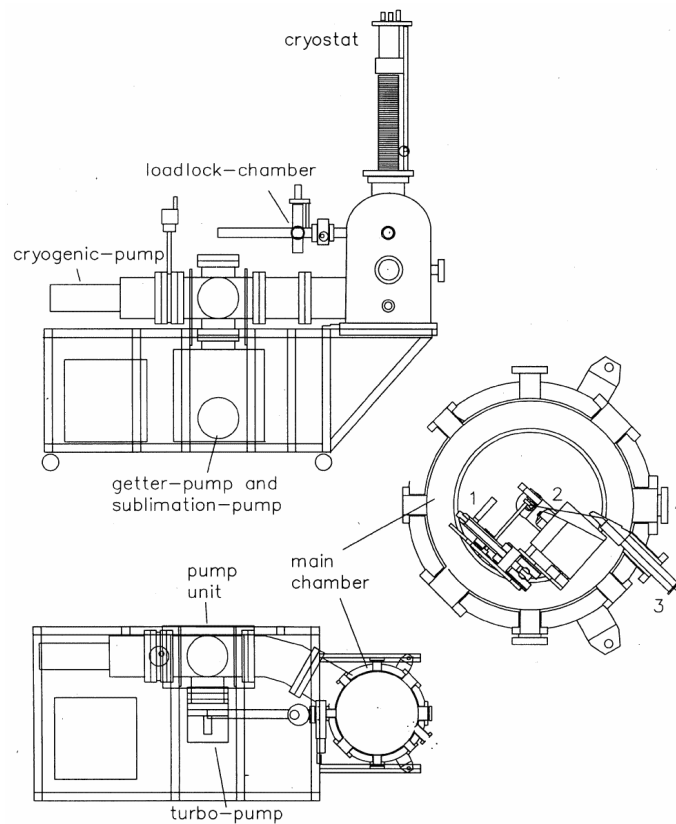


Hinweise zur Bedienung der AR65

1 Allgemeine Daten und Hinweise

Die Anlage wurde bis zum Jahre 1999 von Dr. Christoph Janowitz aufgebaut. Die Kenngrößen sind gemäß *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* 105 (1999) 43-49:

Radius des Kugelanalytors:	65 mm
Auflösung:	< 10 meV
Winkel ϕ	$10^\circ < \phi < -90^\circ$
Winkel θ	$-90^\circ < \theta < 90^\circ$
Druck in Hauptkammer:	$5 \cdot 10^{-11}$ mbar



Reale Messwerte aus dem Jahr 2007:

Druckanzeige Getterpumpe:	Low Pressure ...
Druck AML Pumpenkreuz:	$1.4 \cdot 10^{-10}$ mbar
Druck IONIVAC Hauptkammer:	$< 5 \cdot 10^{-10}$ mbar
Druck Einschleuskammer:	$8 \cdot 10^{-9}$ mbar
Vordruck:	$2 \cdot 10^{-3}$ mbar
Frequenz TMP Pfeiffer:	833 Hz
Strom TMP Pfeiffer:	0.8 A
Leistung TMP Feinvakuum:	9 W
Leistung TMP Schleuse:	10 W
Leistung TMP Manipulator:	16 W

Im Jahr 2006 wurde durch Thorsten Zandt und Robert Heimburger eine Schrittmotorsteuerung für das Abfahren der Winkelbereiche des Analysators installiert. Omicron lieferte den Quelltext der Auswertesoftware (in Borland Pascal), Thorsten Zandt integrierte den Programmcode für die Ansteuerung der Motoren. Hinweise zur Bedienung folgen weiter unten.



Von links nach rechts: Schrittmotoren für die Änderung von ϕ und θ , die Controllerbox für die Schrittmotoren und die Stickstoffnachfüllanlage

Die automatische Stickstoff-Nachfüllanlage wurde 2007 nachgerüstet. Damit ist es nun möglich, rund um die Uhr zu messen. Drei Wasserwächter (Kryopumpe, Turbopumpe und Heliumlampe HIS 13) stellen sicher, das bei einem Leck in den Wasserleitungen kein Wasserschaden entsteht. Dabei würden sowohl Lampe als auch Kryopumpe abgeschaltet werden, die Turbopumpe hingegen nicht, da sie auch ohne Wasserkühlung funktioniert.

