Mikrotechnologische Strukturen zur Bestimmung druckabhängiger Gaseigenschaften für Anwendungen in der Vakuummesstechnik

Dissertation

zur Erlangung des Akademischen Grades Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

der Technischen Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

Florian Dams

REGENSBURG

2015

1. Gutachter:

Prof. Dr. Franz Faupel

2. Gutachter:

Prof. Dr. Rupert Schreiner

Datum der mündlichen Prüfung: 30. Oktober 2015

Kurzfassung

In der Vakuumtechnik müssen unterschiedliche Messverfahren eingesetzt werden, um den Druck in einem großen Druckbereich zu bestimmen, womit Bedarf sowohl an einer Messbereichserweiterung, als auch an einer Reduzierung der Gasartabhängigkeit der einzelnen Verfahren besteht. Da MEMS-basierte Sensorelemente zudem in weiteren Anwendungsbereichen eingesetzt werden könnten, wurden für die gängigsten Messverfahren die Auswirkungen einer Miniaturisierung theoretisch untersucht.

Aus einem vereinfachten eindimensionalen Modell der druckabhängigen Wärmeleitfähigkeit eines Gases konnte analytisch abgeleitet werden, dass die Sensitivität eines Wärmetransport-Vakuummeters von der Oberfläche des beheizten Filaments und dessen Abstand zur Wärmesenke abhängt, und nicht von den parasitären Wärmeverlusten. Diese Vorhersagen konnten an Sensorelementen mit Filamentoberflächen von 0.3 mm^2 bis 0.8 mm^2 und einer bzw. zwei Wärmesenken im Abstand von 150 µm, welche mittels Si-Bulk-Mikrotechnologie realisiert wurden, bestätigt werden. Im Konstant-Temperatur-Betriebsmodus umfasste der auflösbare, druckempfindliche Bereich bis zu acht Dekaden von 10^{-5} mbar bis 10^3 mbar.

Die Grundlage für ein miniaturisiertes Ionisations-Vakuummeter ist eine kalte Elektronenquelle, welche die durch Glühkathoden verursachten thermischen Störeffekte reduzieren würde. Als Basis hierfür wurden durch Kombination von Trockenätzung und thermischer Oxidation Feldemitter aus Si mit Verrundungsradien von etwa 20 nm und Höhen von 1,1 µm bis 2,5 µm realisiert. Die Emitterfelder wiesen eine große Anzahl an funktionsfähigen Emittern (>90 %), eine homogene Verteilung der Einsatzspannungen (Standardabweichung ≈ 25 %) und geringe Stromschwankungen (<1,5 %) beim Betrieb im für p-dotierte Si-Emitter typischen Sättigungsbereich auf.

Basierend auf einem System aus zwei Vakuummetern mit sich überlappenden Messbereichen, wobei einer der Messwerte gasartunabhängig ist, wurde ein Verfahren entwickelt, das es ermöglicht, Wärmetransport-Vakuummeter während der Messung softwaregestützt zu kalibrieren und somit die Gasartabhängigkeit von bis zu 50 % im Bereich von 10^{-3} mbar bis 10 mbar auf unter 10% zu reduzieren.

Abstract

In vacuum technology different measurement principles are necessary to determine pressure in a large pressure regime. Hence, an enlargement of the measuring range as well as a reduction of the gas-species dependency of the particular principles is needed. Due to the additional application areas of MEMS-based sensing elements, the effects of miniaturization on the most established principles were theoretically studied.

From a simplified one-dimensional model for the pressure dependent thermal conductivity of a gas was analytically derived that the sensitivity of thermal conductivity vacuum gauges is dependent on the surface of the heated filament and its distance to the heat sink, but not to the parasitic heat losses. These predictions were experimentally proven with sensor elements with filament surfaces ranging from 0.3 mm^2 to 0.8 mm^2 facing one or two heat sinks in a distance of 150 µm. These chips, which were fabricated by silicon technology, showed in a constant temperature operating mode a sensitivity on pressure that was detectable within up to eight orders of magnitude in a range from 10^{-5} mbar to 10^3 mbar.

The basic structure for a miniaturized ionization gauge is a cold electron source that reduces thermal perturbation effects caused by the conventional thermionic cathode. Therefore Si-based field emission cathodes with apex radii of about 20 nm and heights of 1.1 µm to 2.5 µm were realized by a combination of reactive ion etching and thermal oxidation. The emitter arrays showed a high number of working emitters (>90 %), a homogeneous distribution of the turn-on voltages (standard deviation ≈ 25 %) and low current fluctuations (<1.5 %) when operated in a saturation regime that is typical for p-doped silicon field emitter.

Based on a system of two vacuum gauges with overlapping measurement ranges, a procedure was developed to calibrate a thermal conductivity gauge during the measurement on the signal of a gas-species independent gauge. By this automated calibration procedure the gas-species dependency of up to 50 % in a pressure regime of 10^{-3} mbar to 10 mbar was reduced to less than 10 %.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung			1	
	1.1.	Definition Vakuum und Druckbereiche		1	
	1.2.	Totaldruckmessung			
	1.3.	Miniaturisierung von Vakuummetern			
	1.4.	Ziele d	ler Arbeit	6	
2.	Prin	zipien :	zur Messung niedriger Gasdrücke	7	
	2.1.	Theore	etische Beschreibung eines verdünnten Gases	7	
		2.1.1.	Modell des idealen Gases	7	
		2.1.2.	Mikroskopisches Druckmodell – Modell von Kröning	10	
	2.2.	Gaseigenschaften zur Druckbestimmung		11	
		2.2.1.	Direkte Druckmessung	13	
			2.2.1.1. Mechanische Wirkung einer Druckdifferenz	13	
			2.2.1.2. Radiometereffekt \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots	14	
		2.2.2.	Indirekte Druckmessung	18	
			2.2.2.1. Wärmeleitfähigkeit	18	
			2.2.2.2. Ionisierbarkeit	23	
	2.3. Miniaturisierbarkeit der Sensorprinzipien			25	
		2.3.1.	Mechanisches Membran-Vakuummeter	25	
		2.3.2.	Knudsen-Vakuummeter	27	
		2.3.3.	Wärmetransport-Vakuummeter	29	
		2.3.4.	Ionisations-Vakuummeter	35	
	2.4.	hl der zu miniaturisierenden Sensorprinzipien	39		

3.	Min	iaturisi	ertes Wä	rmetransport-Vakuummeter	41	
	3.1.	Realisierung der mikrotechnologischen Strukturen				
		3.1.1.	Stand de	er Forschung und Technik	41	
		3.1.2.	Front-End-Prozess		44	
			3.1.2.1.	Herstellungsprozess für die Filamentstruktur	45	
			3.1.2.2.	Hybrid-Prozess zur Symmetrisierung und Kapselung	50	
		3.1.3.	Back-En	d-Prozess	55	
	3.2.	Charakterisierung der Sensorchips				
		3.2.1.	Messaufbauten		57	
			3.2.1.1.	Hochvakuum-Messstand \ldots	57	
			3.2.1.2.	Digitalelektronische Komponenten	59	
		3.2.2.	Analoge	Ansteuerelektronik für den CT-Betriebsmodus	61	
			3.2.2.1.	Funktionsprinzip der Schaltung	63	
			3.2.2.2.	Dimensionierung der Schaltung	65	
		3.2.3.	Versuchsaufbau und -ablauf			
			3.2.3.1.	Temperaturverhalten der Widerstände	67	
			3.2.3.2.	Versuchsaufbau für druckabhängige Messungen $\ .$	68	
			3.2.3.3.	Gewinnung und Aufbereitung der Messdaten	69	
		3.2.4.	Vergleic	h der geometrischen Varianten	71	
			3.2.4.1.	Einfluss der Filamentoberfläche	71	
			3.2.4.2.	Einfluss der Symmetrie	75	
			3.2.4.3.	Einfluss des parasitären thermischen Leitwerts	78	
		3.2.5.	Einfluss	des Betriebsmodus auf die Sensoreigenschaften $\ . \ . \ .$	82	
			3.2.5.1.	Zeitlich konstante elektrische Größen	82	
			3.2.5.2.	Zeitlich konstante Temperatur	86	
			3.2.5.3.	Dynamischer Betrieb	86	
	3.3.	. Schlussfolgerungen				
4.	Siliz	ium-ba	sierte Fe	Idemissionskathoden	89	
	4.1.	r mikrotechnologischen Strukturen	89			
		4.1.1.	Stand de	er Forschung und Technik	89	
			4.1.1.1.	Feldemission aus Halbleitern	90	

			4.1.1.2.	Herstellungsmöglichkeiten Si-basierter Feldemitter	91
		4.1.2.	Front-Er	nd Prozess	95
	4.2. Charakterisierung der Kathoden				
		4.2.1.	Messgerä	ite und Datenauswertung	100
			4.2.1.1.	Feldemissions-Rastermikroskop der BU Wuppertal .	100
			4.2.1.2.	Versuchsablauf und Datenaufbereitung	101
		4.2.2.	Diskussi	on der Messergebnisse	103
			4.2.2.1.	Homogenität der Emissionskathoden	103
			4.2.2.2.	Einfluss der Substratdotierung und Emitterform	106
			4.2.2.3.	Stabilität des Emissionsstroms	109
	4.3.	Schlus	sfolgerung	gen	111
5.	Kali	brierun	g gasarta	bhängiger Vakuummeter	113
	5.1.	Mathe	matische	Beschreibung der Gasartabhängigkeit	116
	5.2.	Impler	nentierun	g eines automatischen Kalibrierverfahrens	118
		5.2.1.	Hardwar	ekomponenten	118
		5.2.2.	Software	komponenten	120
			5.2.2.1.	Ablaufsteuerung	120
			5.2.2.2.	Datenaufbereitung	122
			5.2.2.3.	Messwertaufzeichnung	123
			5.2.2.4.	Kurvenfit	124
			5.2.2.5.	Kalibrierung	125
	5.3.	Charal	kterisieru	ng des Kalibrierverfahrens	125
6.	Zusa	ammen	fassung,	Ausblick und Anwendungen	129
Α.	Forn	nelzeicl	hen und .	Abkürzungen	135
	A.1.	Forme	lzeichen .		135
	A.2.	Abkür	zungen .		137
В.	Proz	esspar	ameter		139
	B.1.	Prozes	sbaustein	e	139
		B.1.1.	Lithogra	phie AZ5214 positiv	139

		B.1.2.	Lithographie AZ5214 negativ	140		
		B.1.3.	PECVD-Abscheidung Siliziumnitrid	141		
		B.1.4.	Feuchtoxidation Silizium	142		
		B.1.5.	RIE-Ätzung Siliziumnitrid/-oxid	142		
		B.1.6.	RIE-Ätzung Silizium	143		
		B.1.7.	TMAH-Ätzung Silizium	143		
		B.1.8.	Anodisches Bonden Glas - Silizium	144		
		B.1.9.	Kontaktierung mittels Ultrasonic-Wire-Bonden	144		
	B.2.	Prozes	sablaufplan Filamentstruktur	145		
	В.З.	Prozes	sablaufplan Hybridprozess	148		
	B.4.	Prozes	sablaufplan Feldemissionskathode	151		
C.	Abm	nessung	gen und Kenngrößen der realisierten Proben	153		
	C.1.	Wärme	etransport-Vakuummeter	153		
	C.2.	Felden	nissionskathoden	155		
D.	Quellcode					
	D.1.	Scilab-	Script Wärmetransport-Vakuummeter	156		
	D.2.	Scilab-	Script Feldemissionskathoden	158		
Lit	Literaturverzeichnis Publikationsliste Danksagung					
Pu						
Da						
Er	Erklärung					

1. Einleitung

1.1. Definition Vakuum und Druckbereiche

Der Begriff "Vakuum" bezeichnet nach einer Definition der American Vacuum Society (AVS) von 1958 einen gasgefüllten Raum, in dem ein geringerer Gasdruck als der der Atmosphäre unter Normbedingungen, d. h. 1013,25 mbar bzw. eine Teilchendichte geringer als $2,5 \cdot 10^{25} \text{ m}^{-3}$ herrscht [Rot76]. Entgegen der eigentlichen lateinischen Bedeutung des Wortes "vacuum" ist selbst bei den niedrigsten technisch erzeugbaren Drücken ($\approx 10^{-14}$ mbar [Red99]) der evakuierte Raum, welcher auch als Rezipient bezeichnet wird, nicht vollständig leer.

Je nach Teilchendichte bzw. Druck sind die physikalischen Vorgänge im Gasraum durch die Interaktion der Teilchen untereinander oder durch Teilchenstöße mit den Behälterwänden dominiert. Basierend hierauf unterscheidet man insgesamt vier Druckbereiche [Rot76, Ede98]:

Im Grobvakuum, von Atmosphärendruck bis 1 mbar, ist die Teilchendichte so hoch, dass die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen gering ist und die meisten Interaktionen zwischen den Gasteilchen selbst stattfinden. Dieser Zustand wird als viskos bezeichnet.

Im Feinvakuum zwischen 1 mbar und 10^{-3} mbar finden in etwa gleich viele Zusammenstöße zwischen den Gasteilchen selbst und zwischen Gasteilchen und Behälterwänden statt. Dieser Zustand bildet einen Übergangsbereich zwischen viskosem und molekularem Verhalten. In beiden Bereichen ist ein Abpumpen des Rezipienten dadurch möglich, dass durch die Pumpe ein Sog erzeugt wird, welcher die Gasteilchen aus dem Volumen zur Pumpe befördert. Zudem bleibt in diesen beiden Druckbereichen die Gaszusammensetzung weitestgehend konstant.

Wegen der geringen Teilchendichte im Hochvakuum $(10^{-3} \text{ mbar bis } 10^{-7} \text{ mbar})$ ist die mittlere freie Weglänge in der Regel viel größer als die Abmessungen des Rezipienten. Die Gasteilchen interagieren somit größtenteils nur noch mit den Behälterwänden und der Gaszustand wird als molekular bezeichnet. Ein Abpumpen des Restgases ist folglich nur noch möglich, wenn die Gasteilchen bei ihrer Bewegung durch den Rezipienten in den aktiven Bereich der Vakuumpumpe gelangen. Weiterhin ist die Anzahl der an die Behälterwände adsorbierten Teilchen größer als die der Teilchen im Gasraum. Die Adsorbate bestehen zum Teil aus adsorbierten Teilchen aus dem Gasraum und zum Teil aus Wasser aus der ursprünglichen Atmosphäre. Da einerseits diese Adsorbate auch wieder desorbieren und andererseits unterschiedliche Gase unterschiedlich gut abgepumpt werden können [Jou10, S.404], ändert sich die Gaszusammensetzung mit abnehmendem Druck fortlaufend.

Im Bereich des Ultrahochvakuums, d. h. bei Drücken kleiner als 10^{-7} mbar, liegt die Zeit, in der eine Monolage an Adsorbaten auf einer sauberen Oberfläche aufgebaut wird, im Minutenbereich oder größer. Somit können die Eigenschaften von reinen Oberflächen experimentell untersucht werden. Das Restgas im Rezipienten besteht größtenteils nur noch aus leichten Gasen, wie H₂ und He, welche aus den Behälterwänden ausgasen.

1.2. Totaldruckmessung

Aufgrund der Ausdehnung des technischen Vakuumbereichs über viele Größenordnungen sind zur Messung des Totaldrucks je nach Druckbereich unterschiedliche Messverfahren notwendig [Jou10, S.505]. Diese Verfahren können in zwei Klassen unterteilt werden: Bei direkten Verfahren wird die Kraft gemessen, welche die Gasteilchen pro Fläche ausüben, wohingegen bei indirekten Verfahren eine von der Teilchendichte und somit vom Gasdruck abhängige Gaseigenschaft bestimmt wird [Ede98, S.237]. Diese Gaseigenschaft hängt im Allgemeinen zusätzlich von der Art der Restgases ab. Somit liefern indirekte Verfahren generell ein gasartabhängiges Signal, wohingegen direkte Verfahren ein gasartunabhängiges Signal liefern können.

Für die meisten vakuumtechnischen Anwendungen werden typischerweise drei, nachfolgend beschriebene Messverfahren eingesetzt. Neben diesen existieren eine Reihe weiterer Verfahren¹, die allerdings wesentlich unüblicher zum Einsatz kommen.

Im Grobvakuum kommen meist mechanische Messprinzipien (direkte Verfahren) zur Anwendung, bei denen z.B. die Verformung einer Membran aufgrund der Druckdifferenz zwischen dem Rezipienten und einem Referenzdruck gemessen wird. Je kleiner der zu messende Gasdruck wird, desto weniger ändert sich diese Druckdifferenz und dadurch auch die Verformung, wodurch die Änderung des Signals messtechnisch nicht mehr auflösbar ist. [Jou10, S.506ff]

Im Feinvakuum wird gängigerweise die Messung der druckabhängigen Wärmeleitfähigkeit des Gases (indirektes Verfahren) verwendet, da sich diese Gaseigenschaft in diesem Druckbereich am stärksten ändert. Der gängige Aufbau derartiger Sensoren besteht aus einem dünnen, geheizten Draht, welcher sich in dem zu messenden Gasraum befindet. Je nach Betriebsmodus wird entweder die an das Gas abgegebene Leistung oder die Drahttemperatur als Maß für die Wärmeleitfähigkeit des Gases und somit für den Druck verwendet. Da sich diese Messgröße proportional zum Gasdruck ändert, ist die Signaländerung bei Drücken unterhalb von 10^{-3} mbar bis 10^{-4} mbar so gering, dass sie nicht mehr auflösbar ist. [Ede98, S.255f]

Im Hoch- und Ultrahochvakuum wird der Druck typischerweise über die Ionisationsfähigkeit des Restgases bestimmt. Bei diesem indirekten Verfahren ionisieren freie Elektronen Gasteilchen des Restgases, welche an einer negativ geladenen Elektrode neutralisiert werden. Die Zahl der ionisierten Gasteilchen, und damit der gemessene Neutralisationsstrom hängt von der Dichte des Restgases ab und kann als Maß für den Druck verwendet werden [Jou10, S.551ff]. Dieses Verfahren eignet sich allerdings nur

¹Ein Überblick über weitere Messverfahren und den Druckbereichen, in denen sie angewendet werden können, ist beispielsweise in [Jou10, S.506] gegeben.

für Drücke unterhalb von 10^{-2} mbar, da durch die freien Ladungsträger bei höheren Drücken Gasentladungen gezündet werden würden [Rot76, S.309].

Im Hinblick auf die Verwendung dieser Messverfahren als Vakuummeter sind zur Verbesserung im besonderen zwei Ziele zu definieren: Erstens sollte der Messbereich der einzelnen Verfahren vergrößert werden, damit weniger Sensoren notwendig sind, um einen definierten Druckbereich abzudecken. Zweitens sollte die Gasartabhängigkeit der eingesetzten indirekten Verfahren reduziert bzw. eliminiert werden, um auch im Fein- und Hochvakuumbereich Vakuummeter mit gasartunabhängiger Druckanzeige zur Verfügung zu haben [ET08, S.506].

Weitere Verbesserungen, wie die Reduzierung des Energiebedarfs oder der Reaktionszeit spielen speziell in der Vakuumtechnik eine untergeordnete Rolle, da der Leistungsumsatz der Sensoren im Vergleich zu den Pumpsystemen gering ist und sich auch der zu messende Gasdruck meist nicht rapide ändert. Auch die Sensorabmessungen müssen nicht zwingend reduziert werden, da die Durchmesser der Anflanschungen aufgrund der Strömungsverhältnisse im Bereich einiger Zentimeter liegen müssen [WE04]. Die Abmessungen spielen insbesondere dann eine Rolle, wenn Sensoren direkt in ein verkapseltes Gehäuse integriert werden sollen, um den Innendruck zu überwachen [GD09].

1.3. Miniaturisierung von Vakuummetern

Eine Miniaturisierung von Vakuummetern ist somit nur dann sinnvoll, wenn sich dadurch klare Vorteile bezüglich der Messbereichserweiterung oder der Reduzierung der Gasartabhängigkeit ergeben. Bei den gängigen Messverfahren skaliert die Druckempfindlichkeit des Ausgangssignals direkt mit der Größe der Oberfläche (mechanische bzw. Wärmetransport-Vakuummeter) oder des Volumens (Ionisations-Vakuummeter) des Sensorelements. Eine starke Verkleinerung dieser Abmessungen würde somit zu einer geringeren Ausdehnung des Messbereichs als bei konventionell aufgebauten Sensoren führen [WE04, GD09]. Allerdings sind mit mikrotechnologischen Mitteln ähnliche

1. Einleitung

Abmessungen der druckempfindlichen Bereiche realisierbar, wie mit konventionellen Aufbauverfahren.

Ein entscheidender Vorteil der Mikrotechnologie ist der größere Spielraum in der geometrischen Ausführung von Strukturen. Beispielsweise ist bei konventionellen Wärmetransport-Vakuummetern durch den geheizten Draht die Größe der an das Restgas ankoppelnden Oberfläche direkt mit dem elektrischen Widerstand des Drahtes verknüpft. Durch geeignete Prozessgestaltung können bei einer miniaturisierten Ausführung diese beiden Größen weitgehend unabhängig voneinander gestaltet werden. Dies kann, je nach Betriebsmodus des Sensors, zu einem größeren elektrischen Ausgangssignal führen. Weiterhin können unerwünschte parasitäre Anteile (z.B. Wärmetransport im Festkörper oder durch Strahlung) im Sensorsignal durch geeignete Wahl des Konstruktionsmaterials, Mikrostrukturierung des Sensorelements oder zusätzliche Beschichtungen reduziert werden [VGM⁺13].

Prinzipiell ist es möglich, in ein miniaturisiertes Sensorelement mikroelektronische Komponenten für die Steuerungs- und Auswerteelektronik zu integrieren. Durch die kleinen Dimensionen ließen sich somit auch externe Störeinflüsse auf die kleinen analogen Signale reduzieren [WE04]. Elektrische Komponenten, beispielsweise zur Temperaturkompensation, welche möglichst nahe des sensitiven Elements sein und identische Temperaturgänge aufweisen sollten, können mikrotechnologisch relativ einfach realisiert werden. Weiterhin wäre prinzipiell auch eine Integration mehrerer Sensoren, welche unterschiedliche Messverfahren verwenden, in einem Chipgehäuse möglich. Vereinzelt existieren derartige Kombinations-Vakuummeter bereits auf dem Markt [GD09].

Durch die monolithische Integrierbarkeit miniaturisierter Sensorelemente ist es möglich, diese zur Drucküberwachung in gekapselten Bauteilen einzusetzen [GD09]. Ein weiterer Anwendungsbereich, der aufgrund des hohen Energiebedarfs mit konventionellen Sensoren nicht zugänglich ist, wäre beispielsweise die drahtlose Druckmessung in vakuumisolierten Containern oder Verpackungen [VM07]. Wegen des geringen Energiebedarfs miniaturisierter Sensorelemente werden derartige Verfahren bereits erfolgreich im Überdruckbereich z.B. bei Reifendrucksensoren im Automobil eingesetzt. Trotz der generellen Vorteile, die eine Miniaturisierung des Sensorelements mit sich bringen kann, ist zu prüfen, ob diese bei den einzelnen Messverfahren und im speziellen Anwendungsfall physikalisch sinnvoll bzw. möglich ist [WE04].

1.4. Ziele der Arbeit

Die Ziele der vorliegenden Arbeit sind wie folgt zu definieren:

Aufgrund der im vorangehenden Abschnitt genannten Vor- und Nachteile, die eine Miniaturisierung von Sensorelementen für die Vakuummesstechnik mit sich bringen können, ist die Eignung von verschiedenen gängigen oder vielversprechenden Totaldruckmessverfahren bezüglich deren Miniaturisierbarkeit theoretisch zu untersuchen.

Auf Basis dieser Erkenntnisse sollen zwei Verfahren ausgewählt werden, bei denen eine Messbereichserweiterung durch die gezielte Miniaturisierung zu erwarten ist. Hierfür sollen entsprechende mikrotechnologische Prozesse zur Realisierung entwickelt und die Strukturen anschließend bezüglich ihrer Eigenschaften als Totaldrucksensoren charakterisiert werden.

Zur Reduzierung der Gasartabhängigkeit von indirekten Messverfahren soll ein Kombinations-Vakuummeter, bestehend aus einem gasartunabhängigen und einem gasartabhängigen Vakuummeter, aufgebaut werden. Die Gasartabhängigkeit soll über ein zu realisierendes, softwaregestütztes Verfahren während der Messwertausgabe reduziert bzw. eliminiert werden.

2. Prinzipien zur Messung niedriger Gasdrücke

2.1. Theoretische Beschreibung eines verdünnten Gases

2.1.1. Modell des idealen Gases

Zur theoretischen Betrachtung der physikalischen Vorgänge im Gasraum im Vakuumbereich kann das Restgas meist hinreichend genau mit dem Modell des idealen Gases beschrieben werden. Diesem Modell liegen eine Reihe von Annahmen der kinetischen Gastheorie zu Grunde [Rot76, S.16]:

Die Gasteilchen – sowohl Atome als auch Moleküle – werden als ausdehnungslose Massepunkte angenommen. Während ihrer ungeordneten, statistischen Bewegung durch das zur Verfügung stehende Volumen stoßen sie nur ideal elastisch mit anderen Gasteilchen oder den Behälterwänden. Die Teilchengeschwindigkeiten sind wegen der ständigen elastischen Stöße statistisch verteilt und folgen einer Maxwell-Boltzmann-Verteilung. Zur Beschreibung der Gesamtheit aller Teilchen muss über diese Verteilungsfunktion gemittelt werden. Die mittlere Teilchengeschwindigkeit \overline{v}^{-1} beträgt nach [Jou10, S.35]:

$$\overline{v} = \sqrt{\frac{8}{\pi} \frac{k_B T}{m}} \tag{2.1}$$

 $^{^1\}mathrm{Die}$ verwendeten Formelzeichen und Konstanten sind in Anhang A.1 aufgelistet.

Hängt der betrachtete Vorgang vom Quadrat der Teilchengeschwindigkeit ab, so berechnet sich der Mittelwert des Geschwindigkeitsquadrates nach [Ede98, S.28] zu:

$$\overline{v^2} = 3 \ \frac{k_B T}{m} = \frac{3\pi}{8} \ \overline{v}^2 \tag{2.2}$$

Die mittlere Teilchengeschwindigkeit ist somit von der Absoluttemperatur T des Gases und der Masse m der einzelnen Gasteilchen abhängig.

Die Anzahl der Teilchen, die ein Flächenelement pro Zeiteinheit durchdringen, wird Flächenstoßrate j_A genannt und berechnet sich, unter Berücksichtigung auch nicht senkrecht durchtretender Teilchen, nach [Ede98, S.30f] zu:

$$j_A = \frac{1}{4} \ n \ \overline{v} \tag{2.3}$$

Da die Gasteilchen keine Kräfte aufeinander ausüben, bewegen sie sich in den Zeiträumen zwischen zwei Stößen auf geradlinigen Bahnen. Ein Teilchen, das sich durch ein Kontinuum identischer, ruhender Teilchen mit einer Geschwindigkeit v bewegt und einen Wirkungsquerschnitt σ besitzt, stößt nach der Zeit ∂t mit einem anderen Teilchen zusammen, falls sich in einem Zylinder mit dem Volumen $\sigma \cdot v \partial t$ genau ein anderes Teilchen befindet (siehe Abb. 2.1). Ein Teilchen kann sich somit eine Strecke $v \partial t$ ohne Zusammenstoß bewegen. Diese Strecke ist definiert als mittlere freie Weglänge Λ und berechnet sich in einem Gas der Teilchendichte n zu:

$$\Lambda = \frac{1}{\sigma n} \tag{2.4}$$

Der Radius des Wirkungsquerschnittes entspricht dem gaskinetischen Stoßdurchmesser ϕ , da sich für einen Stoß die Mittelpunkte beider Teilchen auf diesen Abstand annähern müssen (siehe Abb. 2.1).

Berücksichtigt man, dass sich die anderen Teilchen ebenfalls mit der gleichen mittleren Geschwindigkeit bewegen, muss Gl. 2.4 um einen Faktor $\sqrt{2}$ korrigiert werden [Ede98, S.35] und die mittlere freie Weglänge berechnet sich somit zu:

$$\Lambda = \frac{1}{\sqrt{2}\pi\phi^2 n} \tag{2.5}$$



Abb. 2.1.: Darstellung eines Gasteilchens, dass sich nach einem Zusammenstoß bei t = 0 eine Strecke Λ bewegt und mit einem anderen gleichartigen, bewegten Gasteilchen bei $t = \partial t$ zusammenstößt. Der Durchmesser des Wirkungsquerschnittes σ ist doppelt so groß wie der gaskinetische Stoßdurchmesser ϕ der Teilchen.

Die mittlere freie Weglänge kann als Maß zur Abgrenzung verschiedener Zustände der Transporteigenschaften eines Gases verwendet werden. Sind die Behälterdimensionen wesentlich größer als die mittlere freie Weglänge, so interagieren die Gasteilchen größtenteils nur mit sich selbst und kaum mit den Behälterwänden. Dieser Zustand wird als viskoser Zustand bezeichnet. Ist A wesentlich größer als die Behälterdimensionen, agieren die Teilchen meist nur mit den Wänden, was den sog. molekularen Zustand auszeichnet, der bei niedrigen Drücken auftritt. Bei Transportvorgängen, wie z.B. Impuls- oder Wärmetransport, sind diese im molekularen Bereich proportional zur Gasdichte, wohingegen sie im viskosen Bereich fast unabhängig von der Gasdichte sind. [Jou10, S.41f]

Die mittlere freie Weglänge liegt selbst bei hohen Teilchendichten beispielsweise im Grobvakuum bei knapp 100 nm, was im Vergleich zu den Abmessungen der Gasteilchen sehr groß ist. Somit nehmen die Gasteilchen nur einen kleinen Teil des gesamten Gasvolumens ein und können in guter Näherung als ausdehnungslose Massepunkte beschrieben werden [Jou10, S.55]. Deshalb ist das Modell des idealen Gases bei Drücken im Vakuumbereich gut anwendbar, um die physikalischen Eigenschaften des Restgases zu beschreiben. Da in diesem Modell die Wechselwirkung der Teilchen untereinander, z. B. durch Van-der-Waals-Kräfte vernachlässigt wird, ergeben sich teilweise Abweichungen zwischen den theoretischen Vorhersagen und gemessenen Werten. Falls nötig werden die Modelle durch Korrekturfaktoren (z. B. Sutherland-Modell oder Akkommodationskoeffizient) verfeinert [Jou10, S.55ff]. Bei der Messung druckproportionaler Größen ist meist nur die qualitative Abhängigkeit des Sensorsignals vom Druck von Interesse. Deshalb ist in den meisten Fällen das einfache, analytisch lösbare Modell des idealen Gases ausreichend, um die Zusammenhänge hinreichend genau zu beschreiben.

2.1.2. Mikroskopisches Druckmodell – Modell von Kröning

Der Gasdruck selbst entsteht durch die Stöße der Gasteilchen mit den Behälterwänden. Das vereinfachte Modell von Kröning legt identische Gasteilchen der Masse mzugrunde, die bei einer Kollision mit einer ebenen, glatte Behälterwand der Fläche A elastisch reflektiert werden [Jou10, S.31f]. Ausgehend von Teilchen, die mit einer Geschwindigkeit v ausschließlich senkrecht auf die Behälterwand auftreffen, wird auf die Wand pro Stoß ein Impuls von 2 m v übertragen. Aufgrund der statistischen Bewegung der Gasteilchen treffen ¹/₆ aller Teilchen aus einem Volumen $A v \partial t$ pro Zeiteinheit ∂t auf der Wand ein [Rot76, S.44]. Das Produkt aus dieser Teilchenzahl und dem Impulsübertrag eines Teilchens ergibt unter Berücksichtigung der Teilchendichte n den gesamten Impulsübertrag ∂p_{GW} der Gasteilchen auf die Wand:

$$\partial p_{GW} = 2 \ m \ v \cdot \frac{1}{6} \cdot n \cdot A \ v \ \partial t \tag{2.6}$$

Daraus ergibt sich wegen des zweiten newtonschen Axioms die gesamte Kraft F auf die Wand zu:

$$F = \frac{\partial p_{GW}}{\partial t} = \frac{1}{3} \ n \ m \ A \ v^2 \tag{2.7}$$

Nach Mittelung über die Geschwindigkeitsverteilung der Gasteilchen (Gl. 2.2) folgt hieraus für die Kraft auf die Behälterwand:

$$F = \frac{1}{3} n m A \overline{v^2} = n k_B T A$$
 (2.8)

Obwohl die Kraft die Folge eines Impulsübertrages von Teilchen ist, ist diese unabhängig von der Teilchenmasse, da die Geschwindigkeit der Teilchen bei gleicher Temperatur mit ihrer Masse abnimmt (vgl. Gl. 2.2).

Bei der Herleitung von Gl. 2.8 wurde vereinfachend angenommen, dass die Gasteilchen nur senkrecht mit den Behälterwänden zusammenstoßen. Korrekterweise müsste man bei der Anzahl der auftreffenden Teilchen und beim Impulsübertrag eines Einzelteilchens (Gl. 2.6) auch nicht senkrechte Geschwindigkeitskomponenten berücksichtigen. Die korrekte Herleitung [Ede98, S.31f] liefert allerdings das selbe Ergebnis, wie die hier angeführte vereinfachte Variante.

Der Druck ist definiert als Kraft, die senkrecht pro Flächeneinheit wirkt. Der Zusammenhang zwischen Druck p, Kraft F und Teilchendichte n ergibt sich somit aus Gl. 2.8 zu:

$$p = \frac{F}{A} = n \ k_B \ T \tag{2.9}$$

Der Druck hängt, wie die Kraft, nicht von der Masse der Teilchen, sondern nur von ihrer Dichte und der Temperatur ab. Da keine weiteren gasartspezifischen Größen eingehen, ist der Druck eine gasartunabhängige Größe.

Aus Gl. 2.9 kann die thermische Zustandsgleichung idealer Gase und deren Spezialfälle abgeleitet werden. Sie wird deshalb auch als eine der Grundgleichungen der kinetischen Gastheorie bezeichnet.

2.2. Gaseigenschaften zur Druckbestimmung

Messmethoden zur Totaldruckbestimmung werden in zwei Klassen unterteilt: direkte und indirekte Verfahren. Direkte Verfahren basieren auf einer Messung der Kraft, die durch das Gas auf eine bestimmte Fläche ausgeübt wird. Über die Definitionsgleichung des Druckes (linker Teil von Gl. 2.9) wird auf diesen rückgeschlossen. Indirekte Verfahren hingegen basieren auf der Bestimmung physikalischer Eigenschaften des Gases, welche von der Teilchendichte abhängen [Jou10, S.505]. Über den rechten Teil von Gl. 2.9 wird damit auf den herrschenden Gasdruck rückgerechnet. Eine schematische Einteilung der häufigsten Druckmessmethoden und ihrer physikalischen Prinzipien ist in Abb. 2.2 gegeben.



Abb. 2.2.: Einteilung der häufigsten Totaldruck-Messverfahren und ihrer zu Grunde liegenden physikalischen Prinzipien.

Zur Unterteilung werden stets leicht variierende Kriterien verwendet, bzw. Messverfahren unterschiedlichen Kategorien zugeordnet (vgl. [Rot76, Ede98, Jou10]). Die hier gewählte Unterscheidung basierend auf der Grundgleichung der kinetischen Gastheorie macht auch insofern Sinn, da sämtliche direkten Messmethoden ein gasartunabhängiges Signal liefern können, wohingegen indirekte Messverfahren diese Eigenschaft nicht aufweisen.

2.2.1. Direkte Druckmessung

Unter direkter Druckmessung versteht man Messprinzipien, bei denen die durch das Gas ausgeübte Kraft auf eine definierte Fläche bestimmt wird. Der Druck wird somit direkt über seine Definitionsgleichung (Gl. 2.9) gemessen. Wie in Abschnitt 2.1.2 gezeigt wurde, ist die, durch den Impulsübertrag der Gasteilchen auf eine Fläche entstehende Kraft, unabhängig von der Art des Gases. Deshalb liefern auch die Messverfahren, welche auf der Messung dieser Kraft basieren, bei entsprechender Ausführung ein gasartunabhängiges Signal.

Zu unterscheiden sind prinzipiell zwei Ausführungsformen:

- Die Ursache der Kraft ist eine Druckdifferenz zwischen zwei Oberflächen eines Körpers, welcher entweder eine Membran oder eine Flüssigkeitssäule ist. Dies ruft eine Verformung der Membran oder eine Verschiebung der Flüssigkeitssäule hervor, welche gemessen wird (Mechanische Vakuummeter).
- Durch eine Temperaturdifferenz zwischen zwei Oberflächen eines Körpers kann durch die auftreffenden Gasteilchen ebenfalls eine gasartunabhängige Kraft erzeugt werden (Radiometereffekt). Die daraus resultierende Auslenkung des Körpers kann als Maß für den herrschenden Druck verwendet werden (Knudsen-Vakuummeter).

2.2.1.1. Mechanische Wirkung einer Druckdifferenz

Mechanische Vakuummeter basieren auf dem Prinzip, dass durch eine Druckdifferenz zwischen zwei Oberflächen eines Körpers dieser durch die wirkende Kraft entweder verformt oder verschoben wird. Der Körper kann entweder ein Festkörper (meist eine Membran) sein, welcher durch die Kraftwirkung deformiert wird [Jou10, S.506ff], oder eine Flüssigkeitssäule, die in einem Rohr verschoben wird [Ede98, S.243f]. Dieser Körper trennt den zu messenden Gasraum von einer Kammer, in der sich ein Gas unter einem definierten Referenzdruck befindet, ab. Zur Messung von Absolutdrücken muss dieser Referenzdruck im Idealfall Null sein, bzw. einige Größenordnungen unterhalb der Auflösungsgrenze des Vakuummeters liegen [Jou10, S.517]. Flüssigkeiten als trennendes Medium eignen sich nur im Grobvakuum nahe des Atmosphärendrucks, da wegen des hohen Dampfdrucks von Flüssigkeiten diese als Dampf in das zu messende Gas übertreten. Deshalb wird in den meisten Fällen eine dünne Membran als Trennkörper verwendet (Membran-Vakuummeter), die durch die wirkende Kraft aufgrund der Druckdifferenz zwischen beiden Kammern deformiert wird. Die Deformation der Membran, welche wegen des Hook'schen Gesetzes bei einer rein elastischen Verformung proportional der einwirkenden Kraft ist, wird meist kapazitiv oder resistiv gemessen. Diese ist nach Gl. 2.8 nicht von der Gasart abhängig. Bei temperierten Membranen tritt im Feinvakuumbereich bedingt durch thermische Transpiration eine leichte Gasartabhängigkeit im Bereich weniger Prozent auf [Jou10, S.142f].

Die maximale Auslenkung z_{max} einer isotropen, quadratischen Membran mit einer Fläche A und einer Dicke d, die zwei Kammern trennt, zwischen denen eine Druckdifferenz Δp herrscht, berechnet sich bei nicht zu großen Durchbiegungen nach [Heu91, S.29] zu:

$$z_{max} = \frac{3}{2\pi^2} \cdot \frac{1-\nu^2}{E} \cdot \frac{A^2}{d^3} \cdot \Delta p \tag{2.10}$$

Die Dynamik und die Messbereichsgrenzen sind somit durch die Geometrie und die elastischen Eigenschaften der Membran (Elastizitätsmodul E und Querkontraktionszahl ν) definiert. Großflächige und dünne Membranen sind sehr empfindlich und eignen sich somit zur Messung niedriger Drücke. Allerdings führen größere Druckdifferenzen zu einer zu starken Verformung der Membran, wodurch die Dynamik selbst bei hochwertigen, kapazitiven Membranmanometern auf etwa drei Größenordnungen beschränkt ist [Ede98, S.240f]. Dickere Membranen eignen sich zu Druckmessungen im Grobvakuumbereich, allerdings liegt die untere Messbereichsgrenze bei einigen Millibar, da bei kleineren Drücken die wirkende Kraft nicht mehr ausreicht, um die Membran messbar zu verformen.

2.2.1.2. Radiometereffekt

Basierend auf der Arbeit von M. Knudsen [Knu10] wird aufgrund einer Temperaturdifferenz zwischen zwei Oberflächen eines Körpers durch die auftreffenden Gasteilchen eine druckabhängige Kraft erzeugt. Die irreführende Bezeichnung "Radiometereffekt" ist historisch bedingt, da man bei der Entdeckung des Effektes davon ausging, dass die Kraft durch elektromagnetische Strahlung bzw. die Interaktion der Photonen mit den Oberflächen hervorgerufen wird [Bü01].

Nachfolgend soll analog zu [Knu10, DS12] der Radiometereffekt betrachtet werden, der bei genügend geringem Druck, d. h. im molekularen Zustand des Gases, an einer allgemeinen Anordnung (siehe Abb. 2.3) mit vier Oberflächen unterschiedlicher Temperatur auftritt. Zwischen den Oberflächen befinde sich ein Gas, welches unter einem Druck p steht, bei dem die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen deutlich größer als der Abstand der Oberflächen ist.



Abb. 2.3.: Für den Radiometereffekt relevante Teilchengeschwindigkeiten und Impulsüberträge bei vier Oberflächen mit den Temperaturen T_0 , T_1 , T_2 und T_3 . Der mittlere Quader stellt einen beweglichen Körper dar.

Da die Teilchen des Restgases im molekularen Gaszustand nahezu nur noch mit den Oberflächen wechselwirken, erreichen die Oberflächen mit den Temperaturen T_1 bzw. T_2 Teilchen mit den Geschwindigkeiten v_3 bzw. v_0 von den entsprechenden gegenüberliegenden Oberflächen. Diese Gasteilchen werden kurz an die Oberfläche adsorbiert, nehmen dort kinetische Energie auf bzw. geben diese ab, und desorbieren kurze Zeit später wieder mit einer Geschwindigkeit v_1 bzw. v_2 [Jou10, S.380f]. Im statischen Zustand kann dieser Vorgang rein über den Impulserhaltungssatz beschrieben werden, da die Energie, die von einer der Oberflächen des bewegten Körpers aufgenommen wird, im thermischen Gleichgewicht auf der anderen Seite vollständig wieder abgegeben wird. Nach dem Impulserhaltungssatz überträgt ein, in Abb. 2.3 von links kommendes Teilchen den Impuls p_{31} und ein von rechts kommendes Teilchen den Impuls p_{02} auf den beweglichen Körper.

$$p_{31} = m(v_3 + v_1) \qquad p_{02} = m(v_0 + v_2) \qquad (2.11)$$

Analog zu den Überlegungen² aus Abschnitt 2.1.2 treffen in einem Zeitintervall ∂t im Mittel ¹/₆ aller Teilchen aus einem Quader mit dem Volumen $A \ v \ \partial t$ auf eine Fläche der Größe A. Das Quadervolumen multipliziert mit der Teilchendichte n ergibt die Anzahl aller auftreffenden Teilchen. Für den Impulsübertrag auf die Oberfläche mit der Temperatur T_2 gilt somit:

$$\partial p_{02} = \frac{1}{6} Am (v_0^2 n_0 + v_2^2 n_2) \partial t \tag{2.12}$$

Analoges gilt für die den Impulsübertrag ∂p_{31} auf der linken Seite.

Die Radiometerkraft F_{RM} , welche hier im zeitlichen Mittel positiv nach rechts wirken soll, berechnet sich damit zu:

$$F_{RM} = \frac{\partial p_{31}}{\partial t} - \frac{\partial p_{02}}{\partial t}$$
(2.13)

Mit dem Ansatz aus Gl. 2.12 und nach Mittelung über die Geschwindigkeitsverteilung der Teilchen (Gl. 2.2) gilt:

$$F_{RM} = \frac{1}{6} Am \left(\overline{v_3^2} n_3 + \overline{v_1^2} n_1 - \overline{v_0^2} n_0 - \overline{v_2^2} n_2 \right) = \frac{\pi}{16} Am \left(\overline{v_3^2} n_3 + \overline{v_1^2} n_1 - \overline{v_0^2} n_0 - \overline{v_2^2} n_2 \right)$$
(2.14)

Die Produkte $n_i \cdot \overline{v}_i$ entsprechen Teilchenstromdichten. Da sich an den Oberflächen keine Gasteilchen anhäufen, müssen die Teilchenstromdichten gleich groß sein und es gilt:

$$n_0\overline{v}_0 = n_2\overline{v}_2 = n_3\overline{v}_3 = n_1\overline{v}_1 \tag{2.15}$$

²Hier müssten ebenfalls Geschwindigkeitskomponenten, die nicht parallel zu den Raumachsen sind, berücksichtigt werden. Wie in Abschnitt 2.1.2 liefert die korrekte Herleitung die gleichen Ergebnisse wie die vereinfachte.

Somit kann Gl. 2.14 umformuliert werden zu:

$$F_{RM} = \frac{\pi}{16} A m n_0 \left(\overline{v}_0 \ \overline{v}_3 + \overline{v}_0 \ \overline{v}_1 - \overline{v}_0^2 - \overline{v}_0 \ \overline{v}_2 \right)$$
(2.16)

Weiterhin wird angenommen, dass der Druck p im Großteil des Gefäßes durch Gasteilchen bestimmt wird, die sich mit einer Geschwindigkeit v_0 bewegen, welche über die Maxwell-Boltzmann-Verteilung mit der Temperatur T_0 verknüpft ist. Mit den Gleichungen 2.1 und 2.9 für die mittleren Teilchengeschwindigkeiten und die Teilchendichte n_0 ergibt sich die Radiometerkraft F_{RM} allgemein zu:

$$F_{RM} = \frac{1}{2} A p \left(\sqrt{\frac{T_3}{T_0}} + \sqrt{\frac{T_1}{T_0}} - \sqrt{\frac{T_2}{T_0}} - 1 \right)$$
(2.17)

Die Radiometerkraft ist bei niedrigen Drücken proportional zum Gasdruck p und nicht von der Gasart abhängig. Sie würde sich somit als direktes Sensorprinzip für ein gasartunabhängiges Vakuummeter im Fein- bis Hochvakuumbereich eignen. Vakuummeter, die auf dem Radiometereffekt basieren, werden als Knudsen-Vakuummeter bezeichnet.

Bei der Herleitung des Radiometereffekts wurde vorausgesetzt, dass alle auf einer Oberfläche auftreffenden Teilchen mit einer Wärmeenergie entsprechend der Oberflächentemperatur reemittiert werden. Der thermische Akkommodationskoeffizient α_T , welcher das Verhältnis von tatsächlich übertragener Wärmeenergie zu bzw. von der Oberfläche zum idealen Wärmeübertrag beschreibt, wurde folglich mit dem Zahlenwert 1 angenommen. Der Akkommodationskoeffizient berechnet sich nach [Ber85, S.129] zu:

$$\alpha_T = \frac{T_{\text{reemittiert}} - T_{\text{auftreffend}}}{T_{\text{Oberfläche}} - T_{\text{auftreffend}}}$$
(2.18)

Dieser Wert ist jedoch von der Gasart und dem Oberflächenmaterial abhängig und im Realfall nicht gleich eins. Daraus folgt, dass Gl. 2.17 entsprechend modifiziert werden muss. Für die Kraft F_{02} der rechten Wand auf die rechte Seite des in Abb. 2.3 dargestellten, beweglichen Körpers ergibt sich nach [Smo11]:

$$F_{02} = \frac{1}{2} A p \left(1 + \frac{\alpha_{T0} - \alpha_{T2}}{\alpha_{T2} + \alpha_{T0} - \alpha_{T0}\alpha_{T2}} \right) \left(\sqrt{\frac{T_2}{T_0}} - 1 \right)$$
(2.19)

Für die Kraft F_{31} und somit auch für F_{RM} gilt analoges. Somit ist der Radiometereffekt bei genauer Betrachtung im Allgemeinen doch gasartabhängig. Falls die Oberflächen jedoch aus dem gleichen Material bestehen, also $\alpha_{T0} = \alpha_{T2}$ und $\alpha_{T3} = \alpha_{T1}$ gilt, hebt sich die Gasartabhängigkeit auf, da sowohl an den beweglichen als auch an den festen Oberflächen der gleiche verminderte Wärmeübertrag stattfindet [Knu11].

