abstand 0,8 mm,
 $U_{KC} = 3,4$ V, $U_{AK} = 100$ V).

Die hiermit aufgenommenen Kalibrierungskurven für He, Ne, Ar, Kr, N_2 , H_2 und O_2 sind in Fig. 18 in einem $\log(I^+/I^-) - \log p$ -Diagramm dargestellt. Es wurden dabei die in Tabelle 1 angegebenen Potentiale verwendet. Der Elektronenemissionsstrom wurde im Kathoden-Kreis auf $1 \cdot 10^{-8}$ A konstant gehalten. Die Linearitätsbereiche, die maximalen Abweichungen des angezeigten Drucks vom tat-

sächlichen Druck und die Empfindlichkeit für verschiedene Gase, sind in der nachfolgenden Tabelle 2 zusammengefaßt. Als obere Grenze des nichtlinearen Gebiets wird der Schnittpunkt der Kalibrierungskurve mit der extrapolierten Geraden des linearen Bereichs angegeben.

Tabelle 2

Daten der Kalibrierungskurven der Vierdrahröhre mit 0,8 mm Anoden-Kathoden-Abstand

Gas	linearer Bereich (Torr)	Empfindlichkeit (Torr ⁻¹)	Abweichung des angezeigten Drucks vom tatsächlichen Druck im Bereich (Torr) bis zu (%)	
He	$<3 \cdot 10^{-4}$ -0,09	0,018	0,09 - \approx 20	180
Ne	$<2 \cdot 10^{-4}$ -0,08	0,023	0,08 - \approx 30	125
Ar	$<3 \cdot 10^{-5}$ -0,2	0,22	0,2 - 4	36
Kr	$<2 \cdot 10^{-5}$ -0,2	0,30	0,2 - 3	32
N ₂	$<4 \cdot 10^{-5}$ -0,4	0,13	0,4 - 3	13
H ₂	$<7 \cdot 10^{-5}$ -1	0,068	-	-
O ₂	$<4 \cdot 10^{-5}$ -0,2	0,12	0,2 - 2	18

Die untere Druckmeßgrenze ist durch die Kleinheit des Ionenstroms ($\approx 5 \cdot 10^{-14}$ A), d. h. durch die Stabilität des verwendeten Meßkreises gegeben. Der Ionenstrom von der Kathode zu den Ionenkollektoren wurde durch geeignete Potentialeinstellung unterdrückt. Ein Röntgenstrom [16, 24] konnte nicht nachgewiesen werden. Die obere Meßgrenze ist, da der Elektronenemissionsstrom im Kathodenkreis gemessen wurde und da eine verhältnismäßig hohe Beschleunigungsspannung für die Elektronen verwendet wurde, nicht durch $I^+/I^- = 1$ gegeben [6]. Bei der verwendeten Beschleunigungsspannung sind mehrmalige Ionisierungen der primär emittierten Elektronen und auch Ionisationsprozesse der sekundär durch Ionisation erzeugten Elektronen möglich. Auch die Abweichungen der Kalibrierungskurven von der Linearität im Bereich von 10^{-1} Torr bis zu einigen Torr erklären sich aus dieser Tatsache. In diesem Druckbereich treten im Wesentlichen zwei gegenläufige Effekte auf: Zunächst nimmt der Ionenstrom stark zu, da die mittlere freie Weglänge der Elektronen in die Größenordnung des Kathoden-Anoden-Abstands kommt und somit ein Elektron mehrmals ionisieren kann. Bei weiterer Zunahme des Drucks erleidet ein Teil der Elektronen schon bei verhältnismäßig kleinen Energien Stöße mit Gasatomen oder -molekülen. Bei diesen Energien ist aber, und das ist der zweite Effekt, der totale Wirkungsquerschnitt für Elektronenstoß verhältnismäßig groß, während der Wirkungsquerschnitt für Ionisation durch Elektronenstoß bei diesen Energien relativ klein ist (Fig. 19). Ein großer Teil der Elektronen, der in diesem Energiebereich ein Gasmolekül stößt, wird also überhaupt kein Ion erzeugen, sondern seine Energie in inelastischen Stößen abgeben. Dies führt schließlich zu einem starken Abfall des Ionenstroms an der oberen Druckmeßgrenze. Im Bereich von 10^{-1} Torr überwiegt der erste Effekt, zu höheren Drücken hin der zweite. Durch die Unterschiede in den totalen Wirkungsquerschnitten und den Ionisierungsquerschnitten für Elektronenstoß bei den verschiedenen Gasen erklärt sich der Unterschied in der Größe der Abweichungen. Die Abweichungen im Druckbereich von 10^{-1} Torr bis zu einigen Torr könnten auch durch metastabile Atome (insbesondere bei Helium) verursacht werden: Die angeregten, metastabilen Atome lösen an der Oberfläche der Ionenkollektoren Sekundärelektronen aus. Das hat zur Folge, daß im Kollektorkreis ein zu großer Ionenstrom gemessen wird. Dieser Effekt ist allerdings gegenüber dem obengenannten Effekt der mehrmaligen Ionisation eines Elektrons auf seinem Weg von der Kathode zur Anode, sicher klein, da die Oberfläche der Ionenkollektoren und damit die Wahrscheinlichkeit für das Auftreffen eines metastabilen Atoms verhältnismäßig klein ist. Zunächst wurde vermutet, daß die Elektronen von der Kathode in dem nahezu zylindersymmetrischen Potential um die Anode kreisen [25] und so den zu großen Ionenstrom verursachen. Dies konnte ausgeschlossen werden. Zu diesem Zweck