1.1 Manipulator und μ -Metallabschirmung

Bei der Bedienung des Manipulators ist eine gewisse Vorsicht geboten. Es kann nötig sein, die aktuelle x- und y-Position zu verändern, um ungehindert eine Drehung oder Veränderung der z-Achse vornehmen zu können. In ersterem Fall kann das Stahlseil zur Änderung der Probennormalen abgerissen werden, im zweiten Fall das μ -Blech zur Abschirmung des Erdmagnetfeldes verbogen werden. Beide Fälle sind bereits eingetreten. Die Reparatur beinhaltet neben dem Belüften der Hauptkammer einen kompletten Ausbau des Manipulators. Es ist auch denkbar, dass dauerhafte Folgeschäden am Manipulator zurückbleiben.

Des weitern sollte beachtet werden, dass mit dem Manipulator nicht in den Analysator gefahren wird. Auch dessen Position könnte verstellt oder beschädigt werden. Daher an den kritischen Positionen lieber zwei mal kontrollieren.

1.2 Belüften der Hauptkammer

Die Kryopumpe kann sofort von der Anlage getrennt werden, dazu das Ventil am Pumpenkreuz schließen, Stromversorgung durch 'Steckerziehen' unterbrechen und Kühlbereich mit der TMP abpumpen, also deren Ventil öffnen. Dann werden die Titan-Sublimationspumpe und die Ionengetterpumpe abgeschaltet (Netzschalter auf der Rückseite) sowie die Pfeiffer TMP (einfach ausschalten) und die Feinvakuum TMP Varian (Start/Stop am Controller). Der Dreiwegehahn wird nun auf Stellung 0 verstellt, die Drehschieberpumpe für das Vorvakuum kann ebenfalls abgeschaltet werden. Die Turbopumpen drehen nun langsam aus.

Nach ca. 10 Minuten öffnet sich das elektrische Belüftungsventil an der Pfeiffer TMP. Zu diesem Zeitpunkt sollte die Klemme vom Schlauch bereits entfernt sein. Am besten ist es, die Kammer mit Stickstoff zu belüften. Dazu füllt man den Kühlbehälter mit flüssigem Stickstoff und legt den Schlauch zur TMP hinein. Wenn sich das Ventil öffnet, wird so Stück für Stück die Kammer mit Stickstoff gefüllt, der natürlich in die Gasphase übergeht, sobald er die TMP erreicht und aufgewärmt wird.

Währenddessen kann das Abpumpen des Manipulators ebenso eingestellt werden.

1.3 Abpumpen der Hauptkammer

Nachdem alle Flansche wieder dicht verschraubt sind, kann auch die Hauptkammer wieder abgepumpt werden. Der Schlauch an der Pfeiffer TMP wird mit der Spannzange dauerhaft abgeklemmt. Zunächst wird die Drehschieberpumpe gestartet, um Vorvakuumdruck in der Kammer zu erreichen. Am Drucksensor hinter der zweiten TMP kann der Druckverlauf kontrolliert werden. Der Dreiwegehahn steht natürlich auf Stellung 2.

Nach 10 Minuten sollte ein Druck von 10^{-1} mbar erreicht worden sein, die beiden TMP können gestartet werden. Sie laufen innerhalb der nächsten viertel Stunde hoch. Über ihre Leistungsanzeigen lassen sich mögliche Fehler oder Lecks feststellen. Die TMP Feinvakuum sollte bei ca. 13 W liegen, der Strom der Pfeiffer TMP bei ca. 1 A. Außerdem verbessert sich der Vordruck an der Drehschieberpumpe weiterhin in den Bereich 10^{-2} mbar.

In der Zwischenzeit kann auch der AML Drucksensor in Betrieb genommen werden. Ab einem Druck von 10^{-4} mbar kann so das Evakuieren mitverfolgt werden. Nach ca. einer Stunde sollte ein Druck von 10^{-6} mbar erreicht worden sein. Nach einem weiteren Tag beträgt der Druck üblicherweise (ohne Ausheizen) 10^{-7} mbar.

Der nächste Schritt wäre das Ausheizen der Anlage. Im Verlauf des Ausheizens werden dann auch die Ionengetterpumpe und die Titansublimationspumpe in Betrieb genommen - doch dazu mehr im eigenen Abschnitt. Schließlich kann auch noch die Kryopumpe eingesetzt werden.

1.4 Belüften der Schleuse

Die Turbomolekularpumpe an der Schleuse schaltet man mit dem Start/Stop-Taster an ihrem Controller ab. An der Unterseite gibt es ein Vorvakuumventil am Schlauch zur Vorpumpe, auch dieses wird geschlossen. Nach ein paar Minuten ist die Turbopumpe ausreichend heruntergefahren (kein wahrnehmbares Betriebsgeräusch), sie kann jetzt vorsichtig mit dem Belüftungsventil an ihrer Oberseite belüftet werden.