2.2.2. Indirekte Druckmessung

Messverfahren, die den Druck auf indirekte Weise bestimmen, verwenden physikalische Eigenschaften eines Gases, welche von der Teilchendichte abhängen. Über die Grundgleichung der kinetischen Gastheorie (Gl. 2.9) kann damit auf den Druck geschlossen werden. Die gängigsten Verfahren sind Messungen der Gaseigenschaften Wärmeleitfähigkeit und Ionisierbarkeit. Allen indirekten Verfahren ist gemein, dass das Messsignal nicht nur von der Teilchendichte, sondern auch von der Art des zu messenden Gases abhängt.

2.2.2.1. Wärmeleitfähigkeit

Bei der theoretischen Beschreibung der Wärmeleitung in Gasen wird meist zwischen dem viskosen und dem molekularen Zustand des Gases unterschieden. Das Modell, welches die Wärmeleitfähigkeit in beiden Gaszuständen und im Übergangsbereich zwischen beiden beschreibt, wurde 1911 von M. v. Smoluchowski [Smo11] entwickelt und basiert auf einem Temperatursprung, welcher an der Grenzfläche zwischen einer festen Oberfläche und einem Gasraum, in dem ein Temperaturgradient herrscht, auftritt.

Man betrachtet einen mit Gas gefüllten Raum, der durch zwei planparallele Platten mit den Oberflächentemperaturen T_1 und T_0 im Abstand *d* begrenzt wird (siehe Abb. 2.4).

Ein Gasteilchen mit einer Masse m und einer spezifischen Wärmekapazität c trägt, abhängig von seiner Position z, eine Wärmeenergie Q von:

$$Q = m \ c \ T(z) \tag{2.20}$$



Abb. 2.4.: Temperaturprofil T(z) in einem mit Gas gefüllten Raum zwischen zwei planparallelen, unendlich ausgedehnten Platten im Abstand d mit den Oberflächentemperaturen T_1 und T_0 . An den Grenzflächen zwischen Gas und Platten bildet sich ein Temperatursprung der Höhe ΔT_S aus.

Da Gasteilchen bei elastischen Stößen untereinander Impuls austauschen, und ihre Geschwindigkeit und Temperatur über Gl. 2.1 miteinander verknüpft sind, wird bei einem Zusammenstoß auch Wärmeenergie transportiert. Somit transportiert ein Gasteilchen durch einen Querschnitt senkrecht zum Temperaturgradienten Wärmeenergie, die von der Temperatur an dem Ort abhängt, an welchem es zuletzt mit einem anderen Gasteilchen zusammengestoßen ist. Dieser ist eine mittlere freie Weglänge Λ von der Querschnittsfläche entfernt. Die Wärmestromdichte in positive z-Richtung q_+ , welche sich aus der Wärmeenergie eines einzelnen Teilchens multipliziert mit der Flächenstoßrate (Gl. 2.3) berechnet, beträgt:

$$q_{+} = \frac{m \ c \ n \ \overline{v}}{4} \ T(z - \Lambda) \tag{2.21}$$

Analoges gilt für die Wärmestromdichte q_{-} in negative z-Richtung:

$$q_{-} = \frac{m \ c \ n \ \overline{v}}{4} \ T(z + \Lambda) \tag{2.22}$$

Die resultierende Wärmestromdichte q in positive z-Richtung berechnet sich somit zu:

$$q = q_{+} - q_{-} = \frac{m \ c \ n \ \overline{v}}{4} \cdot 2\Lambda \cdot \left[\frac{T(z - \Lambda) - T(z + \Lambda)}{2\Lambda}\right]$$
(2.23)

Der Ausdruck in rechteckigen Klammern entspricht dem homogenen Temperaturgradienten $-\partial T/\partial z$, der im Gas herrscht. Gl. 2.23 kann damit formuliert werden als:

$$q = -\frac{m\ c\ n\ \overline{v}\ \Lambda}{2} \cdot \frac{\partial T}{\partial z} \tag{2.24}$$

Eine gesonderte Betrachtung ist für die Randbereiche bei z = 0 und z = d durchzuführen. In erster Näherung findet an den Plattenoberflächen ein vollständiger Energieaustausch mit den Gasteilchen statt, d. h. der Akkommodationskoeffizient α_T wird mit einem Zahlenwert von 1 angenommen. Somit tragen Gasteilchen, welche die Platten verlassen, eine Wärmeenergie, die von der jeweiligen Wandtemperatur abhängt.

In Analogie zu den Verhältnissen im Zwischenraum (vgl. Gln. 2.21, 2.22 und 2.23) ergibt sich für die Wärmestromdichte q_1 und q_0 direkt an den Platten:

$$q_1 = \frac{m \ c \ n \ \overline{v}}{4} \cdot \left[\ T_1 - T(\Lambda) \right]$$
(2.25)

$$q_0 = \frac{m \ c \ n \ \overline{v}}{4} \cdot \left[\ T(d - \Lambda) - T_0 \ \right]$$
(2.26)

Diese beiden Wärmestromdichten, welche den Platten ab- bzw. zufließen, müssen gleich der Wärmestromdichte q im Inneren des gasgefüllten Raumes sein. Somit errechnen sich die Temperaturen an den Orten, die je eine mittlere freie Weglänge von den Platten entfernt sind, über die Gleichungen 2.24, 2.25 und 2.26 zu:

$$T(\Lambda) = 2\Lambda \frac{\partial T}{\partial z} + T_1 \tag{2.27}$$

$$T(d - \Lambda) = -2\Lambda \frac{\partial T}{\partial z} + T_0$$
(2.28)

Aufgrund des homogenen Temperaturgradientenfeldes kann zwischen den Punkten bei $z = \Lambda$ und $z = d - \Lambda$ ein lineares Temperaturprofil angenommen werden, dessen Steigung dem Temperaturgradienten $\partial T/\partial z$ entspricht.

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{T(d-\Lambda) - T(\Lambda)}{d - 2\Lambda}$$
(2.29)

Durch Einsetzen der Gleichungen 2.27 und 2.28 berechnet sich der Temperaturgradient im gasgefüllten Raum zu:

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{T_0 - T_1}{d + 2\Lambda} \tag{2.30}$$

Es stellt sich somit im Gasraum ein Temperaturprofil ein, welches sich makroskopisch gesehen bei einem um 2A vergrößerten Plattenabstand ergeben würde. Dadurch bildet sich im Temperaturprofil an der Grenzfläche zwischen dem Gas und den Plattenoberflächen eine Unstetigkeit mit einem Temperatursprung ΔT_S aus (vgl. Abb. 2.4), welcher sich mit zunehmender mittleren freien Weglänge vergrößert. Der Temperatursprung ist der Tatsache geschuldet, dass Gasteilchen die Platten mit einer Wärmeenergie, die von der Plattentemperatur abhängt, verlassen und nicht, wie es bei einer Querschnittsfläche im Zwischenraum möglich ist, mit höheren oder niedrigeren Energien (vgl. Gln. 2.21 und 2.22).

Setzt man den Temperaturgradienten aus Gl. 2.30 in Gl. 2.24 ein, so berechnet sich die Wärmestromdichte durch den Gasraum zu:

$$q = -\frac{m\ c\ n\ \overline{v}\ \Lambda}{2} \cdot \frac{d}{d+2\Lambda} \cdot \frac{T_0 - T_1}{d}$$
(2.31)

Durch die allgemeine Wärmeleitungsgleichung sind Wärmestromdichte und Temperaturgradient über die Wärmeleitfähigkeit λ verknüpft [Ede98, S.47]:

$$q = -\lambda \cdot \operatorname{grad}(T) \tag{2.32}$$

Interpretiert man den Quotienten aus den makroskopisch direkt zugänglichen Größen Temperaturdifferenz zwischen den Platten zu Plattenabstand aus Gl. 2.31 als Temperaturgradient, so liefert ein Koeffizientenvergleich mit Gl. 2.32 und Einsetzen des Ausdrucks für Λ aus Gl. 2.5 die Wärmeleitfähigkeit λ des Gases:

$$\lambda = \frac{m \ c \ n \ \overline{v} \ \Lambda}{2} \cdot \frac{d}{d+2\Lambda} = \frac{m \ c \ \overline{v}}{4} \cdot \frac{d \ n}{1+\frac{\pi\sqrt{2}}{2}} \ \phi^2 \ d \ n$$
(2.33)

Befindet sich das Gas im viskosen Zustand, d. h. ist die mittlere freie Weglänge sehr viel kleiner als der Plattenabstand, so geht der Temperatursprung gegen Null. Die Wärmeleitfähigkeit im viskosen Zustand λ_v ergibt sich mittels Grenzwertbildung von Gl. 2.33 und ist bei hohen Teilchendichten unabhängig von n:

$$\lambda_v = \lim_{\Lambda \to 0} \lambda = \frac{1}{2\pi\sqrt{2}} \cdot \frac{m \ c \ \overline{v}}{\phi^2} \tag{2.34}$$

Im molekularen Gaszustand, d. h. wenn die mittlere freie Weglänge sehr viel größer als der Plattenabstand ist, können sich die Gasteilchen ohne Zusammenstöße mit anderen Gasteilchen direkt von einer Platte zur anderen bewegen. Somit wird keine Wärmeenergie mehr zwischen den Teilchen ausgetauscht, und es befinden sich im Gasraum in erster Näherung nur Teilchen, welche Wärmeenergien entsprechend der Oberflächentemperaturen T_1 und T_0 tragen. Das Temperaturprofil ist dann lediglich eine Konstante beim Mittelwert aus beiden Oberflächentemperaturen. Die Wärmeleitfähigkeit im molekularen Zustand λ_m ergibt sich aus der Grenzwertbildung für $\Lambda \to \infty$ von Gl. 2.33 und ist direkt proportional zur Teilchendichte n.

$$\lambda_m = \lim_{\Lambda \to \infty} \lambda = \frac{1}{4} \ m \ c \ \overline{v} \ d \cdot n \tag{2.35}$$

In Abb. 2.5 sind die Temperaturprofile im Gasraum für den viskosen und molekularen Zustand und des Übergangsbereichs zwischen beiden, und die Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Teilchendichte dargestellt.

Die Gleichungen für λ_v und λ_m sind Grenzfälle der aus dem Temperatursprungmodell hergeleiteten Gleichung für λ , welche die Wärmeleitfähigkeit für beliebige Teilchendichten beschreibt. Sie decken sich mit den in gängigen Fachbüchern [Dus66, Ede98, Jou10, Rot76] angegebenen Zusammenhängen.



Abb. 2.5.: Temperaturprofil (links) und Wärmeleitfähigkeit eines Gases in Abhängigkeit von der Teilchendichte (rechts) zwischen zwei planparallelen Platten im molekularen und viskosen Gaszustand und im Übergangsbereich.

Bei vorangegangener Herleitung wurde angenommen, dass zwischen den Oberflächen und den Gasteilchen ein idealer Wärmeübertrag stattfindet. Nimmt man jedoch an, dass nur ein Teil der Wärmeenergie zwischen beiden ausgetauscht wird, was durch den in Gl. 2.18 definierten Akkommodationskoeffizienten α_T beschrieben wird, so müssen die Wärmestromdichten an den Wänden q_1 und q_0 mit diesem Faktor multipliziert werden. Mit diesem modifizierten Ansatz ergibt sich für die Wärmeleitfähigkeit des Gases:

$$\lambda = \frac{m \ c \ n \ \overline{v} \ \Lambda}{2} \cdot \frac{d}{d + 2\Lambda \left(\frac{2}{\alpha_T} - 1\right)}$$
(2.36)

Die Wärmeleitfähigkeit ist in allen Gaszuständen von diversen gasartspezifischen Größen, wie z.B. der Teilchenmasse, der spezifischen Wärmekapazität oder dem Akkommodationskoeffizienten abhängig. Deshalb liefert ein Druckmessverfahren, das auf der Wärmeleitfähigkeit basiert, grundsätzlich einen Messwert, der nicht nur vom Gasdruck, sondern auch von der Gasart abhängt.

2.2.2.2. Ionisierbarkeit

Eine weitere druckabhängige Gaseigenschaft, welche zur indirekten Druckmessung verwendet werden kann, ist die Ionisierbarkeit des Restgases. Betrachtet man ein Elek-

tron, das sich durch ein Gas der Teilchendichte n bewegt, so besteht eine Wahrscheinlichkeit ι , dass pro Weglänge ein Gasteilchen ionisiert wird. Diese Wahrscheinlichkeit wird auch als Ionisierbarkeit bezeichnet und berechnet sich zu [Rot76, S.304]:

$$\iota = \sigma \cdot n \tag{2.37}$$

Der Wirkungsquerschnitt σ ist hierbei von der Elektronenenergie und der Art der Gasteilchen abhängig. Für die meisten Gase weist σ ein Maximum bei einer Elektronenenergie in der Größenordnung von 100 eV auf. [Jou10, S.547]

Die Ionisierbarkeit kann messtechnisch bestimmt werden, indem ein Elektronenstrom der Stromstärke I_e auf einer Strecke d durch ein Gas geführt wird. Die dabei entstehenden Restgasionen werden an einer negativ geladenen Elektrode neutralisiert und der hierzu notwendige Strom I_n gemessen, welcher als Maß für den Druck des Restgases dient. Unter der Annahme, dass alle Ionen beim Ionenfänger ankommen, berechnet sich I_n zu [Jou10, S.548]:

$$I_n = I_e \ d \ \iota = I_e \ d \ \sigma \cdot n \tag{2.38}$$

Das Verhältnis von Neutralisations- zu Elektronenstrom pro Druckeinheit wird als Empfindlichkeit S bezeichnet und berechnet sich mit Gl. 2.38 und Gl. 2.9 zu:

$$S = \frac{I_n}{I_e p} = \frac{d \sigma}{k_B T} \tag{2.39}$$

Solange der Druck niedrig genug ist, dass Wechselwirkungen der Ionen mit den nicht ionisierten Gasteilchen vernachlässigbar klein sind, bleibt S über den Druck konstant. Ein deutliches Absinken der Empfindlichkeit findet typischerweise im Übergangsbereich zwischen Hoch- und Feinvakuum statt. [Jou10, S.549f]

Ein auf diesem Prinzip funktionierendes Vakuummeter wird als Emissionskathoden-Ionisations-Vakuummeter bezeichnet. Die freien Elektronen werden mittels Glühemission erzeugt und zu einer Anode hin beschleunigt. Die entstandenen Ionen werden anschließend an einem Kollektor gesammelt und neutralisiert. Bezüglich der Elektrodengeometrie existieren verschiedene Ausführungsformen [Rot76, Ede98, Jou10], welche alle zum Ziel haben, eine möglichst große Empfindlichkeit zu erreichen und Sekundäreffekte³, welche die die untere Messbereichsgrenze negativ beeinflussen, zu reduzieren.

Die Sensitivität kann gesteigert werden, indem die Strecke *d*, auf welcher die Elektronen Gasteilchen ionisieren können, maximiert wird. Hierfür wird die Anode typischerweise als zylinderförmige Drahtstruktur ausgeführt, um die Elektronen auf möglichst langen Bahnen zwischen dem Innen- und Außenraum des Zylinders pendeln zu lassen. Sekundäreffekte, wie die Generierung von Ladungsträgern im Kollektor durch Röntgenphotonen, werden meist dadurch reduziert, dass der Kollektor möglichst kleinflächig, d. h. als Draht im Zentrum des Ionisationsraumes, ausgeführt wird (Bayard-Alpert-Ionisations-Vakuummeter) oder die Ionen über eine zusätzliche Elektrode aus dem Ionisationsraum extrahiert und dort an einem Kollektor gesammelt werden (Extraktor-Ionisations-Vakuummeter). [Rot76, Ede98, Jou10]

Der messbare Druckbereich liegt, je nach Ausführungsform im Bereich von 10^{-12} mbar bis 10^{-2} mbar [Jou10, S.551] und das Ausgangssignal ist, wegen der Gasartabhängigkeit von σ , abhängig von der Art des Restgases.

2.3. Miniaturisierbarkeit der Sensorprinzipien

2.3.1. Mechanisches Membran-Vakuummeter

Die Auslenkung der Membran und somit die Sensitivität eines Membran-Vakuummeters nimmt bei gegebener Druckdifferenz mit der Fläche der Membran zu und mit ihrer Dicke ab (vgl. Gl. 2.10). Zur Messung von Drücken in der Nähe des Atmosphärendrucks und darüber hinaus (p > 100 mbar) können die notwendigen kleinflächigen und dicken Membranen mikrotechnologisch einfach hergestellt werden.

Da bei der mikrotechnologischen Realisierung derartiger Sensoren für den tieferen Grob- bzw. Feinvakuumbereich die Membranflächen maximal einige mm² betragen

³Sekundäreffekte sind z.B. die Generierung von Ladungsträgern im Kollektor durch Röntgenphotonen, welche durch das Abbremsen der Elektronen bei Auftreffen auf die Elektroden entstehen.

können [WE04], muss die Membrandicke ebenfalls reduziert werden, um bei geringen Druckdifferenzen die nötige Empfindlichkeit zu erreichen. Die Herstellung solcher Membranen mit einigen Mikrometern Dicke ist durchaus möglich, allerdings ergeben sich dadurch diverse Probleme:

Um ein Driften des Signals aufgrund der thermischen Expansion bzw. Kontraktion des Gases in der Referenzkammer zu minimieren, muss dessen Druck möglichst gering sein, d. h. unter der Auflösungsgrenze des Sensors liegen [GHZ94, S.115]. Wegen der notwendigen geringen Dicke der Membran findet allerdings eine starke Permeation von Gasteilchen zwischen der Referenzkammer und dem zu messenden Gasraum statt [Rot76, S.161ff]. Da das Volumen der Referenzkammer in einem miniaturisierten Sensor sehr klein ist, beeinflusst bereits eine geringe Permeationsrate den Referenzdruck stark. Zu dessen Aufrechterhaltung muss deshalb ein Gettermaterial eingesetzt werden, das die eindringenden Gasmoleküle bindet [WE04]. Die mikrotechnologische Integration eines derartigen Materials erfordert allerdings eine aufwendige, hybride und dreidimensionale Prozessführung [RM05].

Um Einflüsse durch die Umgebungstemperatur, wie thermische Verformungen der Membran, zu reduzieren, müssen Membran-Vakuummeter für den Fein- und Hochvakuumbereich thermostatisiert werden. Durch den Temperaturunterschied zwischen den Gasteilchen im Rezipienten und denen im Vakuummeter tritt der Effekt der thermischen Transpiration auf. Wenn die Teilchen im molekularen Zustand nicht mehr direkt miteinander interagieren, stellen sich leicht unterschiedliche Drücke in den beiden Bereichen ein [JR87, Jou10, S.141ff]. Das Verhältnis beider Drücke ist unter anderem vom Temperaturverhältnis und der Art des Restgases abhängig und führt zu einer Gasartabhängigkeit des Sensorsignals unterhalb von ca. 1 mbar [Jit96]. Ein zusätzlicher Einfluss des Radiometereffekts ist nur zu erwarten, wenn durch Anflanschungen mit großen Durchmessern viele Teilchen aus dem Rezipienten direkt die Membran erreichen können. Dies kann aber durch dünne und lange Flanschverbindungen stark reduziert werden.

Eine Membran geringer Dicke verformt sich bei größeren Druckdifferenzen relativ stark. Dies wird meist dadurch begrenzt, dass die Membran ab einem bestimmten Druck in Kontakt mit dem Boden der Referenzkammer steht, wodurch die obere Messbereichsgrenze definiert wird. Deshalb lassen sich auch durch die Miniaturisierung keine Membran-Vakuummeter realisieren, deren Messbereich mehr als drei bis vier Größenordnungen des Drucks umfassen [WE04].

Die dargestellten prinzipiellen Grenzen eines Membran-Vakuummeters lassen sich auch trotz hochauflösender Messmethoden (z.B. kapazitive Messung der Membranverformung) durch eine Miniaturisierung nicht wesentlich erweitern.

2.3.2. Knudsen-Vakuummeter

Um die Radiometerkraft, welche die Messgröße eines Knudsen-Vakuummeters ist, zu maximieren, sind nach Gl. 2.17 zwei Möglichkeiten denkbar: Einerseits durch Vergrößerung der Oberfläche A des beweglichen Körpers und andererseits durch Vergrößerung der Temperaturunterschiede zwischen den Oberflächen.

Zudem lässt Gl. 2.17 prinzipiell zwei Varianten zu, um eine Radiometerkraft auf einen beweglichen Körper zu erzeugen: Die Oberflächentemperaturen T_1 und T_2 des beweglichen Körpers müssen sich unterscheiden (siehe Abb. 2.6a). Diese Variante eignet sich allerdings nicht, um einen großen Temperaturgradienten zu erzeugen, da dieser bei definiertem Leistungseintrag durch die Wärmeleitfähigkeit des verwendeten Materials und die Geometrie des Körpers begrenzt wird.



(a) Temperaturgradient $(T_1 > T_2)$ zwischen den Oberflächen des beweglichen Körpers.



(b) Temperaturunterschied $(T_3 > T_0)$ zwischen begrenzenden Oberflächen.



Die zweite Möglichkeit ist, einen Temperaturunterschied zwischen den beiden äußeren Oberflächen (T_3 und T_0) zu erzeugen (siehe Abb. 2.6b). Technisch ist diese Variante sehr viel einfacher zu realisieren, da durch die räumliche Trennung von warmer und kalter Oberfläche ein wesentlich größerer Temperaturunterschied als bei der ersten Lösung erreicht werden kann. Weiterhin ist der Betrag der Kraft auf den Körper unabhängig von dessen Temperatur, wenn $T_1 = T_2$ gilt. Es sollte somit ein Material sehr guter Wärmeleitfähigkeit verwendet werden und der bewegliche Körper zudem sehr dünn und großflächig sein.

Basierend auf dem Ansatz, die begrenzenden Oberflächen zu beheizen, wurden Mitte des 20. Jahrhunderts einige makroskopische Prototypen eines Knudsen-Vakuummeters konstruiert. Der bewegliche Körper wurde zylindrisch [KS44] oder scheibenförmig [BCC68] ausgeführt und über Torsionsstege gelagert. Die Radiometerkraft, welche ein Drehmoment auf diese Körper ausübt, wurde über einen Lichtzeiger gemessen. Um auch bei Drücken im Hochvakuum noch eine messbare Auslenkung zu erreichen, wurden die Stege so konstruiert, dass das rücktreibende Torsionsmoment sehr gering war. Die dadurch entstandene starke Vibrationsanfälligkeit wurde über eine induktive Dämpfung des beweglichen Körpers reduziert. Beide Prototypen erreichten eine untere Messbereichsgrenze von ca. 10^{-7} mbar und es konnte eine weitgehende Gasartunabhängigkeit der Sensorsignale nachgewiesen werden [BCC68].

Trotz dessen hat ein Knudsen-Vakuummeter nie das Prototypenstadium überschritten, was daran liegt, dass Vibrationen bei technischen Vakuumanlagen immer auftreten und eine Reduktion ihrer Auswirkungen auf das Messsignal nur mit sehr komplexen Aufbauten möglich ist [Ede98, S.263f]. Durch eine Miniaturisierung ist dieses Problem vom Grundsatz her nicht lösbar.

Da die Radiometerkraft direkt proportional zur wirksamen Oberfläche des beheizten Körpers ist und selbst bei makroskopischen Flächeninhalten sehr gering ist [DS12], würde diese durch eine Miniaturisierung noch zusätzlich verkleinert werden, was nur durch eine noch empfindlichere und vibrationsanfälligere Aufhängung kompensiert werden könnte. Mit den gängigen mikrotechnologischen Möglichkeiten wäre der notwendige, komplexe Aufbau eines miniaturisierten Knudsen-Vakuummeters nicht bzw. nur unter enormem Aufwand möglich.
2.3.3. Wärmetransport-Vakuummeter

Zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit eines Mediums ist es notwendig, einen Temperaturgradienten in diesem zu erzeugen. Hierzu wird eine beheizte Struktur verwendet, die in direktem Kontakt mit dem Medium steht. Wärmeenergie wird dann über das Medium (in diesem Fall das Restgas) von der beheizten Struktur zu einer gegenüberstehenden Oberfläche transportiert, welche sich auf einer niedrigeren Temperatur befindet (Wärmesenke).

Der thermische Leitwert G_{th} einer derartigen Anordnung kann, wenn der Körper elektrisch beheizt wird, durch Messung der umgesetzten Leistung P und der Übertemperatur ΔT mittels Gl. 2.40 bestimmt werden.

$$G_{th} = \frac{P}{\Delta T} \tag{2.40}$$

Betrachtet man einen einfachen Aufbau aus zwei planparallelen Oberflächen, wie in Abb. 2.7a dargestellt, wird Wärme auf drei Wegen an die Umgebung abgeführt: über die Aufhängungen des beheizten Körpers, als Wärmestrahlung und über das Gas.



Abb. 2.7.: Wärmetransportwege (a) und zugehörige thermische Leitwerte in Abhängigkeit des Drucks p (b) von einem geheizten Körper mit Temperatur T_1 an die Umgebung (T_0) über die Aufhängungen (G_{thS}), Strahlungsaustausch (G_{thR}) und durch das, sich zwischen dem geheizten Körper und der Wärmesenke befindende Gas (G_{thG}). Die parasitären Anteile G_{thS} und G_{thR} sind in (b) zu G_{thP} zusammengefasst und ergeben in Summe mit G_{thG} den gesamten thermischen Leitwert G_{thF} der Anordnung. Sowohl der Wärmetransport über die Aufhängungen als auch der Strahlungsaustausch sind durch die Geometrie, die Materialeigenschaften und die Oberflächentemperaturen bestimmt und hängen somit nicht vom Druck des Restgases ab. Im Weiteren werden beide Größen zu einem parasitären thermischen Leitwert G_{thP} zusammengefasst.

Der thermische Leitwert des Gases G_{thG} hängt direkt von dessen Wärmeleitfähigkeit λ_G ab und ist somit ein Maß für den Druck p des den geheizten Körper umgebenden Restgases. Die Wärmeleitfähigkeit kann, basierend auf dem Temperatursprungmodell (Gl. 2.33), vereinfacht geschrieben werden als:

$$\lambda_G = \frac{\epsilon \ d \cdot p}{1 + \gamma \ d \cdot p} \tag{2.41}$$

Die Konstanten ϵ und γ fassen sämtlichen gasspezifischen Größen zusammen, welche sich durch Einsetzen der Gleichungen 2.1, 2.5 und 2.9 in Gl. 2.33 ergeben.

$$\epsilon = c \sqrt{\frac{m}{2\pi k_B T}} \qquad \gamma = \frac{\pi \phi^2}{\sqrt{2} k_B T} \qquad (2.42)$$

Nimmt man an, dass die Wärme, wie in Abb. 2.7a schematisch dargestellt, durch einen Quader der Grundfläche A und der Dicke d transportiert wird, so kann der thermische Leitwert des Gases wie folgt angegeben werden:

$$G_{thG} = \lambda_G \cdot \frac{A}{d} = \frac{\epsilon \ A \cdot p}{1 + \gamma \ d \cdot p} \tag{2.43}$$

Der messbare thermische Leitwert G_{thF} des gesamten Anordnung setzt sich aus der Parallelschaltung der beiden Leitwerte G_{thG} und G_{thP} zusammen [DS14a].

$$G_{thF} = G_{thG} + G_{thP} = \frac{\epsilon \ A \cdot p}{1 + \gamma \ d \cdot p} + G_{thP}$$
(2.44)

Wie in Abb. 2.7b qualitativ dargestellt ist, wird der thermische Leitwert G_{thF} bei niedrigen Drücken durch den parasitären Leitwert G_{thP} dominiert. Im molekularen Bereich steigt er linear mit dem Druck an. Oberhalb eines Übergangsdruckes p_t , d. h. im viskosen Bereich, strebt der Leitwert einem Sättigungswert entgegen. Der thermische Leitwert G_{thF} kann konstruktionstechnisch über drei Faktoren beeinflusst werden (vgl. Gl. 2.44): Durch den Abstand d zwischen geheiztem Körper und Wärmesenke, durch die Größe der geheizten Oberfläche A, die in direktem Kontakt mit dem Gas steht und durch den parasitären thermischen Leitwert G_{thP} . Die Abhängigkeiten sind qualitativ in Abb. 2.8 dargestellt. Ausgehend davon, dass G_{thP} einen konstanten Offsetwert darstellt, muss die Änderung des Signals (G_{thF}) bezüglich dieses Offsets, d. h. G_{thG} gemessen werden. Bei einer definierten Auflösungsgrenze können Änderungen von G_{thF} , welche durch die druckabhängige Größe G_{thG} verursacht werden, nur bis zu einem minimalen Druck p_{min} aufgelöst werden. Dieser Druck ergibt sich aus dem Schnittpunkt zwischen der Auflösungsgrenze und der Kennlinie von G_{thG} . Da sich G_{thF} im molekularen Bereich druckproportional ändert, ist, wenn $G_{thG} \ll G_{thP}$ gilt, dessen Änderung in einer logarithmischen Auftragung kaum zu erkennen, obwohl diese noch oberhalb der Auflösungsgrenze liegt. Dasselbe gilt prinzipiell auch für den viskosen Druckbereich, in dem eine immer kleiner werdende Änderung bezüglich des Sättigungswertes für $p \to \infty$ bestimmt werden muss.



Abb. 2.8.: Thermische Leitwerte in Abhängigkeit des Druckes p bei Änderung der Filamentoberfläche A (a), des Abstandes d zwischen Filament und Wärmesenke (b) und des parasitären thermischen Leitwertes G_{thP} (c). Die untere Messbereichsgrenze bei p_{min} ergibt sich aus dem Schnittpunkt zwischen der Kennlinie von G_{thG} und der Auflösungsgrenze.

Wie in Abb. 2.8 dargestellt, bewirkt lediglich die Vergrößerung der Filamentoberfläche eine Verschiebung der unteren Messbereichsgrenze zu niedrigeren Drücken. Eine Verkleinerung des Abstandes d bewirkt nur im viskosen Bereich eine Vergrößerung von G_{thF} und eine Reduzierung von G_{thP} vergrößert den Dynamikbereich von G_{thF} .

Ausschlaggebend für die Größe des gesamten abdeckbaren Messbereichs ist die Empfindlichkeit des thermischen Leitwerts G_{thF} auf Druckänderungen. Da sich der zu messende Druckbereich über mehrere Größenordnungen erstreckt, ist die konventionelle Definition der Sensitivität als Signaländerung pro Druckeinheit wenig aussagekräftig. Um die logarithmische Skalierung des Messbereichs zu berücksichtigen, wurde die Größe Sensitivität S deshalb als Änderung des thermischen Leitwertes G_{thF} pro Druckdekade definiert [DS14a].

$$S = \frac{\partial G_{thF}}{\partial (\log_{10} p)} = \frac{\ln(10) \ \epsilon \ A \cdot p}{(1 + \gamma \ d \cdot p)^2} \tag{2.45}$$

Obwohl bei niedrigen Drücken der thermische Leitwert G_{thF} durch den parasitären Leitwert G_{thP} dominiert wird, wird die Sensitivität, welche ein Maß für Signaländerung ist, dadurch nicht begrenzt (vgl. Gl. 2.45). Der Messbereich ist durch die Auflösungsfähigkeit bzw. Rauschgrenze der Messapparatur zur Bestimmung des thermischen Leitwertes bestimmt [SIM+11, DS13], und kann, wie in Abb. 2.9 dargestellt, durch die Schnittpunkte zwischen der Auflösungsgrenze und der druckabhängigen Kennlinie von S bestimmt werden. Bei fester Auflösungsgrenze kann der Messbereich somit nur durch eine Vergrößerung der Sensitivität erweitert werden.

Die Sensitivität nimmt gemäß Gl. 2.45 im molekularen Bereich, d. h. für $\gamma \ d \ p \ll 1$, linear mit dem Druck zu. Die Proportionalitätskonstante s_m beträgt:

$$s_m = \ln(10) \ \epsilon \cdot A \tag{2.46}$$

Bei einem Druckwert p_t , welcher im Übergangsbereich zwischen molekularem und viskosem Bereich liegt, erreicht S ein Maximum.

$$p_t = \frac{1}{\gamma \cdot d} \tag{2.47}$$



Abb. 2.9.: Sensitivität S gegenüber Druckänderungen eines von einem Gas mit dem Druck p umgebenen, beheizten Körpers bei Variation der geometrischen Abmessungen Oberfläche A und Abstand zur Referenzfläche d (vgl. hierzu auch Abb. 2.8) mit den zugehörigen Messbereichsgrenzen von p_{min} bis p_{max} .

Im viskosen Bereich, d. h. für $\gamma d p \gg 1$, nimmt die Empfindlichkeit indirekt Proportional zum Druck mit einem Faktor s_v ab.

$$s_v = \frac{\ln(10) \ \epsilon \cdot A}{(\gamma \cdot d)^2} \tag{2.48}$$

Sowohl dieser Faktor als auch die Lage des Übergangsdruckes hängen vom Abstand d zwischen den beiden temperierten Oberflächen ab. Durch Reduzierung des Abstands kann somit der Übergangsbereich zu höheren Drücken verschoben und die Sensitivität des Sensorelements bei höheren Drücken erhöht werden [DS14a]. Für mit mikrotechnologischen Mitteln realisierbare Abstände im Mikrometerbereich ist ein Übergangsdruck im Grobvakuum und eine obere Messbereichsgrenze nahe des Atmosphärendrucks zu erwarten [DBM05, WE04].

Im gesamten Druckbereich ist die Sensitivität direkt von der Oberfläche A des beheizten Körpers, welche in Kontakt mit dem Gas steht, abhängig [CSN05, SFL⁺11, DS13, DS14a]. Bei konventionellen, makroskopischen Wärmetransport-Vakuummetern werden metallische Drähte mit etwa 10 µm Durchmesser und einigen cm Länge verwendet [Jou10, S.532]. Mikrotechnologisch sind Strukturen mit vergleichbaren Oberflächen realisierbar, wodurch mindestens gleich große Sensitivitätswerte wie bei makroskopischen Strukturen erreichbar sind.

Betrachtet man den Verlauf des druckabhängigen Leitwertes G_{thF} und dessen Aufteilung in G_{thP} und G_{thG} (vgl. Abb. 2.7b), so liegt die Schlussfolgerung nahe, dass durch Verringerung des parasitären Leitwerts G_{thP} die Sensitivität S erhöht und der Messbereich zu niedrigen Drücken erweitert werden kann [VM07, MLN08, LGBK10, Jou10,SXX⁺13, VGM⁺13]. Dies ist allerdings nicht korrekt, da alleine mit dieser Maßnahme der druckabhängige Teil des Signals, d. h. G_{thG} , nicht verändert wird. Da die Größe Empfindlichkeit eine Änderung des Ausgangssignals bezüglich der Eingangsgröße beschreibt, wird auch diese nicht durch die Änderung von G_{thP} beeinflusst. Die hier verwendete Definition für S (siehe Gl. 2.45) zeigt dies auf theoretischem Weg. Eine Reduzierung von G_{thP} bewirkt lediglich, wie auch in Abb. 2.8c dargestellt, eine größere Dynamik des Ausgangssignals (hier von G_{thF}) [CSN05]. Das heißt, die Druckempfindlichkeit des Ausgangssignals bei niedrigen Drücken lässt sich mit dieser Maßnahme nicht vergrößern.

Durch den thermischen Leitwert der Aufhängungen wird maßgebend die Leistung bestimmt, die notwendig ist, um eine definierte Filamentübertemperatur zu erreichen. Durch Reduzierung des Leitwerts kann der Leistungseintrag und somit die Eigenerwärmung des gesamten Sensors gesenkt werden. Dies verringert Störeffekte, wie ein Driften des Ausgangssignals, welche die Messbereichsgrenzen des Sensors negativ beeinflussen [SCC95]. Mikrotechnologisch können, anders als bei makroskopischen Ausführungen, die thermischen Eigenschaften der Aufhängung über deren Geometrie und die verwendeten Materialien unabhängig vom beheizten Körper definiert werden.

In den parasitären Leitwert G_{thP} fließt zudem noch der Wärmetransport durch Wärmestrahlungsaustausch ein. Da dieser, im Gegensatz zum thermischen Leitwert der Aufhängungen, stark von der Umgebungstemperatur abhängig ist [VGM⁺13], gestaltet es sich in der Anwendung als Vakuummeter schwierig, diesen aus dem Sensorsignal zu eliminieren. Dies kann, abhängig von dessen Beitrag zu G_{thP} , die untere Messbereichsgrenze negativ beeinflussen. Deshalb sollte dieser Anteil so gering wie möglich gehalten werden, was beispielsweise durch eine Beschichtung mit einem Material hohen Reflexionsgrades realisierbar ist [VGM⁺13].

Es ist somit möglich, durch Miniaturisierung der Aufhängungen und des Abstandes zwischen den beiden Oberflächen und durch die Wahl von geeigneten Materialien mit passenden Oberflächeneigenschaften, den Messbereich eines Wärmetransport-Vakuummeters zu vergrößern, solange die an das Restgas ankoppelnde Oberfläche nicht zu stark reduziert wird.

2.3.4. Ionisations-Vakuummeter

Einer der elementaren Bestandteile eines Ionisations-Vakuummeters ist die Elektronenquelle. Bei konventionellen Sensoren ist diese als Glühkathode ausgeführt, bei der Elektronen mittels thermischer Emission aus einer Metallkathode emittiert werden. Die hierzu notwendigen Temperaturen von mehr als 1000 °C [ET08, Kap.10.1] bringen neben dem hohen Energiebedarf zahlreiche Nachteile mit sich:

Durch den Energieeintrag in die umliegenden Oberflächen erhöht sich deren Ausgasrate [WE12]. Weiterhin finden an der heißen Kathode eine Reihe chemischer Reaktionen statt, welche Gase freisetzen [Jou10, S.561]. Dies ist insbesondere bei der Erzeugung von Drücken im UHV-Bereich unerwünscht, weil sich dadurch unter Umständen der gewünschte Enddruck nicht erreichen lässt [Red99, WE12], bzw. der Druck lokal im Vakuummeter höher als im Rezipienten ist [Cal13]. Zudem ist der zusätzliche Energieeintrag gerade bei Tieftemperaturanwendungen störend bzw. unerwünscht [LWK14].

Die Lebenszeit einer Glühkathode ist durch das Abdampfen des Kathodenmaterials und durch die, besonders bei höheren Drücken stattfindenden chemischen Reaktionen begrenzt. Die Kathode ist somit auch sehr empfindlich auf schnelle Belüftungsvorgänge. Zudem ist sie, aufgrund des Aufbaus, auf mechanische Erschütterungen sehr empfindlich. Die Lichtemission der Glühkathode kann weiterhin Störeffekte in den, sich im Rezipienten befindlichen Messaufbauten hervorrufen. [WE12] Da zudem eine Glühkathode mit den derzeitigen Mitteln der Mikrotechnologie nicht realisierbar ist, muss die Elektronenquelle eines miniaturisierten Ionisations-Vakuummeters auf einem anderem Prinzip basieren. Eichmeier et al. [ET08, Kap.10] und Wilfert et al. [WE12] listen eine Reihe an potentiellen Emissionsmechanismen auf. Allerdings scheint, insbesondere im Bezug auf die erreichbaren Emissionsströme, die sog. Feldemission die sinnvollste Alternative zur Glühemission zu sein [WE12].



Abb. 2.10.: Potentialverläufe W und Elektronendichten n(W) an der Grenzfläche zwischen Festkörper und Vakuum unter Vernachlässigung sämtlicher sekundären Effekte (nach [ET08, S.452]). Bei Glühemission (a) verlassen die Elektronen, die aufgrund der thermischen Anregung genügend hohe Energie besitzen, den Festkörper. Bei Feldemission bei Raumtemperatur (b) bildet sich aufgrund der hohen elektrische Feldstärke E eine dreieckige Potentialbarriere, durch welche die Elektronen ins Vakuum tunneln.

Hierbei tunneln Elektronen durch eine, im einfachsten Modell dreieckige Potentialbarriere, welche sich durch Anlegen eines starken elektrischen Feldes an eine leitfähige Oberfläche ausbildet, vom Festkörper ins Vakuum. Im Gegensatz zur Glühemission müssen die Elektronen hierbei nicht die notwendige Austrittsarbeit W_A überwinden (vgl. Abb. 2.10). Nach Fowler und Nordheim [FN28] fließt bei Raumtemperatur in Abhängigkeit des elektrischen Feldes E an der Kathodenoberfläche ein Feldemissionsstrom der Stromdichte J:

$$J = C_1 \ E^2 \ e^{-\frac{C_2}{E}} \tag{2.49}$$

Die beiden Parameter C_1 und C_2 sind Materialparameter und hängen u. a. von der Austrittsarbeit W_A des Kathodenmaterials und bei erweiterten Modellen auch von der Feldstärke ab [ET08, S.454f].

Um einen deutlich messbaren Emissionsstrom zu erreichen, sind an der Emitteroberfläche Feldstärken im Bereich von 10^9 V m^{-1} erforderlich [ET08, S.451]. Die hierzu notwendigen Spannungen können stark reduziert werden, indem mikroskopische Strukturen mit sehr geringen Krümmungsradien als Emitter verwendet werden, an denen eine starke, lokale Feldüberhöhung auftritt [Fur05, S.1] (vgl. Abschnitt 4.1).

Da der Emissionsmechanismus auch bei Raumtemperatur abläuft und somit sämtliche o. g. Nachteile bezüglich der hohen Emittertemperaturen nicht auftreten, wären derartige Quellen für ein Ionisations-Vakuummeter sehr vorteilhaft. Da die extrem scharfkantigen Emitterstrukturen durch Mikrostrukturierung erzeugt werden müssen, würden sie sich als Grundlage für ein miniaturisiertes Vakuummeter anbieten.

Choi et al. [CWH06] und Bower et al. [BGP+07] beschreiben komplett miniaturisierte Aufbauten eines Ionisations-Vakuummeters, bei denen sowohl eine auf Feldemission basierende Elektronenquelle als auch Anode und Ionenkollektor auf einem Chip integriert sind. Obwohl beide Vakuummeter funktionsfähig sind, ist deren Empfindlichkeit bzw. die untere Messbereichsgrenze im Vergleich zu konventionellen Aufbauten relativ gering. Der Grund hierfür ist vor allem die wegen des miniaturisierten Aufbaus kleine Weglänge d der Elektronen, zu der die Empfindlichkeit nach Gl. 2.39 direkt proportional ist, bzw. die damit verbundenen geringen Ionisationsvolumina [BGP+07, WE12]. Diese Tatsache spricht nach derzeitigem Stand der Technik gegen eine Miniaturisierung des gesamten Sensorelements, da zu konventionell aufgebauten Vakuummetern vergleichbare Dimensionen mikrotechnologisch nicht erreichbar sind [WE04, Cal13].

Baptist et al. [BBP96] beschreiben einen Aufbau, in dem lediglich die Glühkathode durch ein Array aus metallischen Feldemittern ersetzt und Anode bzw. Ionenkollektor mit konventionellen Mitteln realisiert wurden. Bei der Charakterisierung wurde

eine etwa 50% höhere Empfindlichkeit im Vergleich zum identischen Aufbau mit einer Glühkathode erreicht. Die Autoren führen dies in erster Linie auf den beobachteten, sehr gerichteten Elektronenstrahl der Feldemissionskathode zurück. Dadurch werden weniger Elektronen bereits außerhalb des Ionisationsraums von der Anode eingefangen [BBP96]. Weiterhin legen Elektronen, welche mit einem kleinen Winkel zur Anodenachse in den Ionisationsraum eintreten, einen größeren Weg innerhalb zurück, als welche mit einem großen Eintrittswinkel [Pit70]. Bei einem sehr gerichteten Elektronenstrahl erhöht sich somit die Empfindlichkeit, weil weitaus mehr Elektronen eine maximal mögliche Strecke im Ionisationsraum zurücklegen (vgl. Gl. 2.39) [BBP96]. Durch Anbringen eines zweiten Feldemissionsarrays parallel zum Ionenkollektor konnte aufgrund des vergrößerten Ionisationsraumes die Empfindlichkeit nochmals gesteigert werden [BBP96]. Huang et al. [HCDX07] beschreiben einen ähnlichen Aufbau mit CNT-basierten Feldemittern, aber konnten u. a. wegen der hohen Beschleunigungsspannungen, die sie verwenden mussten, keine Steigerung der Sensitivität zeigen, da die Elektronenenergie weit jenseits der Energie des maximalen Wirkungsquerschnittes lag (vgl. Abschnitt 2.2.2.2). Lotz et al. [LWK14] verwenden CNT-basierte Feldemitter in einem Extraktor-Vakuummeter. Die untere Messbereichsgrenze des modifizierten Messgerätes lag wegen des geringeren Emissionsstroms etwa zwei Größenordnungen höher als die des unmodifizierten. Es konnte allerdings gezeigt werden, dass durch die Modifikationen kleine Druckänderungen wesentlich besser aufgelöst werden können.

Da eine Feldemissionskathode schnell schaltbar ist, ist auch ein gepulster Betrieb bei Drücken im Feinvakuum möglich, ohne die Lebensdauer zu stark zu reduzieren. Baptist et al. [BBP96, Bap97] konnten mit dieser Methode zeigen, dass ein derartig modifiziertes Vakuummeter bis etwa 10^{-2} mbar betrieben werden kann.

Obwohl ein vollständig mikrotechnologisch ausgeführtes Ionisations-Vakuummeter die Empfindlichkeit nicht entscheidend verbessern würde, bringt der Ersatz der Glühkathode durch eine miniaturisierte Feldemissionskathode diverse o. g. Vorteile mit sich. Da allerdings sämtliche Autoren (siehe [WE12, Cal13]) von Unzulänglichkeiten im Bezug auf die mechanische Stabilität gegenüber Ionenbeschuss und Fluktuationen des Emissionsstrom berichten, ist es im ersten Schritt notwendig, Emitter zu entwickeln, welche diese Nachteile nicht aufweisen.

2.4. Auswahl der zu miniaturisierenden Sensorprinzipien

Basierend auf den in Abschnitt 2.3 dargestellten theoretischen Erkenntnissen wurden zwei Totaldruck-Messverfahren ausgewählt, bei denen es als vielversprechend erscheint, dass eine Miniaturisierung eines darauf basierenden Vakuummeters Vorteile in Bezug auf die Performance des Sensors mit sich bringt.

