



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **276 159 A1**

4(51) G 01 N 27/68

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 320 453 5 (22) 04.10.88 (44) 14.02.90

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, Otto-Nuschke-Straße 22/23, Berlin, 1080, DD
(72) Jüttner, Burkhard, Prof. Dr. Dipl.-Phys., DD

(54) **Verfahren zur Bestimmung des Gasgehaltes von Elektrodenmaterialien in Vakuumschaltkammern**

(55) Gasgehalt, Elektrodenmaterial, Vakuumschaltkammer, Qualitätskontrolle, Durchschlag, Kondensationsschirm, elektrische Signale, zeitlicher Abstand, Amplitudenverhältnis

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung des Gasgehaltes von Elektrodenmaterialien in Vakuumschaltkammern, das bei der Entwicklung und der Qualitätskontrolle von Vakuumschaltern benötigt wird. Erfindungsgemäß werden zwischen den Elektroden einer Vakuumschaltkammer Durchschläge von Nanosekundendauer erzeugt. Die danach am Kondensationsschirm auftreffenden elektrischen Signale werden registriert und anschließend werden aus dem zeitlichen Abstand der Signale die zugehörigen Ionenmassen ermittelt und aus ihrem Amplitudenverhältnis der relative Anteil der Substanzen im Elektrodengrundmaterial bestimmt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung des Gasgehaltes von Elektrodenmaterialien in Vakuumschaltkammern, mit zwei Elektroden und einem isoliert angebrachten Kondensationsschirm, der nach außen hin eine elektrische Verbindung hat, **gekennzeichnet dadurch**, daß zwischen den Elektroden Durchschläge von Nanosekundendauer erzeugt werden, daß die danach am Kondensationsschirm auftreffenden elektrischen Signale registriert werden und anschließend aus dem zeitlichen Abstand der Signale die zugehörigen Ionenmassen ermittelt und aus ihrem Amplitudenverhältnis der relative Anteil der Substanzen im Elektrodengrundmaterial bestimmt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Durchschläge mit einem Nanosekunden-Impulsgenerator erzeugt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Durchschläge durch Gleich- oder Wechselspannung, die über einen Vorwiderstand an die Elektroden gelegt wird, erzeugt werden.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung des Gasgehaltes von Elektrodenmaterialien in Vakuumschaltkammern, das bei der Entwicklung und der Qualitätskontrolle von Vakuumschaltern benötigt wird.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

In Vakuumschaltkammern brennt beim Unterbrechen elektrischer Ströme kurzzeitig ein Lichtbogen, der Teile der Elektrodenoberfläche hoch erhitzt und aufschmilzt. Dabei werden Gase freigesetzt, welche zuvor im Innern des Elektrodenmaterials gelöst waren. Diese Gase verschlechtern das Vakuum und können zum Versagen des Schalters führen. Daher muß man für die Auswahl von Elektrodenmaterialien und für laufende Qualitätskontrollen Verfahren einsetzen, die Aussagen über den Gasgehalt des Elektrodenmaterials gestatten.

Ein bekanntes Verfahren zur Bestimmung des Gasgehalts beruht auf der Heißeextraktion des Gases aus einer Materialprobe außerhalb der Vakuumkammer. Dazu wird die Probe in einem Tiegel hoch erhitzt, und das dabei freigesetzte Gas wird gaschromatisch oder massenspektrometrisch analysiert. Diese Methode hat den Nachteil, daß ihre Ergebnisse nicht eindeutig auf die Gasabgabe beim Lichtbogen im Vakuum angewendet werden können. Bei der Heißeextraktion wird die gesamte Probe relativ langsam als Ganzes erhitzt, wobei die erreichten Temperaturen den Schmelzpunkt des Materials nicht wesentlich übersteigen. Das Gas wird in neutraler Form abgegeben. Im Fußpunkt des Lichtbogens dagegen werden nur kleine Oberflächenbereiche aufgeheizt, diese aber dafür weit über den Schmelzpunkt. Parallel dazu wird in großem Umfang Metalldampfplasma freigesetzt. Gas und Metalldampf sind hochionisiert. Das Verfahren der Heißeextraktion ist nicht zur Qualitätskontrolle fertiger Schaltkammern einsetzbar.