Es hat sich als praktisch erwiesen, das gesamte Probenhaltersystem samt Balg abzubauen, um die Proben im Halter zu wechseln. Wenn man nur den innenliegenden Halter wechselt, verdreht sich der Balg beim Anziehen der Inbusschrauben. Eventuell wird auch der CF-36 Ring nicht auf Anhieb dicht.

1.5 Abpumpen der Schleuse und Ausheizen

Der Dreiwegehahn befindet sich auf Stellung 2, das Ventil an der Turbopumpe ist geschlossen. Mit der Drehschieberpumpe wird also nur die Hauptkammer abgepumpt. Man setzt nun die kleine Drehschieberpumpe in Betrieb und wartet eine Minute, bis sie einen guten Druck erreicht hat und der Rückfluss des Pumpenöls vernachlässigbar ist. Jetzt stellt man den Dreiwegehahn auf Stellung 1, um die Hauptkammer nun über die kleine Vorpumpe abzupumpen. Der Vordruck beträgt in der Regel $3 \cdot 10^{-2}$ mbar.

Nun kann das Ventil an der Turbopumpe geöffnet werden. Bitte noch einmal überprüfen, ob das Belüftungsventil an der Oberseite der Turbo richtig geschlossen ist. Nach einer Minute kann die Turbopumpe gestartet werden, sie läuft innerhalb von 2 Minuten hoch. Der Druck sollte recht schnell vom 10^{-5} -Bereich in den Bereich 10^{-6} und nach einer Stunde auch im Bereich um 10^{-7} sein. Die Leistung der Turbopumpe beträgt im Normalbetrieb 10 W, nach dem Starten liegt sie zunächst bei 12 bis 15 Watt.

Zum Ausheizen wird der gesamte Bereich bis zum Ventil mit Heizbändern umwickelt und mit Alufolie eingepackt. Auch der Transferstab sollte weitmöglichst ausgeheizt werden. Nach einem halben Tag ausheizen und weiteren 2 Stunden abkühlen kann der Druck bis auf $8 \cdot 10^{-9}$ gefallen sein. Der Goldofen besitzt eine recht hohe Leckrate, der erreichbare Enddruck liegt dann nur im Bereich von 10^{-8} .

1.6 Kühlen des Kryostaten mit Stickstoff

Hierzu wird der Heber in die Stickstoffflasche installiert. Er sollte in den flüssigen Stickstoff eintauchen. Das obere Ventil am Heber bleibt geschlossen, am Adapterflansch zur Stickstoffkanne ist das Ventil allerdings geöffnet, damit sich kein Druck in der Kanne aufbaut.

Nun wird die Scrollpumpe in Betrieb gesetzt, um den Kryostaten und die Leitung bis zum Heberventil abzupumpen. Nach ein paar Minuten ist diese ausreichend evakuiert, dass auch kein Wasserrest verbleibt, der vereisen könnte und damit die Leitung blockieren würde. Nun kann das Ventil am Heber geöffnet werden, den Fluss des Stickstoffs lässt sich am Betriebsgeräusch der Scrollpumpe 'ablesen'. Nach ein paar Minuten sollte die angezeigte Temperatur vom PT 100 fallen. Nach einer halben Stunde erreicht die Temperaturanzeige -105°C (168°K), der Grenzwert mit Stickstoff liegt bei ca. -112°C (161°K). Nach einer weiteren halben Stunde hat auch die Probe diese Temperatur erreicht.

Eventuell gibt es beim Kühlen eine Undichtigkeit am Einlaßschlauch am Kryostaten, dann steigt der Druck in der Kammer auf $1,2 \cdot 10^{-8}$ mbar an. Daher vor dem Kühlprozess alle Verbindungen noch einmal überprüfen.

2 Ausheizen der Hauptkammer

2.1 Abzubauende Teile

Bevor ausgeheizt werden kann, müssen einige Teile abgebaut werden. Dazu gehören die Schrittmotoren und die beiden Anschlussmodule für das Elektronenspektrometer (Box mit mehrpoligem Rundstecker sowie Controllerbox für die 3 Channeltrons). Das Messkabel für die Temperatur am Kryostaten können weitergenutzt werden. Ebenso kann der AML Messkopf während des Ausheizens weiter betrieben werden.