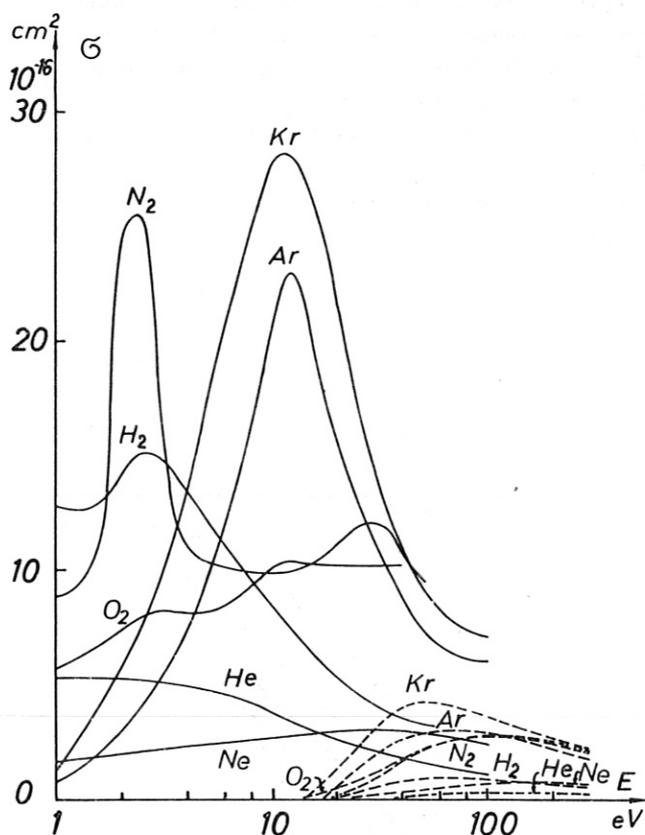


Fig. 19 Wirkungsquerschnitt für Elektronenstoß
 ——— totaler Wirkungsquerschnitt nach [21]
 - - - - Wirkungsquerschnitt für Ionisation [20, 22]

entsprechend der mittleren freien Weglänge der Elektronen und des größeren Kathoden-Anoden-Abstands. Bei kleineren Abständen zeigt sich, daß der Ionenstrom von der Kathode zu den Ionenkolektoren nicht mehr unterdrückt werden kann (Fig. 12 b).

wurde eine Ionisationsmanometerröhre so umgebaut, daß die Anode aus zwei in geringem Abstand (0,3 mm) hintereinanderliegenden Drähten (von der Kathode aus gesehen), auf gleichem Potential, bestand. Die Zylindersymmetrie war dadurch gestört, das Meßergebnis war jedoch gleich dem mit der normalen Meßröhre gemessenen. Außerdem wurde untersucht, ob die Abweichung bei hohen Drücken eventuell durch die Wärmekonvektion des Gases in der Meßröhre verursacht wird. Es wurden große Kühlflächen (groß gegen die Elektrodenflächen) in der Nähe der Elektroden gebracht. Der Abstand der Kühlflächen von der jeweils nächstliegenden Elektrode betrug etwa 0,5 mm. Die Kühlflächen wurden auf Zimmertemperatur gehalten. Ein Einfluß auf die Kalibrierungskurven konnte nicht festgestellt werden. Augerelektronenemission aus den Ionenkolektoren kann ebenfalls zu einem zu großen Ionenstrom führen. Dabei ist allerdings die Anzahl der emittierten Elektronen von der Anzahl der auftreffenden Ionen abhängig, d.h. die Empfindlichkeit der Ionisationsmanometerröhre verschiebt sich im gesamten Druckmeßbereich je nach der Größe des Augereffekts zu größeren Werten hin, die Form der Kalibrierungskurven ändert sich dagegen nicht.

Es wurde eine Reihe von Versuchen mit größeren (bis 1,4 mm) und kleineren (bis 0,55 mm) Anoden-Kathoden-Abständen durchgeführt. Dabei zeigte sich, daß bei größeren Abständen die Abweichungen durch mehrmalige Ionisation größer werden und auch früher einsetzen (Tabelle 3),

Tabelle 3

Daten der Kalibrierungskurven der Vierdrahröhre mit 1,4 mm Anoden-Kathoden-Abstand				
Gas	Linearer Bereich Torr	Empfindlichkeit (Torr ⁻¹)	Abweichung des angezeigten Drucks vom tatsächlichen Druck im Bereich (Torr) bis zu %	
He	<2·10 ⁻⁴ -1.5·10 ⁻²	0,021	1.5·10 ⁻² -10	370
Ar	<2·10 ⁻⁵ -1.5·10 ⁻²	0,32	1.5·10 ⁻² -3	100
Kr	<1·10 ⁻⁵ -2·10 ⁻²	0,52	2·10 ⁻² -2	67
N ₂	<3·10 ⁻⁵ -7·10 ⁻²	0,26	7·10 ⁻² -2	40
H ₂	<6·10 ⁻⁵ -1·10 ⁻¹	0,105	1·10 ⁻¹ -6·10 ⁻¹	12

In Fig. 20 sind die Kalibrierungskurven für Ar und H₂ für die Sechsdrahtöhre (0,9 mm diagonalen Elektrodenabstand), Schaltung 1, angegeben. Die Abweichungen im oberen Druckbereich, von mehrmaligen Ionisationsprozessen einzelner Elektronen herrührend, sind jedoch wesentlich größer als bei der Vierdrahtöhre mit 0,8 mm Abstand zweier gegenüberliegender Drähte. Daraus kann man schließen, daß die Größe der Abweichungen zum Teil von der geometrischen Anordnung von Ionenkollektoren und Anode abhängt: In diesem Druckbereich werden die meisten Ionen in einem Gebiet erzeugt, in dem fast alle erzeugten Ionen auch tatsächlich von den Ionenkollektoren aufgesammelt werden. Die Linearitätsbereiche, die Empfindlichkeit, und die Abweichungen sind in Tabelle 4 zusammengefaßt.