Durch die Miniaturisierung des Abstands zwischen dem geheizten Körper und der kalten Referenzoberfläche eines Wärmetransport-Vakuummeters kann dessen Messbereich zu höheren Drücken erweitert werden. Mittels Mikrostrukturierung des beheizten Körpers kann dieser thermisch gut vom restlichen Chip entkoppelt werden, was den Energieverbrauch senkt, die Eigenerwärmung des gesamtem Sensorelements reduziert und somit thermische Störeffekte [SCC95] verringert. Die mit dem Gas in Kontakt stehende Oberfläche des beheizten Körpers von konventionell aufgebauten Wärmetransport-Vakuummetern liegt im Bereich einiger Zehntel Quadratmillimeter. Mikrotechnologisch sind freitragende Strukturen mit Oberflächen im mm²-Bereich realisierbar [WB98, KCJ⁺11, VGM⁺13], wodurch gleiche oder größere Sensitivitätswerte erreichbar sind. Somit sollte auch der Messbereich zu niedrigen Drücken hin erweiterbar sein. Die geringe thermische Masse eines miniaturisierten Sensorelements vereinfacht weiterhin die Verwendbarkeit von dynamischen Messverfahren [Ede98, CSN05].

Obwohl die vollständige Miniaturisierung eines Ionisations-Vakuummeters wegen des damit verbundenen geringen Volumens des Ionisationsraums bezüglich der Empfindlichkeit nachteilig ist, würde der Ersatz der Glühkathode durch eine mikrotechnologisch ausgeführte Feldemissionskathode eine Reihe von Vorteilen mit sich bringen. Der Betrieb bei Raumtemperatur ermöglicht den Einsatz bei der Erzeugung von extrem niedrigen Drücken bzw. in Tieftemperaturanwendungen, bei denen bereits geringe Ausgasraten und Wärmeenergieeinträge störend sind [Cal13, LWK14]. Durch einen gerichteten Elektronenstrahl werden weniger Elektronen bereits außerhalb des Ionisationsraumes von der Anode eingefangen, was die Effizienz und Empfindlichkeit des Vakuummeters erhöht [BBP96]. Weiterhin kann der Elektronenstrom sehr schnell geschaltet werden, womit ein gepulster Betrieb möglich ist und der Messbereich ins Feinvakuum ausgedehnt werden kann [BBP96, Bap97]. Um die notwendigen elektrischen Feldstärken bei moderaten Spannungen zu erreichen, ist es erforderlich, Strukturen mit Krümmungsradien im Nanometerbereich reproduzierbar und homogen zu realisieren. Da der Emissionsstrom stark von den Oberflächenzuständen der Emitter abhängt, muss diese Abhängigkeit durch geeignete Materialwahl reduziert werden, um eine möglichst stabile Emissionscharakteristik zu erreichen. Das Ziel ist somit die Realisierung einer mikrotechnologischen Feldemissionskathode mit den genannten Eigenschaften, welche als Ersatz für eine Glühkathode in einem Ionisations-Vakuummeter eingesetzt werden kann.

3. Miniaturisiertes Wärmetransport-Vakuummeter

3.1. Realisierung der mikrotechnologischen Strukturen

3.1.1. Stand der Forschung und Technik

Wegen der Fortschritte in der Mikromechanik wurden in den letzten 20 Jahren diverse Varianten von miniaturisierten Wärmetransport-Vakuummetern entwickelt und untersucht. Bezüglich der Ausführung des beheizten Körpers (Filament) kann zwischen drei Formen unterschieden werden: einem leitfähigen Draht, einer dielektrischen Membran mit eingebettetem Heizwiderstand und einer dielektrischen, an Stegen aufgehängten Struktur mit eingebettetem Heizwiderstand (sog. "Micro-Hotplate"). Ein Vergleich zwischen verschiedenen veröffentlichten Strukturen und Messergebnissen ist in Tab. 3.1 gegeben.

Zur Realisierung geringer Abstände zwischen Filament und Wärmesenke werden meist drahtförmige Strukturen mit mehreren hundert Mikrometern Länge und einigen Mikrometern Breite aus Metallen [DBM05, SFL⁺11] oder Silizium [JWZ10, SIM⁺11] beschrieben, welche durch Ätzen einer darunterliegenden, dünnen Opferschicht freigelegt werden. Der Draht wird durch joulesche Eigenerwärmung erhitzt. Derartige Strukturen weisen aufgrund des Abstandes von wenigen Mikrometern zwischen Filament und Wärmesenke eine erhöhte Empfindlichkeit im Grobvakuumbereich bis hin zum Atmosphärendruck auf (vgl. Gl. 2.47). Da bei einfachen aufgespannten Drähten

Literatur- quelle	Filament- ausführung	Material	Oberfläche / mm^2	Betriebs- modus	Messbereich / mbar
[DBM05]	Draht	Pt	0,002	CC	$10^{-1} \dots 10^5$
[JWZ10]	Drahtmäander	Si	$5,\!360$	I(U)	$10^{-2} \dots 10^{2}$
$[SFL^+11]$	Draht	Ni	0,030	$\mathbf{C}\mathbf{C}$	$10^{-2} \dots 10^{3}$
$[SIM^+11]$	Draht	polySi	0,003	$\mathbf{C}\mathbf{C}$	$10^{-1} \dots 10^3$
[AJB95]	Membran	SiN	0,500	CT	$10^{-5} \dots 10^4$
[WB98]	Membran	Si	$1,\!000$	CT	$10^{-5} \dots 10^{3}$
$[\mathrm{KCJ^{+}11}]$	Membran	SiN	3,780	CV	$10^{-4} \dots 10^{2}$
$[PZK^+12]$	Membran	SiN	0,320	$\mathbf{C}\mathbf{C}$	$10^{-3} \dots 10^{2}$
[WS94]	Micro-Hotplate	SiO_2	0,019	CT/CC	$10^{-4} \dots 10^3$
[SCC95] [CCOS96]	Micro-Hotplate	${ m SiO}_2$	$0,\!055$	CT	$10^{-7} \dots 10^{2}$
[SV99] [VGM ⁺ 13]	Micro-Hotplate	$\mathrm{SiN}/\mathrm{SiO}_2$	8,000	CV	$10^{-6} \dots 10^{1}$
$[WMF^+01]$	Micro-Hotplate	NSG	0,007	CT	$10^{-4} \dots 10^{3}$
[SYCN03]	Micro-Hotplate	$\mathrm{SiN}/\mathrm{SiO}_2$	$0,\!195$	$\mathbf{C}\mathbf{C}$	$10^{-3} \dots 10^{3}$
[ZTYJ06]	Micro-Hotplate	${\rm SiN/SiO}_2$	0,015	$\mathbf{C}\mathbf{C}$	$10^{-3} \dots 10^{3}$
[WTL11]	Micro-Hotplate	SiO_2	0,007	CC	$10^{-3} \dots 10^{3}$

Tab. 3.1.: Vergleich verschiedener veröffentlichter miniaturisierter Wärmetransport-Vakuummeter bezüglich Aufbau, Betriebsmodus und Messbereichsgrenzen.

 $[DBM05, SFL^+11, SIM^+11]$ die an das Gas ankoppelnde Oberfläche konstruktionsbedingt relativ klein ist, liegt die untere Messbereichsgrenze nur im mittleren Feinvakuumbereich. Zur Vergrößerung der Filamentoberfläche beschreiben Jiang et al. [JWZ10] eine mäanderförmige Drahtstruktur, welche mittels DRIE-Verfahren aus einkristallinem Silizium hergestellt worden ist. Trotz der vergleichsweise großen Oberfläche liegt die untere Messbereichsgrenze nur bei 10^{-2} mbar, was aber möglicherweise daran liegen kann, dass das Ausgangssignal durch permanente Messung der Strom-Spannungs-Kennlinie gewonnen wurde, und, abhängig vom Druck, unterschiedliche Endtemperaturen auf den einzelnen Spannungsstufen erreicht wurden. Ein anderes Konzept zur Vergrößerung der Filamentoberfläche ist die Verwendung dielektrischer oder halbleitender Membranen von einigen hundert Mikrometer Seitenlänge, auf die mäanderförmige Heizwiderstände aufgebracht sind [AJB95,WB98,KCJ⁺11, PZK⁺12]. Die Membranen werden durch anisotropes Ätzen des Bulk-Siliziums von der Rückseite freigelegt. Wegen der vergrößerten Oberfläche liegt die untere Messbereichsgrenze meist im Grenzbereich zwischen Fein- und Hochvakuum (10⁻³ mbar bis 10⁻⁴ mbar). Alvesteffer et al. [AJB95] verwenden zur Verkleinerung des Abstandes zwischen Filament und Wärmesenke auf wenige µm eine Kappe aus Silizium oberhalb der Membran. Mit diesem Aufbau ergibt sich eine Empfindlichkeit des Sensors über den Atmosphärendruck hinaus bis etwa 10 bar. Der von Wenzel et al. [WB98] beschriebene Sensor wird von der Firma MKS Instruments, Inc., Andover, USA als kompletter Vakuumtransmitter unter dem Markennamen MicroPiraniTMvermarktet.

Zur besseren thermischen Entkopplung des beheizten Bereichs vom Substratmaterial wird die Membran in den Randbereichen strukturiert ("Micro-Hotplates"). Im beheizten Bereich ist ein metallischer Widerstandsmäander in eine dielektrische Schicht eingebettet, die mit dem Substrat über schmale Stege verbunden ist. Um die Struktur freizulegen wird entweder eine vorher darunter abgeschiedene Opferschicht entfernt [SYCN03, ZTYJ06, WTL11] oder das Si-Substrat mittels anisotropem, nasschemischen Ätzen abgetragen [WS94, SCC95, CCOS96, SV99, WMF⁺01, VGM⁺13]. Durch die Strukturierung der Membran ist es bei letzterem Verfahren möglich, das Filament von der Wafervorderseite her zu unterätzen, wodurch der Abstand auf wenige 100 µm reduziert werden kann. Somit weisen alle untersuchten Strukturen eine Empfindlichkeit bis zum Atmosphärendruck auf. Die untere Messbereichsgrenze liegt bei den meisten Strukturen bei 10^{-3} mbar bis 10^{-4} mbar. Sie ist allerdings stark von der Betriebsart, Auswertemethode und dem Auflösungsvermögen der Messgeräte abhängig (siehe hierzu auch Abschnitt 3.2.5). Shie et al. [SCC95] und Chou et al. [CCOS96] erreichen durch einen umgebungstemperaturkompensierten Konstant-Temperatur-Betrieb mit thermostatisiertem Substrat und durch Verwendung sehr hochauflösender Messgeräte eine untere Messbereichsgrenze von 10^{-7} mbar, wobei Messwerte über einen Zeitraum von mehreren Sekunden gemittelt wurden. Eine von Schieferdecker und Völklein et al. [SV99, VGM⁺13] beschriebene, sehr großflächige Struktur wird von der Firma HEIMANN Sensor GmbH, Dresden, DE als Sensorbauelement vermarktet.

3.1.2. Front-End-Prozess

Zur Realisierung eines miniaturisierten Wärmetransport-Vakuummeters mit einem möglichst großen Messbereich (angestrebt: Hochvakuum bis Atmosphärendruck), ist es nötig, ein großflächiges, gut thermisch isoliertes Filament mit geringem Abstand zu den kalten Referenzoberflächen zu konstruieren.

Die in Abschnitt 3.1.1 zusammengefassten Erkenntnisse anderer Forschergruppen zeigen, dass eine Filamentoberfläche im Bereich von Zehntel mm² ausreichend ist, um eine genügend große Sensitivität des Sensorsignals im molekularen Druckbereich zu gewährleisten. Um eine gute thermische Isolation des Filaments zu erreichen, ist eine Struktur im Micro-Hotplate-Ausführung anzustreben und die Aufhängungen möglichst dünn, schmal und lang zu gestalten. Diese Ausführungsform hat den Vorteil, dass bei entsprechender Anordnung auf dem Substratmaterial (z.B. Drehung des Filaments um 45° gegenüber dem Waferflat auf einem (100)-orientierten Si-Wafer) das Filament von der Wafervorderseite her unterätzt werden kann. Die Ätzratenbestimmung einer nasschemischen, anisotropen Ätzung von (100)-orientiertem Si mittels TMAH hat ergeben, dass die Ätzrate in vertikale Richtung etwa genauso hoch ist wie die in laterale Richtung. Somit kann bei einer rechteckigen Filamentgeometrie die Ätztiefe und damit der Abstand zwischen Filament und Wärmesenke durch die Breite des Filaments definiert werden. Eine Filamentoberfläche von $0.2 \,\mathrm{mm^2}$ lässt sich mit einem rechteckigen Filament der Länge 400 µm und einer Breite von 250 µm erreichen. Da von beiden Seiten des Filaments eine Unterätzung stattfindet, ergibt sich eine Ätztiefe von gut 125 µm.

Für eine derartige Filamentgeometrie ergibt sich über Gl. 2.43 für den thermischen Leitwert des Gases G_{thG} der in Abb. 3.1 dargestellte Verlauf über den Druck. Der Druck p_t , bei dem der Übergang zwischen viskosem und molekularem Zustand stattfindet, liegt bei etwa 1 mbar (vgl. Gl. 2.47). Trägt man die Sensitivität S des thermischen Leitwertes nach Gl. 2.45 auf (siehe Abb. 3.1), so ist zu erkennen, dass bei Atmosphärendruck noch eine deutliche Signaländerung stattfindet, welche vergleichbar mit der Signaländerung im tiefen Feinvakuum ist. Da diese Signaländerung ausreichend ist, um Druckänderungen auch im Grobvakuum hinreichend genau zu erfassen, wurde für alle hergestellten Strukturen eine Filamentbreite von $250\,\mu\text{m}$ gewählt und somit ein Abstand d von gut $125\,\mu\text{m}$ realisiert.



Abb. 3.1.: Berechneter thermischer Leitwert des Gases G_{thG} und dessen Änderung S pro Druckdekade in Abhängigkeit des Druckes p bei einer Filamentoberfläche A von 0,2 mm² und einem Abstand d von 125 µm für Stickstoff $(m = 46,51 \cdot 10^{-27} \text{ kg}, c = 740 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}, \phi = 3,78 \cdot 10^{-10} \text{ m [Jou10]}).$

Als Material für die tragende Filamentstruktur eignet sich Siliziumnitrid (SiN), das mittels eines PECVD-Verfahrens abgeschieden wurde, aus folgenden Gründen: Es ist elektrisch isolierend und besitzt eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit von 1 W m⁻¹ K⁻¹ bis 5 W m⁻¹ K⁻¹ [Vö90, APB00, KJKJ06]. Das Material besitzt bei einer Ätzung in TMAH, was als Chemikalie zur Entfernung des Siliziums unter der Filamentstruktur verwendet wurde, gegenüber diesem eine sehr hohe Selektivität [MMP01, S.226]. Weiterhin kann die Schichtspannung über die Plasmafrequenz bei der Abscheidung definiert werden [TDI⁺04], um eine Verformung der Struktur zu minimieren.

3.1.2.1. Herstellungsprozess für die Filamentstruktur

Als Substratmaterial wurde ein p-dotierter, (100)-orientierter Siliziumwafer mit einer Dicke von 525 µm und einem Durchmesser von 100 mm verwendet. Im ersten Prozess-

schritt wurde eine Siliziumnitridschicht mit einer Dicke von 500 nm mittels PECVD abgeschieden. Die Schichtspannung wurde durch ein alternierendes Hochfrequenz-Niederfrequenz Plasma auf ca. 100 MPa Zugspannung eingestellt. Dieser Wert hat sich als tauglich erwiesen, um die Struktur genügend zu spannen, so dass sie nicht durchhängt und dass die Verformung möglichst gering bleibt (siehe Abb. 3.7).

Im nächsten Schritt wurde ein Fotolack mit einer Dicke von 1,5 µm auf die SiN-Schicht aufgebracht, mit Hilfe dessen die Metallisierungsschicht für die elektrischen Strukturen strukturiert wurde. Um im Rahmen der Messgenauigkeit einen strukturtreuen Übertrag von der Maske in den Fotolack zu erreichen, ist bei dem verwendeten Lack AZ5214E eine Belichtungsdosis von 15 mJ cm⁻² notwendig. Dieser Fotolack kann mit einem zusätzlichen Back- und Flutbelichtungsschritt invertiert werden, d. h. er verhält sich dadurch wie ein Negativlack und die Lackkanten sind unterschnitten. Dieser Unterschnitt ist nötig, um nach dem darauffolgenden Aufdampfen von Chrom und Nickel die nicht benötigten Metallflächen mit dem darunterliegenden Lack als Opferschicht entfernen zu können (Lift-Off-Verfahren). Die 10 nm dicke Chromschicht diente als Haftvermittler. Die 100 nm bis 150 nm dicke Nickelschicht bildete die mäanderförmigen Heizstrukturen auf dem Filament und die Zuleitungen. Nickel war wegen seiner hohen chemischen Resistenz und seines relativ großen elektrischen Temperaturkoeffizienten von bis zu $6 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ gut geeignet, da die Messung der Temperaturänderung des Filaments resistiv über den Heizwiderstand selbst erfolgen sollte.

Eine identische Struktur wurde im gleichen Prozessschritt auf dem Chip in einem später nicht unterätzten Bereich abgeschieden. Dieser Widerstand erwärmt sich wegen der guten thermischen Ankopplung an das Substrat im Betrieb kaum und dient in der Ansteuerungsschaltung als Referenzwiderstand zur Chiptemperaturkompensation.

Nach dem Lift-Off des nicht benötigten Metalls wurde eine weitere Fotolackschicht (AZ5214E) aufgebracht. Mit dieser wurden die Kontaktpads definiert, welche mit einer mindestens 500 nm dicken Goldschicht beschichtet werden mussten, um eine Kontaktierung der Widerstände durch Ultrasonic-Drahtbonden zu ermöglichen. Der Lack wurde als Umkehrlack prozessiert, damit die in den lackfreien Bereichen wachsenden Gold-Pads keine unterschnittenen Flanken aufweisen und im nachfolgenden Passivierungsschritt gut umformt werden können. Die Abscheidung der Goldschicht erfolgte



Abb. 3.2.: Schematische Draufsicht (links) und Querschnitt (rechts) durch einen Chip nach Abscheidung der Siliziumnitrid-Grundschicht, der elektrischen Strukturen und der Kontaktpads.

elektrogalvanisch, weshalb alle Chips über eine durchgehende Leiterbahn verbunden werden mussten. Diese wurde bereits bei der vorangegangenen Abscheidung von Cr und Ni realisiert und wurde erst beim Vereinzeln der Chips durchtrennt. Da durch diese Technik jedes Pad eine unterschiedliche Impedanz zum Elektrolyten aufwies, variierte der Strom von Pad zu Pad und somit war auch die Wachstumsrate über den gesamten Wafer nicht homogen. Die Schichtdicke variierte von etwa 600 nm bis 900 nm, was allerdings bei der weiteren Prozessierung und für die spätere Kontaktierung kein Problem darstellte.

Nach Entfernung der Lackschicht mussten die galvanisierten Kontaktpads getempert werden, um eine gute Haftung auf der darunterliegenden Nickelschicht zu gewährleisten. Da sich bei einem abruptem Aufheizen des Wafers auf die Tempertemperatur von 250 °C in den Pads Blasen bildeten (siehe Abb. 3.3a), ist davon auszugehen, dass noch Rückstände von der Galvanisierung im Material eingelagert waren, die beim Erhitzen in die Gasphase übergegangen sind. Bei langsamem Aufheizen (ca. 15 min) auf die Zieltemperatur wurden diese genügend langsam ausgetrieben und somit eine Blasenbildung verhindert (siehe Abb. 3.3b). Eine schematische Zeichnung der fertig metallisierten Struktur ist in Abb. 3.2 dargestellt.



(a) abruptes Aufheizen



(b) Aufheizzeit: 15 min



Anschließend wurde auf dem gesamten Wafer eine weitere 500 nm dicke Siliziumnitridschicht mit den selben Parametern, die bei der ersten Schicht verwendet wurden, abgeschieden (siehe Abb. 3.4). Diese Schicht dient als Passivierung der Metallstrukturen, sowohl bei der nachfolgenden nasschemischen Ätzung des Bulk-Siliziums als auch während des späteren Betriebs. Die tragende Struktur des Filaments (SiN) hatte nach diesem Schritt eine Gesamtdicke von 1 µm und umschloss die Metallstrukturen vollständig.



Abb. 3.4.: Schematischer Querschnitt durch einen Chip nach Passivierung mit SiN.

Die Siliziumnitridschichten wurden durch eine trockenchemische Ätzung (RIE) strukturiert, wodurch die Geometrie des Filaments definiert wurde (siehe Abb. 3.5). Gleichzeitig wurden auch die vergoldeten Bereiche der Kontaktpads freigelegt.

Nach dem Entfernen der Maskierschicht (Photolack AZ5214E) wurde das Filament von den, von SiN freigelegten Bereichen ausgehend anisotrop mit TMAH unterätzt. Da die Struktur um 45° gegen den Waferflat gedreht war, bildeten sich unterhalb des Filaments keine langsam ätzenden (111)-Kristallebenen aus, wohingegen an den Kontaktpunkten zwischen Aufhängungen und Substrat kaum eine Ätzung an den am



Abb. 3.5.: Schematische Draufsicht (links) und Querschnitt (rechts) durch einen Chip nach der trockenchemischen Strukturierung der SiN-Schicht.

langsamsten ätzenden Kristallebenen und somit keine Unterätzung im Bereich der Zuleitungen stattfand. Der unterätzte Bereich ist in Abb. 3.6 gestrichelt umrandet dargestellt.

Mit geringerer TMAH-Konzentration nimmt zwar die Ätzrate zu, allerdings steigt auch die Oberflächenrauhigkeit und die Selektivität zwischen den am langsamsten und am schnellsten ätzenden Ebenen nimmt ab [TAF⁺92]. Um eine möglichst glatte Oberfläche bei gleichzeitig hoher Ätzrate zu erzielen, wurde eine Konzentration von 20 %wt. bei 85 °C verwendet. Unter diesen Bedingungen ergab sich eine Ätzrate von 40 µm h⁻¹ lateral und 44 µm h⁻¹ vertikal mit einer geringen Oberflächenrauhigkeit (siehe Abb. 3.7b) [Frü11]. Nach der Unterätzung der Filamentstruktur bildete sich somit eine Grube mit einer Tiefe von etwa 140 µm bis 150 µm aus.

Die freitragenden Filamentstrukturen besaßen genügend mechanische Stabilität, um die weiteren Prozessschritte unbeschadet zu überstehen. Lediglich zu starkes Abblasen mit Druckluft oder direktes Aufsprühen von Sägekühlwasser unter Druck würde zu einer mechanischen Zerstörung führen. Bei korrekter Prozessführung betrug die Ausbeute auf einem 100 mm-Wafer mehr als 90 %. Exemplarisch sind mehrere fertig



Abb. 3.6.: Schematische Draufsicht (links) und Querschnitt (rechts) durch einen Chip nach der nasschemischen, anisotropen Unterätzung der Filamentstruktur (nach [DS13]).

prozessierte Chips auf einem Wafer und die Filamentstruktur eines Chips in Abb. 3.7 dargestellt.

Um die Abhängigkeit der Sensorcharakteristik von der Filamentgeometrie zu untersuchen, wurden basierend auf diesem Prozess Chips mit unterschiedlichen Längen der beheizten Fläche l_H (400 µm bis 1500 µm), unterschiedlichen Längen der Aufhängungen l_S (200 µm bis 400 µm) und unterschiedlichen Breiten der in den Aufhängungen eingebetteten Metallschicht b_{MS} hergestellt. Eine Übersicht über die Abmessungen der realisierten Chips ist in Tab. C.1 gegeben.

3.1.2.2. Hybrid-Prozess zur Symmetrisierung und Kapselung

Bei der vorangehend beschriebenen Struktur wird ein Großteil der, durch das Gas transportierten Wärmeenergie von der unteren Filamentoberfläche zum Boden der Ätzgrube transportiert. Der Grund hierfür ist, dass der Abstand zwischen Filament und Substrat sehr klein im Vergleich zu dem Abstand zwischen Filament und den Wänden der Vakuumkammer, in die der Sensor eingebracht wird, ist. Das bedeutet, dass zumindest im Grobvakuumbereich die obere, d. h. die dem Substrat abgewandte



(a) Chips im Waferverbund (Geometrie A7)



(b) Filament (Probe A7)

Abb. 3.7.: Mehrere fertig prozessierte Chips im Waferverbund (a) und vergrößerter Bereich der Filamentstruktur (b) von Probe A7 [DS14a].

Oberfläche des Filaments einen geringen Beitrag zum gesamten Wärmetransport liefert. Dieser Beitrag lässt sich durch eine Symmetrisierung, d. h. durch Anbringen einer weiteren Wärmesenke im gleichen Abstand zum Filament wie der Boden der Ätzgrube steigern [CSN05, VGM⁺13, SXX⁺13]. Ein derartiger Aufbau hat zudem den Vorteil, dass das mechanisch empfindliche Filament bereits auf Chipebene (nicht-hermetisch) verkapselt ist.

Die Symmetrisierung der Struktur wurde mit einem Glas-Silizium-Hybridprozess realisiert [DS14a]. Die Basis bildet ein Glaswafer (Borofloat 33) von 500 µm Dicke, der durch anodisches Bonden mit einem 150 µm dicken Siliziumwafer (Devicewafer) verbunden wurde. Der Siliziumwafer hatte die gleichen Materialspezifikationen wie derjenige, der für den Filamentprozess verwendet wurde. Auf dem Glas-Silizium-Verbundwafer wurde anschließend, wie in Abschnitt 3.1.2.1 beschrieben, die Filamentstruktur gefertigt. Während der Strukturierung des Filaments wurde das SiN zusätzlich an den oberen und unteren Chipkanten entfernt. Bei der nasschemischen Unterätzung des Filaments wurde auch in diesen Bereichen der Devicewafer komplett durchgeätzt, wodurch an den beiden Chipkanten der Glas-Trägerwafer wieder freigelegt wurde (siehe Abb. 3.8). Als Ätzmedium eignet sich hierbei TMAH, da dieses im Gegensatz zu anderen anisotropen Ätzmedien für Silizium, wie z. B. KOH, Glas nicht angreift. In die so auf Waferebene entstandenen Gräben wurde später der Deckelwafer aus Silizium anodisch gebondet.



Abb. 3.8.: Schematische Draufsicht (links) und Querschnitt (rechts) durch einen Hybrid-Chip nach der nasschemischen, anisotropen Unterätzung der Filamentstruktur und gleichzeitiger Freilegung der Bondgräben. Der Referenzwiderstand ist nicht dargestellt.

Um einen kompletten Deckelwafer auf den Trägerwafer bonden zu können, muss das Silizium allerdings in den Gräben vollständig entfernt werden. Es kann jedoch vorkommen, dass bei der nasschemischen Ätzung an einigen wenigen Stellen Rückstände von Silizium zurückbleiben. Um dies zu verhindern, wurde vor dem Verbinden des Glas-Trägerwafers und des dünnen Si-Devicewafers eine 30 nm dicke Schicht aus Aluminium auf das Glas aufgedampft. Diese dünne Schicht wurde nach der Entwicklung



Abb. 3.9.: Träger- und Devicewafer nach der anisotropen Unterätzung der Filamentstrukturen und Freilegung der Bondgräben.

der Lackmaske im Entwickler AZ726MIF, welcher TMAH-haltig ist und somit Aluminium angreift, derart strukturiert, dass die späteren Bondgräben komplett von Metall bedeckt waren. Beim anodischen Bonden des dünnen Siliziumwafers wurden somit nur die Bereiche mit dem Glaswafer verbunden, die bei der späteren Unterätzung des Filaments nicht abgetragen werden. Die Bereiche in den Bondgräben wurden nicht gebondet und konnten somit bei der nasschemischen Strukturierung des Devicewafers komplett von Si befreit werden. Die dünne Aluminiumschicht wurde bei dieser Ätzung in TMAH ebenfalls komplett abgetragen. Da das anodische Bonden im Vakuum stattfand, oxidierte die Aluminiumschicht während des Prozesses nicht und verhinderte somit den Aufbau eines starken, für den Bondvorgang notwendigen, elektrischen Felds [VBG⁺01]. Somit war auch schon eine geringe Dicke ausreichend, um die Verbindung beider Wafer lokal zu verhindern.

Der Deckelwafer wurde mittels anisotroper, nasschemischer Ätzung aus einem 525 µm dicken, (100)-orientierten Siliziumwafer hergestellt. Als Ätzmaske diente eine 700 nm dicke SiN-Schicht, die in einem PECVD-Prozess auf Vorder- und Rückseite abgeschieden wurde. Auf der Vorderseite wurden Öffnungen im Bereich der Kontaktpads und auf der Rückseite Öffnungen im Bereich der auf dem Trägerwafer bleibenden Siliziumbereiche geschaffen. Die Siliziumnitridschicht des Devicewafers konnte aufgrund von technischen Gegebenheiten in der Trockenätzanlage nicht bis zum Waferrand hinaus strukturiert werden, weshalb am Waferrand ein Bereich aus nicht abgetragenem Silizium blieb (siehe Abb. 3.9). Deshalb musste der Deckelwafer auf der zu bondenden Seite bis zum Rand hin strukturiert werden. Hierfür war es notwendig, die SiN-Maske nasschemisch zu strukturieren. Bei Verwendung von gepufferter Flusssäure (BOE7:1) als Ätzmedium zeigte sich trotz optimierter Prozessparameter für den Photolack AZ5214E (Softbake: 100 °C, 90 s; Hardbake: 130 °C, 5 min) eine starke Unterätzung der Lackmaske von 5 µm bis 10 µm, was auf eine schlechte Lackhaftung zurückzuführen war (siehe Abb. 3.10a). Diese Haftungsprobleme waren besonders bei Proben ausgeprägt, die unmittelbar nach der SiN-Abscheidung prozessiert wurden. Nach Lagerung der Schicht unter atmosphärischen Bedingungen für einige Stunden bis Tage wurden deutlich bessere Resultate erzielt.



Abb. 3.10.: Nasschemisch strukturiertes Siliziumnitrid mit starker Unterätzung bei Verwendung eines frisch abgeschiedenen Nitrids (a) und geringer Unterätzung bei durch O_2 -Plasma gealtertem Nitrid (b).

Durch eine fünfminütige Behandlung der Schicht in einem Sauerstoffplasma direkt vor dem Aufbringen des Photolacks konnte die Lackhaftung soweit verbessert werden, dass sich bei der Strukturierung des SiN eine Unterätzung von 1 µm bis 2 µm ergab, was für die weitere Prozessführung ausreichend war (siehe Abb. 3.10b). Dies legt die Vermutung nahe, dass sich während der Lagerung und während der Behandlung im O_2 -Plasma eine dünne, oberflächlich oxidierte Schicht ausbildet, auf der die Lackhaftung deutlich besser ist als auf der reinen SiN-Schicht.

Das Bulkmaterial wurde von beiden Seiten gleichzeitig in TMAH abgetragen, bis erstens die Kontaktlöcher vollständig geöffnet waren und zweitens die Ätzgrube auf der Rückseite eine Tiefe von 300 µm erreicht hatte. Nach Entfernung der SiN-Maskierschicht wurden Träger- und Deckelwafer mit einem anodischen Bondprozess verbunden (siehe Abb. 3.11). Somit konnten sowohl unterhalb als auch oberhalb des Filaments Oberflächen im Abstand von 150 µm realisiert werden, welche während dem Bauteilbetrieb als Wärmesenken dienen.



Abb. 3.11.: Schematische Draufsicht (links) und Querschnitt (rechts) durch eines fertig prozessierten, gekapselten Hybrid-Chip. Der Deckel ist zur besseren Illustration leicht transparent dargestellt.

3.1.3. Back-End-Prozess

Die asymmetrischen, nicht verkapselten Strukturen konnten nicht mittels Sägen vereinzelt werden, da während des Sägevorgangs das notwendige, unter einigen bar Druck aufgespritzte Kühlwasser die Filamentstrukturen mechanisch zerstören würde. Deshalb mussten diese Strukturen mittels Anritzen mit einem Diamantritzer und Brechen vereinzelt werden. Da bei diesem Vorgang die Leiterbahnen, welche die elektrische Verbindung für den Galvanisierungsprozess zwischen den Chips hergestellt haben, exakt durchtrennt werden müssen (siehe Abb. 3.7a), erfolgte das Ritzen mit einem Diamantritzer, welcher auf einem x-y-Tisch montiert war und sich unter einer Stereolupe befand.

Die symmetrischen Strukturen hingegen wurden mittels Sägen vereinzelt, da kein Kühlwasser direkt auf die Filamentstrukturen gespritzt wurde, falls der Wafer mit den Kontaktlöchern nach unten auf die Trägerfolie geklebt wurde. Wegen der zusätzlichen Bondbereiche betrug die Chipgröße der symmetrischen Strukturen 6 mm \times 8 mm und war somit größer als bei den asymmetrischen Chips (6 mm \times 5 mm).



(a) offener Chip (Probe A10)



(b) gekapselter Chip (Probe S2)

Abb. 3.12.: Offene Filamentstruktur (a) und gekapselter Chip (b) verbaut in ein TO-Gehäuse und elektrisch kontaktiert [DS14a].

Die Chips wurden mit einem Zwei-Komponenten-Silberleitkleber in 15 mm große TO-Gehäuse geklebt und die Kontaktpads wurden mittels Ultrasonic-Wirebonding mit den Gehäuse-Pins verbunden (siehe Abb. 3.12). Die Pins waren gasdicht in die Gehäusegrundplatte eingeschmolzen und wurden als elektrische Durchführung von der Vakuum- an die Atmosphärenseite verwendet.

3.2. Charakterisierung der Sensorchips

3.2.1. Messaufbauten

Zur Bestimmung der druckabhängigen Eigenschaften der realisierten Sensorchips eines miniaturisierten Wärmetransport-Vakuummeter wurde ein Hochvakuum-Messstand mit Referenzsensoren und einer Versorgung mit verschiedenen Gasen aufgebaut. Die digitalisierten Signale der Referenzsensoren und der Sensorchips wurden von einem Mikrocontroller eingelesen und zur Auswertung an einen PC übertragen.

3.2.1.1. Hochvakuum-Messstand

Die Charakterisierung der realisierten Sensorchips muss in einem Vakuumrezipienten stattfinden, in welchem ein Druck vom Hochvakuum bis zum Atmosphärendruck eingestellt werden kann.

Die Basis bildete ein zweistufiger Hochvakuum-Pumpstand (Leybold PT50 Kit) bestehend aus einer Drehschieber-Vorvakuumpumpe (Leybold TRIVAC D 2,5 E) mit einem Saugvermögen von $2,7 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ und einer Turbomolekularpumpe (Leybold TUR-BOVAC 50) mit einem Saugvermögen von 551 s^{-1} für N₂. Der Pumpstand ist spezifiziert auf einen Enddruck von kleiner als $5 \cdot 10^{-8}$ mbar, womit sich nach unten hin noch der gesamte Hochvakuumbereich abdecken lässt.

Direkt am Eingang der Turbomolekularpumpe wurde der Rezipient angeflanscht. Der Grundkörper bestand aus einer Kugelkammer mit 160 mm Durchmesser, an dem sechs kupfergedichtete DN63 Conflatflansche und je vier vitongedichtete ISO-KF40 und ISO-KF25 Kleinflansche angebracht waren (siehe Abb. 3.13). Der in dieser Konfiguration erreichbare Enddruck lag bei etwa $1 \cdot 10^{-7}$ mbar und somit an der Untergrenze des Hochvakuums.

Zur Druckanzeige wurde ein Sensorsystem der Firma Thyracont verwendet, das aus einem Membran- (VSC42) und einem Pirani-Bayard-Alpert-Kombinations-Messumformer (VSH82) bestand. Beide Sensoren wurden mit einem Anzeigegerät (VD9) verbun-





Abb. 3.13.: Hochvakuum-Messstand in Vorder- (links) und Rückansicht (rechts) mit Vorvakuumpumpe (a), Turbomolekularpumpe (b), Rezipient (c), Flansche für DUT (d), Nadelventil (e), Gasversorgung (f), Anzeigegerät VD9 (g), Membran-Vakuummeter VSC42 (h), Kombinations-Vakuummeter VSH82 (i), Membran-Vakuummeter Baratron 626B (j).

den, das eine kontinuierliche Druckmessung und -
anzeige im Bereich von $1\cdot 10^{-9}\,\rm mbar$ bis 1400 mbar ermöglicht.

Als Referenzsensoren für die Probencharakterisierung wurden zwei Membran-Vakuummeter (MKS Baratron 626B, je eines für Grob- und Feinvakuum) verwendet, welche im Bereich von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar bis 1000 mbar ein gasartunabhängiges Signal liefern. Diese beiden Sensoren und die beiden Sensoren des Sensorsystems wurden an den passenden Kleinflanschen an der Rückseite des Rezipienten angebracht.

Auf der Vorderseite des Rezipienten standen je zwei Kleinflansche ISO-KF40 und ISO-KF25 zur Verfügung, an denen die zu untersuchenden Bauteile (DUT) angeflanscht oder in die Kammer eingebracht werden konnten.

Um Gas mit einem definierten Fluss in den Rezipienten einzulassen und damit einen gezielten Druck einzustellen, ist ein Dosiernadelventil (Pfeiffer EVN 116) an der Vakuumkammer angebracht worden. Die Gasleitung wurde über zwei 3/2-Wege-Magnetventile (SMC VT307) geführt, welche mit den Relaisausgängen des Anzeigegeräts VD9 verbunden waren. An diesem kann je ein Druckwert für die Schaltpunkte definiert werden. Um keinen Überdruck im Rezipienten zu erzeugen, schaltet das erste Magnetventil direkt hinter dem Nadelventil die Gaszuleitung ab, wenn in jenem Atmosphärendruck erreicht ist. Mit dem zweiten Magnetventil konnte zwischen zwei Gaslinien gewählt werden. Somit konnte über den Umschaltdruck ein Gasgemisch im Rezipienten mittels Partialdruckmischmethode hergestellt werden.

3.2.1.2. Digitalelektronische Komponenten

Die Charakterisierung der druckabhängigen Eigenschaften der Sensorchips erfordert eine gleichzeitige Messwertaufzeichnung der Referenzsensoren und der Spannungssignale der Ansteuerelektronik. Die Messwerte wurden mit Hilfe von Analog-Digital-Wandlern (ADC) digitalisiert, in einem Mikrocontroller verarbeitet und zur Analyse über ein serielles Interface an einen PC gesendet.

Als Mikrocontroller wurde ein 8-Bit-RISC-Prozessor (Atmel ATMega1281) mit einer Taktfrequenz von 12 MHz verwendet. Dieser wurde auf einem PCB aufgebaut, welches die notwendige Peripherie, wie Spannungsversorgung (VCC), Taktgeber (CLK), JTAG-Programmierschnittstelle, Pegelwandler für die serielle Schnittstelle und Steckkontakte für die externen Pins des Prozessors enthielt [Sch09]. Über diese Steckkontakte wurden die AD-Wandler kontaktiert. Die im Mikrocontroller implementierte Ablaufsteuerung, d. h. Messwerte holen, verarbeiten und weitersenden, wurde in der Programmiersprache C realisiert.

Die beiden Baratron Referenzsensoren liefern ein druckproportionales Spannungssignal zwischen 0V und 10V. Diese Spannungen wurden mit einem SAR-Analog-Digital-Wandler (Texas Instrument ADS7825) in einen Digitalwert konvertiert. Das nominelle Auflösungsvermögen des ADCs von 16 bit war ausreichend, um die Messbereiche der Sensoren $(5 \cdot 10^{-4} \text{ mbar bis } 1,33 \text{ mbar bzw. } 5 \cdot 10^{-1} \text{ mbar bis } 1000 \text{ mbar})$ abzudecken [Rei10]. Zur Erweiterung des Messbereichs in das Hochvakuum wurde als dritter Referenzsensor das VSH82 (aktiver Sensor im Hochvakuum: Ionisations-Vakuummeter) verwendet. Das Ausgangssignal wurde als Spannung von 0 V bis 10 V am Anzeigegerät VD9 abgegriffen und ebenfalls vom ADC konvertiert. Die Messwerte wurden vom Mikrocontroller ausgelesen, geglättet und in einen Druckwert umgerechnet. Die Firmware des Mikrocontroller entscheidet anhand der momentanen Druckwerte, im Messbereich welchen Sensors sich der Druck im Rezipient befindet und gibt den zugehörigen Druckwert aus. Weiterhin wird bei einem Druck unterhalb von 10^{-5} mbar ein Nullpunktabgleich der Baratron-Vakuummeter durchgeführt.



Abb. 3.14.: Blockdiagramm des digitalen Messsystems mit den Referenzsensoren und analoger Ansteuerungselektronik für die zu charakterisierenden Sensorchips (DUT).

Die für die Charakterisierung der Wärmetransport-Vakuummeter relevanten Spannungssignale der Ansteuerungselektronik (siehe Abschnitt 3.2.2) wurden mit einem 24-Bit Δ - Σ -Analog-Digital-Wandler (Texas Instruments ADS1211) konvertiert. Zur hochohmigen Messung wurde dem ADC ein Impedanzkonverter vorgeschaltet. Der hierfür verwendete Operationsverstärker OPA4340 besitzt die notwendige Rail-to-Rail-Fähigkeit der Ein- und Ausgänge. Die Bandbreite wurde durch einen, dem OP nachgeschalteten, passiven RC-Tiefpass mit 1 kHz Grenzfrequenz begrenzt. Zudem reduziert das Wandlungsverfahren des ADC Signale oberhalb der Datenrate von 50 Hz stark. Da die interne Referenz des ADC ein typisches Spannungsrauschen von $50\,\mu\text{V}$ aufweist, wurde eine externe Referenzquelle (Linear Technologies LT6655) mit einem typischen Peak-to-Peak-Spannungsrauschen von 625 nV verwendet, um das effektive Auflösungsvermögen des Systems zu maximieren. Es betrug mit diesen Maßnahmen 21,5 bit, was einer Spannungsauflösung von ca. 4 µV entspricht. Die Digitalwerte der vier Kanäle des ADC wurden vom Mikrocontroller mit einer Datenrate von 4 Hz ausgelesen und in Kombination mit dem Referenzdruckwert über ein serielles Interface zu einem PC zur weiteren Auswertung übertragen. Eine schematische Darstellung des gesamten digitalen Systems mit den Referenzsensoren ist in Abb. 3.14 gegeben.

3.2.2. Analoge Ansteuerelektronik für den CT-Betriebsmodus

Der Druckmessbereich eines Wärmetransport-Vakuummeters wird, wie nachfolgend allgemein skizziert, durch die einzelnen Komponenten des Gesamtsystems bestimmt. Der thermische Leitwert G_{thF} bzw. seine Empfindlichkeit S auf Druckänderungen charakterisiert die Eigenschaften des Filaments. Das Filament muss mittels einer geeigneten Ansteuerschaltung beheizt werden, um das druckabhängige Signal zu erzeugen, wofür sich verschiedene statische und dynamische Betriebsmodi eignen. Dieses Signal muss mit einem Messgerät bestimmt werden. Wie in Abb. 2.9 qualitativ dargestellt, ergeben sich aus der Empfindlichkeitskurve des Sensorsignals und dem Auflösungsvermögen bzw. der Rauschgrenze der Messvorrichtung die Messbereichsgrenzen.

Somit muss eine Aussage über den Messbereich auch immer mindestens Informationen über Betriebsmodus und Messvorrichtung enthalten. Zur Charakterisierung des Filaments und für Vergleiche zwischen verschiedenen Ausführungsformen ist folglich eine Größe notwendig, welche nur das druckempfindliche Bauteil beschreibt und nicht durch den Rest des Systems beeinflusst wird. Da der thermische Leitwert¹ des Filaments nur durch die Geometrie der Sensorstruktur und das umgebende Gas bestimmt wird, eignet sich dieser und daraus abgeleitete Größen, wie die Sensitivität S, hierfür [DS14a].

Der Sensor muss deshalb in einem Modus betrieben werden, welcher auf einfachem Weg einen Rückschluss auf dessen thermischen Leitwert zulässt. Weiterhin sollten die Vorgänge relativ einfach theoretisch zu beschreiben sein, damit die Abhängigkeiten theoretisch und experimentell überprüft werden können.

Bei statischen Verfahren wird das Filament durch resistives Heizen des eingebetteten metallischen Mäanders mit einem zeitlich konstanten Ansteuerungssignal erwärmt. Aus den in der Ansteuerungsschaltung fließenden Strömen bzw. Spannungsabfällen können Leistungsumsatz, mittlere Filamenttemperatur und somit der thermische Leitwert des Filaments berechnet werden. Da im statischen Modus keine zeitabhängigen Größen zu berücksichtigen sind, vereinfacht sich die theoretische Beschreibung der Vorgänge im Vergleich zu dynamischen Verfahren wesentlich.

Beim Betrieb mit konstanter Filamenttemperatur (CT-Modus) wird die Heizleistung elektronisch so geregelt, dass sich eine zeitlich konstante, druckunabhängige Filamenttemperatur einstellt. Somit bleiben alle temperaturabhängigen, parasitären Effekte über den gesamten Druckbereich konstant. Wie nachfolgend gezeigt, kann auch der Einfluss der Chiptemperatur schaltungstechnisch kompensiert werden [DS13]. Weiterhin kann die notwendige Heizleistung direkt als Maß für den thermischen Leitwert G_{thF} des Filaments verwendet werden (vgl. Gl. 2.40). Zur Charakterisierung und zum Vergleich der Sensorstrukturen wurde deshalb dieser Betriebsmodus gewählt.

¹Bei Verwendung dynamischer Messverfahren ist es notwendig, die thermische Impedanz zu bestimmen, um Aussagen über das zeitliche Verhalten treffen zu können.

3.2.2.1. Funktionsprinzip der Schaltung

Der im Filament eingebettete, metallische Mäander stellt einen ohmschen Widerstand der Größe R_F dar, dessen Temperaturabhängigkeit unter Vernachlässigung Terme höherer Ordnung mittels Gl. 3.1 beschrieben werden kann. Der Temperaturkoeffizient wird nachfolgend mit α bezeichnet.

$$R_F = R_{F0}(1 + \alpha T + \alpha \Delta T) \tag{3.1}$$

Der Widerstand kann als Reihenschaltung von drei Widerständen interpretiert werden: Einem konstanten Teil, der dem Widerstand R_{F0} bei einer Referenztemperatur T_0 entspricht, einem Anteil, der von der Chiptemperatur T abhängt und einem Anteil, der durch die Temperaturdifferenz ΔT zwischen dem Filament und dem restlichen Chip bestimmt wird. Wegen der guten thermischen Entkopplung des Filaments vom restlichen Chip kann durch den Leistungsumsatz im Filament dessen Übertemperatur ΔT beeinflusst werden. Eine Messung der Übertemperatur ist durch Bestimmung des elektrischen Widerstands möglich.



Abb. 3.15.: Ansteuerungsschaltung zur Realisierung des CT-Betriebsmodus, bestehend aus einer Wheatstone-Brücke (linker Teil) und einem Differenzverstärker bzw. Proportionalregler (rechter Teil) [DS13].