Am Lampenpumpstand sind die Plastikkappen der Absperrventile zu entfernen. Von der LEED-Apparatur werden ebenfalls die beiden Kabel entfernt, allerdings bleiben die Anschlüsse beim Ausheizen zugänglich.

2.2 Das Zelt um die Messkammer

Zunächst sind alle Glasflansche mit Aluminiumfolie abzudecken, um Spannungsrisse zu vermeiden. Dann wird das Zelt um die Kammer aufgebaut. Dabei sind die Klettverbindungen stets nach außen zu legen. Der Heizlüfter wird mit zwei Schraubzwingen und einem Winkelstück am Rahmen befestigt. Es sollten alle Öffnungen im Zelt möglichst dicht sein, damit keine Wärme verloren geht. Neben der flexiblen Gestaltung der Klettverbindungen kann man mithilfe von Alufolie weiter abdichten.

2.3 Lampenpumpstand, Manipulator und Pumpenkreuz

Die meißten Heizbänder sind mit Glaswolle ummantelt. Um den kratzenden Effekt an den Fingern zu minimieren, empfiehlt sich der Gebrauch von Handschuhen.

Am Lampenpumpstand werden alle UHV-Leitungen mit ausgepumpt. Dazu gehört der Wellschlauch zur zweiten Pumpstufe der Lampe sowie die gesamte Heliumversorgungsleitung incl. Stickstoff-Kühlfalle.

Der Manipulator wird ebenfalls ausgeheizt. Es sind Heizbänder für das Zwischenstück von der Kammer bis zum Manipulatortisch notwendig, denn dieser Bereich wird durch das Zelt nicht erreicht. Ebenso betrifft es den Balg bis zur Absaughöhe. Es ist darauf zu achten, dass die Heizbänder nicht gekreuzt werden.

Das Verbindungsrohr zum Pumpenkreuz ist bereits mit zwei Heizbändern ausgestattet. Es muss nur ein Temperaturfühler unter die Alufolie gebracht werden und die Heizbänder an

die Steuereinheit angeschlossen werden. Die Turbopumpe und auch die Getterpumpe besitzen eigene Ausheizrichtungen. Diese werden direkt mit 240 V verbunden und laufen die gesamte Zeit durch. Unbedingt prüfen, ob die Wasserkühlung für die Turbomolekularpumpe eingeschaltet ist!

Nicht zu vergessen ist die LEED-Apparatur. Der Schirm wird ganz aus der Messkammer herausgeschraubt. Das Glas wird natürlich auch mit Alufolie abgedeckt. Eventuell genügt ein Heizband.

Um den Bereich der Kryopumpe sind bereits zwei schwache Heizbänder verlegt. Sie darf aber ohnehin nur bis ca. 50 ° C ausgeheizt werden.

2.4 Sicherheitshinweise Heizbänder

Durch die häufige Benutzung weisen die Heizbänder einige Sicherheits- und Funktionsmängel auf. Daher sollten sie vor Inbetriebnahme noch einmal überprüft werden.

Bei einigen Heizbändern ist die Isolierung der Abschirmung nicht mehr so gut, es besteht eine hochohmige Verbindung zwischen Schutzleiter und Phase. Das führt dazu, dass der FI-Schutzschalter im Elektroschrank anspricht und den gesamten Stromkreis abschaltet. Am besten, man prüft nach Verlegung des Kabels mit einem Multimeter den Widerstand zwischen Phase und Schutzleiter. Durch anderes Legen des Kabels kann meist erreicht werden, dass der Widerstand mehrere Megaohm beträgt oder nicht mehr messbar ist. Dies ist zwar nicht die Idealvorstellung, aber zumindest löst der FI keine Abschaltung mehr aus.

Andere Heizbänder hingegen heizen nicht mehr. Nach Widerstandüberprüfung des Schutzleiters das Heizband einfach in Betrieb nehmen. Nach wenigen Sekunden müsste sich eine spürbare Erwärmung ergeben.

2.5 Temperaturen und Zeiten

Erfahrungsgemäß ist eine Ausheiztemperatur von 120 ° C ausreichend. Dazu muss der Temperaturregler am Heizlüfter des Zeltes auf ca. 200 ° C gestellt werden. Die Kryopumpe hingegen wird nur mit 50 ° C ausgeheizt. Idealerweise sollte die erste Ausheizenphase zwei Tage dauern.