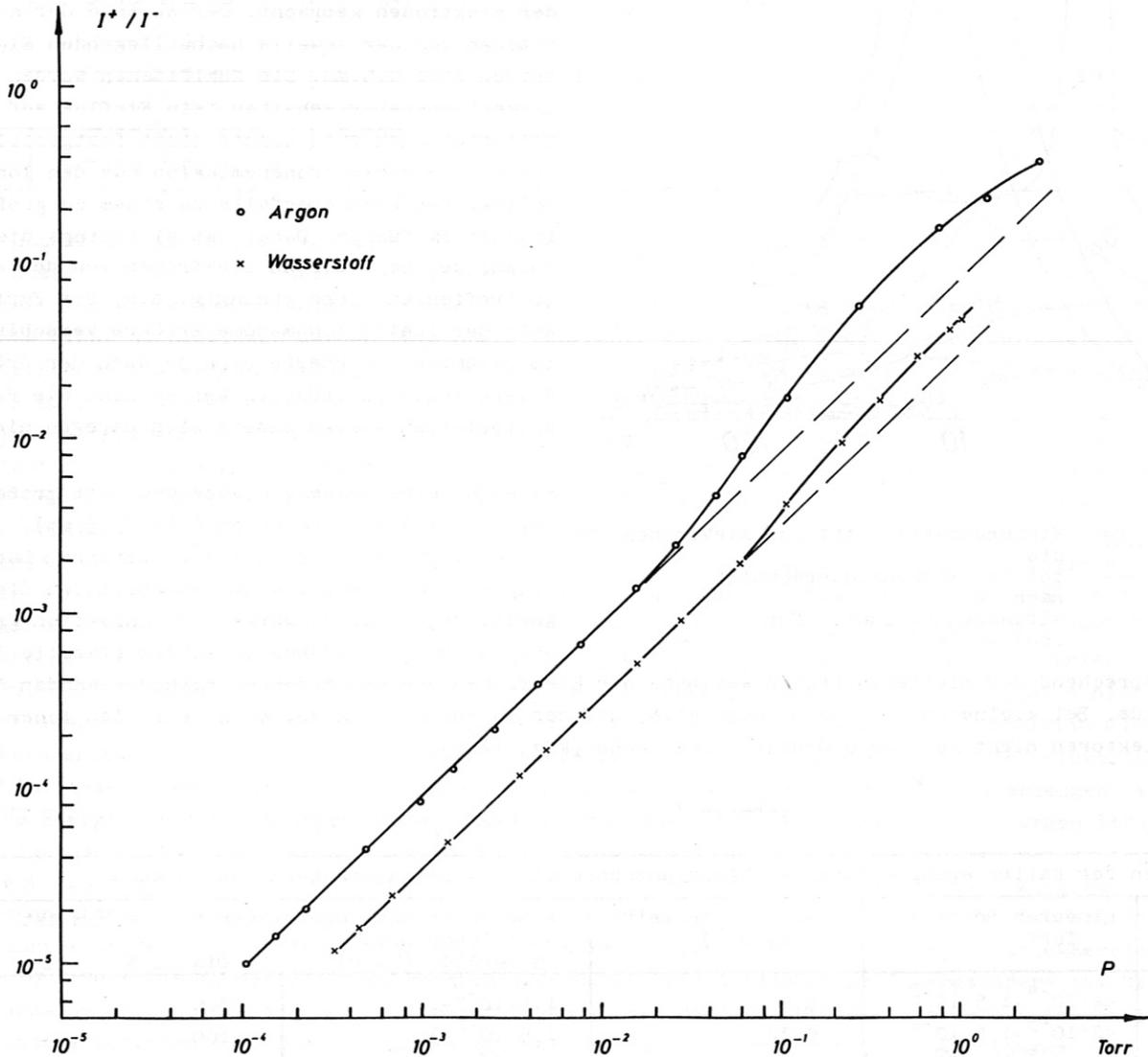


Fig. 20

Kalibrierungskurven der Sechsdrahtöhre, Schaltung 1
(Anoden-Kathoden-Abstand 0,9 mm,
 $U_{KC} = 12$ V, $U_{AC} = 110$ V, $U_{HK} = 6$ V).

Tabelle 4

Daten der Kalibrierungskurven der Sechsdrahröhre, Schaltung 1				
Gas	Linearer Bereich (Torr)	Empfindlichkeit S (Torr ⁻¹)	Abweichung des angezeigten Drucks vom tatsächlichen Druck im Bereich (Torr)	bis zu %
Ar	$<1 \cdot 10^{-4}$ - $2 \cdot 10^{-2}$	0,09	$2 \cdot 10^{-2}$ - 6	150
H ₂	$<3 \cdot 10^{-4}$ - $6 \cdot 10^{-2}$	0,034	$6 \cdot 10^{-2}$ - 3	60

In Fig. 21 sind die Kalibrierungskurven für Helium, Neon, Argon, Krypton, Stickstoff und Wasserstoff für die Sechsdrahröhre, Schaltung 2, angegeben. Die Steigung der Kalibrierungskurven im $\log(I^+/I^-)$ - $\log p$ -Diagramm ist für alle Gase 0,93, also kleiner als eins, und unabhängig von den angelegten Potentialen. Für Stickstoff, Krypton und Wasserstoff zeigen sich im mittleren Druckbereich außerdem Abweichungen von der Linearität (Tabelle 5), die durch Unterschiede in den totalen Wirkungsquerschnitten für Elektronenstoß der einzelnen Gase bedingt sind (Fig. 19).