Die Ansteuerungsschaltung für den CT-Modus wurde, wie in Abb. 3.15 dargestellt, in Form einer selbstabgleichenden Wheatstone-Brücke ausgeführt. Der Filamentwiderstand R_F und ein Vorwiderstand R_{VF} bilden einen Zweig der Brücke, wohingegen der andere Zweig aus dem auf dem Chip integrierten Referenzwiderstand R_R , einem einstellbaren Widerstand R_H und einem Vorwiderstand R_{VR} besteht. Die Differenzspannung der Brücke wird mit einem Differenzverstärker verstärkt und als Speisespannung U_B auf die Brücke rückgekoppelt. Die Differenzverstärkung g berechnet sich mit der Schaltung aus Abb. 3.15 nach [TSG10, S.741] zu:

$$g = \frac{R_{P2}}{R_{P1}} = \frac{R_{P4}}{R_{P3}} \tag{3.2}$$

Da der Filamentwiderstand wegen der guten thermischen Entkopplung von der in ihm umgesetzten Leistung P_F abhängt, wird bei genügend hoher Verstärkung g die Differenzspannung der Brücke zu null geregelt [Fre67]. Setzt man die Maschengleichungen für die beiden Maschen der Brücke an, so ergibt sich $U_F = U_R$ und $U_B - U_F = U_B - U_R$. Ersetzt man diese vier Spannungsabfälle durch die entsprechenden Ströme und Widerstände nach dem ohmschen Gesetz, so berechnet sich der Widerstand R_F bei vollständig abgeglichener Brücke zu:

$$R_F = \frac{R_{VF}}{R_{VR}} (R_R + R_H) \tag{3.3}$$

Da sich der Referenzwiderstand R_R auf der Chipoberfläche befindet, wird die in ihm umgesetzte Leistung direkt an das Substrat abgeführt, wodurch die joulesche Eigenerwärmung vernachlässigbar ist. Dessen Widerstandswert ist somit nur von der Chiptemperatur T abhängig:

$$R_R = R_{R0}(1 + \alpha T) \tag{3.4}$$

Da sowohl R_F als auch R_R im gleichen Prozessschritt abgeschieden worden sind und somit die gleiche Geometrie und die gleichen Materialeigenschaften aufweisen, haben sie den gleichen Temperaturkoeffizienten α und den gleichen Grundwiderstand R_{F0} bzw. R_{R0} . Durch Einsetzen von $R_{F0} = R_{R0}$ und der Gleichungen 3.1 und 3.4 in
Gl. 3.3 ergibt sich unter Annahme gleicher Vorwiderstände R_{VF} und R_{VR} für die Übertemperatur ΔT des Filaments:

$$\Delta T = \frac{R_H}{\alpha \ R_{F0}} \tag{3.5}$$

Durch die Verwendung des Referenzwiderstands in einem Brückenzweig wird das Filament somit nicht auf eine konstante Absoluttemperatur geregelt, sondern auf eine konstante Übertemperatur ΔT oberhalb der Chiptemperatur T. Die Übertemperatur kann schaltungstechnisch durch den Widerstand R_H eingestellt werden [DS14a]. Da in erster Näherung der thermische Leitwert G_{thF} des Filaments nicht von der Chiptemperatur abhängt, ist auch die im Filament umgesetzte Leistung P_F (vgl. Gl. 2.40) unabhängig von dieser.

Durch Messung der Spannungen U_F , U_B und U_R der in Abb. 3.15 dargestellten Schaltung können die Leistung P_F , der Filamentwiderstand R_F , der Referenzwiderstand R_R und somit die Übertemperatur ΔT und der thermische Leitwert G_{thF} des Filaments bestimmt werden. Da die Temperaturverteilung entlang des Filaments nicht konstant ist [BWK+01, ZTYJ06, SIM+11, SFL+11] ist die über den Filamentwiderstand bestimmte Übertemperatur und der thermische Leitwert ein Mittelwert über die gesamte Struktur.

3.2.2.2. Dimensionierung der Schaltung

Zur Bestimmung der umgesetzten Leistung bzw. des Referenz- und Filamentwiderstands müssen sowohl die Spannungsabfälle als auch die Ströme in der Wheatstone-Brücke gemessen werden. Die Vorwiderstände R_{VF} und R_{VR} werden als Shunt-Widerstände zur Messung der Ströme in den Brückenzweigen verwendet. Um für die zwei pro Brückenzweig zu messenden Spannungsabfälle einen möglichst großen Hub zu erreichen, sollten die Vorwiderstände die gleiche Größe wie der Filament- bzw. Referenzwiderstand haben. Beide haben bei den untersuchten Proben Werte von etwa 100 Ω bis 1000 Ω . Deshalb wurde ein Widerstandswert für R_{VR} und R_{VF} von 470 Ω gewählt, der etwa in der Mitte dieses Bereiches liegt. Bei der vorhergehenden Berechnung des rückgekoppelten Schaltkreises wurde angenommen, dass die Differenzspannung der Wheatstone-Brücke zu null geregelt wird. Hierzu wäre eine unendlich hohe Differenzverstärkung g notwendig. Berücksichtigt man, dass wegen der endlichen Verstärkung die Differenzspannung nicht zu null geregelt werden kann, ergibt sich R_F abweichend von Gl. 3.3 zu:

$$R_F = \frac{R_{VF}}{R_{VR}} \frac{g-1}{g + \frac{R_R + R_H}{R_{VR}}} (R_R + R_H) \approx \frac{R_{VF}}{R_{VR}} \frac{g-1}{g+1} (R_R + R_H)$$
(3.6)

Somit sollten für eine möglichst kleine Regelabweichung, d. h. für eine möglichst kleine Abweichung von R_F von seinem Sollwert $R_R + R_H$, die beiden Vorwiderstände gut gepaart und g möglichst groß sein. Der Faktor $g^{+1/g-1}$, welcher die bleibende Regelabweichung charakterisiert, liegt bei der gewählten Verstärkung von 214 (s. u.) bei 0,99. Da die Toleranz der verwendeten Widerstände 1 % beträgt, liegt der Fehler durch die endliche Verstärkung im gleichen Bereich und ist somit tolerierbar.

Führt man eine Rauschsignalanalyse des Differenzverstärkers durch, so ist dessen dominierende Rauschquelle das Eingangsspannungsrauschen des Operationsverstärkers. Da dieses Rauschsignal am Ausgang mit der Verstärkung g multipliziert auftritt und in die Brückenschaltung eingekoppelt wird, führt eine Reduktion der Verstärkung direkt zu einer Verringerung des Rauschens der Schaltung. Für die Widerstände R_{P1} und R_{P3} wurde ein Wert von 2,2 kΩ gewählt, um die Brückenzweige nicht zu stark zu belasten. Mit einem Wert von 470 kΩ für R_{P2} und R_{P4} ergibt sich nach Gl. 3.2 eine Differenzverstärkung g von 214. Der gewählte Operationsverstärker LT1678 von Linear Technology hat ein sehr niedriges Eingangsspannungsrauschen von 90 nV im Frequenzbereich von 0,1 Hz bis 10 Hz. Das Rauschverhalten ist vom 1/f-Rauschen dominiert, da sich das Eingangssignal, d. h. der Druck, nur im sehr niederfrequenten Bereich ändert. Das Ausgangsrauschen beträgt mit der gewählten Verstärkung rechnerisch 19 µV und ist bei einer Auflösungsgrenze des ADC von 4 µV tolerierbar.

Für definierte Widerstandswerte des Sensorchips wäre die Dimensionierung der Schaltung noch optimierbar und es somit möglich, die Rauschgrenze etwas zu senken bzw. das Regelverhalten zu verbessern. Hierbei muss allerdings beachtet werden, dass in diesem Schaltungsaufbau eine geringe Regelabweichung und ein geringes Ausgangsrauschen zwei komplementäre Ziele sind. Bezüglich der vermessenen Proben hat sich gezeigt, dass die gewählten Bauteilwerte ausreichend waren, um genügend aussagekräftige Messwerte zu erhalten.

3.2.3. Versuchsaufbau und -ablauf

Der experimentelle Ablauf gliederte sich für jede Probe in drei Phasen. Im ersten Schritt wurde das Temperaturverhalten der beiden Widerstände R_F und R_R bestimmt. Anschließend wurden im CT-Betriebsmodus die druckabhängigen Eigenschaften der Chips charakterisiert. Die hierbei gesammelten Daten wurden abschließend numerisch ausgewertet. Sämtliche experimentell ermittelten Kenngrößen der vermessenen Proben sind in Tab. C.2 zusammengefasst.

3.2.3.1. Bestimmung des Temperaturverhaltens der Widerstände

Zur Bestimmung des Temperaturkoeffizienten α und der Grundwiderstände R_{F0} bzw. R_{R0} der Proben wurde der Referenzwiderstand R_R bei unterschiedlichen Umgebungstemperaturen von 25 °C bis 60 °C vermessen. Der Referenzwiderstand wurde gewählt, da anders als beim Filamentwiderstand der Prüfstrom dessen Temperatur kaum beeinflusst. Da beide Strukturen dieselbe Geometrie aufweisen, gleichzeitig prozessiert wurden und räumlich nahe beieinander liegen, kann davon ausgegangen werden, dass beide die gleiche Temperaturabhängigkeit zeigen.

Im vermessenen Temperaturbereich zeigte der Verlauf des Widerstandes über die Temperatur einen linearen Verlauf (siehe Abb. 3.16). Deshalb können in diesem Bereich Koeffizienten höherer Ordnung vernachlässigt und das vereinfachte lineare Modell der Gleichungen 3.4 und 3.1 verwendet werden.

Basierend auf Gl. 3.4 wurde aus Steigung und Achsenabschnitt des Widerstandes in Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur der Temperaturkoeffizient α und der Grundwiderstand R_{R0} bei 0 °C ermittelt. Die für α ermittelten Werte lagen in einem Bereich von 5 · 10⁻³ K⁻¹ bis 6 · 10⁻³ K⁻¹ (siehe Tab. C.2). Die etwas geringeren Werte als die Tabellenwerte von reinem Ni von 6,0 · 10⁻³ K⁻¹ bis 6,2 · 10⁻³ K⁻¹ [KSW08,



Abb. 3.16.: Relative Widerstandsänderung der Referenzwiderstände in Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur T für fünf exemplarische Proben und zum Vergleich von reinem Ni [HLB12, S.12-42]. Die Linien sind Regressionsgeraden durch die Messpunkte, aus welchen der Temperaturkoeffizient α und R_{R0} berechnet wurde.

HLB12], sind dadurch erklärbar, dass die Metallstruktur zu etwa 10 % aus Cr bestand, was einen deutlich niedrigeren Temperaturkoeffizienten $(2,8 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1} \text{ [HLB12, S.12-41]})$ als Ni aufweist.

Für die weitere Charakterisierung wurden die in dieser Messung ermittelten Werte sowohl für den Referenz- als auch für den Filamentwiderstand verwendet.

3.2.3.2. Versuchsaufbau für druckabhängige Messungen

Die auf TO-Gehäusen aufgebauten Chips wurden mit einer O-Ring-Dichtung auf einem passenden Flanschadapter an dem in Abschnitt 3.2.1.1 beschriebenen Hochvakuum-Rezipienten montiert. Die in Abb. 3.15 gezeigte Schaltung wurde auf der Atmosphärenseite mit Steckkontakten mit den Gehäusepins, welche als elektrische Vakuumdurchführungen dienen, verbunden. Diese Platine wurde mit dem in Abschnitt 3.2.1.2 beschriebenen ADC und Mikrocontroller verbunden. Die digitalisierten Werte der Spannungen U_F , U_R und U_B , sowie der von den Referenzsensoren ausgelesene Druck wurden vom Mikrocontroller über ein serielles Interface an einen PC übertragen und dort aufgezeichnet.



Abb. 3.17.: Versuchsaufbau für druckabhängige Messungen mit im TO-Gehäuse montiertem Chip (a), O-Ring-Dichtung (b), Flanschadapter (c), PCB mit Elektronik für CT-Modus (d), PCB mit ADC und Impedanzkonverter (e) und Vakuumkammer (f). Mikrocontroller und PC sind nicht dargestellt.

3.2.3.3. Gewinnung und Aufbereitung der Messdaten

Der Druck in der Vakuumkammer wurde vor Beginn der Messungen in einen Bereich von 10^{-7} mbar gesenkt. Während der Belüftungsphase mit Stickstoff mit einer Druckanstiegsrate von etwa einer Dekade pro Minute wurden die Messwerte (U_F , U_R , U_B) aufgezeichnet. Die Übertemperatur des Filaments wurde mittels des Widerstands R_H bei jeder Messung auf einen konstanten Wert eingestellt. Die Proben wurden bei verschiedenen Übertemperaturen im Bereich von 15 K bis 55 K charakterisiert.

Die Datenauswertung wurde mit einem numerischen Mathematikprogramm ("Scilab") durchgeführt. Der Quellcode des verwendeten Scripts ist in Anhang D.1 gelistet. Zur Reduzierung der Datenmenge wurde im ersten Schritt über Wertepaare mit identischen Referenzdruckwerten gemittelt. Aus den drei gemessenen Spannungen wurden anschließend die Ströme durch die Vorwiderstände und die Eingangsströme des Differenzverstärkers ermittelt. Hieraus wurden die Ströme durch Referenz- und Filamentwiderstand und weiterhin deren Widerstandswerte bestimmt. Mit den in der Vorcharakterisierung ermittelten Werten für Grundwiderstand und Temperaturkoeffizient wurde mittels Gl. 3.1 und 3.4 aus den Widerständen die Temperaturdifferenz zwischen Filament und Chip berechnet. Der mittlere thermische Leitwert G_{thF} des Filaments ergibt sich aus dem Verhältnis zwischen der umgesetzten Leistung und der Temperaturdifferenz (Gl. 2.40).

Aus dieser Kurve wurde der thermische Leitwert des Gases G_{thG} und der Leitwert der Aufhängungen G_{thP} bestimmt. Da im Hochvakuumbereich der Wärmetransport durch das Gas verschwindend gering ist, wurde G_{thP} als Mittelwert von G_{thF} bei Drücken kleiner als $5 \cdot 10^{-6}$ mbar errechnet. Die Differenz dieser beiden Werte ergibt G_{thG} (siehe Abb. 3.18b).



Abb. 3.18.: Thermischer Leitwert G_{thF} des Filaments (a) und Aufteilung in Leitwert des Gases G_{thG} und parasitären Leitwert G_{thP} (b) in Abhängigkeit des Druckes p der asymmetrischen Strukturen mit kleinster (A1) und größter Oberfläche (A10) bei $\Delta T \approx 30$ K. Punkte in (b) sind gemessene Werte, Linien entsprechen dem angefitteten Modell (nach [DS14a]).

An die somit ermittelte Kurve von G_{thG} wurde das theoretische Modell (Gl. 2.43) angefittet. Dies wurde, wie in Abschnitt 5.2.2.4 genauer beschrieben wird, mittels linearer Regressionsrechnung an die linearisierte Form von Gl. 2.43 bzw. der Messwertepaare im Druckbereich von $5 \cdot 10^{-2}$ mbar bis 100 mbar durchgeführt. Das Bestimmtheitsmaß R^2 war bei sämtlichen Messkurven größer als 0,995, was bestätigt, dass trotz des vereinfachten Modells die Vorgänge damit sehr gut beschrieben werden können. Bei dieser Prozedur ergeben sich die beiden Fitparameter ϵA und γd , welche charakteristisch für die Geometrie des Sensorelements und das Restgas sind. Die Vorgehensweise ist anhand der Messkurven der asymmetrischen Strukturen mit größter und kleinster Filamentoberfläche in Abb. 3.18 dargestellt.

Die Sensitivität S bzw. deren Faktoren s_m und s_v , und der Übergangsdruck p_t wurden aus den beiden Fitparametern ϵA und γd bestimmt (vgl. Gl. 2.45, 2.46, 2.48, 2.47).

3.2.4. Vergleich der geometrischen Varianten

3.2.4.1. Einfluss der Filamentoberfläche²

Gemäß dem in Abschnitt 2.3.3 aufgestellten theoretischen Modell skaliert sowohl der thermische Leitwert des Gases G_{thG} (vgl. Gl. 2.43), als auch dessen Empfindlichkeit Sauf Druckänderungen mit der Filamentoberfläche A (vgl. Gl. 2.45). Die beiden Empfindlichkeitsfaktoren s_m und s_v nehmen ebenfalls linear mit der Filamentoberfläche zu (vgl. Gln. 2.46, 2.48).

Um diese These experimentell zu bestätigen, wurden Strukturen (Proben A1 bis A10)³ mit unterschiedlichen Abmaßen des Filaments (vgl. Tab. C.1) hergestellt und vermessen. Aus den G_{th} -Kurven der Strukturen mit größter und kleinster Oberfläche (Abb. 3.18) ist zu erkennen, dass eine Vergrößerung der Oberfläche eine deutliche Vergrößerung der druckabhängigen Größe (G_{thG}) und somit eine Verschiebung der unteren Messbereichsgrenze zu tieferen Drücken bewirkt.

Eine Auftragung der Sensitivität S als Funktion des Drucks p (siehe Abb. 3.19) zeigt, dass mit größer werdender Filamentoberfläche die Kurven zu höheren Sensitivitätswerten verschoben werden. Die Verschiebung ist entgegen dem theoretischen Modell im viskosen Bereich weniger stark ausgeprägt als im molekularen. Das Modell geht

 $^{^2\}mathrm{Die}$ in diesem Abschnitt dargestellten Ergebnisse wurden in [DS14a] publiziert.

³Die Probennummern sind aufsteigend nach der Filamentoberfläche sortiert.



Abb. 3.19.: Sensitivität S in Abhängigkeit des Druckes p für drei asymmetrische Proben mit unterschiedlichen Filamentoberflächen bei $\Delta T \approx 30$ K. Die Kurven wurden aus den Fitparametern der zugehörigen Messwerte berechnet.

davon aus, dass von der gesamten Filamentoberfläche Wärme durch ein Gas der Dicke d zu einer Wärmesenke transportiert wird. Im Falle der asymmetrischen Strukturen wird von der Oberseite des Filaments Wärme nicht zum im Abstand d befindlichen Boden der Ätzgrube transportiert, sondern zu wesentlich weiter entfernt liegenden Wärmesenken, wie z. B. den Seitenwänden des Flanschadapters. Das bedeutet, dass sich der thermische Leitwert des Gases G_{thG} aus der Parallelschaltung von zwei Leitwerten mit jeweils der halben Filamentoberfläche A ergibt. Für den einen ist als Abstand die Tiefe der Ätzgrube d zu setzen und für den anderen ein nicht exakt definierbarer, aber wesentlich größerer Wert d_a .

$$G_{thG} = \frac{\epsilon \cdot A/2 \cdot p}{1 + \gamma \ d \ p} + \frac{\epsilon \cdot A/2 \cdot p}{1 + \gamma \ d_a \ p}$$
(3.7)

Berechnet man aus diesem Ansatz die Sensitivitätsfaktoren, so ergibt sich für s_m die gleiche wie in Gl. 2.46 angegebene Form. Das ist plausibel, denn im molekularen Bereich ist die mittlere freie Weglänge größer als d und auch größer als d_a . Da diese Bedingung erfüllt ist, spielen die Abstände keine Rolle für den Wärmetransport.

Der in Gl. 2.48 angegebene Ausdruck für s_v ist nur für $d_a = d$ gültig, d. h. für eine Struktur, welche mit einer zweiten sich im Abstand d befindlichen Wärmesenke versehen ist (symmetrische Struktur). Bei einer asymmetrischen Struktur berechnet sich s_v unter der Annahme $d \ll d_a$ zu:

$$s_v = \frac{\ln(10) \ \epsilon \cdot A}{(\gamma \cdot \sqrt{2} \ d)^2} \tag{3.8}$$

Dies kann entweder als ein um den Faktor $\sqrt{2}$ vergrößerter effektiver Abstand d oder als eine auf die Hälfte reduzierte effektive Oberfläche A interpretiert werden. Dies erklärt die beobachtete geringere Zunahme der Sensitivität mit der Oberfläche im viskosen Bereich. Bei der Regressionsrechnung wird somit bei asymmetrischen Strukturen $\gamma\sqrt{2}d$ und bei symmetrischen Strukturen γd als Fitparameter aus den Messkurven extrahiert.



Abb. 3.20.: Sensitivitätsfaktoren s_m (linke Achse) und s_v (rechte Achse) in Abhängigkeit der Filamentoberfläche A der asymmetrischen Strukturen A1 bis A10 (vgl. Tab. C.1) bei Übertemperaturen von 15 K bis 55 K. Die schwarzen Geraden stellen Regressionsgeraden an die Werte für s_m und s_v dar.

Für die Strukturen A1 bis A10 wurden die Sensitivitätsfaktoren s_m und s_v mit den Gleichungen 2.46 und 3.8 berechnet und in Abb. 3.20 dargestellt. Für beide Fakto-

ren ist eine lineare Zunahme mit der Filamentoberfläche anhand der in Abb. 3.20 dargestellten Regressionsgeraden klar zu erkennen. Die Faktoren sind über den Übergangsdruck p_t verknüpft (vgl. Gl. 2.46, 2.47 und 2.48):

$$s_v = s_m \cdot p_t^2 \tag{3.9}$$

Der Mittelwert von p_t aller zehn vermessenen, asymmetrischen Proben lag bei etwa 2,2 mbar (vgl. Tab. C.2). Berücksichtigt man Gl. 3.9 durch Skalierung der Achse von s_v um einen Wert von 5 ($\approx p_t^2$), wie in Abb. 3.20 dargestellt, so ist der wegen der Asymmetrie reduzierte Anstieg von s_v gegenüber s_m mit der Oberfläche erkennbar.

Die Proben A2 und A3 und A4 bis A7 hatten die gleiche Oberfläche des beheizten Bereichs $(2 \cdot l_H \cdot b_H)$, aber unterschiedliche Aufhängungen. Weiterhin unterscheiden sich die gemessenen Sensitivitätsfaktoren bei allen Proben. Da in den Aufhängungen auch eine elektrische Leiterbahn eingebettet war, ist zu vermuten, dass diese Bereiche auch auf Druckänderungen empfindlich sind. Nimmt man die an das Gas ankoppelnde Oberfläche, wie in Abb. 3.20 dargestellt, als Summe der Oberflächen des geheizten Bereiches und der Aufhängungen an, so liegen die gemessenen Werte sehr gut auf der dargestellten Regressionsgerade. Das bedeutet, dass die an das Gas ankoppelnde Oberfläche A die gesamte Oberfläche des Filaments, d. h. die Oberfläche des beheizten Bereichs und die der Aufhängungen, sein muss.

Die in Abb. 3.20 dargestellten Sensitivitätsfaktoren, die aus Messungen bei unterschiedlichen Übertemperaturen extrahiert wurden, streuen. Die Faktoren s_m und s_v hängen über die Konstanten ϵ und γ von der Temperatur T des Restgases ab (vgl. Gl. 2.42), welche sich mit der Übertemperatur des Filaments ändert und über den Gasraum nicht konstant ist. Die aus den Messungen bestimmten Faktoren der Proben, welche am stärksten streuen, sind in Abb. 3.21 in Abhängigkeit von ΔT dargestellt. Da sich hierbei keine klar erkennbare Korrelation zwischen den Größen zeigte, ist zu vermuten, dass die oben beschriebene Abhängigkeit im untersuchten Übertemperaturbereich gering ist und unterhalb der Messgenauigkeit liegt. Die beobachteten Schwankungen sind somit am wahrscheinlichsten auf Ungenauigkeiten bei der Messung und Datenaufbereitung zurückzuführen, womit im Rahmen der möglichen Mess-



genauigkeit angenommen werden kann, dass im untersuchten Übertemperaturbereich

sowohl G_{thG} als auch S und somit s_m und s_v unabhängig von ΔT sind.

Abb. 3.21.: Sensitivitätsfaktoren s_m (a) und s_v (b) in Abhängigkeit der Übertemperatur ΔT der asymmetrischen Proben, die die größten Schwankungen in ihren Sensitivitätsfaktoren aufgewiesen haben.

3.2.4.2. Einfluss der Symmetrie

Die im vorherigen Abschnitt vermessenen Chips waren alle asymmetrisch aufgebaut, d. h. die Abstände zwischen Filament und Wärmesenken waren oberhalb und unterhalb des Filaments unterschiedlich groß. Bei einem symmetrisch aufgebauten Chip muss die Empfindlichkeit im viskosen Bereich im Vergleich zu einer asymmetrischen Struktur erhöht sein, da nach Gl. 3.8 bei der asymmetrischen Variante der effektiv wirksame Abstand um einen Faktor $\sqrt{2}$ größer ist, als bei der symmetrischen. Bei ansonsten gleichen geometrischen Abmaßen sollte im molekularen Bereich kein Unterschied zwischen den beiden Varianten bestehen.

Zur Verifizierung dieses Verhaltens wurden drei symmetrisch aufgebaute Proben (S1, S2, S3) mit dem in Abschnitt 3.1.2.2 dargestellten Hybrid-Prozess realisiert. Diese Proben wurden mit drei asymmetrisch aufgebauten Proben (A4, A9, A10) mit jeweils der gleichen Filamentgeometrie verglichen.

Wie in Abb. 3.22 exemplarisch dargestellt, nimmt der thermische Leitwert symmetrischer Strukturen im viskosen Bereich wesentlich stärker mit dem Druck zu, als der asymmetrischer Strukturen. Im molekularen Bereich besitzen Strukturen mit gleicher Oberfläche die gleichen Kurvenverläufe, da in diesem Druckbereich der thermische Leitwert des Gases unabhängig vom Abstand der Oberflächen ist.



Abb. 3.22.: Thermischer Leitwert des Filaments G_{thF} (a) und des Gases G_{thG} (b) in Abhängigkeit des Druckes p von einer asymmetrischen (A10) und einer symmetrischen Struktur (S3) gleicher Oberfläche bei $\Delta T \approx 30$ K. Punkte in (b) sind gemessene Werte, Linien entsprechen dem angefitteten Modell.

Der aus den G_{thG} -Kurven berechnete, druckabhängige Verlauf der Sensitivität ist in Abb. 3.23 dargestellt. Bei zwei Strukturen gleicher Filamentoberfläche (A4, S1) ist auch hier zu erkennen, dass im molekularen Bereich die Sensitivität nicht durch die Symmetrie beeinflusst wird, wohingegen im viskosen Bereich bei der symmetrischen Struktur s_v etwa um den mittels Gl. 3.8 theoretisch vorhergesagten Faktor $\sqrt{2}$ vergrößert ist (vgl. Tab. C.2). Ebenso ist der Übergangsdruck etwa um diesen Faktor höher und liegt bei allen symmetrischen Strukturen bei 2,8 mbar bis 3,0 mbar. [DS14a]

Die Sensitivitätsfaktoren s_m und s_v in Abhängigkeit der Filamentoberfläche A sind für alle symmetrischen und die zugehörigen asymmetrischen Strukturen in Abb. 3.24 dargestellt. Die s_v -Achse wurde um einen Faktor 10 ($\approx p_t^2$, vgl. Gl. 3.9) gegenüber der s_m -Achse skaliert, um die Kurvenverläufe vergleichen zu können. Bei beiden Ty-



Abb. 3.23.: Sensitivität S in Abhängigkeit des Druckes p für drei symmetrische Proben (S1, S2, S3) mit unterschiedlichen Filamentoberflächen und einer asymmetrischen Probe (A4) mit gleicher Oberfläche wie Probe S1 bei $\Delta T \approx 30$ K. Die Kurven wurden aus den Fitparametern der zugehörigen Messwerte berechnet.

pen skalieren die beiden Faktoren linear mit A. Auch hier ist erkennbar, dass die Symmetrie keinen Einfluss auf den Faktor s_m hat. Der Anstieg des Faktors s_v mit der Filamentoberfläche der symmetrischen Strukturen ist im Gegensatz zu den asymmetrischen etwa gleich groß wie bei dem Faktor s_m , was in Übereinstimmung mit den in Abschnitt 2.3.3 gemachten Vorhersagen ist. Bei den in Abb. 3.23 dargestellten Sensitivitätsverläufen bewirkt dies eine Parallelverschiebung zu höheren Empfindlichkeitswerten.

Es wurde somit gezeigt, dass durch eine Symmetrisierung der Struktur die Empfindlichkeit im viskosen Bereich um etwa einen Faktor $\sqrt{2}$ vergrößert werden kann, wohingegen die Empfindlichkeit im molekularen Bereich nicht beeinflusst wird. Da eine Symmetrisierung eine effektive Verkleinerung des Abstandes *d* zwischen den Oberflächen bewirkt, beweist dies zudem, dass die Sensitivität im viskosen Bereich und der Übergangsdruck mit jenem skalieren.



Abb. 3.24.: Sensitivitätsfaktoren s_m (linke Achse) und s_v (rechte Achse) in Abhängigkeit der Filamentoberfläche A der symmetrischen Strukturen S1, S2 und S3 und der zugehörigen asymmetrischen Strukturen A4, A9 und A10 mit gleicher Filamentgeometrie bei Übertemperaturen von 15 K bis 55 K.

3.2.4.3. Einfluss des parasitären thermischen Leitwerts

Neben dem Wärmetransport durch das Gas kann Wärme vom Filament zusätzlich durch Wärmeleitung innerhalb dessen Festkörpers und über Wärmestrahlung abgegeben werden. Erstere ist durch die Geometrie und Materialeigenschaften des Filaments bestimmt und der zugehörige thermische Leitwert ist weitestgehend temperaturunabhängig. Die von einem Körper abgegebene Wärmestrahlung hingegen ist nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz stark von dessen Absoluttemperatur abhängig. Es ist deshalb zu klären, in welchem Verhältnis beide parasitären Anteile zueinander stehen.

Das Stefan-Boltzmann-Gesetz beschreibt die Wärmestrahlung, welche ein schwarzer Körper in Abhängigkeit seiner Oberflächentemperatur abgibt. Da von der Filamentstruktur allerdings auch Wärmestrahlung absorbiert werden kann, muss dieser Vorgang als Strahlungsaustausch beschrieben werden. Wegen der unbekannten Emissionsbzw. Absorptionseigenschaften der relevanten Oberflächen ist eine theoretische Vorhersage nicht aussagekräftig. Deshalb wurde der Anteil der emittierten Strahlung zur gesamten parasitären Wärmeabfuhr experimentell ermittelt.

Hierzu wurde bei einem Druck kleiner als 10^{-6} mbar eine Strom-Spannungs-Kennlinie des Filamentwiderstands der Proben aufgenommen. Die Haltezeit zwischen Anlegen der nächsthöheren Spannung und der Messung des Stromes wurde zu 2s gewählt. Ab diesem Wert sind die resultierenden Kurven unabhängig von der Haltezeit und folglich befindet sich das Bauteil dann im thermischen Gleichgewicht. Aus den Strom- und Spannungswerten kann die umgesetzte Leistung P, der Filamentwiderstand R_F und mittels Gl. 3.1 die Übertemperatur ΔT berechnet werden. Da aufgrund von Gl. 2.40 eine direkte Proportionalität zwischen P und ΔT mit dem thermischen Leitwert als Proportionalitätskonstante besteht, muss sich bei einer Auftragung von P über ΔT eine Gerade ergeben, falls der thermische Leitwert konstant ist. Hängt dieser von der Übertemperatur ab, wie es bei Wärmestrahlungsaustausch der Fall ist, so krümmt sich die Kurve mit zunehmendem ΔT immer stärker.

Die ermittelten $P(\Delta T)$ -Kurven (siehe Abb. 3.25) zeigen bei geringen Übertemperaturen einen linearen Verlauf und weichen bei höherem ΔT immer stärker von diesem Verlauf ab. Weiterhin nimmt die Temperatur, bei der eine deutlich Abweichung vom linearen Verhalten feststellbar ist, mit größerer Filamentoberfläche ab. Da nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz die emittierte Strahlungsleistung und somit auch der zuordenbare thermische Leitwert direkt von der beheizten Oberfläche abhängen, kann diese Abweichung auf einen dominanter werdenden Strahlungsanteil bei hohen Übertemperaturen zurückgeführt werden. Bei geringen Übertemperaturen, d. h. $\Delta T < 50$ K, dominiert bei den verwendeten Strukturgrößen die Wärmeabfuhr über den Festkörper des Filaments den parasitären thermischen Leitwert G_{thP} . Da alle druckabhängigen Messungen in diesem Übertemperaturbereich durchgeführt wurden, ist G_{thP} hierbei durch die Abmessungen der Aufhängungen und des Filaments dominiert. Der parasitäre Leitwert stellt somit einen konstanten Offset-Wert dar, der aus dem gemessenen Signal eliminiert werden kann. Hier wurde dies durch numerische Nachverarbeitung der Messdaten realisiert (vgl. Abschnitt 3.2.3.3). Andere Autoren [WS94, SCC95, CCOS96, WMF⁺01] haben dies durch eine elektronische Offset-Kompensation gezeigt.



Abb. 3.25.: Im Filament umgesetzte Leistung P in Abhängigkeit der Übertemperatur ΔT für drei Proben mit unterschiedlich großen Oberflächen bei $p < 10^{-6}$ mbar. Die gestrichelten Linien sind Regressionsgeraden durch die Messpunkte für $\Delta T \leq 40$ K.

Vergleichbare Untersuchungen wurden auch von Völklein et al. [VGM⁺13] angestellt. Die dort untersuchte Struktur zeigte bereits bei geringen Übertemperaturen einen dominanten Strahlungsanteil. Dies ist allerdings auf die etwa zehnfach größere Oberfläche im Vergleich zur hier untersuchten größten Probe (A10) zurückzuführen. Daher stehen die Ergebnisse nicht im Widerspruch zueinander.

In Abb. 3.26 ist der druckabhängige thermische Leitwert des Filaments für zwei Proben mit gleichen Oberflächen aber unterschiedlichem G_{thP} dargestellt. Extrahiert man aus diesen Kurven G_{thG} , so zeigt sich, dass sich beide Kurven decken und folglich das Bauteil mit dem geringeren G_{thP} (A6) keinen größeren Messbereich zu tieferen Drücken aufweist. Erst durch eine Vergrößerung der Filamentoberfläche (Probe A10) kann der Druck, bei welchem das Signal unter die Rauschgrenze fällt, zu kleineren Werten verschoben werden.

Da, wie in Abschnitt 2.3.3 theoretisch gezeigt wurde, der parasitäre Leitwert G_{thP} keinen Einfluss auf die Sensitivität S haben sollte, muss auch der Faktor s_m unabhängig



Abb. 3.26.: Thermischer Leitwert G_{thF} des Filaments (a) und thermischer Leitwert des Gases G_{thG} (b) in Abhängigkeit des Druckes p von zwei Proben gleicher Oberfläche (A6, P4) und der Probe mit der größten Oberfläche (A10) bei $\Delta T \approx 30$ K. Punkte in (b) sind gemessene Werte, Linien entsprechen dem angefitteten Modell.

von diesem sein (vgl. Gl. 2.46). G_{thP} kann durch die geometrischen Abmessungen der Aufhängungen verändert werden. Allerdings verändert dies auch die an das Gas ankoppelnde Oberfläche A und damit s_m , wie in Abschnitt 3.2.4.1 gezeigt wurde. Dies kann verhindert werden, indem nicht die Abmessungen der Aufhängungen verändert werden, sondern lediglich die Breite b_{MS} der in ihnen eingebetteten Leiterbahn. Zu diesem Zweck wurden zu den Proben A4, A6 und A7 je zwei weitere Proben realisiert, bei denen die Leiterbahnbreite in den Aufhängungen von 10 µm auf 15 µm bzw. 20 µm erhöht wurde, jedoch die gesamte Oberfläche A die gleiche Größe hatte.

Die Auswertung der Messkurven zeigte die zu erwartende Zunahme von G_{thP} mit der Leiterbahnbreite. Weiterhin zeigte sich keine signifikante Abhängigkeit des Sensitivitätsfaktors s_m vom parasitären thermischen Leitwert G_{thP} (siehe Abb. 3.27). Dies bestätigt die vom Modell gemachte Vorhersage, dass die parasitären Wärmeverluste keinen Einfluss auf die Empfindlichkeit der Struktur gegenüber Druckänderungen haben.



Abb. 3.27.: Sensitivitätsfaktor s_m in Abhängigkeit des parasitären thermischen Leitwerts G_{thP} für Proben mit jeweils gleicher Oberfläche A und unterschiedlicher Breite der Metallisierung in den Aufhängungen. Die Übertemperatur ΔT betrug bei allen Messungen etwa 30 K.

3.2.5. Einfluss des Betriebsmodus auf die Sensoreigenschaften

Der thermische Leitwert des Filaments ist die druckabhängige Größe, welche, wie in vorangehenden Abschnitten gezeigt wurde, durch den Aufbau des Sensorelements beeinflusst werden kann. Diese Größe bestimmt in allen Betriebsmodi den Druckverlauf der elektrischen Betriebsgrößen in der Ansteuerelektronik. Für den Betrieb als Vakuummeter ist es somit nicht zwingend erforderlich, den thermischen Leitwert zu extrahieren, sondern es können auch diese elektrischen Größen als Basis für die Druckanzeige verwendet werden.

3.2.5.1. Zeitlich konstante elektrische Größen

Die einfachsten Ausführungsformen sind ein Betrieb mit konstanter Spannung (CV-Modus) oder mit konstantem Strom (CC-Modus). Verringert sich der Druck und somit der Wärmetransport durch das Gas, so steigt die Filamenttemperatur an. Setzt man unter Berücksichtigung der Temperaturabhängigkeit von R_F (Gl. 3.3) die Leistung Paus Gl. 2.40 mit $P = I^2 \cdot R_F = \frac{U^2}{R_F}$ gleich, so berechnet sich die Übertemperatur ΔT des Filaments über der Chiptemperatur T in Abhängigkeit der Druckes p für die beiden Modi zu:

$$\Delta T_{CC} = \frac{R_{F0}(1+\alpha T) \cdot I^2}{G_{thF} - R_{F0} \alpha I^2}$$
(3.10)

$$\Delta T_{CV} = \frac{\sqrt{(1+\alpha T)^2 + \frac{4\alpha}{G_{thF} R_{F0}} \cdot U^2} - (1+\alpha T)}{2\alpha}$$
(3.11)

Der Leistungsumsatz errechnet sich durch Multiplikation der Gleichungen 3.10 und 3.11 mit dem thermischen Leitwert G_{thF} . Da der Filamentwiderstand mit ΔT zunimmt, führt dies im CC-Modus zu einer positiven Rückkopplung, d. h. der Leistungsumsatz nimmt mit steigender Temperatur (bei fallendem Druck) zu, wohingegen er im CV-Modus abnimmt.



Abb. 3.28.: Übertemperatur ΔT (a) und Leistungsumsatz P (b) in Abhängigkeit des Druckes p für CT-, CC- und CV-Betriebsmodus bei einer Chiptemperatur T von 25 °C. Die Kurven wurden auf Basis der experimentell ermittelten Kenngrößen von Probe S3 berechnet.

Die Druckverläufe beider Größen wurden auf Basis der experimentell ermittelten Parameter (vgl. Tab. C.2) für die symmetrische Struktur größer Filamentoberfläche (S3) berechnet und sind in Abb. 3.28 dargestellt. Als zusätzliche Randbedingung wurde definiert, dass ΔT einen Wert von 50 K nicht überschreiten darf, um keinen signifikanten parasitären Anteil durch Wärmestrahlung zu erzeugen (vgl. Abschnitt 3.2.4.3). Dies ist notwendig, da für den Betrieb als Vakuummeter der gesamte parasitäre Anteil aus dem Messsignal eliminiert werden muss, und somit konstant bleiben sollte. Dies wäre bei zu hohen Übertemperaturen nicht mehr der Fall, da der Strahlungsanteil dann den gesamten parasitären Anteil dominieren würde und zudem von der Umgebungstemperatur abhängen würde. Hieraus ergibt sich in diesem Fall für die Berechnung im CC-Modus ein Strom I von 330 µA und im CV-Modus eine Spannung U von 508 mV. Mit diesen Randbedingungen ergibt sich sowohl im CC- als auch im CV-Modus ein deutlich geringerer Leistungshub zwischen Grob- und Hochvakuum als im CT-Modus bei einer Übertemperatur von 25 K.

Analog zu Gl. 2.45 kann anstatt G_{thF} der Leistungsumsatz P zur Berechnung der Empfindlichkeit S verwendet werden. Aufgrund der Komplexität der analytischen Lösungen für den CC- und CV-Modus wurden die in Abb. 3.29 dargestellten Kurven numerisch ermittelt. Neben der im Vergleich zum CT-Modus etwas verminderten Empfindlichkeit im molekularen Bereich ist die Empfindlichkeit im viskosen Bereich und der Druck, bei dem die maximale Empfindlichkeit auftritt, sowohl im CC- als auch im CV-Modus stark reduziert. Eine von Weng et al. durchgeführte Analyse [WS94] liefert analoge Ergebnisse.

Santagata et al. [SIM⁺11] haben ein analytisches Modell zur Beschreibung der Empfindlichkeit einer drahtförmigen Struktur im CC-Modus entwickelt. Aufgrund der Gestaltung des Modells ist es unter bestimmten geometrischen Voraussetzungen nicht auf drahtförmige Strukturen beschränkt. Da diese, in [SIM⁺11] angeführten geometrischen Voraussetzungen auf die hier verwendeten Strukturen zutreffen, gelten die prinzipiellen Aussagen dieses Modells auch hier:

Der Druck maximaler Empfindlichkeit ist im CC-Modus immer geringer als der Übergangsdruck p_t , welcher nach Gl. 2.47 durch den Abstand d bestimmt wird. Vereinfacht ist der Faktor, um den p_t zu reduzieren ist, das Verhältnis vom thermischen Leitwert des Gases bei hohem Druck zum parasitären thermischen Leitwert. Im Falle von Struktur S3 ist dieses Verhältnis etwa 100 und entspricht somit in etwa der



Abb. 3.29.: Sensitivität S des Leistungsumsatzes P in Abhängigkeit des Druckes p für CT-, CC- und CV-Betriebsmodus bei einer Chiptemperatur T von 25 °C. Die Kurven wurden auf Basis der experimentell ermittelten Kenngrößen von Probe S3 berechnet.

Verschiebung des Drucks maximaler Empfindlichkeit zwischen CC- und CT-Modus⁴. Durch die Reduzierung dieses Kennwerts nimmt auch die Empfindlichkeit im viskosen Bereich stark ab.

Da Schaltungen zur Erzeugung eines konstanten Stromes bzw. einer konstanten Spannung im Allgemeinen weniger komplex und mit weniger aktiven, verstärkenden Bauteilen aufgebaut werden können (vgl. [TSG10, S.768ff]), als die in Abb. 3.15 dargestellte Schaltung für den Betrieb im CT-Modus, ist ein niedrigeres Signalrauschen zu erwarten. Da zusätzlich nur eine elektrische Größe (Strom oder Spannung) gemessen werden muss, um die Leistung P zu bestimmen, ist trotz der reduzierten Empfindlichkeit bei niedrigen Drücken eine ähnliche untere Messbereichsgrenze wie im CT-Modus zu erwarten.

⁴Im CT-Modus ist der Druck maximaler Empfindlichkeit identisch mit dem Übergangsdruck p_t .

3.2.5.2. Zeitlich konstante Temperatur

Im Konstant-Temperatur Modus wird die Leistung P entsprechend geregelt, dass sich eine, über den Druck konstante Filamentübertemperatur ΔT einstellt. Wie in Abb. 3.29 dargestellt, ergibt sich dadurch im Vergleich zum CC- bzw. CV-Modus eine deutlich höhere Empfindlichkeit im viskosen Druckbereich, wodurch Drücke in diesem Bereich besser aufgelöst werden können und eine höhere obere Messbereichsgrenze erreichbar ist.

Durch die konstante Übertemperatur ist die Reaktionszeit auf Druckänderungen wesentlich geringer als bei anderen Betriebsarten, da keine vergleichsweise langsamen thermischen Vorgänge ablaufen müssen. Weiterhin bleibt auch der parasitäre Strahlungsanteil über den Druck konstant. Nachteilig ist der vergleichsweise komplexe Schaltungsaufbau und das durch die hohe Verstärkung verursachte Signalrauschen. Jedoch ermöglicht der Schaltungsaufbau eine einfache Kompensation der Chiptemperatur bereits auf analoger Seite (vgl. Abschnitt 3.2.2).

Der CT-Modus eignet sich deshalb unter den Betriebsmodi mit zeitlich konstanten Größen am besten zur Realisierung eines Vakuummeters mit möglichst großem Messbereich.

3.2.5.3. Dynamischer Betrieb

Bei dynamischen Betriebsmodi werden die Ansteuerungssignale periodisch variiert. Das Ausgangssignal ist somit nicht nur vom thermischen Leitwert, sondern zusätzlich von der Wärmekapazität des Filaments und des umgebenden Restgases abhängig. Da die Wärmekapazität des Gases direkt mit der Gasdichte und somit mit dem Gasdruck skaliert, ergibt sich im viskosen Bereich eine im Vergleich zu stationären Betriebsmodi stärkere Druckabhängigkeit des Ausgangssignals [Col88, JL04].

Dies kann in einem gepulsten Betrieb genutzt werden, bei dem das Filament mit einem Strom- oder Spannungsimpuls bis zu einer Zieltemperatur aufgeheizt wird. Die Dauer des Aufheizvorgangs ist abhängig von der Zeitkonstante des Systems und liefert somit ein Maß für den Druck [Col88,LBG⁺12]. Jitschin et al. [JL04] konnten mit einem konventionellen, makroskopischen Aufbau eine deutliche Messbereichserweiterung bis zum Atmosphärendruck zeigen. Ein weiterer Vorteil eines derartigen Betriebs ist neben einem geringeren Energieverbrauch, dass keine Analog-Digital-Wandlung der Ausgangssignale notwendig ist, sondern lediglich eine Zeitmessung [JL04]. Dieser Betriebsmodus wird auch in dem im Messaufbau integrierten Referenzsensor VSH82 verwendet. Durch eine entsprechende digitale Aufbereitung der Messdaten kann auch ein Offset-Drift in den Schaltungskomponenten eliminiert werden [LBG⁺12].

Da der gesamte Aufheiz- und Abkühlvorgang betrachtet werden muss, sind die verwendeten Impulsfolgen sehr niederfrequent. Im Gegensatz hierzu verwenden Bedö et al. ein höherfrequentes Sinussignal zur Ansteuerung und werten die Amplitude der umgesetzten Leistung aus [BKM00]. Die Eindringtiefe der Wärmewelle in das Gas kann durch die Frequenz festgelegt werden. Die wirkt sich wie eine virtuelle Wärmesenke mit geringerem Abstand als der reale Abstand zwischen Filament und Wärmesenke aus. Somit kann der Druck maximaler Empfindlichkeit und die obere Messbereichsgrenze mit steigender Frequenz zu höheren Drücken verschoben werden.

Obwohl bei dynamischen Betriebsmodi ein direkter Rückschluss auf den thermischen Leitwert im Vergleich zu statischen Betriebsmodi sehr aufwändig ist, eignen sie sich zur Ausdehnung des Messbereiches zu hohen Drücken hin und bei entsprechender Datenaufbereitung zur Eliminierung des Offset-Drifts und zur Verbesserung des Rauschverhaltens.