Nach zwei Tagen wird die Ionengetterpumpe und die Titansublimationspumpe in Betrieb genommen. Die Druckverhältnisse steigen natürlich sprunghaft an. Bei der Sublimationspumpe sollte das Zeitintervall zwischen den Sublimationszyklen auf eine halbe Stunde heruntergesetzt werden. Währenddessen kann die AML-Röhre auf DEGAS betrieben werden.

Um das Filament zu reinigen wird auch die LEED-Apparatur in Betrieb genommen. Für ca. eine viertel Stunde wird die Kathode mit einem Strom von 1,6 Ampere geheizt.

Nach einem weiteren Tag können die Heizbänder und der Heizlüfter abgestellt werden. Das Abkühlen dauert einen halben Tag. Der Manipulator benötigt einen ganzen Tag, um auf Raumtemperatur abzukühlen.

3 Inbetriebnahme der Kryopumpe

Zunächst ist die Wasserkühlung sicherzustellen. Dann wird die Pumpe selbst durch Verbinden mit dem 240V-Netz in Betrieb genommen. Das Ventil zur Hauptkammer ist geschlossen, das Ventil zur abpumpenden Turbopumpe (auch für Manipulator) ist geöffnet.

Nach 4 Stunden sollte die Temperaturanzeige an der Kryopumpe in den Bereich von 24 K gelangt sein. Das Ventil zur Turbopumpe kann nun geschlossen werden. Wenn die Temperatur zwischen 22 und 23 Kelvin schwankt, kann das Ventil zum Pumpenkreuz geöffnet werden. Normalerweise sollte sich der Druck dadurch um den Faktor 2 bis 3 verbessern.

4 Bedienung der Heliumlampe

4.1 Inbetriebnahme der Lampe

Im Normalfall ist die Wasserkühlung ausgeschaltet, ebenso das Versorgungsmodul im Rack für die Lampe ausgeschaltet. Daher wird als erstes die Wasserkühlung in Betrieb genommen und der Controller der Lampe eingeschaltet. Nun wird der Vordruck angezeigt, er sollte $2 \cdot 10^{-3}$ mbar betragen. Die TMP läuft ebenfalls, zu Kontrolle dienen die LEDs an der Vorderseite des Controllers. Die erste Pumpstufe an der Lampe ist geschlossen, die eventuell noch geöffnete zweite Pumpstufe (UHV mit TMP) wird mit dem Ventil über der TMP geschlossen.

Das Dosierventil für das Helium am Ende der Lampe ist ebenfalls verschlossen. Das Ventil zur Entlüftung der Kühlfalle mit der TMP ist geöffnet. Die Heliumflasche ist verschlossen, der Druckminderer steht auf seinem alten eingestellten Wert, das Ausgangsventil hinter dem Druckminderer ist geschlossen. Beide Druckanzeigen stehen auf Null.

Die Kühlfalle ist vom Stickstoffeimer umgeben, dieser ist bis zur Oberkante mit flüssigem Stickstoff gefüllt. Nun wird die Kühlfalle 'gespült'. Dazu muss zunächst die Heliumflasche aufgedreht werden, ihr Druck wird 100 bis 200 bar betragen. Hinter dem Druckminderer wird jetzt eventuell ein Druck von 2 bar angezeigt, wenn etwas Helium durch den Minderer geflossen ist, sollte sich die Anzeige wieder auf 1 bar einpendeln, ansonsten die Einstellung anpassen.

Zum Spülen wird nun vorsichtig und kurzzeitig das Ventil hinter den Druckminderer geöffnet. Das Helium gelangt nun durch die Kühlfalle und wird dahinter durch die TMP abgepumpt. Der angezeigte Vordruck steigt sprunghaft bis auf 10^2 mbar an. Den Vorgang ein zweites oder auch ein drittes Mal wiederholen. Nachdem der Vordruck wieder auf 10^{-2} mbar gesunken ist, kann das Ventil am Ausgang der Kühlfalle zur TMP geschlossen werden. Danach wird das Ventil am Druckminderer vollständig geöffnet.

Zum Starten der Anlage wird am Netzteilcontroller der Heliumlampe ein Sollstrom von 300 mA eingestellt und eine Spannung von 1000 V. Da noch kein Strom fließt, leuchtet der Spannungsbegrenzer neben der Spannungsanzeige rot auf. Jetzt wird vorsichtig das Nadelventil an der Lampe geöffnet, um Helium in die Brennkammer zu lassen. Dabei beobachtet man gewissenhaft die Druckanzeige in der Kammer. Ab einem gewissen Punkt fängt der Druck an zu steigen, in diesem Bereich beginnt sich das Ventil zu öffnen. Nun öffnet man das Ventil der ersten Pumpstufe an der Lampe (Vorvakuum). Der Druck in der Hauptkammer sollte wieder zurück in den 10^{-10} mbar Bereich gehen.