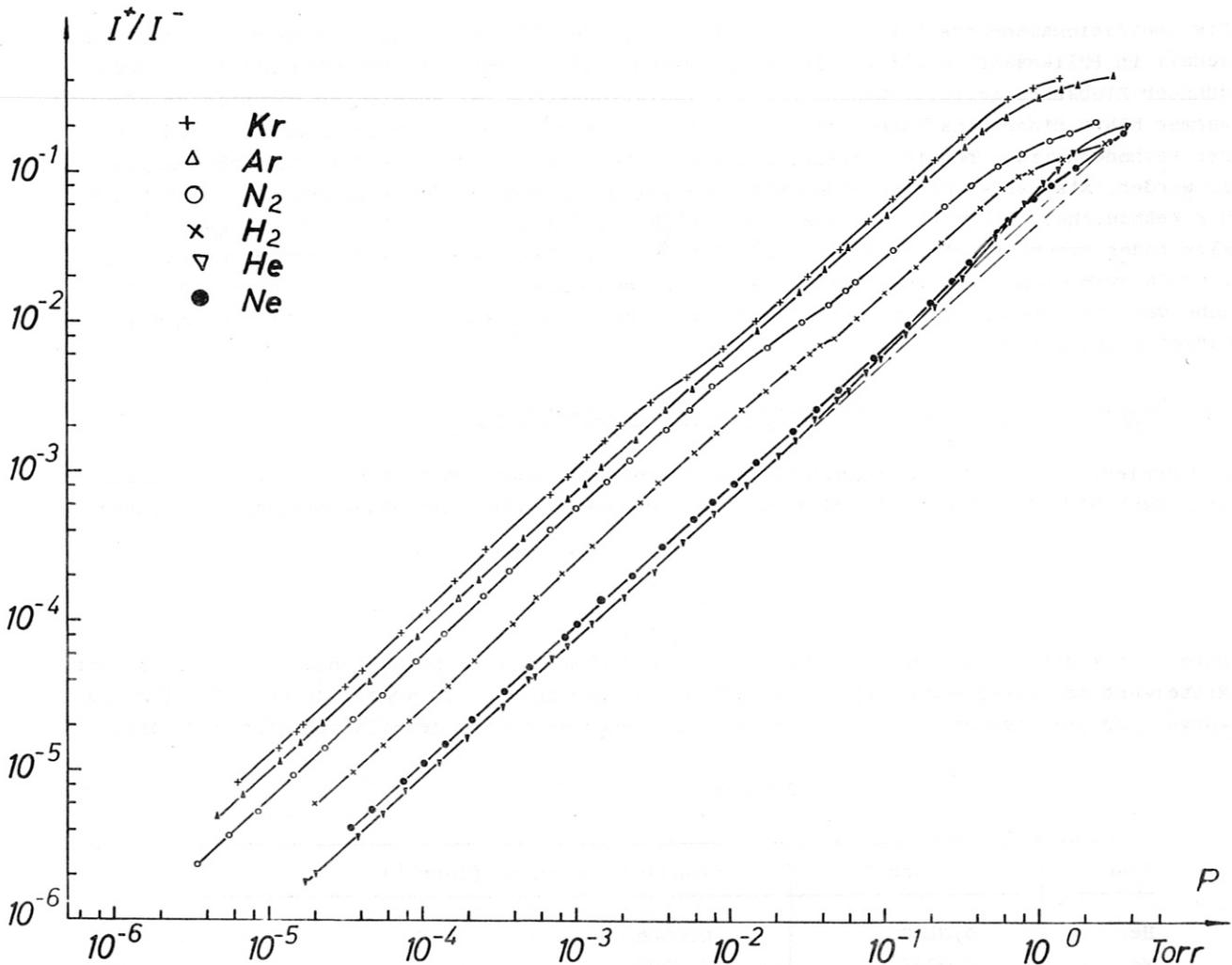


Fig. 21 Kalibrierungskurven der Sechsdrahröhre, Schaltung 2
 (Anoden-Kathoden-Abstand 0,8 mm,
 $U_{KC} = 5$ V, $U_{AC} = 200$ V).

Tabelle 5

Daten der Kalibrierungskurven der Sechsdrahtrohre, Schaltung 2			
Gas	Zur Druckmessung verwendbarer Bereich (Torr)	Empfindlichkeit S (Torr ⁻¹)	Abweichung des angezeigten Drucks vom tatsächlichen Druck bis zu %
He	<1·10 ⁻⁵ -1	0,049	60*)
Ne	<2·10 ⁻⁵ -1	0,056	30*)
Ar	<5·10 ⁻⁶ -0,5	0,43	-
Kr	<5·10 ⁻⁶ -0,6	0,58	20
N ₂	<5·10 ⁻⁶ -0,5	0,29	35
H ₂	<5·10 ⁻⁶ -0,7	0,15	20

*) Abweichung nur oberhalb 0,1 Torr

3.4 Betriebsbedingungen der Ionisationsmanometerröhren

Die Ionisationsmanometerröhren wurden jeweils vor dem Einbau in das Vakuumsystem mit Ultraschall in Prilwasser gereinigt. In hartnäckigen Fällen wurden die Keramikscheiben in verdünnter Flußsäure gespült. Danach war der Isolationsstrom bei angelegten Potentialen und warmer Röhre mindestens unter 2·10⁻¹⁴ A. Die Meßröhre ist etwa 5 Minuten nach Einschalten der Kathodenheizung betriebsbereit. Die Elektroden brauchen vor der Messung nicht entgast zu werden. Sie werden offenbar durch den geringen Abstand von der Kathode, nach Einschalten der Kathodenheizung, erwärmt und so entgast. Es wurden Messungen mit vorher entgasten Elektroden durchgeführt (1A Heizstrom, 10 Minuten), die Kalibrierungskurven änderten sich aber dadurch nicht. Die Ionisationsmanometerröhren können bis 400° C ausgeheizt werden, ohne daß sich die Justierung der Elektroden ändert, somit werden auch die Kalibrierungskurven reproduziert.

3.5 Fehlerabschätzung, Meßunsicherheit, Reproduzierbarkeit

Der Fehler, mit dem die Empfindlichkeit der Ionisationsmanometerröhre behaftet sein kann, kann nach DIN 1319 [26] abgeschätzt werden. Für die Standardabweichung ergibt sich danach

$$w = \sqrt{\frac{1}{m-1} \sum_{i=1}^m (S_i - S)^2} \tag{3}$$

Dabei ist m die Anzahl der Meßwerte, S_i sind die gemessenen Empfindlichkeiten und S ist der Mittelwert der gemessenen Empfindlichkeiten. Aus den in Fig. 18 abgebildeten Kalibrierungskurven für die Vierdrahtrohre ergeben sich folgende Werte aus jeweils dem linearen Teil.

Tabelle 6

Gase	S (Torr ⁻¹)	Standardabweichung (Torr ⁻¹)
He	0,0184	0,0006
Ne	0,0227	0,0008
Ar	0,220	0,006
Kr	0,295	0,009
N ₂	0,128	0,007
H ₂	0,0686	0,0015
O ₂	0,120	0,002

Der Fehler der Druckmessung ergibt sich aus Gleichung (1).

+) Bei der Diskussion der Kalibrierungskurven wurde davon ausgegangen, daß die Druckmessung mit McLeod Manometern (mit vorgeschalteter Kühlfalle) keine wesentlichen systematischen Abweichungen vom tatsächlichen Druck im Rezipienten aufweist (Gaede Effekt). RAMBEAU (Le Vide, No 142, 219-225, Juli 1969) hat nun nachgewiesen, daß sich das Verhältnis des tatsächlichen Drucks im Rezipienten zu dem am McLeod gemessenen Druck im Bereich von etwa 10^{-3} bis 10^{-2} Torr stark ändert. Für Krypton erhält man z.B. bei $1 \cdot 10^{-4}$ Torr ein Verhältnis des tatsächlichen zum abgelesenen Druck von 1.2, während das Verhältnis für Drücke über 10^{-2} Torr wesentlich geringer ist, nämlich etwa 1.02. Vor einer quantitativen Diskussion der Kalibrierungskurven müßten die mit dem McLeod gemessenen Drücke korrigiert werden. Diese Korrektur wirkt sich z.B. bei der Sechsdrahtrohre, Schaltung 2 (Fig.21) dahingehend aus, daß die Abweichungen im Bereich von 10^{-3} bis etwa 10^{-2} Torr kleiner werden und daß sich die Steigung der Kalibrierungskurven zugleich 1 nähert.