3.3. Schlussfolgerungen

Obwohl es sich bei dem in den Abschnitten 2.2.2.1 und 2.3.3 entwickelten Modell des thermischen Leitwerts eines Wärmetransport-Vakuummeters um ein vereinfachtes, eindimensionales Modell handelt, können die experimentell im CT-Modus ermittelten druckabhängigen Kennlinien der realisierten Sensorchips damit sehr gut beschrieben werden. Folgende Vorhersagen dieses Modells über den Einfluss der Sensorgeometrie konnten experimentell bestätigt werden:

- Die Sensitivität der Sensorstruktur nimmt sowohl im molekularen als auch im viskosen Druckbereich linear mit der Filamentoberfläche zu.
- Eine asymmetrische Struktur verhält sich im viskosen Druckbereich wie eine symmetrische Struktur mit einem um den Faktor $\sqrt{2}$ vergrößertem Plattenabstand. Somit kann im viskosen Druckbereich die Empfindlichkeit durch eine Verkleinerung des Abstands zwischen Filament und Wärmesenke vergrößert werden.
- Die parasitären Anteile am gesamten thermischen Leitwert beeinflussen die Sensitivität der Sensorstruktur nicht.

Mit der verwendeten Elektronik konnten an der Struktur mit der größten Sensitivität (Probe S3) Drücke im Bereich von 10^{-5} mbar bis 10^{3} mbar aufgelöst werden. Eine weitere Vergrößerung des Messbereichs wäre durch größere Filamentoberflächen möglich. Dies bestätigen auch Untersuchungen von Völklein et al. [VGM+13], die mit vergleichbarer Auflösungsgrenze und einer Struktur, deren Oberfläche einen Faktor zehn größer war, eine untere Messbereichsgrenze von 10^{-6} mbar zeigen konnten.

Bei der realisierten Struktur mit der größten Filamentoberfläche (S3) dominiert der Strahlungsanteil den parasitären thermischen Leitwert ab einer Übertemperatur von etwa 50 K. Diese Grenze würde sich mit zunehmender Oberfläche weiter zu tieferen Übertemperaturen verschieben. Da dieser Anteil stark von der Umgebungstemperatur abhängig ist, könnte er nur mit präziser Thermostatisierung der Sensorstruktur aus der Messgröße eliminiert werden. Somit müsste bei weiterer Oberflächenvergrößerung der Strahlungsaustausch beispielsweise durch eine Verspiegelung von Filament und Wärmesenken reduziert werden.

Um noch tiefere Drücke im Hoch- bzw. Ultrahochvakuumbereich bei gleichem Auflösungsvermögen der Messapparatur mit diesem Verfahren messen zu können, müsste die Filamentoberfläche um einige Größenordnungen vergrößert werden. Da die hierzu notwendigen Mikrostrukturen mit den derzeitigen technologischen Mitteln nicht realisierbar sind, müssen hierfür andere Messprinzipien, wie beispielsweise die Messung der Ionisierbarkeit des Restgases eingesetzt werden.

4. Silizium-basierte Feldemissionskathoden

Der erste Schritt zur Realisierung eines (teilweise) miniaturisierten Ionisations-Vakuummeters ist die Entwicklung einer miniaturisierten Elektronenquelle. Wie in Abschnitt 2.3.4 dargestellt, wäre eine Emissionskathode, welche auf dem Effekt der Feldemission basiert, die für diesen Zweck vielversprechendste Alternative zu einer Glühkathode. Somit ist das Ziel im Rahmen dieser Arbeit Strukturen aus Silizium zu entwickeln, welche als Feldemissionskathoden in einer miniaturisierten Elektronenquelle eingesetzt werden können.

4.1. Realisierung der mikrotechnologischen Strukturen

4.1.1. Stand der Forschung und Technik

Zur Emission eines deutlich messbaren Elektronenstroms mittels Feldemission sind elektrische Feldstärken von etwa $10^9 \,\mathrm{V \,m^{-1}}$ notwendig [Gom93]. Um die hierzu notwendigen Spannungen zu reduzieren, kann die Feldüberhöhung an erhabenen, scharfkantigen Strukturen genutzt werden. Der hierfür charakteristische Feldüberhöhungsfaktor β , welcher das Verhältnis zwischen dem überhöhten Feld am Scheitelpunkt der Struktur zum von außen angelegten Feld beschreibt, ist in erster Näherung vom Aspektverhältnis, d. h. dem Verhältnis von Höhe zu Krümmungsradius des Emitters abhängig [MCY⁺90, Uts91]. Ein bezüglich des Feldüberhöhungsfaktors idealer Emitter ist somit eine sehr hohe Struktur mit einem sehr geringen Krümmungsradius. Zur Realisierung derartiger Strukturen sind in der Literatur unterschiedliche Verfahren und Materialien, wie metallische, halbleitende und kohlenstoffbasierte Werkstoffe, beschrieben. Eine sehr ausführliche Zusammenfassung wurde beispielsweise von Xu et al. [XH05] gegeben.

4.1.1.1. Feldemission aus Halbleitern

Neben den vielfältigen und erprobten Strukturierungsmethoden, die für Silizium zur Verfügung stehen und zur Fertigung homogener Arrays aus Feldemittern benötigt werden, können die halbleitenden Eigenschaften des Materials zur Stabilisierung des Emissionsstroms genutzt werden.

Bei Materialien mit einer hohen Ladungsträgerkonzentration im Leitungsband, wie Metallen oder moderat bis hoch n-dotierten Halbleitern, können genügend Elektronen vom Bulkmaterial zur Emitteroberfläche nachgeführt werden, um den Verlust durch die Elektronenemission auszugleichen [STVN74, Fur05]. Der Emissionsstrom wird in diesem Fall von der in Gl. 2.49 gegebenen Transmissionswahrscheinlichkeit durch die Potentialbarriere an der Emitteroberfläche bestimmt und hängt somit stark von deren Beschaffenheit und Geometrie ab. Da diese Parameter aufgrund von Adsorbaten, Ionenbeschuss und Inhomogenitäten zwischen einzelnen Emittern stark schwanken können, kann selbst bei konstantem elektrischen Feld der Emissionsstrom zeitlich stark schwanken [HKI96, LXS⁺96, Gü02, TVS⁺05, LCH06, CMC⁺12] bzw. in einem Emitterarray räumlich sehr inhomogen sein [STVN74].

Bei Materialien mit einer niedrigen Ladungsträgerkonzentration im Leitungsband, wie z.B. p-dotierten Halbleitern, verhält sich der Feldemissionsstrom nur bei geringen Stromstärken so wie durch die Fowler-Nordheim-Theorie [FN28] vorhergesagt wird [STVN74,Fur05,LCH06]. Durch das schon bei geringen Emissionsströmen notwendige, hohe elektrische Feld wird die Bandstruktur so stark verbogen, dass der Halbleiter unter der Emitteroberfläche entartet und sich eine Inversionsschicht aus Elektronen ausbildet. Die Ladungsträgerdichte ist dort hoch genug, dass der emittierte Strom von der Transmissionswahrscheinlichkeit durch die Potentialbarriere an der Oberfläche bestimmt wird [Fur05, TVS⁺05, LCH06]. Mit steigender Stromstärke nimmt diese Ladungsträgerdichte aufgrund der höheren Elektronenemission stark ab und es bildet sich unterhalb der Emitteroberfläche eine Verarmungszone aus. Dadurch wird der Emissionsstrom nicht mehr durch die Transmissionswahrscheinlichkeit, sondern durch die Ladungsträgerzufuhr begrenzt. Diese ist primär von der Generation von Elektron-Loch-Paaren in der Verarmungszone und nicht von instabilen Oberflächenzuständen bestimmt, was zu einer zeitlich wesentlich stabileren Emissionscharakteristik führt. Zudem kann die Generationsrate in der Verarmungszone durch Energiezufuhr in Form von Wärme oder Licht beeinflusst werden, was eine zusätzliche Möglichkeit zur Steuerung des Emissionsstroms in diesem Bereich ermöglicht. [STVN74, HKI96, Fur05, TVS⁺05, LCH06, CMC⁺12]

Weiterhin kann der Emissionsstrom durch eine stärkere Begrenzung der Ladungsträgerzufuhr zur Emitteroberfläche durch beispielsweise die monolithische Integration einer in Sperrrichtung gepolten pn-Diode [HKI96] oder durch laterale [IHK96,Mau09] bzw. vertikale [VGGNA11a, VGGNA11b] FET-Strukturen stabilisiert werden.

Durch die starke Verarmung an frei beweglichen Ladungsträgern kann das elektrische Feld an der Halbleiteroberfläche nicht mehr genügend abgeschirmt werden und dringt in den Emitter ein [STVN74, MKTI00]. Dadurch reduziert sich zwar einerseits der effektive Feldüberhöhungsfaktor, andererseits ist jedoch der Verlauf der Äquipotentiallinien weniger stark von der Geometrie der Emitteroberfläche abhängig [STVN74]. Diese weist fertigungsbedingt mikroskopische Unregelmäßigkeiten auf und ist über ein Emitterarray hinweg nicht vollständig homogen. Dies wird durch das Eindringen des elektrischen Feldes in den Emitter abgemildert, was zu einer räumlich homogeneren Emissionscharakteristik in einem Emitterarray führt [STVN74].

4.1.1.2. Herstellungsmöglichkeiten Si-basierter Feldemitter

Da wegen des energieabhängigen Wirkungsquerschnittes der Ionisierbarkeit (vgl. Abschnitt 2.2.2.2) für die Anwendung von Feldemissionskathoden in Ionisations-Vakuummetern moderate Extraktionsspannungen im Bereich einiger hundert Volt erforderlich sind, müssen Strukturen mit einem möglichst großen Feldüberhöhungsfaktor realisiert werden, um die notwendige elektrische Feldstärke zur Feldemission zu erreichen. Eine diesbezüglich ideale Struktur ist eine hohe Säule mit einem Durchmesser und einem Verrundungsradius im Nanometerbereich [Uts91]. Derartige Strukturen sind allerdings neben der Problematik der Herstellung mechanisch äußerst instabil.

Bei konischen Strukturen, welche einfacher realisierbar und mechanisch stabiler sind, ist der Feldüberhöhungsfaktor, zusätzlich zum Aspektverhältnis, von der Emitterform abhängig [MCY⁺90, FEV03]. Numerische Simulationen haben gezeigt, dass gerade bei Strukturen mit hohem Aspektverhältnis der Feldüberhöhungsfaktor bei größer werdendem Öffnungswinkel an der Spitze des Emitters stark abnimmt, wohingegen die Krümmung im unteren Bereich des Emitters einen wesentlich geringeren Einfluss hat [LPDS12, LPL⁺14a].



Abb. 4.1.: Emitterformen mit unterschiedlichen Öffnungswinkeln θ , welche durch kristallrichtungsabhängiges Ätzen (a), isotropes Ätzen (b) und anisotropes Ätzen (c) von Si hergestellt werden können. Die Anordnung entlang der Abszisse zeigt qualitativ den Feldüberhöhungsfaktor β bei gleichem Aspektverhältnis h/r bzgl. einer idealen, säulenförmigen Struktur (d) [DNP+12].

Verschiedene Emitterformen, welche aus Silizium technologisch realisierbar sind, sind nach ihrem Feldüberhöhungsfaktor qualitativ geordnet in Abb. 4.1 dargestellt. Ausgangspunkt bei allen nachfolgend dargestellten Prozessvarianten ist eine Schicht aus SiO₂ oder SiN, welche zu quadratischen oder kreisförmigen Plättchen mit wenigen µm Durchmesser strukturiert wird. Diese Plättchen legen die laterale Position der einzelnen Emitter fest und dienen als Maskierung für die nachfolgenden Schritte zur vertikalen Strukturierung.

Ausgehend von den Maskierplättchen kann die vertikale Strukturierung der Emitter mittels nasschemischem, kristallrichtungsabhängigen Ätzen in TMAH [AFV⁺99, RVA⁺03] oder KOH [HTO91, RVA⁺03, ATB05] erfolgen. Wegen der unterschiedlichen Ätzraten der verschiedenen Kristallebenen formt sich ausgehend von einer (100)orientierten Waferoberfläche eine pyramidenförmige Struktur unterhalb der Maske. Die Öffnungswinkel der Pyramide sind abhängig von der Kristallorientierung des Substratmaterials und der Form und Orientierung der Maskierung [CLP89, RVA⁺03] und liegen bei allen angeführten Varianten im Bereich größer als 50°. Zu dem Zeitpunkt, an dem das Maskierplättchen komplett unterätzt ist, d. h. sich die Ätzflanken treffen, würde sich eine sehr scharfe Spitze ausbilden. Allerdings ist dieser Zustand sehr instabil [CLP89, HTO91, RVA⁺03]. Da die nasschemische Ätzung nicht hinreichend genau gestoppt werden kann, bilden sich Strukturen mit Spitzenradien im Bereich von 50 nm bis 100 nm aus.

Der effektive Öffnungswinkel kann durch eine isotrope Ätzung reduziert und somit der Feldüberhöhungsfaktor erhöht werden [Uts91]. Eine derartige Ätzung von Si kann nasschemisch beispielsweise mit einer Mischung aus HF, HNO₃ und H₂O erfolgen [HTO91, RVA⁺03, TVS⁺05]. Allerdings treten hierbei auch Probleme hinsichtlich der hinreichend genauen Kontrolle des Ätzvorgangs auf. Mittels reaktivem Ionenätzen (RIE) mit SF₆ als Prozessgas kann ebenfalls ein isotropes Ätzverhalten erreicht und der Prozess leichter kontrolliert werden [HCM95, MGA02, GKM⁺03, LCH06]. Wegen des isotropen Ätzverhaltens lässt sich jedoch die Höhe der Emitter nicht unabhängig vom effektiven Öffnungswinkel einstellen.

Durch Verwendung eines Gasgemisches aus SF_6 und O_2 beim RIE-Prozess lässt sich die Anisotropie des Ätzverhaltens mit den Prozessparametern steuern [LJBE95]. Erhöht man die vertikale Ätzrate im Vergleich zur lateralen, so können, wie in Abb. 4.1c schematisch dargestellt, nach oben hin sehr spitz zulaufende Ätzprofile realisiert werden. Auf diese Art ist es möglich, Öffnungswinkel von etwa 15° bis 35° zu realisieren [HCP95,KHTI96,MWF⁺96,MKTI00,WSH⁺04], um damit den Feldüberhöhungsfaktor im Vergleich zu isotropen Ätzprofilen zu erhöhen.

Von den meisten vorangehend angeführten Autoren wird nach der Ätzung des Siliziums eine thermische Oxidation durchgeführt, um die Emitter zusätzlich zu schärfen. Führt man eine thermische Oxidation von Silizium bei Temperaturen unter 1000 °C durch, so zeigt sich in Bereichen mit starken Oberflächenkrümmungen eine deutlich reduzierte Oxidationsrate im Vergleich zu glatten Oberflächen [MS82]. Die Ursache hierfür ist, dass sich aufgrund des mechanischen Stresses in der SiO₂-Schicht die Reaktionsrate am SiO₂-Si-Interface reduziert. Der Stress ist an stark gekrümmten Oberflächen besonders hoch und kann aufgrund der hohen Viskosität des SiO₂ bei Temperaturen unter 1000 °C nicht abgebaut werden [MS82, RML91].



Abb. 4.2.: Prinzipielle Emitterform nach einer Anschärfoxidation bei ursprünglich spitzen Strukturen (a) und Strukturen, die nach der Si-Ätzung ein Plateau aufgewiesen haben (b). Die äußere Begrenzung der SiO₂-Schicht entspricht qualitativ der ursprünglichen Emitterform.

An Strukturen, die bereits eine relativ scharfe Spitze besitzen, werden die Seitenwände wesentlich stärker oxidiert als die Spitze (vgl. Abb. 4.2a). Somit kann sich dort ein Verrundungsradius im Nanometerbereich ausbilden [RML91]. Bei Strukturen, welche ein Plateau aufweisen (vgl. Abb. 4.2b), ist die Oxidationsrate an den scharfen Plateaukanten reduziert. Somit kommt es etwas unterhalb dieser Ebene zu einer Einschnürung des Siliziums und es bildet sich, sobald sich die Oxidationsfronten getroffen haben, auch hier eine Si-Spitze mit einem Verrundungsradius im Nanometerbereich aus. Dieser Effekt tritt allerdings nur auf, wenn die Oxidationsrate durch die Reaktionsrate am SiO₂-Si-Interface limitiert wird und nicht durch die Diffusionsrate der reaktiven Spezies durch das bereits aufgewachsene Oxid [MS82]. Das bedeutet, dass sich bei Oxiddicken von einigen hundert Nanometern sehr scharfe Strukturen bilden, welche bei weiterer Oxidation wieder verrunden. Da eine thermische Oxidation von Si im Allgemeinen ein sehr langsam ablaufender Prozess ist, kann mit diesem zusätzlichen Schritt eine kontrollierte Anschärfung der Strukturen durchgeführt werden.

4.1.2. Front-End Prozess¹

Zur Realisierung von möglichst homogenen und stabilen Si-basierten Feldemissionskathoden mit hohem Feldüberhöhungsfaktor wurde, auf Basis der vorangehend aufgeführten Erkenntnisse, ein Prozess entwickelt, welcher anisotropes Trockenätzen des Si-Bulk-Materials und eine nachfolgende Anschärfoxidation kombiniert.

Als Bulkmaterial wurde mit Bor p-dotiertes, (100)-orientiertes Silizium mit einem spezifischen Widerstand von $1 \Omega \text{ cm}$ bis $10 \Omega \text{ cm}$, was einer Dotierstoffkonzentration von etwa 10^{15} cm^{-3} bis 10^{16} cm^{-3} entspricht, verwendet. Bei dieser geringen Dotierung sollte ein deutlicher Sättigungseffekt in der elektrischen Kennlinie der Emitter und eine Stromstabilisierung auftreten [STVN74, KHTI96].

Im ersten Prozessschritt wurde auf der Waferoberfläche eine etwa 750 nm dicke SiO_2 -Schicht mittels einer thermischen Feuchtoxidation bei 1000 °C aufgewachsen. Diese Schicht wurde anschließend zu Plättchen mit einem Durchmesser von 2 µm strukturiert. Die Mittelpunkte der Plättchen wurden an den Ecken eines gleichseitigen Dreiecks platziert (vgl. Abb. 4.3a) und definieren somit die laterale Position der späteren Emitter. Die Kantenlänge der Grundstruktur wurde zu 20 µm gewählt, um eine gegenseitige Abschirmung des elektrischen Feldes zwischen den Spitzen möglichst gering zu halten [LH90].



Abb. 4.3.: Anordnung der Maskierplättchen (a) mit Durchmesser Φ in einem gleichseitigen Dreieck mit der Kantenlänge d und Querschnitt (b) nach der Strukturierung der SiO₂-Maske mit Photolack (PR).

¹Der in diesem Abschnitt dargestellte Herstellungsprozess wurde in [DNP+12, DPS11] publiziert.

Aus dieser Grundstruktur wurden Emitterarrays mit quadratischer und hexagonaler Grundfläche realisiert. Die quadratischen Arrays hatten eine Emitterfläche von $7 \text{ mm} \times 7 \text{ mm}$ mit ca. 144000 Emittern und befanden sich auf Chips mit den Abmaßen 14 mm × 14 mm (vgl. Abb. 4.4a). Sechs hexagonale Emitterflächen mit einem, sieben, 91, 271, 547 und 1141 Emittern wurden kreisförmig auf einem Chip mit den Abmaßen 20 mm × 20 mm angeordnet (vgl. Abb. 4.4b). Um die Emitterflächen optisch leichter erkennen zu können, wurden während der Strukturierung der Emitter 500 µm breite Gräben entlang der Kreisumfangs und zwischen den Emitterflächen und dem Kreismittelpunkt in das Substrat geätzt.



(a) quadratische Emitterfläche

(b) hexagonale Emitterflächen

Abb. 4.4.: Schematische Draufsicht der realisierten Chips mit quadratischen (a) und hexagonalen (b) Emitterflächen. In (b) ist zusätzlich die Anzahl der Einzelemitter pro Hexagon angegeben.

Zur Strukturierung wurde zuerst eine Photolackschicht aus AZ5214E aufgebracht und als Positivlack prozessiert. Zur Erreichung einer hohen Strukturtreue bei derartig kleinen Strukturen wurde als Kontaktmodus zwischen Maske und Wafer Vakuumkontakt verwendet. Bei einer Belichtungsdosis von $35 \,\mathrm{mJ}\,\mathrm{cm}^{-2}$ bildeten sich zudem sehr steile Lackflanken aus. Die Struktur wurde anschließend in einem Trockenätzschritt mit den Prozessgasen CHF₃ und O₂ in das Oxid übertragen (vgl. Abb. 4.3b) und der Photolack anschließend entfernt.

Die Oxidplättchen wurden als Hartmaske zur Strukturierung der Emitter verwendet (vgl. Abb. 4.5a). Diese wurde trockenchemisch in einem RIE-Prozess mit den Prozess-

gasen SF₆ und O₂ durchgeführt. Die Anisotropie f des Ätzverhaltens, welche durch das Verhältnis aus lateraler Ätzrate r_{lat} zu vertikaler Ätzrate r_{vert} definiert ist (siehe Gl. 4.1), kann durch die Prozessparameter Leistung, Druck und das Verhältnis der Gasflüsse eingestellt werden [LJBE95].

$$f = 1 - \frac{r_{lat}}{r_{vert}} \tag{4.1}$$

Zur Realisierung möglichst hoher Strukturen mit einem geringen Öffnungswinkel ist eine hohe Anisotropie anzustreben. Legtenberg et al. [LJBE95] haben eine sehr detaillierte Untersuchung der verschiedenen Einflussparameter angestellt. Da allerdings sowohl die Geometrie der Ätzkammer, als auch das Maskendesign² Einfluss auf die Anisotropie haben, mussten die speziellen Parameter empirisch ermittelt werden.

Für die Versuche wurden Gasflüsse von 50 sccm für SF_6 und 10 sccm für O_2 gewählt, da sich hierbei sowohl eine sehr geringe Rauhigkeit der Ätzgruben als auch ein sehr senkrechtes Ätzprofil direkt unterhalb der Maskierung ausgebildet hat. Die Anisotropie des Ätzprofils nimmt mit sinkendem Druck zu, wohingegen die Leistung im Bereich von 90 W bis 150 W einen geringen Einfluss auf diese hat. Zudem verbessert sich bei geringem Druck die Homogenität über den gesamten Wafer. Abhängig von der Geometrie der Ätzmaske wurde eine Anisotropie von 0,6 bis 0,7 mit einem Druck von 50 mtorr und einer Leistung von 120 W erreicht. [LPL⁺14b]



Abb. 4.5.: Schematische Querschnitte des Prozessablaufs zur Herstellung von Feldemissionskathoden nach der trockenchemischen Ätzung (a), nach der Anschärfoxidation (b) und fertige Kathoden nach der Oxidentfernung (c).

Da eine vollständige Unterätzung der Oxidplättchen, d. h. bis zu dem Punkt, an dem diese von alleine abfallen, zu einem sehr inhomogenen Emissionsverhalten füh-

 $^{^2{\}rm speziell}$ das Verhältnis zwischen maskierter und zu ätzender Oberfläche

ren kann [GKM⁺03], wurde die Ätzung gestoppt, sobald sich eine Struktur mit einem Restkegeldurchmesser unterhalb der Maskierung von etwa 1 µm ausgebildet hatte (vgl. Abb. 4.5a). Die Struktur wurde anschließend solange oxidiert, bis sich das Si-SiO₂-Interface unterhalb des Oxidplättchens getroffen hatten (vgl. Abb. 4.5b). Wegen der Dicke des Oxidplättchens war die Oxidationsrate unterhalb dessen stark reduziert, was einen zusätzlichen Verlust an Emitterhöhe verringerte. Als Prozesstemperatur wurde 940 °C verwendet, da in diesem Bereich der mechanische Stress im SiO₂ erhalten bleibt und sich somit Strukturen mit Verrundungsradien von wenigen Nanometern ausbilden können. Aufgrund der zu wachsenden Schichtdicke von etwa 1 µm ist dieser Effekt nur zu Beginn des Oxidationsvorgangs, d. h. im reaktionsratenlimitierten Bereich ausgeprägt, und es entstehen nicht so spitze Emitter. Da beinahe atomar scharfe Emitter zwar einen hohen Feldüberhöhungsfaktor besitzen, allerdings im Betrieb z. B. durch Ionenbeschuss leicht verrunden oder instabil sein können, bzw. auch eine geringe Emissionsfläche aufweisen, sind weniger scharfe Strukturen mit einem Verrundungsradius von einigen zehn Nanometern vorzuziehen [LH90, RML91].



Abb. 4.6.: REM-Aufnahmen in unterschiedlichen Vergrößerungen typischer Emitter eines quadratischen Arrays mit einer Kantenlänge von 7 mm.

Die gesamte SiO₂-Schicht wurde anschließend nasschemisch mit gepufferter Flusssäure (BOE7:1) entfernt, um die Emitter freizulegen (siehe Abb. 4.5c). Um einen guten elektrischen Kontakt für die Charakterisierung zu erreichen, wurden die Probenrückseiten vor dem Vereinzeln mit einer 100 nm dicken Schicht aus Aluminium bedampft. Die Geometrie der Strukturen wurde anhand von REM-Aufnahmen bestimmt (siehe Abb. 4.6). Die typischen Verrundungsradien r der realisierten Emitter lagen bei 15 nm bis 25 nm bei einem Öffnungswinkel θ von ca. 30°. Die typische Emitterhöhe h hat bei Proben mit quadratischer Emitterfläche 2,5 µm betragen. Wegen der unterschiedlichen Größen der zu ätzenden Flächen war die Ätzrate bei den Proben mit hexagonalen Emitterflächen erhöht. Wegen der somit zu geringen Restkegeldurchmesser wurden die Strukturen zu lange oxidiert, womit sich Emitter mit deutlich reduzierter Emitterhöhe von typischerweise 1 µm ausgebildet haben. Der Verrundungsradius stichprobenartig ausgewählter Emitter schwankte über den gesamten Wafer hinweg typischerweise um etwa 25 % und die Höhe um typischerweise knapp 10 % (siehe Abb. 4.7).



Abb. 4.7.: Häufigkeitsverteilung der Verrundungsradien r (a) (arithmetischer Mittelwert $\bar{r}=22,2$ nm, Standardabweichung: 25%) und Emitterhöhen h (b) $(\bar{h}=1,07 \,\mu\text{m}, \text{Standardabweichung: 9\%})$ von 141 stichprobenartig ausgewählten Emittern eines Wafers mit hexagonalen Emitterflächen.

4.2. Charakterisierung der Kathoden

Die Charakterisierung der elektrischen Eigenschaften der Si-basierten Feldemissionskathoden wurde in Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe Feldemission der Bergischen Universität Wuppertal durchgeführt. Die Proben wurden größtenteils von Mitarbeitern der Arbeitsgruppe vermessen. Ergebnisse dieser Messungen wurden in [DNP+12] und [SBN+13] publiziert. Die nachfolgend dargestellte Datenaufbereitung beruht auf eigenen Erkenntnissen.

4.2.1. Messgeräte und Datenauswertung

4.2.1.1. Feldemissions-Rastermikroskop der Bergischen Universität Wuppertal

Die Charakterisierung der Proben wurde an einem sog. "Feldemissions-Rastermikroskop" (FERM) durchgeführt, welches die Möglichkeit bietet, mit einer in definiertem Abstand über den Kathoden positionierbaren Sondennadel Strom-Spannungs-Kennlinien unter UHV-Bedingungen aufzunehmen.

Die Proben können in dieser Anlage über ein Transfersystem in eine UHV-Kammer mit einem Basisdruck von 10^{-10} mbar eingebracht und auf einem in drei Raumrichtungen beweglichen Probentisch befestigt werden. Oberhalb der Probe befindet sich eine wechselbare Nadel aus Wolfram mit Verrundungsradien zwischen wenigen Mikrometern und einem Millimeter, welche für die Messung als Anode dient. Der Abstand zwischen Anode und Kathode kann mit einem langreichweitigen, optischen Mikroskop mit einer Auflösung von 1 µm bestimmt werden. Ein Tiltmechanismus in der Probenaufnahme ermöglicht weiterhin die planparallele Ausrichtung der Probenoberfläche zur x-y-Bewegungsebene. [LM05]

Das Gerät besitzt drei Betriebsmodi: Es kann zum einen eine Strom-Spannungs-Kennlinie, je nach Anodendurchmesser, eines Einzelemitters oder einer Emittergruppe bis zu einer Spannung von 35 kV und einem Strom von 1 mA aufgenommen werden. Weiterhin kann die Probe abgerastert und dabei ein fester Strom vorgegeben werden. Aus der ortsabhängigen Spannung, die notwendig ist, um diesen Strom zu emittieren, kann eine Spannungskarte erstellt werden, welche Auskunft über die Homogenität und Abstrahlcharakteristik der Probe gibt. Der dritte Modus dient zur genauen Bestimmung des Abstandes zwischen Anode und Emitter. Hierzu wird bei konstantem Emissionsstrom die notwendige Spannung gemessen und der Abstand stufenweise geändert. Unter der Annahme, dass bei Kontakt mit der Probe eine Spannung von 0 V notwendig wäre, um den Strom zu treiben und der Kenntnis der Stufenweite des Motors kann der absolute Anoden-Kathoden-Abstand berechnet werden. [Gü02]
4.2.1.2. Versuchsablauf und Datenaufbereitung

Nach der Vereinzelung der Chips wurden die Proben mit einem kohlebeschichteten Klebeband auf je einem metallischen Probenteller befestigt. Dieser Aufbau wurde ohne weitere Vorbehandlung über eine Hochvakuumschleuse in das FERM eingeschleust.

Nach der Tiltfehlerkorrektur und der Einstellung eines Anodenabstands von etwa 10 µm wurde mit einer feinen Anode (3 µm Durchmesser) die Probe abgerastert. Für jeden Rasterpunkt wurde die notwendige Spannung bestimmt, um einen Strom von 1 nA aus der Probe zu emittieren. Anhand der hiermit generierten Spannungskarten wurde die ortsabhängige Emissionscharakteristik der Probe beurteilt und spezielle Emitter für eine I(U)-Charakterisierung ausgewählt.

Die Daten wurden mit dem numerischen Mathematikprogramm "Scilab" ausgewertet (siehe Anhang D.2), um die Anzahl der funktionsfähigen Emitter und deren jeweilige Extraktionsspannung zu ermitteln. Im ersten Schritt wurde dazu ein Gitter mit einem gleichseitigen Dreieck mit einer Kantenlänge von 20 µm als Grundstruktur über die Messdaten gelegt. An den Gitterpunkten sollten sich die Spitzen der Emitter befinden. Anschließend wurde in einem Radius von 5 µm um jeden Gitterpunkt der Messpunkt mit der geringsten Extraktionsspannung bestimmt. Diese Werte wurden als Werte für die Einsatzspannung U_{on} der Emitter verwendet und statistisch ausgewertet.

Vor der I(U)-Charakterisierung von Einzelemittern oder Emittergruppen im FERM wurde der Abstand *d* zwischen Anode und den Emittern mittels Messung der abstandsabhängigen Extraktionsspannung (vgl. Abschnitt 4.2.1.1) genauer ermittelt. Anschließend wurde die Strom-Spannungs-Charakteristik der Emitter und die zeitliche Stabilität des Emissionsstroms untersucht.

Um eine Fowler-Nordheim-artige Elektronenemission nachzuweisen, wird üblicherweise Gl. 2.49 linearisiert, d. h. auf der Abszisse wird der Kehrwert der elektrischen Feldstärke E und auf der Ordinate das Verhältnis der Stromdichte J zu E^2 logarithmiert aufgetragen (sog. "Fowler-Nordheim-Plot"). Da weder die elektrische Feldstärke noch die Stromdichte an der Kathodenoberfläche einer direkten Messung zugänglich sind,

müssen die zugehörigen Messgrößen Strom und Spannung, wie nachfolgend beschrieben, umgerechnet bzw. normiert werden.

Die elektrischen Feldstärke an der Emitterspitze hängt nicht nur von der Spannung zwischen Anode und Kathode ab, sondern auch von der Geometrie des Raumes zwischen den Elektroden, d. h. von deren Abstand d und Form. Da der Raum keine planparallele Geometrie aufweist, ist E keine Konstante, sondern von der Position im Elektrodenzwischenraum abhängig. In erster Näherung kann jedoch davon ausgegangen werden, dass E bei kleinen Abstandsvariationen linear mit d skaliert. Um Proben, welche mit gleicher Anode, aber unterschiedlichen Elektrodenabständen vermessen wurden, vergleichen zu können, wurde deshalb die Anodenspannung U auf d normiert. Die normierte Spannung ist nicht als elektrische Feldstärke zu interpretieren, sondern als pro Abstandseinheit bei gegebener Elektrodengeometrie angelegte bzw. gemessene Spannung. Zur Berechnung der elektrischen Feldstärke E an der Emitteroberfläche muss die normierte Spannung zusätzlich mit einen zunächst unbekannten Faktor δ multipliziert werden. Dieser Faktor beschreibt die Elektrodengeometrie und somit auch die Überhöhung des elektrischen Feldes an der Emitterspitze und ist somit u. a. vom Feldüberhöhungsfaktor β abhängig.

Da auch Proben mit unterschiedlichen Anoden, d. h. mit unterschiedlichen Anodendurchmessern vermessen wurden, wurde der gemessene Strom I auf die mit Emittern gefüllte Chipoberfläche A, welche sich unterhalb der Anodenspitze befindet, normiert. Diese Größe muss anschließend mit einem zunächst unbekannten Faktor ς multipliziert werden, welcher das Verhältnis von emittierender Oberfläche an den Emitterspitzen zu technologischer Emitteroberfläche beschreibt. Der Ausdruck $\frac{\varsigma I}{A}$ entspricht somit der (mittleren) Stromdichte J aus den Emittern.

Setzt man beide Größen für E bzw. J ein, so kann Gl. 2.49 formuliert werden zu:

$$\frac{I}{A} = C_1 \frac{\delta^2}{\varsigma} \frac{U^2}{d^2} e^{-\frac{C_2 d}{\delta U}}$$

$$\tag{4.2}$$

Linearisiert man diese Gleichung, so ergibt sich:

$$\ln\left(\frac{I}{U^2}\frac{d^2}{A}\right) = \ln\left(C_1 \cdot \frac{\delta^2}{\varsigma}\right) - \frac{C_2}{\delta} \cdot \frac{d}{U}$$
(4.3)

In der entsprechenden Auftragung, d. h. $\ln \left(\frac{I}{U^2} \frac{d^2}{A}\right)$ als Funktion von $\frac{d}{U}$, sollte sich bei Fowler-Nordheim-artiger Feldemission eine Gerade mit der Steigung b_{FN} und einem Achsenabschnitt a_{FN} ergeben.

$$a_{FN} = \ln\left(C_1 \cdot \frac{\delta^2}{\varsigma}\right) \tag{4.4}$$

$$b_{FN} = -C_2 \cdot \frac{1}{\delta} \tag{4.5}$$

Die Steigung sollte sich somit indirekt proportional zu δ und damit zum Feldüberhöhungsfaktor β verhalten. Der Ausdruck $b_{FN}^2 \cdot e^{a_{FN}}$ sollte indirekt proportional zu ς skalieren und somit ein Maß für die emittierende Oberfläche sein. Die Werte für a_{FN} und b_{FN} wurden aus den Ausgleichsgeraden durch die Messpunkte im Fowler-Nordheim-artigen Bereich der Kennlinien³ bestimmt. Eine Berechnung numerischer Werte für δ und ς macht aufgrund der unbekannten Parameter der Emitteroberfläche in den Konstanten C_1 und C_2 (vgl. Abschnitt 2.3.4) keinen Sinn, womit auch die physikalische Interpretation dieser Werte fragwürdig wäre.

4.2.2. Diskussion der Messergebnisse

4.2.2.1. Homogenität der Emissionskathoden

Zur Beurteilung der Homogenität der Emitterarrays wurden Spannungskarten verwendet, die durch ein Abrastern der Proben im FERM generiert wurden. Diese Karten sind exemplarisch für die Proben Q1, Q3 und H2 (vgl. Tab. C.3) in Abb. 4.8 dargestellt und zeigen ortsaufgelöst die notwendige Spannung U_{on} , um einen Strom von 1 nA zu emittieren. Aufgrund der langen Scandauer wurden bei den Proben mit großer quadratischer Emitterfläche (Q1, Q2, Q3) nur Bereiche von einigen 100 µm × 100 µm untersucht. Die ermittelten Daten sind in Tab. 4.1 zusammengefasst.

³Bei der n-dotierten Probe wurde die gesamte Kennlinie verwendet, bei den p-dotierten Proben nur der Bereich unterhalb des Sättigungsniveaus, welcher durch Abschätzung bestimmt wurde.

In den untersuchten Bereichen emittierten beinahe alle Einzelemitter. Lediglich bei Probe H1 waren nur 88 % funktionsfähig. Zum Vergleich haben andere Gruppen mit ähnlichen Feldemittern einen maximalen Anteil an funktionsfähigen Emittern von ca. 70 % erreicht [GGM $^+$ 01, GKM $^+$ 03, TVS $^+$ 05].



Abb. 4.8.: Spannungskarten der Proben Q1, Q3 [DNP⁺12] und H2 [SBN⁺13]. Dargestellt ist die notwendige Spannung U_{on} , um einen Strom von 1 nA am jeweiligen Ort zu emittieren (Anodendurchmesser 3 µm, d = 8 µm).

Anhand der Spannungskarten ist qualitativ zu erkennen, dass die Einsatzspannungen der funktionsfähigen Emitter relativ wenig streuten. Eine quantitative Auswertung der Spannungskarten wurde mit dem in Abschnitt 4.2.1.2 dargestellten Verfahren durchgeführt. Die Häufigkeitsverteilung der Einsatzspannungen ist für die drei in Abb. 4.8 dargestellten Spannungskarten in Abb. 4.9 gegeben. Die somit ermittelte, auf den Mittelwert \bar{U}_{on} normierte Stichprobenstandardabweichung der Proben beträgt 21 % bis 33 % (vgl. Tab. 4.1). Die Einsatzspannung ist sowohl von der Emitterhöhe als auch vom Verrundungsradius abhängig. Da die Standardabweichung der Verrundungsradien mit 25 % im gleichen Bereich liegt wie die der Einsatzspannungen und deren Häufigkeitsverteilung (vgl. Abb. 4.7a) eine ähnliche Asymmetrie zeigt, ist davon auszugehen, dass bei der verwendeten Emittergeometrie die Homogenität der Emitter durch die Homogenität der Verrundungsradien definiert wird.

Zum Vergleich der Proben wurde die Einsatzspannung U_{on} , wie in Abschnitt 4.2.1.2 beschrieben, auf den Elektrodenabstand d normiert. Da der Feldüberhöhungsfaktor mit dem Aspektverhältnis der Emitter skaliert, ist bei Strukturen mit hohem Aspektverhältnis eine geringere Einsatzspannung zu erwarten als bei Strukturen mit gerin-



Abb. 4.9.: Aus den in Abb. 4.8 dargestellten Spannungskarten ermittelte Häufigkeitsverteilung der Einsatzspannungen U_{on} der einzelnen Emitter für die Proben Q1, Q2 und H3.

gem Aspektverhältnis, was durch die Messungen bestätigt werden konnte: Bei Emittern mit einem Aspektverhältnis von 125 bis 105 (Proben Q1 bis Q3) wurde eine normierte mittlere Einsatzspannung von $10,7 V \mu m^{-1}$ bis $27,2 V \mu m^{-1}$ ermittelt (siehe Tab. 4.1). Die Proben H1 bis H3 befanden sich alle auf einem Chip und sollten somit etwa die gleiche Geometrie aufweisen. Die normierten mittleren Einsatzspannungen lagen in einem Bereich von $93,0 V \mu m^{-1}$ bis $95,1 V \mu m^{-1}$ bei einem Aspektverhältnis von 50 und zeigten somit die erwarteten, geringen Abweichungen zueinander.

Nr.	Anzahl vermessen	Emitter emittierend	$\frac{d}{\mu \mathrm{m}}$	$rac{ar{U}_{on}}{\mathrm{V}}$	$\frac{s_{Uon}}{\bar{U}_{on}}$	$\frac{\bar{U}_{on}/d}{\mathrm{V\mu m^{-1}}}$
Q1	61	100%	8	85,4	$0,209 \\ 0,331 \\ 0,300$	10,7
Q2	63	98 $\%$	8	149,8		18,7
Q3	59	97 $\%$	8	217,8		27,2
H1	91	88%	9	856,2	$0,279 \\ 0,235 \\ 0,224$	95,1
H2	547	98 $\%$	8	760,2		95,0
H3	958	98 $\%$	6	557,9		93,0

Tab. 4.1.: Durch Auswertung der Spannungskarten ermittelte Kenngrößen der realisierten Feldemissionskathoden. Die Spannungswerte wurden bei einem Emissionsstrom von 1 nA mittels einer Anode mit einem Verrundungsradius von 3 µm ermittelt.

4.2.2.2. Einfluss der Substratdotierung und Emitterform

Die Strom-Spannungs-Kennlinien von Feldemittern aus halbleitenden Materialien unterscheidet sich, wie in Abschnitt 4.1.1.1 dargestellt, je nach der Substratdotierung. Bei n-dotierten Halbleitern kann aufgrund der hohen Elektronendichte im Leitungsband die Kennlinie in guter Näherung durch die Fowler-Nordheim-Theorie beschrieben werden (vgl. Gl. 2.49). Diese Kennlinie ergibt im Fowler-Nordheim-Plot eine Gerade.

Probe Q3 wurde aus niedrig n-dotiertem Silizium mit einer Donatordichte von etwa 10^{13} cm⁻³ hergestellt. Die Charakterisierung erfolgte mit einer kegelstumpfförmigen Anode mit einem Durchmesser von 160 µm in dem Bereich, in welchem die in Abb. 4.8b dargestellte Spannungskarte erstellt wurde, d. h. es wurde über etwa 75 Emitter gemittelt. Die Kennlinie folgte einer Fowler-Nordheim-Charakteristik (siehe Abb. 4.10a) [DNP⁺12]. Ein deutliches Abflachen bei höheren Feldstärken [LCH06] konnte, trotz der niedrigen Dotierstoffkonzentration, nicht nachgewiesen werden.



Abb. 4.10.: Bei integralen Messungen (vgl. Tab. C.4) aufgenommene, normierte I(U)-Kennlinien (a) und zugehörige Fowler-Nordheim-Plots (b) der Proben Q1 (p-dotiert) und Q3 (n-dotiert). Die Geraden in (b) wurden mittels einer linearen Regression (Gl. 4.3) im Fowler-Nordheim-artigen Bereich der Kennlinien ermittelt. Die Regressionsparameter a_{FN} und b_{FN} sind in Tab. C.4 gegeben.

Wegen der geringen Elektronenkonzentration im Leitungsband folgt bei Emittern aus p-dotiertem Substratmaterial die I(U)-Kennlinie nur bei niedrigen Emissionsströmen einer Fowler-Nordheim-Charakteristik. Bei höheren Strömen wird die Ladungsträgerzufuhr zur Emitteroberfläche durch eine, sich im Emitter ausbildende Verarmungszone begrenzt (vgl. Abschnitt 4.1.1.1). Diese kann als eine in Sperrrichtung gepolte pn-Diode betrachtet werden [TVS⁺05]. Erreicht der Emissionsstrom den Leckstrom der Diode, wird er durch diesen begrenzt, und es bildet sich im Fowler-Nordheim-Plot ein Sättigungsbereich mit einer sehr geringen Steigung aus. Der Emissionsstrom wird nicht bzw. kaum mehr durch die Transmissionswahrscheinlichkeit durch die Barriere, d. h. den Exponentialterm in Gl. 2.49 bestimmt. Bei den p-dotierten Proben Q1, Q2, H1 und H2 konnte dieser Effekt beobachtet werden (siehe Abb. 4.10b und Abb. 4.11b) [DNP⁺12, SBN⁺13]. Die p-dotierte Probe H3 zeigte zwar bei niedrigen Feldstärken ein Fowler-Nordheim-artiges Verhalten, aber keinen ausgeprägten Sättigungsbereich. Der Grund hierfür scheint eine teilweise Zerstörung der Emitterfläche zu sein, die nach der Messung auf REM-Aufnahmen beobachtet wurde.

Die dargestellten Kennlinien der Proben Q1 und Q2 wurden mit kegelstumpfförmigen Anoden mit einem Durchmesser von 330 µm aufgenommen und sind somit eine Mittelung über ca. 125 Emitter. Bei den hexagonalen Proben (H1, H2 und H3) wurde eine ebenso geformte Anode mit einem Durchmesser von 800 µm verwendet, d. h. alle Emitter der Arrays haben zum gemessenen Strom beigetragen.

Bei höheren Feldstärken wurde ein starker Anstieg des Emissionsstromes beobachtet, welcher in der Generation von sekundären Ladungsträgern durch das starke elektrische Feld in der Raumladungszone der Emitter begründet ist [STVN74, TVS⁺05]. Dies entspricht dem Durchbruchsverhalten einer in Sperrrichtung gepolten pn-Diode.

Der Leckstrom durch die Raumladungszone kann, analog zu einer pn-Diode, durch die Dotierstoffkonzentration des Substratmaterials beeinflusst werden. Somit muss sich bei geringerer p-Dotierung ein höheres Sättigungsniveau einstellen. Bei höherer Akzeptorkonzentration ist die Raumladungszone sehr klein, der Durchbruchsbereich wird schon bei geringeren Feldstärken erreicht und die Ausdehnung des Sättigungsbereichs ist kleiner. [TVS⁺05]



Abb. 4.11.: Bei integralen Messungen (vgl. Tab. C.4) aufgenommene, normierte I(U)-Kennlinien (a) und zugehörige Fowler-Nordheim-Plots (b) aller pdotierten Proben. Die Geraden in (b) wurden mittels einer linearen Regression (Gl. 4.3) im Fowler-Nordheim-artigen Bereich der Kennlinien ermittelt. Die Regressionsparameter a_{FN} und b_{FN} sind in Tab. C.4 gegeben.

Die Proben Q1 und Q2 und die Proben H1 und H2 wurden jeweils auf den gleichen Wafern gefertigt, womit die Dotierstoffkonzentration im Substratmaterial jeweils gleich groß sein muss. Bei beiden Probenpaaren wurde das gleiche Sättigungsniveau und in etwa die gleiche Ausdehnung dessen erreicht (vgl. Abb. 4.11). Die Proben H1 und H2 hatten laut den Waferspezifikationen einen spezifischen Widerstand von etwa 4 Ω cm, wohingegen die für die Proben Q1 und Q2 verwendeten Wafer lediglich auf 1 Ω cm bis 10 Ω cm spezifiziert waren. Deshalb ist eine auf die Messwerte gestützte definitive Aussage über die Abhängigkeit des Sättigungsniveaus von der Akzeptorkonzentration nicht möglich. Aufgrund der unterschiedlichen Lage und Ausdehnung der Niveaus zwischen Q1/Q2 und H1/H2 ist zu vermuten, dass der spezifische Widerstand der quadratischen Proben höher war, als der der Proben mit hexagonalen Arrays.