Jetzt das Dosierventil vorsichtig weiter aufdrehen. Am Lampencontroller wird ein steigender Druck angezeigt. Es kann das Ventil der zweiten Pumpstufe (TMP) geöffnet werden. Das Dosierventil weiter öffnen, bis ein Vordruck von ca. $4 \cdot 10^{-1}$ mbar angezeigt wird. Nun kann der Piezostarttaster betätigt werden, eventuell mehrmals. Das Plasma sollte zünden und der Strombegrenzer grün aufleuchten. Die Spannung bricht auf 570 V ein. Der Strom kann jetzt auf 600 mA hochgeregelt werden. Am Dosierventil wird der Heliumfluss langsam wieder zurückgeregelt, bis der Vordruck einen Wert von $4 \cdot 10^{-2}$ hat. Dieser Druck genügt für ein konstantes Plasmabrennen. Außerdem wird der Druck in der Kammer nur geringfügig beeinflusst. Es sollte möglich sein, bei einem Kammerdruck von $8 \cdot 10^{-10}$ bis $1,5 \cdot 10^{-9}$ mbar zu messen.

4.2 Automatische Stickstoffnachfüllanlage

Die automatische Stickstoffnachfüllanlage mißt den Füllstand mittels zweier PT-1000 Temperatursensoren. Der Messbereich des Controllers wurde so geeicht, dass eine Anzeige von 0 exakt der Temperatur von flüssigem Stickstoff entspricht (77°K). Ab einem Schwellwert von 20 (entspricht einer Temperatur von 113°K) schaltet der Controller 230 V auf den Ausgang. Das Kryoverventil öffnet sich (normal geschlossen) und läßt flüssigen Stickstoff in den Isolierbehälter nachfließen. Eine Füllung mit 100 l flüssigem N_2 genügt für ca. 5 Tage ununterbrochenes Messen.

4.3 Zusammenbau der Lampe und Reparatur der Kapillare

Die Heliumlampe HIS 13 ist ein Produkt der Focus GmbH, die über die Firma Omicron Vakuumphysik GmbH (www.omicron.de) vertrieben wird. Link im Internet:

http://www.omicron.de/products/excitation_sources/photon_sources/his_13/

Nach längerem Betrieb setzt sich ein dünner Metallfilm auf der Oberfläche der Glaskapillare ab. Mit Königswasser läßt sich die Kapillare im Chemielabor wieder reinigen. Beim Zusammenbau ist darauf zu achten, dass der Hochspannungsanschluss nach unten weggeführt wird. Ursache ist die beschädigte Keramikhülse. Sie sollte den Anschluss mit der Klemmverbindung überdecken, damit es nicht in diesem Bereich zum Plasmabrennen kommt. Eine Ersatzhülse kostet 54,- Euro netto (150,- Euro Mindestbestellwert).

Es ist außerdem darauf zu achten, dass ein ungehinderter Strahldurchgang von der Einlassdüse am Ende der Lampe (hinter der Wasserkühlung) durch die Anode und die Kapillare auf den Spiegel bis zur Probe gegeben ist. Das kann zum Beispiel mit einem Laser überprüft werden. In den Jahren vor 2006 hatte jemand versucht, mit einem anderen Anodenkabel dieses zu reparieren (Kosten: 300,- Euro) und dabei die Kapillare in der Lampe so weit zur Seite gedrückt, dass der direkte optische Weg verstellt war - und die Lampe nicht funktionierte.

Beim Reinigen der Kapillare sollte besonders vorsichtig vorgegangen werden. Es ist zur Zeit eine Kapillare mit 1,2 mm Innendurchmesser in Verwendung. An den vier Bohrlöchern bricht sie sehr leicht. Eine Ersatzkapillare kostet 514,- Euro netto. Der Glasbläser in der Chemie kann eine Ersatzkapillare herstellen. Allerdings dauert die Herstellung mitunter einige Wochen. Eine Zeichnung findet sich im Anhang.

5 Bedienung der Software und Schrittmotoren

Start der Software - Auswahlbox mit und ohne Motoren. Was zuerst einschalten. Wo steht der Referenzwinkel für theta und Phi?

Beginn Omicron Software: wohin mit der Maus und was überall einstellen. kinetic; 1/10; clock: crystal usw usf ...

Anhang

Abmessungen der Kapillare für HIS 13