Man erhält für den relativen Fehler von p:

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{\Delta I^+}{I^+} + \frac{\Delta I^-}{I^-} + \frac{\Delta S}{S} \quad (4)$$

$$\frac{\Delta p}{p} = 2\% + 1\% + 5\% = 8\%$$

Die Meßunsicherheit für die Druckmessung mit der in dieser Arbeit beschriebenen Vierdraht-
röhre beträgt also 8 %. Dabei wurde als Fehler von S die doppelte Standardabweichung von
Wasserstoff eingesetzt. Die Meßunsicherheit des McLeod-Manometers wurde nicht berück-
sichtigt.

Die Reproduzierbarkeit der Meßwerte beträgt einschließlich des Auswechslens einer Elektrode
10 %. Diese Werte gelten auch für beide Schaltungen der Sechsdraht-
röhre.

4. DISKUSSION

Die in dieser Arbeit beschriebenen Ionisationsmanometerröhren für den Druckbereich von
 10^{-5} Torr bis 10 Torr übertreffen die bisher bekannten Meßröhren einmal durch ihren ein-
fachen und selbstjustierenden Aufbau, und zum anderen durch ihre gute Reproduzierbarkeit
der Kalibrierungskurven. Die Konstruktion der Meßröhren hat den Vorteil einer einwand-
freien Justierung der Elektroden, die auch bei Auswechslern einer Elektrode gewährleistet
ist. Die Ionisationsmanometerröhren sind ohne Änderung der Elektrodenjustierung bis 400° C
ausheizbar und die Elektroden sind durch einfachen Stromdurchgang zu entgasen. Der Meßbe-
reich der Ionisationsmanometerröhre gestattet eine breite Überlappung mit dem Meßbereich
von BAYARD-ALPERT-Röhren. Durch die Verwendung von Edelmetallkathoden (Platin, Rhodium)
können auch chemisch aktive Gase gemessen werden. Ein Röntgenstrom [16, 24] konnte nicht
nachgewiesen werden. Der von der Kathode emittierte Ionenstrom wird durch geeignete Potential-
einstellung bei der Vierdraht-
röhre von den Ionenkollektoren abgehalten. Die mittlere Lebens-
dauer einer Wolframkathode beträgt für Wasserstoff bei etwa 1 Torr Druck über 400 Stunden.
Es empfiehlt sich auch bei Edelgasen Edelmetallkathoden zu verwenden, da sich bei Drücken
über 1 Torr geringe Sauerstoffverunreinigungen in den Gasen stark in der Lebensdauer einer
Wolframkathode bemerkbar machen. Die von PENCHKO, RAFAL'SON und TSYMBEROV [13] angegebene
Formel

$$\frac{I^+}{I^-} = S \cdot p^n \quad (2)$$

konnte bestätigt werden, jedoch hängt n bei der Vierdraht-
röhre und bei der Schaltung 1 der
Sechsdraht-
röhre von den verwendeten Potentialen ab (Abschnitt 3.1.4), so daß bei geeigneter
Potentialeinstellung $n = 1$ in einem weiten Druckbereich erreichbar ist. Meßbereich und Line-
arität der Kalibrierungskurven in Fig. 18 sind etwa das Optimum des mit einer Vierdraht-
röhre Erreichbaren. Die Kalibrierungskurven beider Schaltungen der Sechsdraht-
röhre können durch
andere geometrische Anordnung der Elektroden noch verbessert werden. (Anhang 5.1).

Eine prinzipielle Schranke für die Druckmessung mit Ionisationsmanometern ist durch die freie
Weglänge der Elektronen bei Drücken über einigen Torr gegeben: Ein linearer Zusammenhang
zwischen Elektronenemissionsstrom, durch Elektronenstoß erzeugtem Ionenstrom und Gasdruck
ist nur gewährleistet, solange die mittlere freie Weglänge der Elektronen größer ist als
der halbe Anoden-Kathoden-Abstand der Ionisationsmanometerröhre. Wird die mittlere freie
Weglänge kleiner als der halbe Anoden-Kathoden-Abstand (höherer Druck), dann treten mit
steigendem Druck zwei Effekte auf: Zunächst können die aus der Kathode emittierten Elektronen
auf ihrem Weg zur Anode mehrmals ionisieren, und auch die durch Ionisation entstandenen
Elektronen können ihrerseits Ionen erzeugen. Das hat zur Folge, daß der Ionenstrom stärker
ansteigt als der Druck. Wird der Druck weiter erhöht, d. h. die mittlere freie Weglänge der

Elektronen weiter verringert, dann erreichen die Elektronen zwischen zwei Stößen nicht mehr genügend Energie um ionisieren zu können. Die Elektronen erleiden schon bei verhältnismäßig kleinen Energien inelastische Stöße mit Gasatomen oder -molekülen und geben dabei ihre Energie ab ohne zu ionisieren. Der Ionenstrom nimmt zunächst langsamer zu als der Druck und fällt schließlich sogar wieder ab. Bei einigen Zehntelmillimeter Anoden-Kathoden-Abstand (kleinere Abstände sind mechanisch nicht herstellbar) heißt das, daß mit Ionisationsmanometern bis zu einigen Torr gemessen werden kann. Für höhere Drücke müssen andere Meßprinzipien angewendet werden (Alphatron, Membranmanometer usw.).

Linearität der Kalibrierungskurven im Bereich von 10^{-5} bis zu einigen Torr (mit geringen Abweichungen im 10^{-1} Torr-Bereich, Vierdrahrtröhre), gute Reproduzierbarkeit der Meßwerte auch nach Auswechseln einer Elektrode und eine einfache Handhabung ermöglichen die Anwendung der beschriebenen Ionisationsmanometerröhren auf den verschiedensten Gebieten der Physik.

Herrn Dr. von Gierke danken wir für die stets wohlwollende Förderung dieser Arbeit. Herrn Dr. K.H. Geissler und Herrn Dr. B.M.U. Scherzer sind wir für Diskussionsbeiträge zu Dank verpflichtet.