Die Steigung b_{FN} im Fowler-Nordheim-Plot der Kennlinien wurde mittels einer linearen Regression ermittelt. Bei den p-dotierten Proben wurde dies nur im Fowler-Nordheim-artigen Bereich der Kennlinie durchgeführt (siehe Abb. 4.11b), da nur in diesem Bereich der effektive Feldüberhöhungsfaktor nicht durch das in die Emitter

Nr.	Anzahl Emitter	$rac{ar{h}}{ar{r}}$	$\frac{b_{FN}}{\mathrm{A}\mathrm{V}^{-1}\mathrm{\mu}\mathrm{m}^{-1}}$	$\frac{-1000/b_{FN}}{\rm V\mu mA^{-1}}$
$\begin{array}{c} Q1\\ Q2\\ Q3 \end{array}$	$125 \\ 125 \\ 75$	$125 \\ 115 \\ 105$	-388,6 -542,3 -667,2	2,573 1,844 1,499
H1 H2 H3	80 536 1118	50 50 50	-928,2 -632,2 -643,1	1,077 1,582 1,555

eindringende elektrische Feld reduziert wird (siehe Abschnitt 4.1.1.1). Der Kehrwert der Steigung sollte laut Gl. 4.5 mit dem Feldüberhöhungsfaktor und somit mit dem Aspektverhältnis der Emitter skalieren.

Tab. 4.2.: Aspektverhältnisse \bar{h}/\bar{r} und Steigungen b_{FN} der Kennlinien im Fowler-Nordheim-Plot, welche aus integralen I(U)-Messungen ermittelt wurden (vgl. Tab. C.4).

Bei den Proben Q1, Q2, Q3 und H1 nimmt dieser Wert mit dem Aspektverhältnis der Emitter zu. Die Proben H2 und H3 weisen zwar beinahe identische Werte auf, allerdings liegen diese, unter Beachtung deren geringen Aspektverhältnisses, wesentlich zu hoch (vgl. Tab. 4.2). Aufgrund der starken Abhängigkeit des Emissionsstroms von der elektrischen Feldstärke, stellt eine integrale Messung mehrerer Emitter nur bei hinreichend homogenen Arrays eine Mittelung über dieses dar. Falls ein Emitter mit einem stark höheren Feldüberhöhungsfaktor existiert, dominiert dieser die gemessene I(U)-Kennlinie. Bei den Proben Q1, Q2, Q3 und H1 wurden grob 100 Emitter integral gemessen, wohingegen es bei den Proben H2 und H3 etwa 500 bzw. 1000 waren. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit, dass sich ein extrem dominanter Emitter im untersuchten Bereich des Arrays befindet und könnte die abweichenden Werte von b_{FN} für diese beiden Proben erklären.

4.2.2.3. Stabilität des Emissionsstroms

Zur Untersuchung der zeitlichen Stabilität des Emissionsstromes wurde ein Einzelemitter von Probe H3 mittels einer Anode mit einem Verrundungsradius von 3 µm untersucht. Hierbei wurde eine konstante Spannung angelegt, um den Emitter in den drei charakteristischen Bereichen der Kennlinie zu betreiben. Der Emissionsstrom wurde über einen Zeitraum von 60s aufgezeichnet und ist in Abb. 4.12 dargestellt.



Abb. 4.12.: Kurzzeitstabilität des Emissionsstroms eines Einzelemitters von Probe H3 (p-dotiert) unterhalb des Sättigungsbereichs (a), im Sättigungsbereich (b) und oberhalb des Sättigungsbereichs (c).

Sowohl unterhalb als auch oberhalb des Sättigungsbereichs zeigten sich deutliche Stromschwankungen von 17,1 % bzw. 16,4 % (Peak-to-Peak) bezüglich des Mittelwertes. Der Grund für diese Schwankungen liegt in der starken Abhängigkeit des Emissionsstromes von instabilen Oberflächenzuständen bzw. -beschaffenheiten (vgl. Abschnitt 4.1.1.1). Da im Sättigungsbereich der Emissionsstrom nicht durch die Transparenz der Potentialbarriere, sondern durch die Ladungsträgerzufuhr zur Oberfläche begrenzt wird, ist er dort deutlich stabiler [SBN+13]. Es ergab sich hier eine maximale Stromschwankung von 3,6 % bezüglich des Mittelwertes. Bei den selben Messungen an Probe Q1 zeigte sich ein ähnliches Verhalten. Der Strom war mit einer maximalen Schwankungsbreite von 5,5 % im Sättigungsbereich am stabilsten (siehe Abb. 4.13a) [DNP+12].

Die n-dotierte Probe (Q3) war mit einer Schwankungsbreite von 27,4 % wesentlich instabiler, was auf die fehlenden stromstabilisierenden Mechanismen bei n-dotierten Materialien zurückzuführen ist. Es zeigten sich zusätzlich, wie beim Betrieb eines p-dotierten Emitters im Fowler-Nordheim-artigen Bereich, deutliche Stromsprünge (siehe Abb. 4.13b), welche ihre Ursache wahrscheinlich in der Veränderung der mikroskopischen Struktur der Oberfläche haben. [DNP+12]



Abb. 4.13.: Kurzzeitstabilität des Emissionsstroms eines Einzelemitters von Probe Q1 (p-dotiert) im Sättigungsbereich (a), eines Einzelemitters von Probe Q3 (n-dotiert) (b) und des gesamten Arrays der Probe H2 (p-dotiert, 536 funktionsfähige Emitter) im Sättigungsbereich (c).

Da bei einer großen Anzahl parallel betriebener Emitter Stromfluktuationen, welche an den einzelnen Emittern auftreten, statistisch ausgemittelt werden, ist zu erwarten, dass ein integral über ein großes Array gemessener Emissionsstrom deutlich stabiler ist, als der eines Einzelemitters [Ito97]. Dies konnte durch eine integrale Messung von Probe H2 im Sättigungsbereich gezeigt werden (siehe Abb. 4.13c). Die maximale Schwankungsbreite lag bei 1,4% und war somit nochmals deutlich niedriger als bei p-dotierten Einzelemittern im Sättigungsbereich.

4.3. Schlussfolgerungen

Es konnte gezeigt werden, dass mit einem Herstellungsprozess, der eine anisotrope trockenchemische Ätzung und eine Anschärfoxidation kombiniert, homogene Arrays aus Si-basierten Feldemittern mit hohen Aspektverhältnissen und einer vergleichsweise großen Anzahl an funktionsfähigen Emittern realisiert werden können [DNP+12]. Allerdings ist sowohl die endgültige Emitterform als auch die Homogenität der Arrays stark vom Maskendesign zur lateralen Positionierung der Emitter [SBN+13] und von der Dotierung des Silizium-Substrats abhängig. Deshalb müssen die Prozessparameter insbesondere für die Trockenätzung bei jeder Änderung der genannten Verhältnisse experimentell ermittelt werden.

Da sich bei niedrig bis moderat p-dotierten Silizium-Emittern ein Sättigungseffekt in der Strom-Spannungs-Kennlinie einstellt, eignet sich dieses Material für die Realisierung von stromstabilen Feldemissionskathoden. Die höchste Kurzzeitstabilität unter UHV-Bedingungen wurde durch integrale Messung von 536 Emittern im Sättigungsbereich bei einem mittleren Strom von 497 nA und einer Stromschwankung von 1,4 % erreicht.

Für die Anwendung derartiger Emissionskathoden in einem Ionisations-Vakuummeter ist allerdings zu klären, wie stabil der Strom über einen längeren Zeitraum bei unterschiedlichen Drücken im Hochvakuumbereich ist. Da weiterhin typischerweise Emissionsströme im Bereich von 10 µA bis 10 mA notwendig sind, um auch bei tiefen Drücken noch messbare Ionenströme zu erzeugen [Jou10, S.549], müssen Arrays mit wesentlich mehr als 500 Einzelemittern verwendet werden. Weitere, von der Bergischen Universität Wuppertal durchgeführte Messungen deuten allerdings darauf hin, dass der integral gemessene Emissionsstrom nicht linear mit der Anzahl an Emittern skaliert und der funktionelle Zusammenhang von der Homogenität der Emitter abhängt [SBN+13].

Zudem muss über den Emittern ein genügend elektronenoptisch transparentes Anodengitter in einem Abstand von einigen zehn Mikrometern angebracht werden, um die nötige Extraktionsspannung nicht an die Anode des Vakuummeters anlegen zu müssen. Die realisierten Kathoden stellen somit eine Grundlage dar, die bei entsprechender Weiterentwicklung als kalte Elektronenquellen in einem Ionisations-Vakuummeter eingesetzt werden könnten.

5. Kalibrierung gasartabhängiger Vakuummeter

Die bei indirekten Messverfahren zur Bestimmung des Drucks verwendeten Gaseigenschaften, wie z.B. die Wärmeleitfähigkeit oder die Ionisierbarkeit, sind neben dem Druck auch von der Art der Restgases abhängig. Somit ist auch das Ausgangssignal des Vakuummeters gasartabhängig. Da die Eliminierung der Gasartabhängigkeit durch konstruktionstechnische Maßnahmen nicht möglich ist, muss das Vakuummeter auf das verwendete Gas kalibriert werden. Der Begriff "Kalibrierung" bezeichnet in diesem Zusammenhang allgemein die Zuweisung von Druckwerten zu den Sensorwerten [Jou10, S.627].

Gängigerweise wird der Sensor herstellerseitig auf Stickstoff kalibriert. Das bedeutet, dass bei Verwendung eines anderen Gases ein anderer Druck, als der im Rezipienten herrschende, angezeigt werden kann. Dieser kann mit Hilfe von entsprechenden sensortypischen Kalibrierkurven (sog. "Nomogramme", siehe Abb. 5.1) in den realen Druck p umgerechnet werden [EM00, Jou08]. Ein Nachteil dieses Verfahrens ist es, dass das verwendete Gas bzw. bei Gasgemischen deren Zusammensetzung bekannt und eine passende Kalibrierkurve vorhanden sein muss.

Da bei den meisten Vakuumanlagen mehrere Vakuummeter mit unterschiedlichen Messverfahren verwendet werden müssen, um den gesamten zu messenden Druckbereich abzudecken, kann eine Kalibrierung auch automatisiert durchgeführt werden. Eine Voraussetzung hierfür ist, dass mindestens einer der Sensoren ein gasartunabhängiges Signal liefert. Hat der Messbereich des angrenzenden gasartabhängigen Vakuummeters (GSD), wie in Abb. 5.2 dargestellt, einen Überlappbereich mit dem



Abb. 5.1.: Typisches Nomogramm eines Wärmetransport-Vakuummeters (Typ: Pfeiffer TPR280) für verschiedene Gase (nachträglich koloriertes Diagramm aus [Pfe06]). Dargestellt ist der angezeigte Druck Υ , d. h. das Ausgangssignal des Vakuummeters als Funktion des realen Drucks p.

des gasartunabhängigen (GSI), so können in diesem Druckbereich Kalibrierparameter für das GSD bestimmt werden. Diese Parameter können im Messbereich des GSD zu dessen Kalibrierung verwendet werden. [Plö00, DS14b]

Vorteilhaft bei diesem Kalibrierverfahren ist, dass lediglich ein analytischer Ausdruck für das druckabhängige Ausgangssignal des gasartabhängigen Vakuummeters vorhanden [Vei59] und somit die Art und Zusammensetzung des Restgases nicht bekannt sein muss [DS14b]. Die Gaszusammensetzung darf sich allerdings unterhalb des Überlappbereichs nicht ändern, da ansonsten die Kalibrierparameter obsolet sind. Dies beschränkt ein derartiges Verfahren prinzipiell auf den Fein- und Grobvakuumbereich, da sich im Hochvakuum- und UHV-Bereich die Gaszusammensetzung deutlich von der ursprünglich im Rezipienten vorhandenen Atmosphäre unterscheidet [Rot76, S.4].

Im Fein- bzw. Grobvakuumbereich ist dieses Verfahren allerdings sehr gut anwendbar, da hier entsprechende Messverfahren zur Verfügung stehen. Als gasartunabhängiges Vakuummeter kann ein Membran-Vakuummeter verwendet werden. Bei entsprechen-



Abb. 5.2.: Prinzipielle Darstellung des automatisierten Kalibrierverfahrens anhand der Kennlinien eines gasartunabhängigen (GSI) und eines gasartabhängigen (GSD) Vakuummeters für zwei verschiedene Gase. Die Parameter zur Kalibrierung des GSD Sensors werden im Überlappbereich beider Messbereiche bestimmt. Im Messbereich des GSD Sensors werden diese zur Kalibrierung (Pfeile) verwendet, wodurch das kalibrierte Ausgangssignal auf der gestrichelten Ideallinie liegen sollte.

der Dimensionierung eines Wärmetransport-Vakuummeters besitzt dieses einen genügend großen Messbereich, um einen deutlichen Überlapp mit dem Messbereich des Membran-Vakuummeters zu realisieren. Deshalb wird nachfolgend zur Entwicklung eines derartigen automatisierten Kalibrierverfahrens ein gasartunabhängiges Membran-Vakuummeter und sowohl ein konventionelles als auch ein miniaturisiertes Wärmetransport-Vakuummeter, wie die in Abschnitt 3 beschriebenen, verwendet.

5.1. Mathematische Beschreibung der Gasartabhängigkeit von Wärmetransport-Vakuummetern

Die thermische Leitfähigkeit eines verdünnten Gases kann basierend auf dem in Abschnitt 2.2.2.1 dargestellten Temperatursprungmodell durch den Ausdruck in Gl. 2.41 beschrieben werden. Die beiden in dieser Gleichung vorkommenden Konstanten ϵ und γ fassen diverse gasspezifische Größen zusammen und sind somit von der Gasart abhängig [Jou08]. Das Ausgangssignal eines Wärmetransport-Vakuummeters ist wiederum direkt mit der thermischen Leitfähigkeit des umgebenden Gases verknüpft. Verwendet man den thermischen Leitwert des Gases G_{thG} als Ausgangssignal Υ , so kann dieses, basierend auf Gl. 2.43, geschrieben werden als:

$$\Upsilon = \frac{E \cdot p}{1 + \Gamma \cdot p} \tag{5.1}$$

Die beiden Parameter E und Γ fassen die gasspezifischen Parameter und geometrischen Größen des Sensors zusammen. [DS14b]



Abb. 5.3.: Doppelt logarithmische Darstellung des Kurvenverlaufs von Gl. 5.1 für verschiedene Parameterkombinationen von E und Γ (nach [DS14b]).

Bei niedrigen Drücken, d. h. für $\Gamma \cdot p \ll 1$, besitzt die Kurve eine Steigung von E. Der Parameter Γ beeinflusst, wie in Abb. 5.3 dargestellt, die Kurvenform bei hohen Drücken ($\Gamma \cdot p \gg 1$). Ist Γ positiv, so ergibt sich eine rechtsgekrümmte Kurve, welche asymptotisch einem Wert von E/Γ entgegen strebt. Für negative Werte von Γ besitzt die Kurve ein Singularität bei einem Druckwert von $1/|\Gamma|$. [DS14b]



Abb. 5.4.: Ausgangssignal Υ eines asymmetrischen Sensorchips (a) und eines kommerziell erhältlichen Vakuummeters (b) in Abhängigkeit des Druckes p für vier verschiedene Gase. Punkte sind gemessene Werte, Linien sind Fitkurven von Gl. 5.1.

Für einen asymmetrischen Sensorchip (Probe A2) ist in Abb. 5.4a der gemessene thermische Leitwert des Gases in Abhängigkeit des Druckes für verschiedene Gase dargestellt. Der Sensor wurde im CT-Modus mit einer Übertemperatur von etwa 30 K betrieben. Wie an den Fitkurven an die Messwerte zu erkennen ist, beschreibt Gl. 5.1 den Verlauf der Messwerte sehr gut. Folglich kann Gl. 5.1 für alle Betriebsmodi, welche direkt die Berechnung des thermischen Leitwerts des Gases aus den Sensorsignalen zulassen, zur Kalibrierung des Vakuummeters verwendet werden.

Das Ausgangssignal eines kommerziell erhältlichen Vakuummeters ist für verschiedene Gase in Abb. 5.4b dargestellt. Dieses Vakuummeter ist herstellerseitig auf N_2 kalibriert und verwendet einen dynamischen Betriebsmodus. Die Kurvenverläufe entsprechen qualitativ den Verläufen in Abb. 5.1, d. h. für Gase mit einer größeren Molekülmasse

als N_2 , z. B. Ar oder CO_2 , werden geringere Druckwerte angezeigt und für Gase mit einer geringeren Molekülmasse, wie z. B. He, höhere. Die Messwerte lassen sich auch hier durch Gl. 5.1 sehr gut beschreiben. Folglich eignet sich diese Gleichung auch zur Rekalibrierung eines Sensors, d. h. bei Verwendung eines anderen Gases als das, für das die ursprüngliche Kalibrierung stattgefunden hat.

5.2. Implementierung eines automatischen Kalibrierverfahrens

5.2.1. Hardwarekomponenten

Zur Realisierung eines Sensorsystems, das eine, wie zu Beginn dieses Kapitels beschriebene automatische Kalibrierung durchführt, sind drei grundlegende Komponenten erforderlich: Erstens ein gasartunabhängiges Vakuummeter (GSI), das das Referenzsignal zur Verfügung stellt. Hierfür wurde ein MKS Baratron Membran-Vakuummeter mit einem Messbereich von 0,5 mbar bis 1000 mbar verwendet.

Zweitens ein gasartabhängiges Vakuummeter (GSD), dessen Messbereich mit dem des gasartunabhängigen überlappen muss und dessen Kennlinie über einen analytischen Ausdruck beschrieben werden kann. Als GSD wurde sowohl einer der realisierten Sensorchips (Probe A2) als auch ein Pirani-Vakuummeter vom Typ Thyracont VSH82 eingesetzt. Beide Sensoren haben einen deutlichen Messbereichsüberlapp mit dem verwendeten GSI und ihre Ausgangssignale sind gut durch Gl. 5.1 beschreibbar (vgl. Abb. 5.4).

Drittens wird eine geeignete Digitalelektronik benötigt, welche die Extraktion der Kalibrierparameter und die Kalibrierung durchführen muss. Da für eine mögliche Anwendung eine Integration in ein eigenständiges Messgerät nötig ist, wurde als digitale Plattform ein Mikrocontroller (wie in Abschnitt 3.2.1.2: Atmel ATMega1281) gewählt. Die Umwandlung der Sensorsignale in digitale Werte erfolgte über entsprechende Analog-Digital-Wandler zwischen dem Mikrocontroller und den Sensoren (siehe Abschnitt 3.2.1.2), bzw. im Falle des VSH82 über eine direkte digitale Kommunikation mit dem Messumformer.

Da zur Charakterisierung des Kalibrierverfahrens ein gasartunabhängiges Referenzdrucksignal im Feinvakuumbereich notwendig ist, wurde zudem ein Baratron Membran-Vakuummeter mit einem Messbereich von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar bis 1,33 mbar an das System angebunden (GSI(FV)). Das System aus Referenzsensoren entspricht somit dem in Abschnitt 3.2.1.1 beschriebenen.

Die generierten Daten wurden zur Auswertung mit einem RS232-Interface an einen PC transferiert. Ein Blockdiagramm des gesamten Systems ist in Abb. 5.5 dargestellt.



Abb. 5.5.: Blockdiagramm der grundlegenden Systemkonfiguration für das automatische Kalibrierverfahren mit den Hard- und Softwarekomponenten und des Datenflusses.

5.2.2. Softwarekomponenten

Der Ablauf des automatisierten Kalibrierverfahrens gliedert sich in mehrere Phasen, welche als Softwareblöcke im Mikrocontroller implementiert wurden. Nach der Digitalisierung der Messwerte müssen diese entsprechend aufbereitet werden, um die notwendigen Größen Υ und p zu generieren. Im Überlappbereich werden diese beiden Größen bei sinkendem Druck aufgezeichnet. Auf Basis dieser Daten wird beim Verlassen dieses Bereichs Richtung niedrigerem Druck ein Kurvenfit durchgeführt und dabei die Kalibrierparameter E und Γ ermittelt. Diese Parameter dienen im Messbereich des GSD dazu, um auf Basis von Gl. 5.1 einen kalibrierten Druckwert p_c zu berechnen.

Die Softwarekomponenten, der Datenfluss im Mikrocontroller und die prinzipielle Ablaufsteuerung sind in Abb. 5.5 als Blockdiagramm dargestellt. Die Software wurde in der Programmiersprache C realisiert. Bis auf die Routinen zum Auslesen der ADCs und zur Messwertausgabe über die serielle Schnittstelle wurden keine prozessorspezifischen Funktionen genutzt. Folglich sind die Kalibrierroutinen auf jeder Prozessorarchitektur ausführbar, für die ein C-Compiler existiert.

5.2.2.1. Ablaufsteuerung

Von der Ablaufsteuerung werden zyklisch alle 250 ms die Rohdaten der Sensoren eingelesen und zu Werten für p und Υ aufbereitet. Diese Werte werden einer Finite-State-Machine (FSM) übergeben, welche die Kalibrierroutinen ausführt. Von der FSM wird der kalibrierte Druckwert p_c berechnet und ein Statusbyte zurückgegeben, anhand dessen entschieden werden kann, welcher der drei Druckwerte $(p, \Upsilon \text{ oder } p_c)$ ausgegeben werden soll.

Die FSM besitzt, wie in Abb. 5.6 dargestellt, sechs Zustände. Nach dem Start des Mikrocontroller-Systems befindet sich die FSM im Zustand RESET, von dem aus, anhand des Druckes p des GSI Vakuummeters, ein Zustandswechsel durchgeführt wird. Befindet sich der Druck oberhalb des Überlappbereichs, wird in den Zustand GSI gewechselt und p als Druckwert ausgegeben. Befindet sich der Druck unterhalb



Abb. 5.6.: Diagramm der Zustandsübergänge der Kalibrier-FSM. Dargestellt sind die Zustände, die Übergangsbedingungen und der auszugebende Druckwert (unteres Formelzeichen in Zustandskreis).

des Überlappbereichs, wird in den Zustand GSD gewechselt und Υ als Druckwert ausgegeben. Falls p im Überlappbereich liegt, wird in den Zustand REC gewechselt, in dem die Werte von p und Υ aufgezeichnet werden. Falls erforderlich wird auf Basis des bei jedem Durchlauf neu eingelesenen Wertes für p ein Zustandswechsel zwischen den drei Zuständen GSI, REC und GSD durchgeführt. Vom Zustand REC aus findet beim Verlassen des Überlappbereichs zu niedrigeren Drücken hin ein Wechsel in den Zustand FIT statt. In diesem Zustand werden auf Basis der aufgezeichneten Werte für p und Υ die Kalibrierparameter E und Γ bestimmt. Ist das Bestimmtheitsmaß R^2 der Regression kleiner als ein vordefinierter Wert R_{min}^2 , so werden die Kalibrierparameter als ungültig gewertet, in den Zustand GSD gewechselt und dort der unkalibrierte Druckwert Υ ausgegeben. Ist das Bestimmtheitsmaß größer als R_{min}^2 werden die Kalibrierparameter als gültig gewertet und in den Zustand CAL gewechselt. Dort wird mittels E, Γ und Υ der kalibrierte Druckwert p_c berechnet und ausgegeben. Steigt der Druck p in bzw. über den Überlappbereich so wird in die Zustände REC bzw. GSI gewechselt.

5.2.2.2. Datenaufbereitung

Bevor die Messwerte von den Kalibrierroutinen verarbeitet werden können, müssen sie aufbereitet, d. h. in Druckwerte umgerechnet werden. Um keine rechenzeit- und speicherplatzintensiven Fließkommaoperationen verwenden zu müssen, wurde ein spezielles Datenformat (M10E6) entworfen. Jeder Druckwert wird in einer 16-Bit-Variable gespeichert, wobei der Exponent als vorzeichenbehafteter 6-Bit-Integer-Wert in den unteren 6 bit abgelegt wird. Hiermit können Exponenten von -32 bis 31 dargestellt werden. Die Mantisse ist als Festkommazahl mit zwei Nachkommastellen in den oberen 10 bit abgelegt. Das bedeutet, dass die Dezimalzahlen 100 bis 999 verwendet werden, um Mantissenwerte von 1,00 bis 9,99 zu kodieren. Der darstellbare Wertebereich liegt somit zwischen $1,00 \cdot 10^{-32}$ und $9,99 \cdot 10^{31}$, was für den technischen Vakuumbereich sowohl ausreichend ist, als auch genügend Auflösung bietet.

Die digitalisierten Signale der beiden GSI Vakuummeter werden zu einem Druckwert kombiniert und dieser im Format M10E6 gespeichert. Die Daten des GSD Vakuummeters VSH82 liegen bereits als digitale Druckwerte vor und müssen nur noch in das Format M10E6 umgerechnet werden.

Bei Verwendung des Sensorchips A2 muss aus den digitalisierten Spannungen der thermische Leitwert des Gases berechnet werden. Da das Bauteil im CT-Modus bei $\Delta T \approx 30 \text{ K}$ betrieben wurde, ist die umgesetzte Leistung P_F proportional zu G_{thF} (vgl. Gl. 2.40). Diese wurde aus den beiden Spannungen U_F und U_B der Ansteuerschaltung (siehe Abb. 3.15) berechnet:

$$P_F = U_F \cdot \frac{U_B - U_F}{R_{VF}} \tag{5.2}$$

Von diesem Wert wurde analog zu Abschnitt 3.2.3.3 der parasitäre Anteil, der bei einem Druck kleiner als $5 \cdot 10^{-6}$ mbar bestimmt wurde, subtrahiert. Der resultierende, digitale 32-Bit-Wert ist proportional zum thermischen Leitwert des Gases G_{thG} . Dieser Wert wurde anschließend in das M10E6-Format umgerechnet, indem ein Bit als $1 \cdot 10^{-8}$ mbar definiert wurde. Dies entspricht dann dem für die Kalibrierroutinen notwendigen, gasartabhängigen Wert Υ .

5.2.2.3. Messwertaufzeichnung

Im Überlappbereich der Messbereiche müssen beim Abpumpen Wertepaare für p und Υ aufgezeichnet werden. Die Wertepaare werden in je ein Array gespeichert, wobei an erster Stelle das Messwertepaar mit größtem Druck p steht und über das Array hinweg der Druck monoton abnimmt.

Um dies zu realisieren, wird im Zustand REC der FSM abgefragt, ob der neue vorliegende Druckwert größer ist, als der größte bereits gespeicherte. Wenn dies der Fall ist, wird das Array zurückgesetzt und dieser Druckwert an der ersten Position abgelegt. Ist dies nicht der Fall, wird die Differenz zwischen dem zuletzt gespeicherten und dem aktuellen Druckwert gebildet.

Der aktuelle Druckwert wird gespeichert, falls diese Differenz einen vordefinierten Schwellwert überschreitet, d. h. sich der Druck um diesen Schwellwert verringert hat. Dieser Wert berechnet sich aus der Größe des Überlappbereichs dividiert durch die maximale Anzahl der zu speichernden Messwerte. Damit wird sichergestellt, dass sowohl nur Wertepaare bei fallendem Druck, als dass auch nur eine vordefinierte, maximale Anzahl an Wertepaaren, die über den Überlappbereich homogen verteilt sind, gespeichert werden.

Da beim Kurvenfit die Druckwerte invertiert werden (vgl. Abschnitt 5.2.2.4), wurde die Routine zur Messwertaufzeichnung so implementiert, dass die Wertepaare über $\frac{1}{p}$ linear bzw. über p reziprok verteilt sind. D. h. es wird immer die Differenz der invertierten Druckwerte gebildet und mit einem vordefinierten Schwellwert verglichen.

5.2.2.4. Kurvenfit

Der Kurvenfit wird im Zustand FIT der FSM ausgeführt und wurde als linearer Regressionsalgorithmus implementiert. Hierfür muss Gl. 5.1 linearisiert werden, indem man beide Seiten invertiert [DS14b].

$$\frac{1}{\Upsilon} = \frac{1}{E} \cdot \frac{1}{p} + \frac{\Gamma}{E} \tag{5.3}$$

In Gl. 5.3 ist $\frac{1}{\Upsilon}$ somit linear von $\frac{1}{p}$ abhängig. Mittels einer linearen Regression wurde durch die Wertepaare eine Regressionsgerade gelegt und deren Steigung $\frac{1}{E}$ und Achsenabschnitt $\frac{\Gamma}{E}$ berechnet. Als erstes müssen hierzu die arithmetischen Mittelwerte $\overline{p^{-1}}$ und $\overline{\Upsilon^{-1}}$ der *N* Messwertepaare berechnet werden. Die Kovarianz Cov (Υ^{-1}, p^{-1}) und die Varianzen Var (p^{-1}) und Var (Υ^{-1}) können dann wie folgt bestimmt werden:

$$\operatorname{Cov}\left(\Upsilon^{-1}, p^{-1}\right) = \sum_{i=1}^{N} \left(p_i^{-1} - \overline{p^{-1}}\right) \cdot \left(\Upsilon_i^{-1} - \overline{\Upsilon^{-1}}\right)$$
(5.4)

$$\operatorname{Var}\left(p^{-1}\right) = \sum_{i=1}^{N} \left(p_i^{-1} - \overline{p^{-1}}\right)^2 \tag{5.5}$$

$$\operatorname{Var}\left(\Upsilon^{-1}\right) = \sum_{i=1}^{N} \left(\Upsilon_{i}^{-1} - \overline{\Upsilon^{-1}}\right)^{2}$$
(5.6)

Die Steigung und der Achsenabschnitt der Regressionsgeraden und somit die Parameter E und Γ und das Bestimmtheitsmaß R^2 können anschließend aus diesen Werten berechnet werden [BSMM01, S.800ff].

$$E = \frac{\operatorname{Var}(p^{-1})}{\operatorname{Cov}(\Upsilon^{-1}, p^{-1})}$$
(5.7)

$$\Gamma = \overline{\Upsilon^{-1}} \cdot E - \overline{p^{-1}} \tag{5.8}$$

$$R^{2} = \frac{\operatorname{Cov}^{2}(\Upsilon^{-1}, p^{-1})}{\operatorname{Var}(p^{-1}) \cdot \operatorname{Var}(\Upsilon^{-1})}$$
(5.9)

Um keine Gleitkommaarithmetik verwenden zu müssen, wurde der Algorithmus in Festkommaarithmetik implementiert. Die gespeicherten M10E6-Werte wurden hierzu in 16-Bit-breite Integerzahlen umgerechnet, wobei ein Bit einem Druckwert entspricht, der um den Faktor 10^4 geringer ist, als die Überlappbereichs-Obergrenze. Die Regressionsparameter sind dementsprechend auch um diesen Faktor skaliert.

Die Laufzeit auf dem verwendeten 8-Bit-Prozessor mit 12 MHz Haupttakt betrug pro Wertepaar ca. 200 µs.

5.2.2.5. Kalibrierung

Bei der Kalibrierung wird im Zustand CAL der FSM die im Zustand FIT bestimmten Parameter E und Γ benutzt, um aus dem Sensorsignal Υ des GSD Vakuummeters einen kalibrierten Druckwert p_c zu berechnen. Die Berechnung erfolgt durch Umstellen von Gl. 5.1 nach p [DS14b]:

$$p_c = \frac{\Upsilon}{E - \Gamma \cdot \Upsilon} \tag{5.10}$$

Dieser Algorithmus wurde in der gleichen Weise wie in Abschnitt 5.2.2.4 beschrieben in Festkommaarithmetik implementiert. Die Laufzeit auf dem verwendeten 8-Bit-Prozessor mit 12 MHz Haupttakt betrug pro Messwert ca. 600 µs.

5.3. Charakterisierung des Kalibrierverfahrens

Zur Charakterisierung des Verfahrens wurden zwei verschiedene gasartabhängige Wärmetransport-Vakuummeter eingesetzt: Einer der realisierten Sensorchips (Probe A2), welcher im CT-Modus betrieben wurde, und das kommerziell erhältliche Kombinations-Vakuummeter VSH82 (Fa. Thyracont), bei dem für die Messungen nur das bereits auf N_2 kalibrierte Signal des Pirani-Sensorelements verwendet wurde.

Bei beiden Sensoren wurde ein Überlappbereich von 1 mbar bis 10 mbar gewählt. Die Signale waren in diesem Bereich noch sehr empfindlich auf Druckänderungen und es zeigten sich dort die signifikantesten Abweichungen zwischen den verschiedenen Gasarten (vgl. Abb. 5.4). Weiterhin konnten in diesem Druckbereich noch Standard-Membran-Vakuummeter zur gasartunabhängigen Druckmessung verwendet werden.

Da die linearisierten Messwerte im Überlappbereich nur gering streuen (vgl. Abb. 5.7), hat die Anzahl der für den Kurvenfit verwendeten Wertepaare nur einen geringen Einfluss auf die ermittelten Kalibrierparameter. Die Anzahl der maximal aufzuzeichnenden Wertepaare wurde deshalb auf einen Wert von 50 festgesetzt, um den benötigten Speicherplatz und die Rechenzeit zu reduzieren. Somit wurden für den Kurvenfit maximal ca. 10 ms benötigt, womit dieser innerhalb des Messintervalls von 250 ms problemlos durchführbar war.



Abb. 5.7.: Invertiertes Ausgangssignal Υ in Abhängigkeit des invertierten Druckes p eines Sensorchips (a) und des Vakuummeters VSH82 (b) für vier unterschiedliche Gase im Überlappbereich zwischen 1 mbar und 10 mbar. Kreise sind Messwerte, Linien sind Regressionsgeraden durch die Messpunkte.

Bei den Messungen wurde die mit dem entsprechenden Gas auf ca. 900 mbar belüftete Vakuumkammer auf einen Druck kleiner als $1 \cdot 10^{-3}$ mbar evakuiert. Hierbei wurden die Kalibrierparameter von der Software automatisch ermittelt. Die Anzahl der aufgezeichneten Messwertepaare im Überlappbereich lag bei 25 bis 35. Anschließend wurde der Rezipient mit dem gleichen Gas belüftet und die Ausgangssignale p, Υ und p_c aufgezeichnet. Zur besseren Vergleichbarkeit wurden in nachfolgenden Abbildungen Υ und p_c auf den gemessenen Druck p normiert. Der Kurvenverlauf eines ideal kali-



brierten Vakuummeters hat in dieser Darstellung einen Wert von 1, unabhängig von der Gasart und vom Druck p.

Abb. 5.8.: Herstellerseitig auf N₂ kalibriertes Ausgangssignal Υ (a) und rekalibriertes Ausgangssignal p_c (b) bezogen auf den Referenzdruck p des Vakuummeters VSH82 für vier verschiedene Gase.

Das auf N₂ kalibrierte und das rekalibrierte Signal des VSH82 für vier verschiedene Gase ist in Abb. 5.8 dargestellt. Das Signal zeigt für alle Gase im Grobvakuumbereich und für Ar auch im Feinvakuum eine starke Gasartabhängigkeit. D. h. das Signal weicht teilweise mehr als 50 % vom idealen Kurvenverlauf, also dem realen Druck p, ab. Dies kann, wie in Abb. 5.8b zu erkennen ist, durch Verwendung des automatischen Kalibrierverfahrens im Druckbereich von 10^{-2} mbar bis 10 mbar auf unter 20 % und somit deutlich reduziert werden. Die bei Drücken kleiner als 10^{-2} mbar auftretende Abweichung von der idealen Kurve ist schon im nicht rekalibrierten Ausgangssignal des Sensors erkennbar (siehe Abb. 5.4b) und ist auf die nicht komplette Eliminierung des parasitären Anteils in der Kennlinie zurückzuführen. Da dies bei der Rekalibrierung nicht berücksichtigt wird, ist der Wert für p_c/p bei allen Gasen geringer als 1.

Der parasitäre Anteil im Sensorsignal wurde bei dem miniaturisierten Sensorchip A2 bei einem Druck kleiner als $5 \cdot 10^{-6}$ mbar bestimmt und aus dem Signal eliminiert (vgl. Abschnitt 5.2.2.2). Das hieraus gewonnene Ausgangssignal Υ ist in Abb. 5.9a



dargestellt und weicht bei jedem Gas vom idealen Kurvenverlauf ab, da es nicht kalibriert ist.

Abb. 5.9.: Unkalibriertes Ausgangssignal Υ (a) und kalibriertes Ausgangssignal p_c (b) bezogen auf den Referenzdruck p des Sensorchips A2 (CT-Modus, $\Delta T \approx 30 \,\mathrm{K}$) für vier verschiedene Gase.

Nach der automatischen Kalibrierung weichen alle Kurven weniger als 10 % vom idealen Kurvenverlauf ab (siehe Abb. 5.9b). Lediglich oberhalb von etwa 5 mbar zeigen sich zunehmend abweichende Verläufe. Da in diesem Bereich allerdings das Signal des GSI Vakuummeters verwendet werden kann, konnte mit diesem Verfahren die Gasartabhängigkeit des Ausgangssignal des gesamten Sensorsystems signifikant reduziert werden [DS14b].

Somit ist es nicht nur möglich, ein bereits vorkalibriertes Wärmetransport-Vakuummeter zu rekalibrieren, sondern auch ein unkalibriertes Sensorsignal zu kalibrieren. Voraussetzung hierfür ist, dass das Ausgangssignal durch Gl. 5.1 beschreibbar ist, d. h. das Ausgangssignal die gleiche funktionelle Abhängigkeit zeigt wie der thermischen Leitwert des Restgases.

6. Zusammenfassung, Ausblick und Anwendungen

Da der zu messende Druck in technischen Vakuumanlagen viele Größenordnungen umfassen kann, ist es meist notwendig, unterschiedliche Totaldruckmessverfahren einzusetzen, um einen definierten Druckbereich abzudecken. Für die Vakuummesstechnik ist es interessant, einerseits die Messbereiche der Verfahren auszudehnen, um eine geringere Anzahl an verschiedenartigen Vakuummetern einsetzen zu müssen, und andererseits die Gasartabhängigkeit von indirekten Verfahren zu reduzieren. Da auf MEMS-Technologie basierende Sensorelemente in zusätzlichen Anwendungsbereichen, wie z. B. der Drucküberwachung in Chipgehäusen, eingesetzt werden könnten, wurden die Auswirkungen einer Miniaturisierung der Sensorelemente bei den gängigsten Totaldruckmessverfahren theoretisch untersucht (Abschnitt 2). Basierend auf diesen Überlegungen schienen ein miniaturisiertes Wärmetransport-Vakuummeter und eine auf dem Effekt der Feldemission basierende, miniaturisierte Elektronenquelle für ein Ionisations-Vakuummeter die vielversprechendsten Lösungsansätze v. a. für eine Messbereichserweiterung im Vergleich zu konventionell aufgebauten Messgeräten.

Zur Beschreibung der druckabhängigen Wärmeleitfähigkeit eines Gases wurde ein vereinfachtes, eindimensionales Modell, das auf Annahmen der kinetischen Gastheorie basiert, verwendet (Temperatursprung-Modell). Aus diesem Modell konnten analytische Zusammenhänge für die Abhängigkeit der Druckempfindlichkeit des thermischen Leitwerts des Bauteils von dessen geometrischen Abmessungen abgeleitet werden. Die Sensitivität sollte nach diesem Modell im gesamten Druckbereich proportional zur Oberfläche des beheizten Körpers (Filament) und im viskosen Bereich indirekt proportional zum Abstand zwischen Filament und Wärmesenke sein. Weiterhin sollte die parasitäre, druckunabhängige Wärmeleitung keinen Einfluss auf die Sensitivität und somit auf die Messbereichsgrenzen haben (Abschnitt 2.3.3).

Um diese Abhängigkeiten experimentell zu verifizieren, wurde ein mikrotechnologischer Prozess entworfen, der es ermöglicht, Filamentstrukturen in Micro-Hotplate-Ausführung aus SiN mit einer Oberfläche von etwa 0.3 mm^2 bis 0.8 mm^2 und einem Abstand zur Wärmesenke von 150 µm herzustellen (Abschnitt 3.1.2). Diese Strukturen konnten sowohl mit nur einer Wärmesenke (asymmetrische Struktur) als auch durch Anbringen eines Deckels 150 µm oberhalb des Filaments mittels eines Glas-Silizium-Hybridprozesses mit zwei Wärmesenken (symmetrische Struktur) realisiert werden.

Zur Charakterisierung der Sensorchips wurde ein Konstant-Temperatur-Betriebsmodus verwendet, bei welchem durch Verwendung des auf den Chips integrierten Referenzwiderstands eine von der Chiptemperatur weitestgehend unabhängige Filamentübertemperatur eingestellt werden konnte (Abschnitt 3.2). Aus den Spannungen der analogen Ansteuerelektronik wurde der thermische Leitwert der Proben und dessen Druckempfindlichkeit berechnet. Obwohl es sich bei dem theoretischen Modell um eine starke Vereinfachung der realen Verhältnisse handelt, konnten mit diesem Verfahren die drei oben genannten Vorhersagen experimentell bestätigt werden. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass bei den verwendeten Strukturgrößen die parasitäre Wärmeleitung bis zu einer Übertemperatur von etwa 40 K bis 50 K nicht vom stark temperaturabhängigen Strahlungsaustausch dominiert wird. Mit der verwendeten Messelektronik (24-Bit Δ - Σ -ADC) konnten bei der sensitivsten Struktur (größte Oberfläche, symmetrischer Aufbau) Druckänderungen im Druckbereich von etwa 10^{-5} mbar bis 10^{3} mbar aufgelöst werden. Dieser Messbereich ist im Vergleich zu konventionellen Wärmetransport-Vakuummetern [Jou10, S.531] an beiden Enden der Skala um ca. ein bis zwei Größenordnungen vergrößert.

Durch eine weitere Oberflächenvergrößerung könnte die Empfindlichkeit der Struktur selbst erhöht und somit auch der Messbereich des Vakuummeters vergrößert werden. Hierbei müssen allerdings Aspekte der Fertigungstechnik und der mechanischen Stabilität beachtet werden. Weiterhin könnten mehrere kleinere Filamente parallel auf einem Chip gefertigt und betrieben werden. Zusätzlich wäre es denkbar, die Oberfläche durch Mikrostrukturierung der Filamentoberfläche, z. B. in Form von kühlrippenartigen Gebilden, zu vergrößern. Da bei tiefen Drücken bei derartigen Strukturen die Dimensionen wesentlich kleiner wären als die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen, ist es möglich, dass das hier verwendete Modell die Vorgänge nicht hinreichend genau beschreibt, und somit die Empfindlichkeit nicht mehr linear mit der Oberfläche skalieren könnte.

Die Auflösungsgrenze bei der Signalerfassung wurde durch das 1/f-Rauschen des Differenzverstärkers in der analogen Ansteuerungselektronik bestimmt. Diese könnte durch eine Anregung bei höheren Frequenzen (z. B. im niedrigen kHz-Bereich) gesenkt werden. Da im sehr niederfrequenten Bereich mit dem verwendeten ADC eine Spannungsauflösung von 4μ V, welche unterhalb der Rauschgrenze der Ansteuerungselektronik lag, erreicht wurde, wäre allerdings zu klären, ob bei höheren Frequenzen auch eine vergleichbare Auflösung der Messelektronik erzielt werden kann.

Da es selbst unter Anwendung der o. g. Verbesserungen als nicht realisierbar erscheint, auf Basis der Wärmeleitfähigkeit des Restgases Drücke im tiefen Hochvakuum- bzw. Ultrahochvakuumbereich zu messen, ist es sinnvoll, in diesem Bereich Drücke über die Ionisierbarkeit des Restgases zu bestimmen. Die Sensitivität derartiger Vakuummeter hängt direkt vom Volumen des Ionisationsraums ab (Abschnitt 2.2.2.2). Eine vollständig miniaturisierte Ausführung würde daher die Empfindlichkeit eines Ionisations-Vakuummeters nicht erhöhen, da mikrotechnologisch keine zur konventionellen Ausführungsform vergleichbaren Dimensionen erreicht werden können. Da aufgrund der hohen Betriebstemperaturen der konventionell verwendeten Glühkathoden Nachteile im Bezug auf die Messbereichsgrenzen entstehen, wäre ein Ersatz solcher Elektronenquellen durch eine bei Raumtemperatur betriebene Feldemissionskathode ein vielversprechender Ansatz (Abschnitt 2.3.4).

Aufgrund seiner halbleitenden Eigenschaften tritt bei p-dotiertem Si in einem Bereich der Emissionskennlinie ein Sättigungseffekt auf, der zur Stabilisierung des sonst sehr instabilen Feldemissionsstroms genutzt werden kann. Deshalb wurde ein mikrotechnologischer Prozess entworfen, der die Herstellung von Si-basierten Feldemissionskathoden ermöglicht (Abschnitt 4.1). Durch Kombination einer anisotropen trockenchemischen Ätzung und nachfolgender thermischer Oxidation zur Anschärfung der Strukturen konnten Arrays mit einer großen Anzahl an funktionsfähigen Emittern (typ. >90%) und einem Aspektverhältnis von 50 bis 125 hergestellt werden.

Bei der Charakterisierung der elektrischen Eigenschaften an der Bergischen Universität Wuppertal konnte gezeigt werden, dass die Emitterarrays sehr homogen waren, d. h. die hierfür charakteristische Standardabweichung der Einsatzspannungen typischerweise im Bereich um 25 % lag. Im Sättigungsbereich der Strom-Spannungs-Kennlinien trat zudem die bei p-dotiertem Si zu erwartende, deutliche Stabilisierung des Emissionsstroms auf. Die Stromschwankungen, welche während eines 60-sekündigen Betriebs unter UHV-Bedingung auftraten, konnten durch parallele Emission aus 536 Emittern auf 1,4 % bei einem mittleren Emissionsstrom von knapp 0,5 µA gesenkt werden (Abschnitt 4.2).

Diese Werte zeigen, dass der Herstellungsprozess eine gute Grundlage darstellt, um homogene und stabile, auf dem Effekt der Feldemission basierende, kalte Elektronenquellen zu realisieren. Da zur Anwendung in Ionisations-Vakuummetern allerdings höhere und auch unter Drücken im Hoch- bzw. Feinvakuum langzeitstabile Ströme notwendig sind, müssen die Strukturen diesbezüglich weiterentwickelt werden. Mögliche Ansätze hierfür wären die Verwendung von Arrays mit wesentlich mehr Einzelemittern, eine Beschichtung der Kathoden mit mechanisch und chemisch stabileren Materialien und die monolithische Integration von stromstabilisierenden Elementen wie in Abschnitt 4.1.1.1 beschrieben. Insbesondere für den zuletzt genannten Ansatz sind auf Silizium basierende Kathoden ideal geeignet.

Da die den indirekten Totaldruckmessverfahren zu Grunde liegenden physikalischen Gaseigenschaften von der Art des Restgases abhängen, ist es durch konstruktionstechnische Maßnahmen an den Sensorelementen nicht möglich, die Gasartabhängigkeit von Wärmetransport- bzw. Ionisations-Vakuummetern zu eliminieren. Allerdings kann diese durch eine softwaremäßige Kalibrierung in einem Sensorsystem, das ein direkt messendes, d. h. gasartunabhängiges Vakuummeter enthält, während der Messung reduziert werden (Abschnitt 5).

Die realisierten Wärmetransport-Vakuummeter wiesen eine deutliche Empfindlichkeit im Grobvakuumbereich auf und zudem konnten ihre Kennlinien sehr gut analytisch beschrieben werden. Im Überlappbereich (hier: 1 mbar bis 10 mbar) zwischen dem Messbereich derer und dem von kommerziell erhältlichen Membran-Vakuummetern konnten deshalb während dem Abpumpen mit einem Regressionsalgorithmus Fitparameter zur Berechnung des Kennlinienverlaufs aus den Messwerten beider Sensoren extrahiert werden. Diese Parameter wurden anschließend im darunter liegenden Druckbereich, d. h. im Messbereich des Wärmetransport-Vakuummeters zu dessen Kalibrierung verwendet. Mit diesem Verfahren konnte die durch die Gasartabhängigkeit bedingte Abweichung des Ausgangssignals von teilweise mehr als 50 % gegenüber dem Idealwert auf weniger als 10 % reduziert werden. Unter der Voraussetzung, dass sich die Gaszusammensetzung nach Verlassen des Übergangsbereichs nicht ändert, ist es im Gegensatz zur konventionell eingesetzten, manuellen Korrektur mittels Kalibrierkurven nicht notwendig die Art oder die Zusammensetzung des Restgases zu kennen, da die Kalibrierung vollautomatisch während der Messung in situ von der Steuerungs- bzw. Anzeigeelektronik vorgenommen wird.

In einer Weiterentwicklung [Ost14] dieses Verfahrens wurde anstatt eines eigenständigen Membran-Vakuummeters ein MEMS-basierter, für barometrische Messungen ausgelegter Membransensorchip (SCB10H, VTI Technologies) verwendet und auf dem selben TO-Gehäuse montiert, wie einer der realisierten Wärmetransport-Vakuummeterchips (siehe Abb. 6.1). Die druckabhängige Kapazität des Membransensors wurde von einem sog. Capacitance-to-Digital-Converter (AD7745, Analog Devices) gemessen, welcher hier auch für die Messung der Spannungssignale der Analogelektronik des Wärmetransport-Vakuummeters verwendet wurde. Aufgrund der Empfindlichkeit des miniaturisierten Wärmetransport-Vakuummeters im Grobvakuumbereich konnte die Kalibrierung in einem Druckbereich vorgenommen werden, in dem vom Membransensor noch reproduzierbare Messwerte geliefert wurden (5 mbar bis 50 mbar). Durch Verwendung des automatisierten Kalibrierverfahrens wies das Ausgangssignal des kombinierten Sensorsystems im Druckbereich von 10^{-3} mbar bis 10^3 mbar eine Gasartabhängigkeit von unter 20% auf.

Zur Weiterentwicklung der Feldemissionskathoden wurde unterhalb der Emitter eine etwa 5 µm hohe Säule mittels eines zusätzlichen trockenchemischen Ätzschrittes integriert [LLP⁺14b]. Da diese Emittergeometrie einen noch stärker ausgeprägten Sättigungsbereich aufgewiesen hat [LLP⁺14a], sollen derartige Kathoden als Elektronenquellen in miniaturisierten Röntgenquellen für die Röntgenfluoreszenzanalyse bei der Firma KETEK GmbH, München eingesetzt werden. Dies erfordert eine hermetisch dichte Kapselung des Bauteils in einem Chipgehäuse bei einem Druck im Feinbis Hochvakuumbereich. Zur Aufrechterhaltung dieses Drucks soll eine miniaturisierte Ionengetterpumpe [GGDD14] eingesetzt werden. Für die Drucküberwachung wurde von der Firma KETEK einer der realisierten Wärmetransport-Vakuummeterchips in diesem Gehäuse integriert (siehe Abb. 6.1b) und mit der in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Ansteuerungselektronik charakterisiert [Kü15]. Die hierbei an dem Demonstrator durchgeführten Messungen haben bestätigt, dass mit den Sensorchips prinzipiell eine Drucküberwachung des Gehäuses bis in einen Bereich von 10^{-5} mbar möglich ist.



(a) Sensorchip-Kombination [Ost14]



(b) gepumptes Chipgehäuse [Kü15]

Abb. 6.1.: Wärmetransport-Vakuummeterchip (Probe A4) und Membransensorchip SCB10H integriert in einem TO-Gehäuse (a) und Wärmetransport-Vakuummeterchip (Probe S3) zur Drucküberwachung eines aktiv gepumpten TO-Gehäuses (b).

Diese Beispiele zeigen, dass die realisierten mikrotechnologischen Strukturen nicht nur in der Vakuummesstechnik eingesetzt werden können, sondern auch das Potential haben, um in anderen Anwendungsbereichen verwendet werden zu können.

A. Formelzeichen und Abkürzungen

Formel-	Erklärung	SI-	verwendete
zeichen		Einheit	Einheit
A	Fläche	m^2	m^2
α	linearer Temperaturkoeffizient Widerstand	K^{-1}	K^{-1}
α_T	thermischer Akkommodationskoeffizient	1	1
b	Breite	m	m
β	Feldüberhöhungsfaktor	1	1
С	spezifische Wärmekapazität (konst. Vol.)	$\rm Jkg^{-1}K^{-1}$	$\rm Jkg^{-1}K^{-1}$
d	Abstand, Dicke	m	m
∂	Kennzeichnung eines Differentials		
Δ	Kennzeichnung einer Differenz		
E	elektrische Feldstärke	${ m Vm^{-1}}$	${ m Vm^{-1}}$
ϵ, E	Sammelvariable gasspezifische Konstanten		
f	Anisotropie	1	1
F	Kraft	$\rm kgms^{-2}$	Ν
g	Differenzverstärkung	1	1
G_{th}	thermischer Leitwert	${ m W}{ m K}^{-1}$	${ m WK^{-1}}$
γ, Γ	Sammelvariable gasspezifische Konstanten		
h	Höhe	m	m
Ι	elektrischer Strom	А	А
ι	Ionisierbarkeit	m^{-1}	m^{-1}
j_A	Flächenstoßrate	$\mathrm{m}^{-2}\mathrm{s}^{-1}$	${\rm m}^{-2}{\rm s}^{-1}$
J	Stromdichte	${\rm Am^{-2}}$	${ m A}{ m m}^{-2}$

A.1. Formelzeichen

Formel-	Erklärung	SI-	verwendete
zeichen		Einheit	Einheit
k_B	Boltzmannkonstante	$\mathrm{JK^{-1}}$	$\rm JK^{-1}$
l	Länge	m	m
Λ	mittlere freie Weglänge	m	m
λ	Wärmeleitfähigkeit	$\mathrm{Wm^{-1}K^{-1}}$	$\mathrm{Wm^{-1}K^{-1}}$
m	Masse	kg	kg
n	Teilchendichte	m^{-3}	m^{-3}
N	Teilchenzahl	1	1
p	Druck	Pa	mbar
p_t	Übergangsdruck	Pa	mbar
p_i	Impuls	${\rm kgms^{-1}}$	Ns
P	Leistung	W	W
Φ	Durchmesser	m	m
ϕ	gaskinetischer Stoßdurchmesser	m	m
q	Wärmestromdichte	${\rm kgs^{-3}}$	${ m Wm^{-2}}$
Q	Energie	$\rm kgm^2s^{-2}$	J
r	Radius	m	m
R	elektrischer Widerstand	$\rm V A^{-1}$	Ω
\mathbb{R}^2	Bestimmtheitsmaß Regression	1	1
s_m	molekularer Sensitivitätsfaktor	$\rm WPa^{-1}K^{-1}$	$ m Wmbar^{-1}K^{-1}$
s_v	viskoser Sensitivitätsfaktor	${ m WPaK^{-1}}$	${ m WmbarK^{-1}}$
s_x	Stichprobenstandardabweichung Größe \boldsymbol{x}		
S	Sensitivität, Empfindlichkeit		
σ	Wirkungsquerschnitt	m^2	m^2
t	Zeit	S	S
T	absolute Temperatur	Κ	Κ
θ	Öffnungswinkel	rad	0
U	elektrische Spannung	V	V
v	Geschwindigkeit	${\rm ms^{-1}}$	${\rm ms^{-1}}$
Υ	Sensorausgangssignal		
z	Ortskoordinate	m	m
A.2. Abkürzungen

Abkürzung	Erklärung
ADC	Analog-Digital-Converter (Analog-Digital-Wandler)
Al	Aluminium
Ar	Argon
Au	Gold
В	Bor
BOE	Buffered Oxide Etch (gepufferte Flusssäure)
CC	Constant Current (Konstantstrom)
CHF_3	Trifluormethan
CLK	Systemtakt, Taktgeber
CNT	Carbon Nanotube (Kohlenstoffnanoröhre)
$\rm CO_2$	Kohlenstoffdioxid
Cr	Chrom
CT	Constant Temperature (Konstanttemperatur)
CV	Constant Voltage (Konstantspannung)
DI	deionisiert
DRIE	Deep Reactive Ion Etching (tiefes reaktives Ionenätzen)
DUT	Device Under Test (Prüfling)
FERM	Feldemissions-Rastermikroskop
FET	Feldeffekt-Transistor
FSM	Finite State Machine (Zustandsautomat)
FV	Feinvakuum
GSD	Gas Species Dependent (gasartabhängig)
GSI	Gas Species Independent (gasartunabhängig)
H_2O	Wasser
HCl	Salzsäure
He	Helium
HF	Flusssäure
HMDS	Hexamethyldisilazan
HNO_3	Salpetersäure
I(U)	Messung des Stroms in Abhängigkeit von der Spannung

Abkürzung	Erklärung
JTAG	Joint Test Action Group
KOH	Kalilauge
M10E6	Datenformat 10 bit Mantisse, 6 bit Exponent
MEMS	Micro-Electro-Mechanical System (Mikrosystem)
N_2	Stickstoff
$\rm NH_3$	Ammoniak
Ni	Nickel
NSG	Nondoped Silica Glass
O_2	Sauerstoff
OP	Operationsverstärker
Р	Phosphor
PC	Personal Computer
PCB	Printed Circuit Board (Leiterplatte)
PECVD	Plasma-Enhanced Chemical Vapour Deposition
Pt	Platin
PR	Photoresist (Photolack)
REM	Rasterelektronenmikroskop
RIE	Reactive Ion Etching (reaktives Ionenätzen)
RISC	Reduced Instruction Set Computer
RS232	Serielle Schnittstelle
SAR	Successive Approximation Register
SF_6	Schwefelhexafluorid
Si	Silizium
SiH_4	Monosilan
SiN	Siliziumnitrid
SiO_2	Siliziumdioxid
TMAH	Tetramethylammoniumhydroxid
UHV	Ultrahochvakuum
USB	Universal Serial Bus
VCC	Spannungsversorgung

B. Prozessparameter

B.1. Prozessbausteine

B.1.1. Lithographie AZ5214 positiv

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
a	Dehydrationbake	Hotplate
		Temperatur: 200 °C, Dauer: $5 \min$
b	Haftvermittler	Exsiccator
		HMDS, 200 mbar , 10 min
с	Lack aufschleudern	Lackschleuder
		Lack: AZ5214E, Dicke: 1,6 µm
		Verteilen: 500 rpm, 5 s, 800 rpm s^{-1}
		Schleudern: $5000 \mathrm{rpm}, 30 \mathrm{s}, 800 \mathrm{rpm} \mathrm{s}^{-1}$
d	Softbake	Hotplate
		Bake: 100 °C, 60 s
		Rehydration: 2 min
е	Belichten	Maskaligner Süss MA/BA6
		Maske: Maskenbezeichnung
		Justage: Maskenebene
		Dosis: $35 \mathrm{mJ} \mathrm{cm}^{-2}$, Hartkontakt
f	Entwickeln	Becherglas
		Entwickler: AZ726MIF
		Dauer: 60 s, schwenken
g	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 10 min
h	Trocknen	Druckluftpistole
j	Hardbake (opt.)	Hotplate

B.1.2. Lithographie AZ5214 negativ

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
a	Dehydrationbake	Hotplate
		Temperatur: 200 °C, Dauer: $5 \min$
b	Haftvermittler	Exsiccator
		HMDS, 200 mbar , 10 min
с	Lack aufschleudern	Lackschleuder
		Lack: AZ5214E, Dicke: $1,6 \mu m$
		Verteilen: 500 rpm, 5 s, $800 \mathrm{rpm}\mathrm{s}^{-1}$
		Schleudern: 5000 rpm, $30 \mathrm{s}$, $800 \mathrm{rpm} \mathrm{s}^{-1}$
d	Softbake	Hotplate
		Bake: 100 °C, 60 s
		Rehydration: 2 min
е	Belichten	Maskaligner Süss MA/BA6
		Maske: Maskenbezeichnung
		Justage: Maskenebene
		Dosis: $15 \mathrm{mJ}\mathrm{cm}^{-2}$, Hartkontakt
f	Reversalbake	Hotplate
		Bake: $124 ^{\circ}C$, $2 \min$
		Rehydration: 2 min
g	Flutbelichten	Maskaligner Süss MA/BA6
		Dosis: $350 \mathrm{mJ} \mathrm{cm}^{-2}$
h	Entwickeln	Becherglas
		Entwickler: AZ726MIF
		Dauer: 60 s, schwenken
i	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 10 min
j	Trocknen	Druckluftpistole
k	Hardbake (opt.)	Hotplate

B.1.3. PECVD-Abscheidung Siliziumnitrid

Anlage: PECVD Oxford Plasmalab 80 Plus Rezept: High Quality SiN 11.5nm/min Abscheiderate: $11,5 \text{ nm min}^{-1}$ bis 12 nm min^{-1} Brechungsindex: 1,95 bis 2,05 Schichtspannung: 80 MPa bis 120 MPa Zugspannung Temperatur: 350 °C

Nn	Drozog	Zeit	Cas	Fluss	Druck	Leistung
	riozess	(min)	Gas	(sccm)	(mtorr)	(W)
a	Pumpen	2				
b	N_2 Spülen	2	N_2	1000	1000	
с	Pumpen	2				
d	Casloitung spiilon	2	NH ₃	40	200	
u	Gasierrung spulen		N_2	100	200	
	Pro Clonn	2	NH ₃	40	200	20
e	e Tre-Olean		N_2	100	200	$13,\!56\mathrm{MHz}$
f	Pumpen	2				
			SiH_4	20		
g	Gasleitung spülen	2	NH ₃	20	650	
			N_2	980		
			SiH_4	20		20
h	Abscheidung	t	NH ₃	20	650	$13\mathrm{s}$ bei $13,\!56\mathrm{MHz}$
			N_2	980		$7\mathrm{s}$ bei $50\mathrm{kHz}$
i	Pumpen	2				
j	N_2 Spülen	2	N ₂	1000	1000	
k	Pumpen	2				

B.1.4. Feuchtoxidation Silizium

Anlage: Oxidationsofen ATV PEO603 Rezept: FOX Brechungsindex: 1,44 bis 1,50

Nr.	Prozess	Zeit (min)	Gas	Fluss (sccm)	Zieltemperatur (°C)
a	Heizen	40	N_2	200	Т
b	Temperieren	10	N_2	200	Т
с	Oxidation	t	$\begin{array}{c} \mathrm{O}_2\\ \mathrm{H}_2\mathrm{O} \end{array}$	$\frac{100}{90{\rm g}{\rm h}^{-1}}$	Т
d	Spülen	30	N_2	200	Т
e	Abkühlen	60	N_2	200	25

B.1.5. RIE-Ätzung Siliziumnitrid/-oxid

Anlage: RIE Oxford Plasmalab 80 Plus Rezept: RIE Oxid/Nitrid CHF3/O2 Ätzraten: SiN: $80\,\rm nm\,min^{-1},\,SiO_2:\,35\,\rm nm\,min^{-1},\,AZ5214E:\,30\,\rm nm\,min^{-1}$ Temperatur: $25\,\rm ^\circ C$

Nr.	Prozess	Zeit (min)	Gas	Fluss (sccm)	Druck (mtorr)	Leistung (W)
a	Pumpen	2				
b	Gasleitung spülen	2	$\begin{array}{c} \mathrm{CHF}_{3} \\ \mathrm{O}_{2} \end{array}$	$50\\10$	55	
с	Ätzen	t	$\begin{array}{c} \mathrm{CHF}_{3} \\ \mathrm{O}_{2} \end{array}$	$\begin{array}{c} 50 \\ 10 \end{array}$	55	150
d	Pumpen	2				

B.1.6. RIE-Ätzung Silizium

Anlage: RIE Oxford Plasmalab 80 Plus Rezept: FEA Silizium SF6/O2 Ätzrate Si (vertikal): 1150 nm min⁻¹ Selektivität zu SiO₂: 20 Anisotropie: 0,6 bis 0,7 Temperatur: 25 °C

Nr.	Prozess	Zeit (min)	Gas	Fluss (sccm)	Druck (mtorr)	Leistung (W)
a	Pumpen	2				
b	Gasleitung spülen	2	$\begin{array}{c} \mathrm{SF}_6 \\ \mathrm{O}_2 \end{array}$	50 10	50	
с	Ätzen	t	$\begin{array}{c} \mathrm{SF}_6 \\ \mathrm{O}_2 \end{array}$	50 10	50	120
d	Pumpen	2				

B.1.7. TMAH-Ätzung Silizium

Ätzraten (Si, B-dotiert, $1 \Omega \text{ cm}$ bis $10 \Omega \text{ cm}$): (100)-Richtung: $44 \,\mu\text{m}\,\text{h}^{-1}$, (110)-Richtung: $40 \,\mu\text{m}\,\text{h}^{-1}$

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
a	Nativeoxide	Teflonbecher
	entfernen	Chemikalie: BOE7:1, Dauer: 90 s
b	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 10 min
с	Si ätzen	Becherglas auf Hotplate
		Chemikalie: TMAH 25% : H ₂ O = 4 : 1 = TMAH 20\%
		Temperatur: 85 °C, Umwälzung: 250 rpm
		Dauer: t
d	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 10 min
e	Spülen	Becherglas
		Isopropanol
f	Trocknen	Druckluftpistole

B.1.8. Anodisches Bonden Glas - Silizium

Anlage: Süss SB6 Rezept: Anodic Bonding Dams Elektroden: SiC

Nn	Drozoss	Zeit	Temp.	Druck	Spannung	Kraft
111.	r i uzess	(min)	(°C)	(mbar)	(V)	(N)
a	Pumpen	20	30	$< 5 \cdot 10^{-3}$		
	Kontakt					
b	Clamps öffnen	1	30	$< 5 \cdot 10^{-3}$		
	Spacer entfernen					
с	Heizen	15	400	$< 5 \cdot 10^{-3}$		
d	Stabilisierung	5	400	$< 5 \cdot 10^{-3}$		
е	Pre-Bond	typ. 10 bis $I < 20\% I_{max}$	400	$< 5 \cdot 10^{-3}$	-1000	200
f	Bond	typ. 20 bis $I < 5\% I_{max}$	400	$< 5 \cdot 10^{-3}$	-750	200
g	Kühlen	90	30	$< 5 \cdot 10^{-3}$		
h	Belüften	10	30	1000		

B.1.9. Kontaktierung mittels Ultrasonic-Wire-Bonden

Anlage: Kulicke & Soffa 4124 Draht: Au
 25 $\mu{\rm m}$ Kapillare: Gaiser 1572-25-375GM Temperatur: 175 °C

Nr.	Prozess	Search	Force	Time	Power	Ballsize
a	EFO (Ball formen)					6
b	Ball setzen	2,0	5,0	9,0	1,5 (US high)	
с	Wedge setzen	2,0	9,0	7,0	9,0 (US high)	

B.2. Prozessablaufplan Filamentstruktur

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
Fror	nt-End	
1	SiN abscheiden	PECVD Oxford Plasmalab 80 Plus
		Rezept: High Quality SiN 11.5nm/min
		Dicke: 500 nm, Dauer: 42 min
2	Lithographie	AZ5214 negativ
	Metallisierung	Maske: PIR22N2V1, Justage: Flat
3	SiN anätzen	
3a	HF-Dip	Teflonbecher
		Chemikalie: BOE7:1, Dauer: 15 s
3b	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 15 min
3c	Trocknen	Druckluftpistole
4	Metallisierung	
4a	Cr aufdampfen	Aufdampfanlage Univex450, eGun FerroTec EV M-8
		Tiegel 3, Rezept: META08CR (8 kV, wobbeln)
		Rotation: 16 rpm, Druck: $< 1 \cdot 10^{-5}$ mbar
		Emissions strom: 25 mA, Aufdampfrate: 3 Å s^{-1}
		Dicke: 10 nm
4b	Ni aufdampfen	Aufdampfanlage Univex450, eGun FerroTec EV M-8
		Tiegel 6, Rezept: META08NI (8 kV, fest)
		Rotation: 16 rpm, Druck: $< 1 \cdot 10^{-5}$ mbar
		Emissions strom: 120 mA, Aufdampfrate: 4 Å s^{-1}
		Dicke: 100 nm
5	Lift-Off	
5a	Lack lösen	Flachbodenkammer
		Chemikalie: Aceton, Dauer: 2 h
5b	Spülen	H ₂ O-Pistole
5c	Spülen	Becherglas
		Chemikalie: Isopropanol
5d	Trocknen	Druckluftpistole
6	Lithographie	AZ5214 negativ
	Kontaktpads	Maske: SSY10P2V3, Justage: PIR22N2V1 $\pm 10 \mu m$
		Hardbake: 120 °C, 30 s

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
7	NiO entfernen	
7a	HCl-Dip	Becherglas
		Chemikalie: HCl 37 $\%$: $\rm H_2O$ = 1 : 3, Dauer: 15 s
7b	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 10 min
7c	Trocknen	Druckluftpistole
8	Kontaktpads	
8a	Au-Galvanik	Becherglas auf Hotplate
		Chemikalie: Techni-Gold 25 ES
		Temperatur: 60 °C, Umwälzung: 0 rpm
		Stromdichte: $0.25 \mathrm{A}\mathrm{dm}^{-2}$, Strom: $2 \mathrm{mA}$
		Dauer: 5 min
8b	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 10 min
8c	Trocknen	Druckluftpistole
9	Entlacken	
9a	Lack entfernen	Becherglas
		Chemikalie: Aceton, Dauer: $10 \min + 5 \min$ Ultraschall
9b	Spülen	Becherglas
		Chemikalie: Isopropanol
9c	Trocknen	Druckluftpistole
10	Tempern	Hotplate
		Temperatur: 250 °C, Dauer: 60 min
		Ramp-Up: 15 min, Ramp-Down: 15 min
11	SiN abscheiden	PECVD Oxford Plasmalab 80 Plus
		Rezept: High Quality SiN 11.5nm/min
		Dicke: 500 nm , Dauer: 42 min
12	Lithographie	AZ5214 positiv
	SiN-Strukturen	Maske: PIR22N2V3, Justage: PIR22N2V1 $\pm 5\mu\mathrm{m}$
		Hardbake: $120 ^{\circ}\text{C}$, 60s
13	SiN ätzen	RIE Oxford Plasmalab 80 Plus
		Rezept: RIE Oxid/Nitrid CHF3/O2
		Dauer: 15 min

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter			
14	Entlacken				
14a	Lackhäute	Plasmaverascher			
	entfernen	$\mathrm{O_2}\text{-}\mathrm{Plasma:}$ 200 sccm $\mathrm{O_2},0.6\mathrm{mbar},400\mathrm{W}$			
		Dauer: 5 min			
14b	Lack entfernen	Becherglas			
		Chemikalie: Aceton, Dauer: 10 min			
14c	Spülen	Becherglas			
		Chemikalie: Isopropanol			
14d	Trocknen	Druckluftpistole			
15	Si strukturieren	TMAH-Ätzung			
		Dauer: 4 h			
Bacl	k-End				
16	Vereinzeln				
16a	Streifen brechen	Diamantritzer			
		Streifenbreite: 5 mm			
16b	Chips brechen	Präzisionsritzplatz			
		Chipbreite: 6 mm			
17	Packaging				
17a	Aufkleben	Manuell			
		Gehäuse: TO Electrovac D0.612503			
		Kleber: Epo-Tek H21D, $A : B = 10 : 1$			
17b	Aushärten	Hotplate			
		Temperatur: 120 °C, Dauer: 15 min			
18	Kontaktieren	Wirebonder Kulicke & Soffa 4124			
		Ultrasonic-Wire-Bonden			
		Ball auf Pads, Wedge auf Pins			

B.3. Prozessablaufplan Hybridprozess

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter		
Fron	t-End			
Wafer 1 (Trägerwafer) Vorderseite (Borofloat 33, 500 µm)				
1	Al aufdampfen	Aufdampfanlage Univex450, eGun FerroTec EV M-8		
		Tiegel 2, Rezept: META08AL (8 kV, wobbeln)		
		Rotation: 16 rpm, Druck: $< 1 \cdot 10^{-5}$ mbar		
		Emissionsstrom: $115 \mathrm{mA}$, Aufdampfrate: $2 \mathrm{\AAs^{-1}}$		
		Dicke: 30 nm		
2	Lithographie	AZ5214 positiv		
		Maske: SSY10P3R1, Justage: Flat		
		Softbake: $90 \mathrm{s}$ (Haftungsverbesserung)		
		Entwicklung: +90 s (Al ätzen)		
3	Entlacken			
3a	Lack entfernen	Becherglas		
		Chemikalie: Aceton, Dauer: 10 min		
3b	Spülen	Becherglas		
		Chemikalie: Isopropanol		
3c	Trocknen	Druckluftpistole		
4	Anodisch Bonden	Süss SB6		
		Wafer 2 Rückseite auf Wafer 1 Vorderseite		
		Rezept: Anodic Bonding Dams		
Wafe	er 2 (Devicewafer)	Vorderseite (Silizium, 150 µm)		
5-19	Filamentprozess Fro	nt-End (Schritte 1-15)		
Wafe	er 3 (Deckelwafer)	Rückseite (Silizium, $525 \mu\text{m}$)		
20	SiN abscheiden	PECVD Oxford Plasmalab 80 Plus		
		Rezept: High Quality SiN 11.5nm/min		
		Dicke: 700 nm, Dauer: 60 min		
Wafe	er 3 (Deckelwafer)	Vorderseite		
21	SiN abscheiden	PECVD Oxford Plasmalab 80 Plus		
		Rezept: High Quality SiN 11.5nm/min		
		Dicke: 700 nm, Dauer: 60 min		
22	Alterung SiN	Plasmaverascher		
		$\mathrm{O_2}\text{-}\mathrm{Plasma:}$ 200 sccm $\mathrm{O_2},0.6\mathrm{mbar},400\mathrm{W}$		
		Dauer: 5 min		

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
23	Lithographie	AZ5214 positiv
	Kontaktlöcher	Maske: SSY10N3V1, Justage: Flat
		Hardbake: $120 ^{\circ}C$, $60 s$
24	SiN ätzen	RIE Oxford Plasmalab 80 Plus
		Rezept: RIE Oxid/Nitrid CHF3/O2
		Dauer: 10 min
25	Entlacken	
25a	Lackhäute	Plasmaverascher
	entfernen	O_2 -Plasma: 200 sccm O_2 , 0,6 mbar, 400 W
		Dauer: 5 min
25b	Lack entfernen	Becherglas
		Chemikalie: Aceton, Dauer: 10 min
25c	Spülen	Becherglas
		Chemikalie: Isopropanol
25d	Trocknen	Druckluftpistole
Wafe	er 3 (Deckelwafer)	Rückseite
26	Lithographie	AZ5214 positiv
	Bondflächen	Maske: SSY10P3R1, Justage: SSY10N3V1 $\pm 20 \mu m$
		Softbake: 90 s (Haftungsverbesserung)
		Hardbake: 130 °C, 5 min
Wafe	er 3 (Deckelwafer)	Vorderseite
27	Schutzlack	AZ5214E
27a	Haftvermittler	Exsiccator
		HMDS, 200 mbar , 10 min
27b	Lack aufschleudern	Lackschleuder
		Lack: AZ5214E, Dicke: $1,6 \mu m$
		Verteilen: 500 rpm, 5 s, 800rpm s^{-1}
		Schleudern: $5000 \mathrm{rpm}, 30 \mathrm{s}, 800 \mathrm{rpm} \mathrm{s}^{-1}$
27c	Bake	Ofen
		90 °C, 10 min
		Rehydration: 2 min
Wafe	er 3 (Deckelwafer)	Rückseite
28	SiN ätzen	
28a	Ätzen	Teflonbecher
		Chemikalie: BOE7:1, Ätzrate: 30 nm min^{-1}
		Dauer: 20 min

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter			
28b	Spülen	Spülbecken			
		DI-Wasser, Dauer: 15 min			
28c	Trocknen	Druckluftpistole			
29	Entlacken				
29a	Lack entfernen	Becherglas			
		Chemikalie: Aceton, Dauer: 10 min			
29b	Spülen	Becherglas			
		Chemikalie: Isopropanol			
29c	Trocknen	Druckluftpistole			
30	Si strukturieren	TMAH-Ätzung			
		Waferrückseite nach oben			
		Dauer: 6,75 h (bis Kontaktlöcher offen)			
31	SiN entfernen				
31a	SiN ätzen	Teflonbecher			
		Chemikalie: HF 48%			
		Dauer: 5 min			
31b	Spülen	Spülbecken			
		DI-Wasser, Dauer: 15 min			
31c	Trocknen	Druckluftpistole			
32	Anodisch Bonden	Süss SB6			
		Wafer 3 Rückseite auf Wafer 1 Vorderseite			
		Rezept: Anodic Bonding Dams			
Back	k-End				
33	Vereinzeln	Wafersäge Disco DAD320			
		Aufkleben: Glas nach oben			
		Drehzahl: $30000\mathrm{rpm}$, Vorschub: $2,5\mathrm{mms^{-1}}$			
		Chipgröße: $6 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$			
34	Packaging				
34a	Aufkleben	Manuell			
		Gehäuse: TO Electrovac D0.612503			
		Kleber: Epo-Tek H21D, $A : B = 10 : 1$			
34b	Aushärten	Hotplate			
		Temperatur: 120 °C, Dauer: 15 min			
35	Kontaktieren	Wirebonder Kulicke & Soffa 4124			
		Ultrasonic-Wire-Bonden			
		Ball auf Pads, Wedge auf Pins			

B.4. Prozessablaufplan Feldemissionskathode

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
From	nt-End	
Waf	er-Vorderseite	
1	SiO_2 aufwachsen	Oxidationsofen ATV PEO603
		Rezept: FOX, Temperatur: 1000 °C
		Dicke: 750 nm, Dauer: 130 min
2	Lithographie	AZ5214 positiv
		Maske: FEA20N1V1 (Quadrate)
		Maske: FEA31N1V1 (Hexagone)
		Justage: Flat
		Kontaktmodus: Vakuumkontakt
3	SiO_2 ätzen	RIE Oxford Plasmalab 80 Plus
		Rezept: RIE Oxid/Nitrid CHF3/O2
		Dauer: 27 min
4	Entlacken	
4a	Lackhäute	Plasmaverascher
	entfernen	$\mathrm{O_2\text{-}Plasma:}$ 200 sccm $\mathrm{O_2},0.6\mathrm{mbar},400\mathrm{W}$
		Dauer: 5 min
4b	Lack entfernen	Becherglas
		Chemikalie: Aceton, Dauer: 10 min
4c	Spülen	Becherglas
		Chemikalie: Isopropanol
4d	Trocknen	Druckluftpistole
5	Si ätzen	RIE Oxford Plasmalab 80 Plus
		Rezept: FEA Silizium SF6/O2
		Dauer: 75 s
6	Anschärfoxidation	Oxidationsofen ATV PEO603
		Rezept: FOX, Temperatur: 940 °C
		Dicke: $\approx 1000 \mathrm{nm}$, Dauer: $\approx 8 \mathrm{h}$

Nr.	Prozess	Anlage, Parameter
7	SiO_2 entfernen	
7a	SiO_2 ätzen	Teflonbecher
		Chemikalie: BOE7:1, Ätzrate: 80 nm min^{-1}
		Dauer: 20 min
7b	Spülen	Spülbecken
		DI-Wasser, Dauer: 15 min
7c	Trocknen	Druckluftpistole
Waf	er-Rückseite	
8	Al aufdampfen	Aufdampfanlage Univex450, eGun FerroTec EV M-8
		Tiegel 2, Rezept: META08AL (8 kV, wobbeln)
		Rotation: 16 rpm, Druck: $< 1 \cdot 10^{-5}$ mbar
		Emissions strom: 115 mA, Aufdampfrate: $2{\rm \AAs^{-1}}$
		Dicke: 100 nm
Bacl	k-End	
9	Vereinzeln	Präzisionsritzplatz

C. Abmessungen und Kenngrößen der realisierten Proben

C.1. Wärmetransport-Vakuummeter

Nr.	$\frac{l_H}{\mu m}$	$\frac{l_S}{\mu m}$	$\frac{b_{MS}}{\mu m}$	$\frac{A}{\mathrm{mm}^2}$	$\frac{d}{\mu m}$	Symmetrie
A1	400	400	10	0,296	150	asymmetrisch
A2	600	300	10	0,372	150	asymmetrisch
A3	600	400	10	$0,\!396$	150	asymmetrisch
A4	800	200	10	$0,\!448$	150	asymmetrisch
A5	800	250	15	$0,\!460$	140	asymmetrisch
A6	800	300	10	$0,\!472$	150	asymmetrisch
A7	800	400	10	$0,\!496$	150	asymmetrisch
A8	1000	300	15	0,572	140	asymmetrisch
A9	1200	200	10	$0,\!648$	150	asymmetrisch
A10	1475	230	15	0,793	140	a symmetrisch
P1	800	200	15	0,448	150	asymmetrisch
P2	800	200	20	$0,\!448$	150	asymmetrisch
P3	800	300	15	$0,\!472$	150	asymmetrisch
P4	800	300	20	$0,\!472$	150	asymmetrisch
P5	800	400	15	$0,\!496$	150	asymmetrisch
P6	800	400	20	$0,\!496$	150	asymmetrisch
S1	800	200	10	0,448	150	symmetrisch
S2	1200	200	10	$0,\!648$	150	$\operatorname{symmetrisch}$
S3	1500	200	10	0,798	150	$\operatorname{symmetrisch}$

Tab. C.1.: Zusammenfassung der geometrischen Abmessungen (siehe Abb. 3.6) der hergestellten Sensorchips.

Nr	$\frac{R_{F/R0}}{2}$	$\frac{\alpha}{10^{2}}$	G_{thP}		$\frac{s_v}{10^{-4}}$	p_t
	Ω	$10^{-3} \mathrm{K}^{-1}$	10^{-6} W K^{-1}	$10^{-4} \mathrm{W}\mathrm{mbar}^{-1}\mathrm{K}^{-1}$	10^{-4} W mbar K ⁻¹	mbar
A1	113	$5,\!15$	$2,\!84.\dots 2,\!85$	$0,\!77.\dots 0,\!82$	$5,\!23.\dots 5,\!43$	2,52,6
A2	171	$4,\!95$	$2,\!85.\ldots 2,\!97$	$0,\!89.\dots 0,\!95$	$5,\!13. \dots 5,\!91$	$2,\!4.\dots 2,\!5$
A3	177	$5,\!09$	2,762,78	$0,\!99.\dots 1,\!05$	$6,\!44.\dots 6,\!95$	2,52,6
A4	229	$5,\!11$	$3,\!47.\ldots 3,\!57$	$1,\!12.\dots 1,\!14$	5,786,26	2, 22, 4
A5	184	$6,\!05$	$4,\!15.\ldots 4,\!89$	$1,\!11.\dots 1,\!32$	$6,\!17.\dots7,\!04$	2, 32, 4
A6	223	$5,\!19$	2,863,10	$1,\!15.\dots 1,\!21$	$5,\!29.\dots 5,\!96$	2, 12, 2
A7	235	$5,\!26$	$2,\!61.\dots 2,\!86$	$1,\!221,\!45$	$4,\!987,\!95$	2,02,3
A8	196	6,04	3,163,46	$1,\!43.\dots 1,\!44$	$5,\!82.\dots 6,\!58$	2,02,1
A9	977	4,72	$2,\!91.\ldots 2,\!97$	$1,\!44. \dots 1,\!54$	6,717,08	2, 12, 2
A10	342	$5,\!55$	$3,\!39.\ldots 3,\!54$	1,761,95	$8,\!408,\!57$	$2,1\ldots 2,2$
P1	224	5,12	4,08	$1,\!17$	$5,\!56$	2,4
P2	220	5,12	$4,\!57$	$1,\!15$	$5,\!28$	$2,\!3$
P3	216	5,20	$3,\!60$	1,21	$5,\!15$	$2,\!3$
P4	210	$5,\!20$	4,06	$1,\!19$	$5,\!46$	2,4
P5	227	5,26	$3,\!21$	$1,\!28$	$4,\!99$	2,1
P6	221	$5,\!26$	$3,\!56$	1,24	$5,\!54$	2,3
S1	572	$5,\!19$	2,822,95	$1,\!11.\dots 1,\!22$	$7,\!819,\!60$	2,93,0
S2	857	5,06	$2,\!82.\ldots 2,\!86$	$1,\!49.\dots 1,\!51$	13,0213,53	2, 93, 0
S3	1113	5,06	$3,\!33. \dots 3,\!38$	$1,\!81.\dots 1,\!89$	$14,\!63.\dots 16,\!14$	2,83,0

Tab. C.2.: Zusammenfassung der experimentell ermittelten Kenngrößen der hergestellten Sensorchips. Die Werte für den Grundwiderstand $R_{F/R0}$ und dessen Temperaturkoeffizient α beziehen sich auf eine Temperatur von 0 °C. Wertebereiche bei den Größen parasitärer thermischer Leitwert G_{thP} , Sensitivitätsfaktoren s_m und s_v und Übergangsdruck p_t beziehen sich auf die Maximal- und Minimalwerte im untersuchten Übertemperaturbereich von 15 K bis 55 K.

Nr.	Substrat, Dotierstoff	$rac{ ho}{\Omega{ m cm}}$	Anzahl Emitter	$rac{ar{h}}{\mu \mathrm{m}}$	$\frac{s_h}{\bar{h}}$	$\frac{\bar{r}}{\mathrm{nm}}$	$\frac{s_r}{\bar{r}}$	$rac{ar{h}}{ar{r}}$
Q1 Q2 Q3	Si (100), B Si (100), B Si (111), P	$ \begin{array}{r} 110 \\ 110 \\ 150250 \end{array} $	$144000\\144000\\144000$	2,5 2,3 2,1		20 20 20		125 115 105
H1 H2 H3	Si (100), B Si (100), B Si (100), B	3,74,2 3,74,2 3,74,2	91 547 1141	$1,1 \\ 1,1 \\ 1,1 \\ 1,1$	$0,087 \\ 0,087 \\ 0,087$	22 22 22	$0,250 \\ 0,250 \\ 0,250$	50 50 50

C.2. Feldemissionskathoden

Tab. C.3.: Zusammenfassung der verwendeten Substratmaterialien und geometrischen Kenngrößen (Höhe h und Verrundungsradius r) der realisierten Feldemissionskathoden. Die Mittelwerte (\bar{x}) und Stichprobenstandardabweichungen (s_x) wurden aus den statistischen Auswertungen der geometrischen Abmaße von stichprobenartig ausgewählten Einzelemittern berechnet.

Nr.	$\frac{d}{\mu m}$	$\frac{\Phi_{Anode}}{\mu m}$	$\frac{A}{\mu m^2}$	Anzahl Emitter	$\frac{a_{FN}}{\mathrm{AV}^{-2}}$	$\frac{b_{FN}}{\mathrm{A}\mathrm{V}^{-1}\mathrm{\mu}\mathrm{m}^{-1}}$
Q1	$26,\!6$	330	85530	125	-21,36	$-388,\!6$
Q2	13,1	330	85530	125	-20,56	-542,3
Q3	$14,\!8$	160	20106	75	$-21,\!85$	-667,2
H1	16,2	800	26016	80	-20,76	-928,2
H2	$_{30,3}$	800	174974	536	$-25,\!49$	-632,2
H3	$43,\!6$	800	375013	1118	$-27,\!98$	-643,1

Tab. C.4.: Zusammenfassung der Messbedingungen der I(U)-Messungen (Anodenabstand d, Anodendurchmesser Φ_{Anode} , technologische Emitterfläche A unterhalb der Anode), Anzahl der integral gemessenen Emitter und im Fowler-Nordheim-artigen Bereich der Kennlinien ermittelte Fitparameter a_{FN} und b_{FN} .