5. ANHANG

5.1 Erweiterung des Meßbereichs der Sechsdrahrtröhre

Die Kalibrierungskurven beider Schaltungen der Sechsdrahrtröhre können durch andere geometrische Anordnung der Elektroden verbessert werden. Insbesondere kann der Meßbereich der Sechsdrahrtröhre in Schaltung 2 erweitert und können die Abweichungen der Kalibrierungskurven von der Linearität verringert werden:

- a) Durch die Verkleinerung der Anoden-Kathoden-Abstände kann der Druckmeßbereich zu höheren Drücken hin erweitert werden.
- b) Durch Vergrößerung des Abstandes zwischen den beiden Hilfselektroden kann der Elektronenemissionsstrom aus der Kathode vergrößert werden, d. h. der Meßbereich der Sechsdrahrtröhre wird zu kleineren Drücken hin erweitert. Dabei ist fraglich, ab welchen Drücken ein Röntgenstrom als untere Druckmeßgrenze auftritt.
- c) Durch Verändern des Abstands zwischen den beiden Anoden kann erstens die Steigung der Kalibrierungskurven im $\log(I^+/I^-)$ - $\log p$ -Diagramm beeinflußt werden und zweitens können damit wahrscheinlich auch die Abweichungen von der Linearität verringert werden.

5.2 Aufbau der Ionisationsmanometerröhren im Detail

Die Konstruktion der Ionisationsmanometerröhren hat sich mechanisch gut bewährt, daher wird ihr Aufbau im Folgenden näher beschrieben.

Auf eine Keramikscheibe (Al 23) mit 36 mm Außendurchmesser und 5 mm Dicke, ist ein nach Fig. 4 oder Fig. 5 gestaltetes V2A-Blech aufgelötet (Stärke des Blechs 0,2 mm). Zentriert in der Mitte des Elektrodenbleches und ausgerichtet nach den nach außen weisenden Armen, werden vier oder sechs Löcher (0,2 mm Durchmesser) mit einem diagonalen Abstand von 0,8 mm bzw. 0,9 mm gebohrt. Anschließend werden die Elektrodenhalterungen durch zwei oder drei 0,2 mm breite Schlitzte voneinander getrennt. Die fertige Meßröhre besteht aus zwei Keramikscheiben, die durch drei Bolzen im Abstand von 3 cm gehalten werden (Elektrodenbleche nach außen, Fig. 2 bzw. Fig. 3). Vier oder sechs Elektrodendrähte (Durchmesser 0,1 mm) werden durch die Bohrung in den Elektrodenhalterungen gezogen und jeweils auf einer Seite mit einer 0,2 mm starken und etwa 1,5 mm breiten Wolframfeder gespannt. Durch diese Konstruktion sind die Elektrodenabstände auch bei Auswechseln eines Elektrodendrahtes sehr genau festgelegt.

5.3 Messungen zur Ionenemission aus der Kathode

Nach MINTURN, DATZ und TAYLOR [16] gibt es im wesentlichen drei Charakteristiken für die Ionenemission aus Wolfram:

- a) Zunächst fällt der emittierte Ionenstrom rasch ab, bis alle Natriumionen ausgeschieden sind, dann bleibt der Ionenstrom etwa konstant und besteht hauptsächlich aus K^+ -Ionen.
- b) Die Emission der Ionen erfolgt in einzelnen Ausbrüchen deren Stärke und Aufeinanderfolge für die jeweilige Temperatur des Wolframs charakteristisch ist.
- c) Die Stärke des emittierten Ionenstroms, gemittelt über die einzelnen Ausbrüche, ist eine Funktion der Temperatur des Wolframdrahtes.

Hinzu kommt noch

- d) Der massenspektrometrische Nachweis der emittierten Ionen.

Die Tatsache, daß der Störstrom, der in Röhrencharakteristiken bei kleinen Drücken immer wieder auftritt, tatsächlich durch aus der Kathode emittierte Ionen erzeugt wird, geht aus Fig. 12 und Fig. 13 hervor. Erhöht man nämlich die Spannung zwischen Anode und Kathode bzw. zwischen Hilfselektroden und Kathode, dann wird nach Fig. 6 a und b) auch der Potentialwall zwischen der Kathode und den Ionenkollektoren höher. Mit der Höhe des Potentialwalls nimmt aber der Störstrom ab. Die aus der Kathode emittierten Ionen können nicht mehr zu den Ionenkollektoren fließen. Da der durch Ionisation entstehende Ionenstrom bei niederen Drücken kleiner als 10^{-13} A wird, der aus der Kathode emittierte Ionenstrom aber bei gleichem Druck etwa 10^{-9} A beträgt, ist ein beträchtlicher Effekt zu erwarten.

5.3.1 Zeitliches Verhalten des emittierten Ionenstroms

Es wurden Messungen in Sauerstoff- und Edelgasatmosphäre mit der in Fig. 22 angegebenen Schaltung der Vierdrahtionisationsmanometerröhre durchgeführt. Die Kathode liegt auf

einem Potential von + 45 V, während die anderen drei Elektroden als Ionenkollektoren auf Erdpotential liegen. Der Ionenstrom wurde mit einem Cary 31 Vibrating Reed Electrometer gemessen.

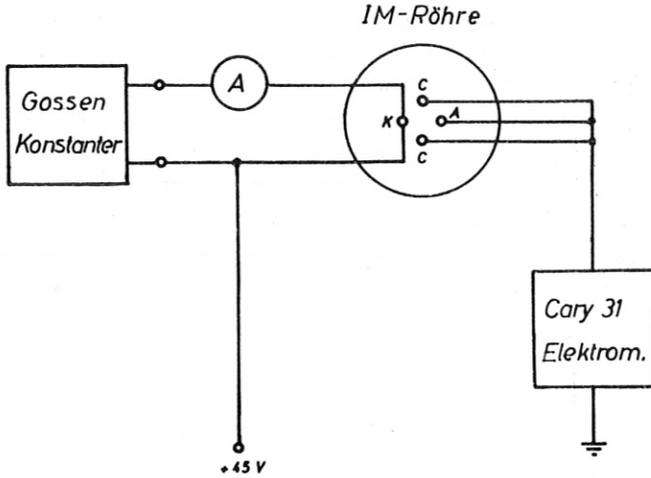


Fig. 22 Blockschaltbild der Vierdrahtionisationsmanometerröhre zum Nachweis des aus der Kathode emittierten Ionenstroms

Der Ionenstrom fällt zunächst in etwa zwei Stunden von etwa 10^{-9} A auf einige 10^{-11} A ab und bleibt dann annähernd konstant. Während der ersten zwei Stunden werden hauptsächlich Na^+ -Ionen emittiert. Der K^+ -Ionenstrom bleibt während der gesamten Lebensdauer der Kathode erhalten. Fig. 23 zeigt das Kurzzeitverhalten des emittierten Ionenstroms, das charakteristisch ist für die jeweilige Drahttemperatur. In

Fig. 23 a) sieht man deutlich, daß die Ionen in diskreten Ausbrüchen von kurzer Dauer emittiert werden, Fig. 23 b) zeigt dagegen bei relativ niederen Drahttemperaturen, daß die Ausbrüche oft gleichzeitig erfolgen.

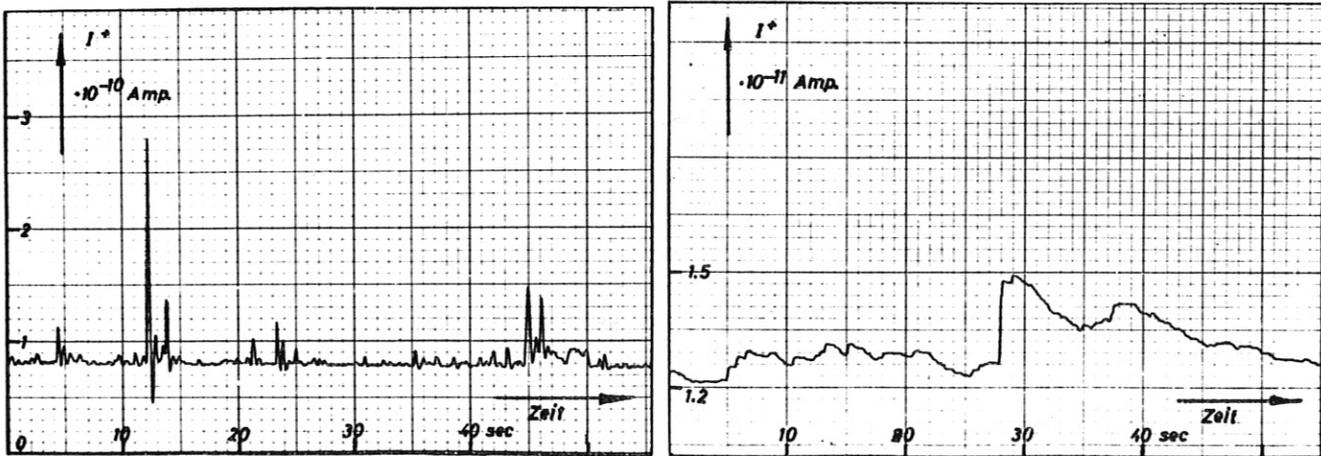


Fig. 23

Kurzzeitverhalten des aus der Kathode emittierten Ionenstroms

a) bei 1870° K Kathodentemperatur

b) bei 1670° K Kathodentemperatur

5.3.2 Ionenemission als Funktion der Kathodentemperatur

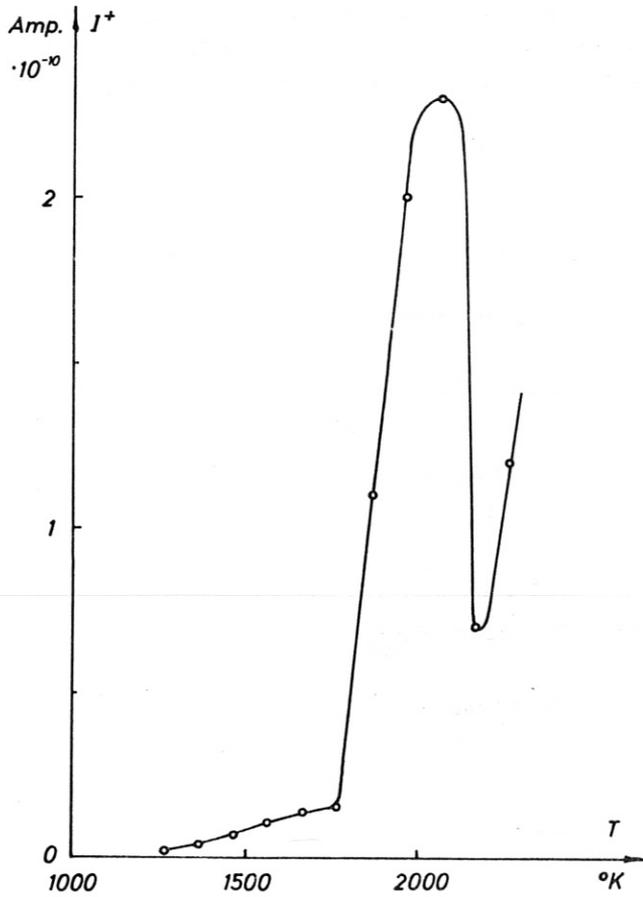


Fig. 24 zeigt in Übereinstimmung mit [17] das Verhalten des Ionenstroms als Funktion der Drahttemperatur. Die Meßpunkte wurden durch Mittellung über die Ionenstromamplituden bei der jeweiligen Drahttemperatur bestimmt. Der Ionenstrom zeigt bei 2072° K ein Maximum. Diese maximale Ionenemission tritt ein, wenn die Drahtoberfläche etwa von einer monomolekularen Schicht adsorbierten Sauerstoffs bedeckt ist. Wird die Temperatur weiter gesteigert, nimmt die Bedeckung der Oberfläche und damit die Ionenemission wieder ab. Oberhalb 2200° K beginnt die Emission stark anzusteigen.

Fig. 24 Der Ionenstrom als Funktion der Kathodentemperatur.

5.3.3 Massenspektrometrischer Nachweis der emittierten Ionen

Mit einem neu entwickelten Weitwinkelmassenspektrometer (BLAUTH, WEISSMANN [27]) konnten Na^+ -, K^+ -, Ca^+ - und Al^+ -Ionen nachgewiesen werden. Fig. 25 zeigt drei Massenspektren eines Wolframdrahtes. Die drei Spektren wurden in einem zeitlichen Abstand von jeweils 10 Minuten von oben nach unten aufgenommen. Es zeigt sich, daß die Zusammensetzung des emittierten Ionenstroms sowohl von der Kathodentemperatur als auch von der Brenndauer der Kathode abhängt. Es ist bemerkenswert, daß zusätzlich zu Na- und K-Ionen auch Ca- und Al-Ionen emittiert werden.