D. Quellcode

D.1. Scilab-Auswertescript druckabhängige Messung Wärmetransport-Vakuummeter

```
function []=PIR_EvalLogfile(filename)
       //read log-file
       logfile = read_csv (filename,"\t");
        //read header
        header = logfile(4:7,:);
        DUT = header(2,1) + "_" + header(2,2);
        alpha = strtod (header(2,3));
       Rf0 = strtod (header(2,4));
       1H = strtod (header(2,5));
       bH = strtod (header(2,6));
       1S = strtod (header(2,7));
       bS = strtod (header(2,8));
        A = 2.0 * (1H * bH + 4.0 * 1S * bS);
        Version = header(4,1);
        Gas = header(4, 2);
        Direction = header(4,3);
        Mode = header(4,4);
        Rh = strtod (header(4,5));
        //read pressure
        logfile = strtod (logfile(8:size (logfile,"r") - 3,:));
        p = logfile(:,1);
        //average over equal pressure values
       ind = 1;
        M = [];
        while ind < size (p,"r"),
               indizes = find (p == p(ind));
                M = [M; mean (logfile(indizes,:), 'r')];
               ind = indizes(size (indizes, "c")) + 1;
        end;
        p = M(:, 1);
        //read voltages
```

```
ADCV = 10.0 / 16777216.0;
        Uf = (M(:,2) + 0) * ADCV;
        Ur = (M(:,4) + 0) * ADCV;
        Ub = (M(:,5) + 0) * ADCV;
        //calculate
        Rvf = 470.0; Rvr = 470.0;
        Rp1 = 2200.0; Rp2 = 470e3;
        Rp3 = 2200.0; Rp4 = 470e3;
        Rr0 = Rf0;
        Ivf = (Ub - Uf) / Rvf;
        Ivr = (Ub - Ur) / Rvr;
        Ipf = (Ub - Uf) / (Rp1 + Rp2);
        Ipr = Ur / (Rp3 + Rp4);
        If = Ivf + Ipf;
        Ir = Ivr - Ipr;
        Pf = Uf .* If;
        Rf = Uf ./ If;
        Rr = Ur ./ Ir;
        Tf = ((Rf / Rf0) - 1) / alpha;
        Tr = (((Rr - Rh) / Rr0) - 1) / alpha;
        GthF = Pf ./ (Tf - Tr);
        //extract GthP, GthG
        ind = find (p < 5e-6);
        GthP = mean (Gth(ind));
        GthG = GthF - GthP;
        //linear regression
        indlow = find (p > 5e-2, 1) - 1;
        indhigh = find (p > 1e2, 1) - 1;
        x = 1.0 ./ p(indlow:indhigh);
        y = 1.0 ./ GthG(indlow:indhigh);
        xmean = mean (x);
        ymean = mean (y);
        SSxy = sum ((x - xmean) .* (y - ymean));
        SSxx = sum ((x - xmean).^2);
        SSyy = sum ((y - ymean).^2);
        Epsilon = SSxx / SSxy;
        Gamma = (ymean * Epsilon) - xmean;
        Rsquare = SSxy^2 / (SSxx * SSyy);
        //sensitivity parameters
        s_m = log (10) * Epsilon;
        s_v = (log (10) * Epsilon) ./ (Gamma<sup>2</sup>);
        p_t = 1 / Gamma;
        //fitted curves
        S = (log (10) * Epsilon .* p) ./ (1 + Gamma .* p)^2;
        GthG_fit = (Epsilon .* p) ./ (1 + Gamma .* p);
endfunction;
```

D.2. Scilab-Auswertescript Spannungskarten Feldemissionskathoden

```
function []=FEC_EvalVScan(filename,grid_shift)
    ieee(2);
    grid_offset = grid_shift(1:2);
   grid_tilt = grid_shift(3);
   r_circle = 5.0;
    //read log-file
   logfile = csv_read(filename,ascii(9));
   logsize = size(logfile,"r");
   x_log = 1000.0 * logfile(2:logsize, 1);
   x = x_{log} - min(x_{log});
    y_log = 1000.0 * logfile(2:logsize, 2);
    y = y_{log} - min(y_{log});
   U = logfile(2:logsize, 3);
    //emitter evaluation
    //calculate dimensions and offset of emitterposition-grid
    x_max = max(x); y_max = max(y);
    if grid_tilt >= 45 then
        grid_offset = grid_offset + [x_max,0];
    end
    grid_tilt = 2*%pi/360 * grid_tilt;
    dim_max = max([x_max y_max]);
    //generate one line of emitterposition-grid
    x_gridline = 0:20:dim_max;
    y_gridline = 0:20*2*cos(30*2*%pi/360):dim_max;
    //generate emitterposition-grid
    x_grid = repmat(x_gridline, 1, size(y_gridline,"c"));
    y_grid = repmat(y_gridline, size(x_gridline,"c"), 1);
    y_grid = matrix(y_grid, 1, size(y_grid,"*"));
    //generate two shiftet grids (triangular arrangement)
    //cartesian
    x_grid = [x_grid x_grid+20*cos(60*2*%pi/360)];
    y_grid = [y_grid y_grid+20*cos(30*2*%pi/360)];
    //polar
    r_grid = sqrt(x_grid.^2 + y_grid.^2);
    p_grid = atan(y_grid./x_grid);
    //rotate and shift grid
    x_grid = r_grid .* cos(p_grid + grid_tilt);
```

y_grid = r_grid .* sin(p_grid + grid_tilt);

```
x_grid = x_grid + grid_offset(1);
    y_grid = y_grid + grid_offset(2);
    //use only points in measurement area
    ind = find((x_grid > 0) & (x_grid < x_max));</pre>
    x_grid = x_grid(ind);
    y_grid = y_grid(ind);
    ind = find((y_grid > 0) & (y_grid < y_max));</pre>
    x_grid = x_grid(ind);
    y_grid = y_grid(ind);
    //find strongest emission point within radius r_circle
    //around each grid-point
    U_em = []; x_em = []; y_em = [];
    for i=1:size(x_grid,"c")
        //{\,{\rm distance}} of each measured datapoint to grid-point
        d = sqrt( (x-x_grid(i))^2 + (y-y_grid(i))^2 );
        //find all datapoints within radius r_circle
        //around grid-point
        ind_near = find(d < r_circle);</pre>
        U_near = U(ind_near);
        //find point with lowest voltage
        ind = find(U_near == min(U_near),1);
        U_em(i) = U_near(ind);
        x_near = x(ind_near);
        x_em(i) = x_near(ind);
        y_near = y(ind_near);
        y_em(i) = y_near(ind);
    end
endfunction
```

Literaturverzeichnis

 $[AFV^{+}99]$ Albin, S.; Fu, W.; Varghese, A.; Lavarias, A. C.; Myneni, G. R.: Diamond coated silicon field emitter array. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 17 (1999), Nr. 4, 2104. DOI: 10.1116/1.581733. – ISSN 0734–2101 [AJB95]ALVESTEFFER, W. J.; JACOBS, D. C.; BAKER, D. H.: Miniaturized thin film thermal vacuum sensor. In: Journal of Vacuum Science $\ensuremath{\mathfrak{C}}$ Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 13 (1995), November, Nr. 6, 2980. DOI: 10.1116/1.579624. - ISSN 0734-2101 [APB00] ARX, M. von; PAUL, O.; BALTES, H.: Process-dependent thin-film thermal conductivities for thermal CMOS MEMS. In: Journal of Microelectromechanical Systems 9 (2000), März, Nr. 1, 136–145. DOI: 10.1109/84.825788. - ISSN 1057-7157 [ATB05] ALVES, M. A. R.; TAKEUTI, D. F.; BRAGA, E. S.: Fabrication of sharp silicon tips employing anisotropic wet etching and reactive ion etching. In: Microelectronics Journal 36 (2005), Januar, Nr. 1, 51–54. DOI: 10.1016/j.mejo.2004.10.004. – ISSN 0026–2692 [Bap97] BAPTIST, R.: A vacuum gauge with microtips: the orbitip gauge. In: Vacuum 48 (1997), September, Nr. 7-9, 723–725. DOI: 10.1016/S0042-207X(97)00037-7. - ISSN 0042-207X [BBP96] BAPTIST, R.; BIETH, C.; PY, C.: Bayard–Alpert vacuum gauge with microtips. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelec*tronics and Nanometer Structures* 14 (1996), Mai, Nr. 3, 2119. DOI: 10.1116/1.588883. – ISSN 0734–211X

- [BCC68] BEAVITT, A. R.; CAMPBELL, D. S.; CHAPMAN, B. N.: A suspended disk vacuum gauge. In: Journal of Physics E: Scientific Instruments 1 (1968), Januar, Nr. 1, 45–51. DOI: 10.1088/0022-3735/1/1/310. ISSN 0022–3735
- [Ber85] BERMAN, Armand: Total pressure measurements in vacuum technology. Orlando : Academic Press, 1985. – ISBN 978–0–12–092440–0
- [BGP⁺07] BOWER, Christopher A.; GILCHRIST, Kristin H.; PIASCIK, Jeffrey R.;
 STONER, Brian R.; NATARAJAN, Srividya; PARKER, Charles B.;
 WOLTER, Scott D.; GLASS, Jeffrey T.: On-chip electron-impact ion source using carbon nanotube field emitters. In: *Applied Physics Letters* 90 (2007), Nr. 12, 124102. DOI: 10.1063/1.2715457. ISSN 0003–6951
- [BKM00] BEDÖ, Gerlinde ; KRAUS, Werner ; MÜLLER, Rudolf: Comparison of different micromechanical vacuum sensors. In: Sensors and Actuators A: Physical 85 (2000), August, Nr. 1-3, 181–188. DOI: 10.1016/S0924-4247(00)00383-6. – ISSN 0924–4247
- [BSMM01] BRONSTEIN, Ilja N. ; SEMENDJAJEW, Konstantin A. ; MUSIOL, Gerhard ; MÜHLIG, Heiner: Taschenbuch der Mathematik. 5. Thun, Frankfurt am Main : Deutsch, 2001. – ISBN 978–3–8171–2005–5
- [BWK⁺01] BAAR, J. J. v. ; WIEGERINK, R. J. ; KRIJNEN, G. J. M. ; LAMME-RINK, T. S. J. ; ELWENSPOEK, M. C.: Pirani pressure sensor with distributed temperature sensing. In: Proceedings of the ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, ASME, 2001. http://doc.utwente.nl/42362
- [Bü01] BÜRGER, Wolfgang: Die Lichtmühle. In: Spektrum der Wissenschaft (2001), Nr. 2, S. 104–106
- [Cal13] CALCATELLI, Anita: The development of vacuum measurements down to extremely high vacuum – XHV. In: *Measurement* 46 (2013), Februar,

Nr. 2, 1029–1039. DOI: 10.1016/j.measurement.2012.08.018. – ISSN 0263–2241

- [CCOS96] CHOU, Bruce C. S. ; CHEN, Yeong-Maw ; OUYANG, Mang ; SHIE, Jin-Shown: A sensitive Pirani vacuum sensor and the electrothermal SPICE modelling. In: Sensors and Actuators A: Physical 53 (1996), Mai, Nr. 1-3, 273–277. DOI: 10.1016/0924-4247(96)01158-2. – ISSN 0924–4247
- [CLP89] CADE, N. A.; LEE, R. A.; PATEL, C.: Wet etching of cusp structures for field-emission devices. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 36 (1989), November, Nr. 11, 2709–2714. DOI: 10.1109/16.43777. – ISSN 0018–9383
- [CMC⁺12] CHOUEIB, May ; MARTEL, Richard ; COJOCARU, Costel S. ; AYARI, Anthony ; VINCENT, Pascal ; PURCELL, Stephen T.: Current Saturation in Field Emission from H-Passivated Si Nanowires. In: ACS Nano 6 (2012), August, Nr. 8, 7463–7471. DOI: 10.1021/nn302744e. – ISSN 1936–0851
- [Col88] COLE, Michael: New thermal pulse vacuum gauge. In: Vacuum 38 (1988), Januar, Nr. 8-10, 897–899. DOI: 10.1016/0042-207X(88)90488-5. ISSN 0042–207X
- [CSN05] CHAE, J. ; STARK, B. H. ; NAJAFI, K.: A micromachined Pirani gauge with dual heat sinks. In: *IEEE Transactions on Advanced Packaging* 28 (2005), November, Nr. 4, 619–625. DOI: 10.1109/TADVP.2005.858316.
 ISSN 1521–3323
- [CWH06] CHOI, In-Mook ; WOO, Sam-Yong ; HONG, Seung-Soo: Vacuum measurement by carbon nanotube field emission. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 24 (2006), Nr. 4, 1556. DOI: 10.1116/1.2167984. ISSN 0734–2101
- [DBM05] DOMS, Marco ; BEKESCH, Andre ; MUELLER, Joerg: A microfabricated Pirani pressure sensor operating near atmospheric pressure. In:

Journal of Micromechanics and Microengineering 15 (2005), August, Nr. 8, 1504–1510. DOI: 10.1088/0960-1317/15/8/018. – ISSN 0960– 1317

- [DNP⁺12] DAMS, Florian ; NAVITSKI, Aliaksandr ; PROMMESBERGER, Christian ; SERBUN, Pavel ; LANGER, Christoph ; MÜLLER, Günter ; SCHREINER, Rupert: Homogeneous Field Emission Cathodes With Precisely Adjustable Geometry Fabricated by Silicon Technology. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 59 (2012), Nr. 10, S. 2832–2837. DOI: 10.1109/TED.2012.2206598. – ISSN 0018–9383
- [DPS11] DAMS, Florian ; PROMMESBERGER, Christian ; SCHREINER, Rupert: Fabrication process of silicon-tip-arrays for field emission applications. In: IEEE (Hrsg.): Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), 2011 24th International, 2011. http://ieeexplore.ieee.org/stamp/ stamp.jsp?arnumber=6004556. - ISBN 978-1-4577-1243-2, 49-50
- [DS12] DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Indirect investigation of knudsen forces in a light mill. In: PETROV, A. B. (Hrsg.): Informatics. Microsystems. Information systems: Proceedings Bd. 1, 2012. http: //library.mirea.ru/books/44489. - ISBN 978-5-7339-0930-1, 29-39
- [DS13] DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: A high thermal resistance MEMS-based Pirani vacuum sensor chip. In: SCHMID, Ulrich (Hrsg.): Proceedings of SPIE 8763, Smart Sensors, Actuators, and MEMS VI.
 Grenoble, France, April 2013. DOI: 10.1117/12.2017345. – ISBN 978– 0–8194–9560–0, 87630P
- [DS14a] DAMS, Florian; SCHREINER, Rupert: Influencing factors on the sensitivity of MEMS-based thermal conductivity vacuum gauges. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 32 (2014), Mai, Nr. 3, 031603. DOI: 10.1116/1.4867486. – ISSN 0734–2101
- [DS14b] DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Reduction of Gas-Species Dependency of Thermal Conductivity Vacuum Gauges by In-System Software

	Calibration. In: GESSNER, Thomas (Hrsg.): Proceedings of Smart Systems Integration Conference SSI 2014. Vienna (Austria) : Apprimus Verlag, März 2014. – ISBN 978–3–86359–201–1, S. 459–462				
[Dus66]	DUSHMAN, Saul ; LAFFERTY, J. M. (Hrsg.): Scientific foundations of vacuum technique. 2. ed., 4. print. New York : Wiley, 1966. – ISBN 978–0–471–22803–5				
[Ede98]	EDELMANN, Christian: Vakuumphysik: Grundlagen, Vakuumerzeugung und -messung, Anwendungen. Heidelberg [u.a.] : Spektrum Akad. Verl. 1998. – ISBN 978-3-8274-0007-9				
[EM00]	ELLEFSON, R. E. ; MIILLER, A. P.: Recommended practice for calibrating vacuum gauges of the thermal conductivity type. In: <i>Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films</i> 18 (2000), Nr. 5, 2568. DOI: 10.1116/1.1286024. – ISSN 0734–2101				
[ET08]	EICHMEIER, Joseph (Hrsg.) ; THUMM, M. K. A. (Hrsg.): Vacuum electronics: components and devices. Berlin ; New York : Springer, 2008. – ISBN 978–3–540–71928–1				
[FEV03]	FORBES, Richard G. ; EDGCOMBE, C. J. ; VALDRÈ, U.: Some comments on models for field enhancement. In: <i>Ultramicroscopy</i> 95 (2003), Mai, 57–65. DOI: 10.1016/S0304-3991(02)00297-8. – ISSN 0304–3991				
[FN28]	FOWLER, R. H.; NORDHEIM, L.: Electron Emission in Intense Electric Fields. In: <i>Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical</i> and Engineering Sciences 119 (1928), Mai, Nr. 781, 173–181. DOI: 10.1098/rspa.1928.0091. – ISSN 1364–5021				
[Fre67]	FREYMUTH, P.: Feedback Control Theory for Constant-Temperature Hot-Wire Anemometers. In: <i>Review of Scientific Instruments</i> 38 (1967), Nr. 5, 677. DOI: 10.1063/1.1720798. – ISSN 0034–6748				
[Frü11]	FRÜCHTL, Daniel: Vakuumkombinationssensor auf Silizium-Glas- Hybrid Technologie. Regenburg, Hochschule Regensburg, Diplomar- beit, Januar 2011				

- [Fur05] FURSEY, George: Field Emission in Vacuum Microelectronics. New York : Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2005 (Microdevices). – ISBN 978-0-306-47450-7 [GD09] GÓRECKA-DRZAZGA, Anna: Miniature and MEMS-type vacuum sensors and pumps. In: Vacuum 83 (2009), August, Nr. 12, 1419–1426. DOI: 10.1016/j.vacuum.2009.05.003. – ISSN 0042–207X [GGDD14] GRZEBYK, T.; GÓRECKA-DRZAZGA, A.; DZIUBAN, J. A.: Glowdischarge ion-sorption micropump for vacuum MEMS. In: Sensors and Actuators A: Physical 208 (2014), Februar, 113–119. DOI: 10.1016/j.sna.2014.01.011. - ISSN 0924-4247 $[GGM^+01]$ GÜNTHER, B.; GÖHL, A.; MÜLLER, G.; GIVARGIZOV, E.; ZADOROZ-HNAYA, L.; STEPANOVA, A.; SPITSYN, B.; BLAUT-BACHEV, A. N.; SELEZNEV, B.; SUETIN, N.: Microscopic field emission investigation of nanodiamond and AlN coated Si tips. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 19 (2001), Nr. 3, 942. DOI: 10.1116/1.1370178. – ISSN 0734–211X [GHZ94]GÖPEL, W.; HESSE, J.; ZEMEL, J. N.: Sensors: a comprehensive survey. Bd. 7: Mechanical Sensors. Weinheim; New York : VCH, 1994. - ISBN 978-3-527-26773-6 $[GKM^+03]$ GÜNTHER, B.; KALDASCH, F.; MÜLLER, G.; SCHMITT, S.; HEN-NING, T.; HUBER, R.; LACHER, M.: Uniformity and stability of field emission from bare and metal coated Si tip arrays. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 21 (2003), Nr. 1, 427. DOI: 10.1116/1.1527642. – ISSN 0734-211X
- [Gom93] GOMER, R.: Field emission and field ionization. New York : American Institute of Physics, 1993 (American Vacuum Society classics). – ISBN 978–1–56396–124–3

- [Gü02] GÜNTHER, Bernd: Feldinduzierte Elektronenemission für Anwendungen in der Vakuum-Mikroelektronik. Wuppertal, Bergische Universität Wuppertal, Dissertation, 2002
- [HCDX07] 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, 651. DOI: 10.1116/1.2433963. – ISSN 1071–1023
- [HCM95] HOFMANN, Wolfgang ; CHEN, Liang-Yuh ; MACDONALD, Noel C.: Fabrication of integrated micromachined electron guns. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 13 (1995), November, Nr. 6, 2701. DOI: 10.1116/1.588052.
 – ISSN 0734–211X
- [HCP95] HUQ, S. E.; CHEN, L.; PREWETT, P. D.: Fabrication of sub-10 nm silicon tips: A new approach. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 13 (1995), November, Nr. 6, 2718. DOI: 10.1116/1.588251. – ISSN 0734–211X
- [Heu91] HEUBERGER, Anton: Mikromechanik: Mikrofertigung mit Methoden der Halbleitertechnologie. Berlin [u.a.]: Springer, 1991. – ISBN 978– 3–540–18721–9
- [HKI96] HIRANO, Takayuki ; KANEMARU, Seigo ; ITOH, Junji: Emission current saturation of the p-type silicon gated field emitter array. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 14 (1996), September, Nr. 5, 3357. DOI: 10.1116/1.588535.
 ISSN 0734–211X
- [HLB12] HAYNES, William M. ; LIDE, David R. ; BRUNO, Thomas J.: CRC handbook of chemistry and physics: a ready-reference book of chemical and physical data. Boca Raton, Fla.; London : CRC, 2012. – ISBN 978–1–4398–8049–4

[HTO91]	HUNT, C. E. ; TRUJILLO, J. T. ; ORVIS, W. J.: Structure and electri- cal characteristics of silicon field emission microelectronic devices. In: <i>IEEE Transactions on Electron Devices</i> 38 (1991), Oktober, Nr. 10, 2309–2313. DOI: 10.1109/16.88515. – ISSN 0018–9383
[IHK96]	ITOH, Junji ; HIRANO, Takayuki ; KANEMARU, Seigo: Ultrasta- ble emission from a metal–oxide–semiconductor field-effect transistor- structured Si emitter tip. In: <i>Applied Physics Letters</i> 69 (1996), Nr. 11, 1577. DOI: 10.1063/1.117035. – ISSN 0003–6951
[Ito97]	Iтон, Junji: Development and applications of field emitter arrays in Japan. In: <i>Applied Surface Science</i> 111 (1997), Februar, 194–203. DOI: 10.1016/S0169-4332(96)00845-8. – ISSN 0169–4332
[Jit96]	JITSCHIN, W.: Aus dem Labor: Kapazitive Membran-Manometer zur Feinvakuum-Messung. In: Vakuum in Forschung und Praxis 8 (1996), Nr. 2, 99–100. DOI: 10.1002/vipr.19960080208. – ISSN 0947–076X
[JL04]	JITSCHIN, W. ; LUDWIG, S.: Dynamical behaviour of the Pira- ni sensor. In: <i>Vacuum</i> 75 (2004), Juli, Nr. 2, 169–176. DOI: 10.1016/j.vacuum.2004.02.002. – ISSN 0042–207X
[Jou08]	JOUSTEN, Karl: On the gas species dependence of Pirani vacuum gau- ges. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfa- ces, and Films 26 (2008), Nr. 3, 352. DOI: 10.1116/1.2897314. – ISSN 0734–2101
[Jou10]	JOUSTEN, Karl: Wutz Handbuch Vakuumtechnik: mit 124 Tabellen und 102 Beispielen. Wiesbaden : Vieweg + Teubner, 2010. – ISBN 978–3– 8348–0695–6
[JR87]	JITSCHIN, W. ; RÖHL, P.: Quantitative study of the thermal tran- spiration effect in vacuum gauges. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 5 (1987), Mai, Nr. 3, 372. DOI: 10.1116/1.574162. – ISSN 0734–2101

- [JWZ10] JIANG, Wei ; WANG, Xin ; ZHANG, Jinwen: A single crystal silicon micro-Pirani vacuum gauge with high aspect ratio structure. In: Sensors and Actuators A: Physical 163 (2010), September, Nr. 1, 159–163. DOI: 10.1016/j.sna.2010.08.015. – ISSN 0924–4247
- [KCJ⁺11] KULJIC, R.; CHANG, J.; JAYAPRATHA, N.; DANKOVIC, T.; BANER-JEE, K.; FEINERMAN, A.; BUSTA, H.: Microelectromechanical system-based vacuum gauge for measuring pressure and outgassing rates in miniaturized vacuum microelectronic devices. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 29 (2011), Nr. 2, 02B114. DOI: 10.1116/1.3562271. ISSN 1071–1023
- [KHTI96] KANEMARU, Seigo ; HIRANO, Takayuki ; TANOUE, Hisao ; ITOH, Junji: Control of emission characteristics of silicon field emitter arrays by an ion implantation technique. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 14 (1996), Mai, Nr. 3, 1885. DOI: 10.1116/1.588572. – ISSN 0734–211X
- [KJKJ06] KUNTNER, J. ; JACHIMOWICZ, A. ; KOHL, F. ; JAKOBY, B.: Determining the thin-film thermal conductivity of low temperature PECVD silicon nitride. In: Proceedings of Eurosensors 2006, 2006. http: //publik.tuwien.ac.at/files/pub-et_11356.pdf
- [Knu10] KNUDSEN, Martin: Ein absolutes Manometer. In: Annalen der Physik
 337 (1910), Nr. 9, 809–842. DOI: 10.1002/andp.19103370906. ISSN 0003–3804
- [Knu11] KNUDSEN, Martin: Zur Theorie der Wärmeleitung in verdünnten Gasen und der dabei auftretenden Druckkräfte. Erwiderung an Hrn. M. v. Smoluchowski. In: Annalen der Physik 341 (1911), Nr. 14, 871–872. DOI: 10.1002/andp.19113411414. ISSN 0003–3804
- [KS44] KLUMB, H. ; SCHWARZ, H.: Über ein absolutes Manometer zur Messung niedrigster Gasdrücke. In: Zeitschrift für Physik 122 (1944), Mai, Nr. 5-8, 418–436. DOI: 10.1007/BF01342764. – ISSN 1434–6001

- [KSW08] KORIES, Ralf ; SCHMIDT-WALTER, Heinz: Taschenbuch der Elektrotechnik: Grundlagen und Elektronik. Frankfurt am Main : Deutsch, 2008. – ISBN 978–3–8171–1830–4
- [Kü15] KÜNZNER, Peter: Miniaturisierte Ionengetterpumpe und miniaturisiertes Pirani-Vakuummeter: Charakterisierung & Einbau in ein TO8-Modul. München, Hochschule für angewandte Wissenschaften München, Bachelorthesis, 2015
- [LBG⁺12] LEGENDRE, Olivier ; BERTIN, Hervé ; GAREL, Olivier ; ZHANG, Ming ; MATHIAS, Hervé ; MERGHERBI, Souhil ; JUILLARD, Jérôme ; MAIL-LY, Frédérick: High-Resolution Micro-Pirani Pressure Sensor With Transient Response Processing and Time-Constant Evaluation. In: *IEEE Sensors Journal* 12 (2012), Oktober, Nr. 10, 3090–3097. DOI: 10.1109/JSEN.2012.2207102. – ISSN 1530–437X
- [LCH06] LIU, Kendrick X.; CHIANG, Chin-Jen; HERITAGE, Jonathan P.: Photoresponse of gated p-silicon field emitter array and correlation with theoretical models. In: *Journal of Applied Physics* 99 (2006), Nr. 3, 034502. DOI: 10.1063/1.2168031. – ISSN 0021–8979
- [LGBK10] LI, Q.; GOOSEN, J. F. L.; BEEK, J. T. M.; KEULEN, F. van: A SOI Pirani sensor with triple heat sinks. In: Sensors and Actuators A: Physical 162 (2010), August, Nr. 2, 267–271. DOI: 10.1016/j.sna.2010.05.031. ISSN 0924–4247
- [LH90] LEE, H. C. ; HUANG, R. S.: Simulation and design of field emitter array. In: *IEEE Electron Device Letters* 11 (1990), Dezember, Nr. 12, 579–581. DOI: 10.1109/55.63045. – ISSN 0741–3106
- [LJBE95] LEGTENBERG, Rob ; JANSEN, Henri ; BOER, Meint de ; ELWEN-SPOEK, Miko: Anisotropic Reactive Ion Etching of Silicon Using SF6/O2/CHF3 Gas Mixtures. In: Journal of The Electrochemical Society 142 (1995), Nr. 6, 2020. DOI: 10.1149/1.2044234. – ISSN 0013– 4651

- [LLP⁺14a] LANGER, Christoph ; LAWROWSKI, Robert ; PROMMESBERGER, Christian ; DAMS, Florian ; SERBUN, Pavel ; BACHMANN, Michael ; MÜLLER, Günter ; SCHREINER, Rupert: High aspect ratio silicon tip cathodes for application in field emission electron sources. In: Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), 2014 27th International, IEEE, Juli 2014. DOI: 10.1109/IVNC.2014.6894824. ISBN 978–1–4799–5308–0, 222–223
- [LLP⁺14b] LAWROWSKI, Robert ; LANGER, Christoph ; PROMMESBERGER, Christian ; DAMS, Florian ; BACHMANN, Michael ; SCHREINER, Rupert: Fabrication and simulation of silicon structures with high aspect ratio for field emission devices. In: Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), 2014 27th International, IEEE, Juli 2014. DOI: 10.1109/IV-NC.2014.6894805. ISBN 978–1–4799–5308–0, 193–194
- [LM05] LYSENKOV, Dmitry ; MÜLLER, Günter: Field emission measurement techniques for the optimisation of carbon nanotube cathodes. In: International Journal of Nanotechnology 2 (2005), Nr. 3, S. 239. DOI: 10.1504/IJNT.2005.008062
- [LPDS12] LANGER, Christoph ; PROMMESBERGER, Christian ; DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Theoretical investigations into the field enhancement factor of silicon structures. In: Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), 2012 25th International, IEEE, 2012. DOI: 10.1109/IV-NC.2012.6316886, S. 148–149
- [LPL⁺14a] LANGER, Christoph ; PROMMESBERGER, Christian ; LAWROWSKI, Robert ; DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Simulation and Fabrication of Silicon Field Emission Cathodes for Cold Electron Sources. In: Advanced Materials Research 1024 (2014), August, 48–51. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1024.48. – ISSN 1662–8985
- [LPL⁺14b] LAWROWSKI, Robert D. ; PROMMESBERGER, Christian ; LANGER, Christoph ; DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Improvement of Homogeneity and Aspect Ratio of Silicon Tips for Field Emission by

Reactive-Ion Etching. In: Advances in Materials Science and Engineering 2014 (2014), April, 948708. DOI: 10.1155/2014/948708. – ISSN 1687–8434

- [LWK14] LOTZ, M. ; WILFERT, St. ; KESTER, O.: Development of a field emitterbased extractor gauge for the operation in cryogenic vacuum environments. In: *Proceedings of IPAC2014*. Dresden, Germany, 2014. – ISBN 978–3–95450–132–8, S. 2320–2322
- [LXS⁺96] LI, Q.; XU, J. F.; SONG, H. B.; LIU, X. F.; KANG, W. P.: Instability and reliability of silicon field emission array. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 14 (1996), Mai, Nr. 3, 1889. DOI: 10.1116/1.588573. – ISSN 0734–211X
- [Mau09] MAUL, Thomas: *CMOS-integrierte Feldemissionsspitzen*. Göttingen, Cuvillier, Diss., 2009
- [MCY⁺90] MARCUS, R. B. ; CHIN, K. K. ; YUAN, Y. ; WANG, H. ; CARR, W. N.: Simulation and design of field emitters. In: *IEEE Trans*actions on Electron Devices 37 (1990), Juni, Nr. 6, 1545–1550. DOI: 10.1109/16.106255. – ISSN 0018–9383
- [MGA02] MENG, Ding ; GUOBIN, Sha ; AKINWANDE, A. I.: Silicon field emission arrays with atomically sharp tips: turn-on voltage and the effect of tip radius distribution. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 49 (2002), Dezember, Nr. 12, 2333–2342. DOI: 10.1109/TED.2002.805230.
 ISSN 0018–9383
- [MKTI00] MATSUKAWA, T.; KANEMARU, S.; TOKUNAGA, K.; ITOH, J.: Effects of conduction type on field-electron emission from single Si emitter tips with extraction gate. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 18 (2000), Nr. 2, 1111. DOI: 10.1116/1.591340. ISSN 0734–211X
- [MLN08] MITCHELL, J.; LAHIJI, G. R.; NAJAFI, K.: An Improved Performance Poly-Si Pirani Vacuum Gauge Using Heat-Distributing Structural

Supports. In: Journal of Microelectromechanical Systems 17 (2008),
Februar, Nr. 1, 93–102. DOI: 10.1109/JMEMS.2007.912711. – ISSN 1057–7157

- [MMP01] MENZ, W.; MOHR, J.; PAUL, O.: *Microsystem technology*. Weinheim; New York : Wiley-VCH, 2001. – ISBN 978–3–527–29634–7
- [MS82] MARCUS, R. B.; SHENG, T. T.: The Oxidation of Shaped Silicon Surfaces. In: Journal of The Electrochemical Society 129 (1982), Nr. 6, 1278. DOI: 10.1149/1.2124118. – ISSN 0013–4651
- [MWF⁺96] MEHR, W. ; WOLFF, A. ; FRANKENFELD, H. ; SKALOUD, T. ; HÖPP-NER, W. ; BUGIEL, E. ; LÄRZ, J. ; HUNGER, B.: Ultra sharp crystalline silicon tip array used as field emitter. In: *Microelectronic En*gineering 30 (1996), Januar, Nr. 1-4, 395–398. DOI: 10.1016/0167-9317(95)00271-5. – ISSN 0167–9317
- [Ost14] OSTERMANN, Till-Jonas: Realisierung eines Kombinations-Vakuummeters auf MEMS basierten Drucksensoren. Regensburg, OTH Regensburg, Masterthesis, Oktober 2014
- [Pfe06] PFEIFFER, Vacuum: Operating Instructions Compact Pirani Gauge TPR280 / TPR281. Februar 2006
- [Pit70] PITTAWAY, L. G.: Electron trajectories in ionization gauges. In: Journal of Physics D: Applied Physics 3 (1970), Juli, Nr. 7, 1113–1121.
 DOI: 10.1088/0022-3727/3/7/316. ISSN 0022–3727
- [Plö00] PLÖCHINGER, Heinz: Pressure measurement arrangement corrects second sensor output based on sensor outputs so calibrated output is essentially equal to that of first sensor in pressure overlap region. Juli 2000. – DE Patent, DE19860500 A1
- [PZK⁺12] PUNCHIHEWA, Kasun G. ; ZAKER, Evan ; KULJIC, Rade ; BANERJEE, Koushik ; DANKOVIC, Tatjana ; FEINERMAN, Alan ; BUSTA, Heinz: Comparisons between Membrane, Bridge and Cantilever Miniaturized
Resistive Vacuum Gauges. In: *Sensors* 12 (2012), Juni, Nr. 12, 8770–8781. DOI: 10.3390/s120708770. – ISSN 1424–8220

- [Red99] REDHEAD, P. A.: The ultimate vacuum. In: Vacuum 53 (1999), Mai, Nr. 1-2, 137–149. DOI: 10.1016/S0042-207X(98)00349-2. – ISSN 0042– 207X
- [Rei10] REITMEIER, Thomas: Automatische Kalibrierung von Vakuumsensoren. Regensburg, Hochschule Regensburg, Masterthesis, April 2010
- [RM05] RUSSELL, Rick ; MERIHEINÄ, Ulf: Absolute Pressure Measurement using 3D-MEMS Technology. In: Technical Proceedings of the 2005 NSTI Nanotechnology Conference and Trade Show Bd. 2, NSTI, 2005.
 – ISBN 978–0–9767985–1–4, S. 511–514
- [RML91] RAVI, T. S.; MARCUS, R. B.; LIU, D.: Oxidation sharpening of silicon tips. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 9 (1991), November, Nr. 6, 2733. DOI: 10.1116/1.585680. – ISSN 0734–211X
- [Rot76] ROTH, Alexander: Vacuum technology. Amsterdam ; New York : New York : North-Holland Pub. Co. ; sole distributors for the U.S.A. and Canada, American Elsevier Pub. Co, 1976. – ISBN 978–0–444–10801–2
- [RVA⁺03] RESNIK, D. ; VRTACNIK, D. ; ALJANCIC, U. ; MOZEK, M. ; AMON, S.: Different aspect ratio pyramidal tips obtained by wet etching of (100) and (111) silicon. In: *Microelectronics Journal* 34 (2003), Mai, Nr. 5-8, 591–593. DOI: 10.1016/S0026-2692(03)00056-9. – ISSN 0026–2692
- [SBN⁺13] SERBUN, Pavel ; BORNMANN, Benjamin ; NAVITSKI, Aliaksandr ; MÜLLER, Günter ; PROMMESBERGER, Christian ; LANGER, Christoph ; DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Stable field emission of single B-doped Si tips and linear current scaling of uniform tip arrays for integrated vacuum microelectronic devices. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 31 (2013), Nr. 2, 02B101. DOI: 10.1116/1.4765088. – ISSN 2166–2746

[SCC95]	 SHIE, Jin-Shown ; CHOU, Bruce C. S. ; CHEN, Yeong-Maw: High performance Pirani vacuum gauge. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 13 (1995), November, Nr. 6, 2972. DOI: 10.1116/1.579623. – ISSN 0734–2101
[Sch09]	SCHMID, Sebastian: Automatische Kalibrierung von Vakuumsensoren. Regenburg, Hochschule Regensburg, Diplomarbeit, August 2009
[SFL+11]	 SCHELCHER, Guillaume ; FABBRI, Filippo ; LEFEUVRE, Elie ; BRAULT, Sebastien ; COSTE, Philippe ; DUFOUR-GERGAM, Elisabeth ; PAR- RAIN, Fabien: Modeling and Characterization of MicroPirani Vacuum Gauges Manufactured by a Low-Temperature Film Transfer Process. In: Journal of Microelectromechanical Systems 20 (2011), Oktober, Nr. 5, 1184–1191. DOI: 10.1109/JMEMS.2011.2162492. – ISSN 1057–7157
[SIM+11]	SANTAGATA, F. ; IERVOLINO, E. ; MELE, L. ; HERWAARDEN, A. W. ; CREEMER, J. F. ; SARRO, P. M.: An analytical model and verification for MEMS Pirani gauges. In: <i>Journal of Micromechanics and Micro-</i> <i>engineering</i> 21 (2011), November, Nr. 11, 115007. DOI: 10.1088/0960- 1317/21/11/115007. – ISSN 0960–1317
[Smo11]	SMOLUCHOWSKI, M. v.: Zur Theorie der Wärmeleitung in verdünnten Gasen und der dabei auftretenden Druckkräfte. In: Annalen der Physik 340 (1911), Nr. 10, 983–1004. DOI: 10.1002/andp.19113401008. – ISSN 0003–3804
[STVN74]	SCHRODER, D. K.; THOMAS, R. N.; VINE, J.; NATHANSON, H. C.: The semiconductor field-emission photocathode. In: <i>IEEE Trans-</i> <i>actions on Electron Devices</i> 21 (1974), Dezember, Nr. 12, 785–798. DOI: 10.1109/T-ED.1974.18055. – ISSN 0018–9383
[SV99]	SCHIEFERDECKER, Jörg ; VÖLKLEIN, Friedemann: <i>Mikrovakuumsensor</i> . März 1999. – Europäisches Patent, EP0660096 B1
[SXX ⁺ 13]	SUN, Xiao ; XU, Dehui ; XIONG, Bin ; WU, Guoqiang ; WANG, Yuelin: A wide measurement pressure range CMOS-MEMS based integrated

thermopile vacuum gauge with an XeF2 dry-etching process. In: *Sensors and Actuators A: Physical* 201 (2013), Oktober, 428–433. DOI: 10.1016/j.sna.2013.07.020. – ISSN 0924–4247

- [SYCN03] STARK, B. H.; YUHAI, Mei; CHUNBO, Zhang; NAJAFI, K.: A doubly anchored surface micromachined Pirani gauge for vacuum package characterization. In: *Micro Electro Mechanical Systems, 2003. MEMS-03 Kyoto. IEEE The Sixteenth Annual International Conference on.* Kyoto, Japan : IEEE, 2003. DOI: 10.1109/MEMSYS.2003.1189797. ISBN 978-0-7803-7744-8, 506-509
- [TAF⁺92] TABATA, Osamu ; ASAHI, Ryouji ; FUNABASHI, Hirofumi ; SHIMAOKA, Keiichi ; SUGIYAMA, Susumu: Anisotropic etching of silicon in TMAH solutions. In: Sensors and Actuators A: Physical 34 (1992), Juli, Nr. 1, 51–57. DOI: 10.1016/0924-4247(92)80139-T. – ISSN 0924–4247
- [TDI⁺04] TARRAF, A. ; DALEIDEN, J. ; IRMER, S. ; PRASAI, D. ; HILLMER, H.: Stress investigation of PECVD dielectric layers for advanced optical MEMS. In: Journal of Micromechanics and Microengineering 14 (2004), März, Nr. 3, 317–323. DOI: 10.1088/0960-1317/14/3/001. – ISSN 0960–1317
- [TSG10] TIETZE, Ulrich ; SCHENK, Christoph ; GAMM, Eberhard: Halbleiter-Schaltungstechnik. 13. Heidelberg [u.a.] : Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010. – ISBN 978–3–642–01621–9
- [TVS⁺05] TEEPEN, T. F.; VEEN, A. H. V.; SPIJKER, H. van't; STEENBRINK, S. W. H. K.; ZUUK, A. van; HEERKENS, C. Th. H.; WIELAND, M. J.; DRUTEN, N. J.; KRUIT, P.: Fabrication and characterization of p-type silicon field-emitter arrays for lithography. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 23 (2005), Nr. 2, 359. DOI: 10.1116/1.1861045. ISSN 0734–211X
- [Uts91] UTSUMI, T.: Vacuum microelectronics: what's new and exciting. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 38 (1991), Nr. 10, S. 2276– 2283. DOI: 10.1109/16.88510

- [VBG+01] VEENSTRA, T. T. ; BERENSCHOT, J. W. ; GARDENIERS, J. G. E. ; SANDERS, R. G. P. ; ELWENSPOEK, M. C. ; BERG, A. van d.: Use of Selective Anodic Bonding to Create Micropump Chambers with Virtually No Dead Volume. In: Journal of The Electrochemical Society 148 (2001), Nr. 2, G68. DOI: 10.1149/1.1339873. – ISSN 0013–4651
- [Vei59] VEIS, S.: The measurement of the pressures of various gases by means of a Pirani gauge. In: Vacuum 9 (1959), Juli, Nr. 3-4, 186–189. DOI: 10.1016/0042-207X(59)90190-3. ISSN 0042–207X
- [VGGNA11a] VELASQUEZ-GARCIA, Luis F. ; GUERRERA, Stephen A. ; NIU, Ying ; AKINWANDE, Akintunde I.: Uniform High-Current Cathodes Using Massive Arrays of Si Field Emitters Individually Controlled by Vertical Si Ungated FET - Part 1: Device Design and Simulation. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 58 (2011), Juni, Nr. 6, 1775–1782. DOI: 10.1109/TED.2011.2128322. – ISSN 0018–9383
- [VGGNA11b] VELASQUEZ-GARCIA, Luis F. ; GUERRERA, Stephen A. ; NIU, Ying ; AKINWANDE, Akintunde I.: Uniform High-Current Cathodes Using Massive Arrays of Si Field Emitters Individually Controlled by Vertical Si Ungated FETs - Part 2: Device Fabrication and Characterization. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 58 (2011), Juni, Nr. 6, 1783–1791. DOI: 10.1109/TED.2011.2128323. – ISSN 0018–9383
- [VGM⁺13] VÖLKLEIN, Friedemann ; GRAU, Mario ; MEIER, Andreas ; HEMER, Grit ; BREUER, Lars ; WOIAS, Peter: Optimized MEMS Pirani sensor with increased pressure measurement sensitivity in the fine and high vacuum regime. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 31 (2013), Nr. 6, 061604. DOI: 10.1116/1.4819783.
 ISSN 0734–2101
- [VM07] VÖLKLEIN, F. ; MEIER, A.: Microstructured vacuum gauges and their future perspectives. In: *Vacuum* 82 (2007), Dezember, Nr. 4, 420–430. DOI: 10.1016/j.vacuum.2007.08.001. ISSN 0042–207X

[Vö90]	VÖLKLEIN, F.: Thermal conductivity and diffusivity of a thin film SiO2-Si3N4 sandwich system. In: <i>Thin Solid Films</i> 188 (1990), Juli, Nr. 1, 27–33. DOI: 10.1016/0040-6090(90)90190-O. – ISSN 0040–6090
[WB98]	WENZEL, O. ; BAK, C. K.: The Micro Pirani TM : A solid-state vacuum gauge with wide range. In: <i>Vakuum in Forschung und Praxis</i> 10 (1998), Nr. 4, 298–301. DOI: 10.1002/vipr.19980100410. – ISSN 0947–076X
[WE04]	WILFERT, St.; EDELMANN, Chr.: Miniaturized vacuum gauges. In: Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 22 (2004), Nr. 2, 309. DOI: 10.1116/1.1642649. – ISSN 0734– 2101
[WE12]	WILFERT, St. ; EDELMANN, Chr.: Field emitter-based vacuum sensors. In: <i>Vacuum</i> 86 (2012), Januar, Nr. 5, 556–571. DOI: 10.1016/j.vacuum.2011.08.008. – ISSN 0042–207X
[WMF ⁺ 01]	WANG, S. N. ; MIZUNO, K. ; FUJIYOSHI, M. ; FUNABASHI, H. ; SA- KATA, J.: Thermal micropressure sensor for pressure monitoring in a minute package. In: <i>Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacu-</i> <i>um, Surfaces, and Films</i> 19 (2001), Nr. 1, 353. DOI: 10.1116/1.1333085. – ISSN 0734–2101
[WS94]	WENG, Ping K. ; SHIE, Jin-Shown: Micro-Pirani vacuum gauge. In: <i>Review of Scientific Instruments</i> 65 (1994), Nr. 2, 492. DOI: 10.1063/1.1145163. – ISSN 0034–6748
[WSH+04]	WANG, Ling ; STEVENS, Robert ; HUQ, Ejaz ; LOADER, Ian ; KENT, Barry ; APLIN, Karen ; SHE, Juncong: Optimization of silicon field- emission arrays fabrication for space applications. In: <i>Journal of Vacu-</i> <i>um Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structu-</i> <i>res</i> 22 (2004), Nr. 3, 1407. DOI: 10.1116/1.1736641. – ISSN 0734–211X
[WTL11]	WANG, Jiaqi ; TANG, Zhenan ; LI, Jinfeng: Tungsten-Microhotplate- Array-Based Pirani Vacuum Sensor System With On-Chip Digital Front-End Processor. In: <i>Journal of Microelectromechanical Systems</i> 20

(2011), August, Nr. 4, 834–841. DOI: 10.1109/JMEMS.2011.2148157. – ISSN 1057–7157

- [XH05] XU, N. S.; HUQ, S. E.: Novel cold cathode materials and applications.
 In: Materials Science and Engineering: R: Reports 48 (2005), Januar,
 Nr. 2-5, 47–189. DOI: 10.1016/j.mser.2004.12.001. ISSN 0927–796X
- [ZTYJ06] ZHANG, F. T. ; TANG, Z. ; YU, J. ; JIN, R. C.: A micro-Pirani vacuum gauge based on micro-hotplate technology. In: Sensors and Actuators A: Physical 126 (2006), Februar, Nr. 2, 300–305. DOI: 10.1016/j.sna.2005.10.016. – ISSN 0924–4247

Publikationsliste

- [DNP+12] DAMS, Florian ; NAVITSKI, Aliaksandr ; PROMMESBERGER, Christian ; SERBUN, Pavel ; LANGER, Christoph ; MÜLLER, Günter ; SCHREINER, Rupert: Homogeneous Field Emission Cathodes With Precisely Adjustable Geometry Fabricated by Silicon Technology. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 59 (2012), Nr. 10, S. 2832–2837. DOI: 10.1109/TED.2012.2206598. – ISSN 0018–9383
- [DPS11] DAMS, Florian ; PROMMESBERGER, Christian ; SCHREINER, Rupert: Fabrication process of silicon-tip-arrays for field emission applications. In: IEEE (Hrsg.): Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), 2011 24th International, 2011. http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp? arnumber=6004556. - ISBN 978-1-4577-1243-2, 49-50
- [DS12] DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Indirect investigation of knudsen forces in a light mill. In: PETROV, A. B. (Hrsg.): Informatics. Microsystems. Information systems: Proceedings Bd. 1, 2012. http: //library.mirea.ru/books/44489. - ISBN 978-5-7339-0930-1, 29-39
- [DS13] DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: A high thermal resistance MEMSbased Pirani vacuum sensor chip. In: SCHMID, Ulrich (Hrsg.): Proceedings of SPIE 8763, Smart Sensors, Actuators, and MEMS VI. Grenoble, France, April 2013. DOI: 10.1117/12.2017345. – ISBN 978–0–8194–9560–0, 87630P
- [DS14a] DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Influencing factors on the sensitivity of MEMS-based thermal conductivity vacuum gauges. In: *Journal of*

Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 32 (2014), Mai, Nr. 3, 031603. DOI: 10.1116/1.4867486. – ISSN 0734–2101

- [DS14b] DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Reduction of Gas-Species Dependency of Thermal Conductivity Vacuum Gauges by In-System Software Calibration. In: GESSNER, Thomas (Hrsg.): Proceedings of Smart Systems Integration Conference SSI 2014. Vienna (Austria) : Apprimus Verlag, März 2014. – ISBN 978–3–86359–201–1, S. 459–462
- [BMD⁺12] BORNMANN, Benjamin ; MINGELS, Stephan ; DAMS, Florian ; PROM-MESBERGER, Christian ; SCHREINER, Rupert ; LÜTZENKIRCHEN-HECHT, Dirk ; MÜLLER, Günter: Electron spectrometer in adjustable triode configuration for photo-induced field emission measurements. In: *Review of Scientific Instruments* 83 (2012), Nr. 1, S. 013302. DOI: 10.1063/1.3673475
- [LPL⁺14a] LANGER, Christoph ; PROMMESBERGER, Christian ; LAWROWSKI, Robert ; DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Simulation and Fabrication of Silicon Field Emission Cathodes for Cold Electron Sources. In: Advanced Materials Research 1024 (2014), August, 48–51. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1024.48. – ISSN 1662–8985
- [LPL⁺14b] LAWROWSKI, Robert D. ; PROMMESBERGER, Christian ; LANGER, Christoph ; DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Improvement of Homogeneity and Aspect Ratio of Silicon Tips for Field Emission by Reactive-Ion Etching. In: Advances in Materials Science and Engineering 2014 (2014), April, 948708. DOI: 10.1155/2014/948708. ISSN 1687–8434
- [SBN⁺13] SERBUN, Pavel ; BORNMANN, Benjamin ; NAVITSKI, Aliaksandr ; MÜL-LER, Günter ; PROMMESBERGER, Christian ; LANGER, Christoph ; DAMS, Florian ; SCHREINER, Rupert: Stable field emission of single B-doped Si tips and linear current scaling of uniform tip arrays for integrated vacuum microelectronic devices. In: Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 31 (2013), Nr. 2, 02B101. DOI: 10.1116/1.4765088. – ISSN 2166–2746

Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle bei den Personen bedanken, die maßgebend zur erfolgreichen Durchführung dieser Arbeit beigetragen haben.

Ich danke Herrn Prof. Dr. Franz Faupel für die Betreuung meiner Arbeit von Seiten der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel trotz der großen räumlichen Distanz.

Mein Dank gilt auch Herrn Prof. Dr. Rupert Schreiner für seine Betreuung von Seiten der Ostbayerischen Technischen Hochschule Regensburg, sein Engagement, das die finanzielle Förderung dieser Arbeit ermöglichte und die vielen anregenden Diskussionen zu den Fachthemen.

Weiterhin möchte ich mich bei den Doktoranden Christoph Langer, Robert Ławrowski und Christian Prommesberger, die Teile der von mir begonnenen Arbeiten weiterführen, für ihre Ideen und Mithilfe und nicht zuletzt für die vielen lustigen Stunden im Labor bedanken.

Ich danke den technischen Mitarbeitern im Reinraumlabor der Ostbayerischen Technischen Hochschule Regensburg Hans Haimerl, Dagmar Hornik und Maria Komainda für ihre Unterstützung bei prozesstechnischen Fragestellungen, anlagentechnischen Problemen und bei der Durchführung der mikrotechnologischen Prozesse.

Mein besonderer Dank gilt meinem gesamten studentischen Team: Wolfgang Beier, Matthias Brunnbauer, Roland Demmel, Daniel Früchtl, Ramona Gleixner, Thomas Gulba, Peter Hausler, Susanne Henke, Tobias Hero, Christian Kiesl, Florian Müller, Till-Jonas Ostermann, Anastasija Plis, Thomas Reitmeier, Johannes Rosenberger, Sebastian Schmid, Sim Kar Yern und Franz Steger. Sie alle haben durch ihre studentische Tätigkeit jeder auf seine Weise einen Beitrag zum Gelingen meiner Arbeit geleistet.

Weiterhin gilt mein Dank Herrn Prof. Dr. Günter Müller und seiner Arbeitsgruppe Feldemission für die Charakterisierung der Feldemissionskathoden an der Bergischen Universität Wuppertal.

Da diese Arbeit ausschließlich mit freier Software realisiert wurde, danke ich allen Softwareentwicklern, die die Ergebnisse ihrer Arbeit zum Zweck der Forschung zur Verfügung stellen.

Nicht zuletzt danke ich herzlich allen mir liebgewordenen Menschen, die mir trotz der zeitlichen Entbehrungen immer Verständnis und Unterstützung entgegengebracht haben.

Um es mit einem alten bayerischen Ausspruch zusammenzufassen:

VERGELT'S GOTT!

Erklärung

Ich erkläre hiermit, dass ich diese Abhandlung, abgesehen von der Beratung durch die Betreuer, nach Inhalt und Form meine eigene Arbeit ist und ich diese selbstständig verfasst habe. Ich habe keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benützt, sowie wörtliche und sinngemäße Zitate als solche gekennzeichnet.

Diese Arbeit wurde weder ganz, noch zum Teil einer anderen Stelle im Rahmen eines Prüfungsverfahrens vorgelegt, veröffentlicht oder zur Veröffentlichung eingereicht.

Diese Arbeit ist des Weiteren unter Einhaltung der Regeln guter wissenschaftlicher Praxis der Deutschen Forschungsgemeinschaft entstanden.

Regensburg, den 20. Januar 2015

FLORIAN DAMS