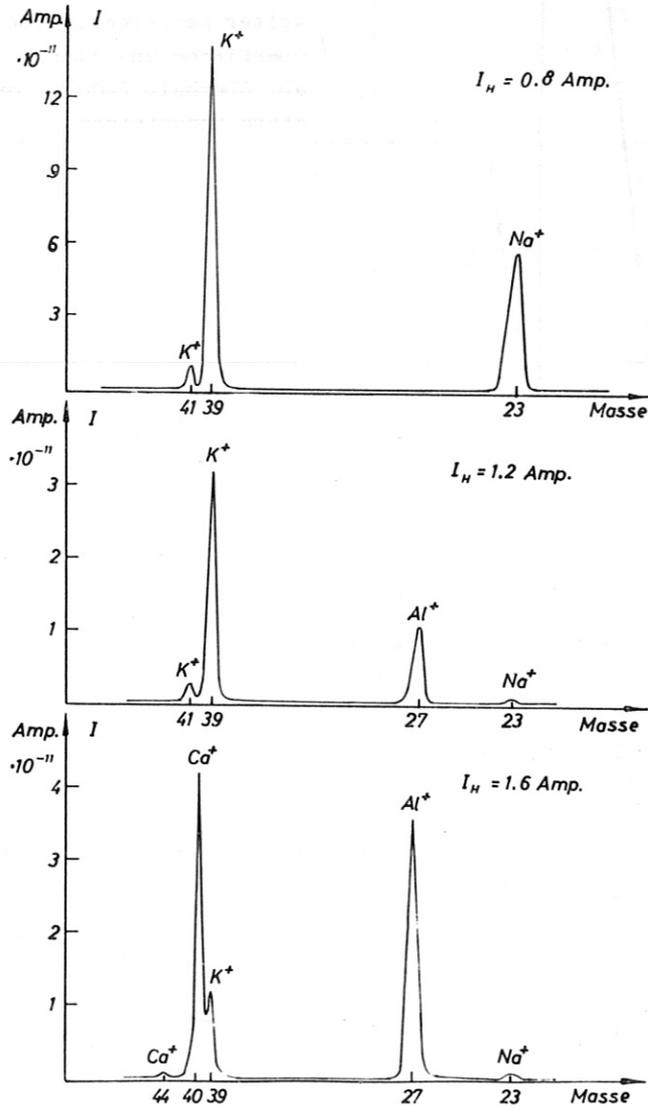


Fig. 25 Drei Massenspektren eines Wolframdrahtes aufgenommen in einem zeitlichen Abstand von jeweils 10 Minuten, von oben nach unten (Aufgenommen von Herrn Weißmann mit einem neuentwickelten Weitwinkelspektrometer [27]).

5.4 Symbole und Abkürzungen

A	Anode
Ar	Argon
C	Ionenkollektor
G	Gitter
H	Hilfselektrode
H ₂	Wasserstoff
He	Helium
I ⁺	Ionenstrom
I ⁻	Elektronenemissionsstrom
I _H	Kathodenheizstrom
IM	Ionisationsmanometer
K	Kathode
KF	Kühlfalle
Kr	Krypton
m	Anzahl der Meßwerte
n	Steigung der Kalibrierungskurven
N ₂	Stickstoff
p	Druck
S, S', S ₁	Empfindlichkeit der Ionisationsmanometerröhre
T	Kathodentemperatur
U _{AC}	Spannung zwischen Anode und Ionenkollektor
U _{AK}	Spannung zwischen Anode und Kathode
U _{HK}	Spannung zwischen Hilfselektroden und Kathode
U _{KC}	Spannung zwischen Kathode und Ionenkollektor
V	Ventil
W	Standardabweichung

6. Literatur

- [1] O.E. BUCKLEY, Proc. Nat. Acad. Sci. USA 2, 683 (1916)
- [2] S. DUSHMAN, "Scientific Foundations of Vacuum Technique", I. Wiley and Sons, New York (1949)
- [3] R. JAECKEL, "Kleinste Drucke, ihre Messung und Erzeugung", Springer Verlag, Berlin (1950)
- [4] J.H. LECK "Pressure Measurements in Vacuum Systems", The Institute of Physics, London (1957)
- [5] R.T. BAYARD, D. ALPERT, Rev. Sci. Instr. 21, 571 (1950)
- [6] G.J. SCHULZ, A.V. PHELPS, Rev. Sci. Instr. 28, 1051 (1957)
- [7] F. KOHLRAUSCH "Praktische Physik", Bd. 1, 286 (1960)
- [8] GEOPHYSICS CORPORATION OF AMERICA, Final Report 158 (1960)
- [9] E.A. VALSAMAKIS, Rev. Sci. Instr. 37, 1318 (1966)
- [10] R.L. SMALL, Rev. Sci. Instr. 39, 256 (1968)
- [11] G. HINZPETER, Exper. Techn. d. Phys. 8, 89 (1960)
- [12] B.M.U. SCHERZER, E.W. BLAUTH, E.H. MEYER, IPP-Bericht 2/5 (1961)
- [13] E.A. PENCHKO, A.E. RAFALSON, M. Ya. TSYMBEROV, Pripor. Tekh. Eksp. 1, 146 (1964) (transl. Instrum. Exp. Tech.)
- [14] I.S. CLEAVER, J. Sci. Instr. 44, 969 (1967)
- [15] W.L. WALTERS, J.H. CRAIG Jr., J. Vac. Sci. Tech., 5, 152 (1968)
- [16] P.A. REDHEAD, Vac. Symp. Trans. 108 (1960)
- [17] R.E. MINTURN, S. DATZ, E.H. TAYLOR, J. Appl. Phys. 31, 876 (1960)
- [18] A. RIDDOCH, J.H. LECK, Proc. Phys. Soc. 72, 467 (1958)
- [19] E. Ya. ZANDBERG, N.I. IMOV, Dokl. Akad. Nauk SSSR, 141, Nr. 1 139 (1961)
- [20] W. LOTZ, IPP-Bericht 1/50 (1966)
- [21] H.S.W. MASSEY, E.H.S. BURHOP "Electronic and Ionic Impact Phenomena" Oxford (1956)
- [22] L.J. KIEFFER, G.H. DUNN, Rev. Modern Phys. 38, 1 (1966)
- [23] G.J. SCHULZ, J. Appl. Phys. 28, 1149 (1957)
- [24] P.A. REDHEAD, Rev. Sci. Instr. 31, 343 (1960)
- [25] D.G. BILLS, Jour. Vac. Sci. Tech. 4, No. 4 (1966)
- [26] DIN 1319 "Grundbegriffe der Meßtechnik" (1963)
- [27] E.W. BLAUTH, R. WEISSMANN, IPP-Bericht 2/74 (1969)
E.W. BLAUTH, R. WEISSMANN, International Conference on Mass Spectroscopy, Kyoto 1969, to be published.