Ein weiteres bekanntes Verfahren besteht darin, mit der Vakuumschaltkammer ein Massenspektrometer zu verbinden, in der Kammer Lichtbögen zu zünden und das dabei erzeugte Gas mit dem Spektrometer zu analysieren (B. Jüttner, H. Pursch und P. Siemroth: „Über die Gasabgabe beim Lichtbogen in Vakuumbogenlöschkammern“, Wiss. Techn. Mitt. Institut Prüffeld für elektrische Hochleistungstechnik 19, 1978, 5-8). Dieses Verfahren erfordert Spezialanfertigungen der Kammer und benötigt die teure Apparatur eines Massenspektrometers. Daher ist es für routinemäßige Qualitätskontrollen nicht anwendbar. Ein wesentlicher Nachteil dieses Verfahrens besteht außerdem darin, daß das im Brennfleck des Lichtbogens freigesetzte Gas mehrfach mit inneren Oberflächen der Vakuumapparatur in Berührung kommt, bevor es in den Analysator gelangt. Dabei wird seine Zusammensetzung und Menge durch Adsorption und durch chemische Reaktionen an den Oberflächen entscheidend verändert. Zum Beispiel wird freigesetzter Sauerstoff adsorbiert und danach teilweise in Form von CO wieder abgegeben. Wasserstoff bildet an der Oberfläche Verbindungen der Form C_nH_{2n+2} , $n = 1, 2, 3, \dots$, wie in der Arbeit B. Jüttner, L. Roth, H. Wolff, „On the production of methane by electrical arcs in ultra high vacuum“, Beiträge Plasmaphysik 17, 1977, 115-120, nachgewiesen wurde. Daher geben die Messungen ein verfälschtes Abbild des Gasgehaltes des Elektrodenmaterials.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist eine routinemäßige, zuverlässige Qualitätskontrolle von Elektroden in Vakuumschaltkammern mit einfachen technischen Mitteln auch an fertigen, bereits von der Vakuumapparatur abgezogenen Schaltkammern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es ist technische Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur qualitativen und quantitativen Bestimmung des Gasgehaltes von Elektrodenmaterialien in Vakuumschaltern anzugeben, das das beim Lichtbogen abgegebene Gas nach Art und Menge unverfälscht wiedergibt, ohne daß zusätzliche Apparaturen oder Vorrichtungen wie Massenspektrometer angeschlossen oder eingebaut werden müssen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß zwischen den Elektroden einer Vakuumschaltkammer üblicher Bauart mit 2 Elektroden, von denen eine mit Hilfe eines Faltenbalges beweglich ausgestaltet ist, die durch eine Isolierstrecke elektrisch voneinander isoliert sind und einem isoliert angebrachten Kondensationsschirm, der die Elektroden umschließt und nach außen hin eine elektrische Verbindung hat, Durchschläge von Nanosekundendauer erzeugt werden. Die danach am Kondensationsschirm auftretenden elektrischen Signale werden hinsichtlich Zeitdifferenz und Amplitude registriert, z. B. mit einem Oszilloskop oder einem Transientenspeicher. Anschließend werden die Signale anhand ihres zeitlichen Abstandes den zugehörigen Ionenmassen mit Hilfe von Eich Tabellen oder nach der Formel

$$m_x^{1/2} = m_1^{1/2} + (\Delta t_x / \Delta t)(m_2^{1/2} - m_1^{1/2}).$$

zugeordnet und aus ihrem Amplitudenverhältnis wird der relative Anteil der Substanzen im Grundmaterial der Elektrode bestimmt.

In der Formel ist m_1 die Masse des Wasserstoffions, m_2 die Masse des Ions des Elektrodenmetalls, Δt die Zeitdifferenz zwischen den Signalen der Massen m_2 und m_1 und Δt_x die Zeitdifferenz zwischen den Signalen der Massen m_x und m_1 .

Die Massenzuordnung der Signale, die die Zeitdifferenz Δt_x aufweisen, läßt sich auch durch Eich Tabellen vornehmen, die zuvor mit bekannten Substanzen ermittelt wurden. Das Verhältnis der Signalhöhen, die den Massen m_x und m_2 zuzuordnen sind, ist ein Maß für den Gehalt des Elektrodenmaterials an der Substanz mit der Ionenmasse m_x .

Um die Intensität der Signale zu erhöhen, ist es erfindungsgemäß möglich, eine Vielzahl von Impulsen zu überlagern. Bei hinreichend kleiner Kapazität von Elektroden und Zuführungen können die Durchschläge erfindungsgemäß ebenfalls durch Anlegen von hoher Gleich- oder Wechselspannung über einen hohen Widerstand erzeugt werden, da dann die Entladungsdauer im Nanosekundenbereich liegt. In diesem Falle wird kein spezieller Impuls generator benötigt.

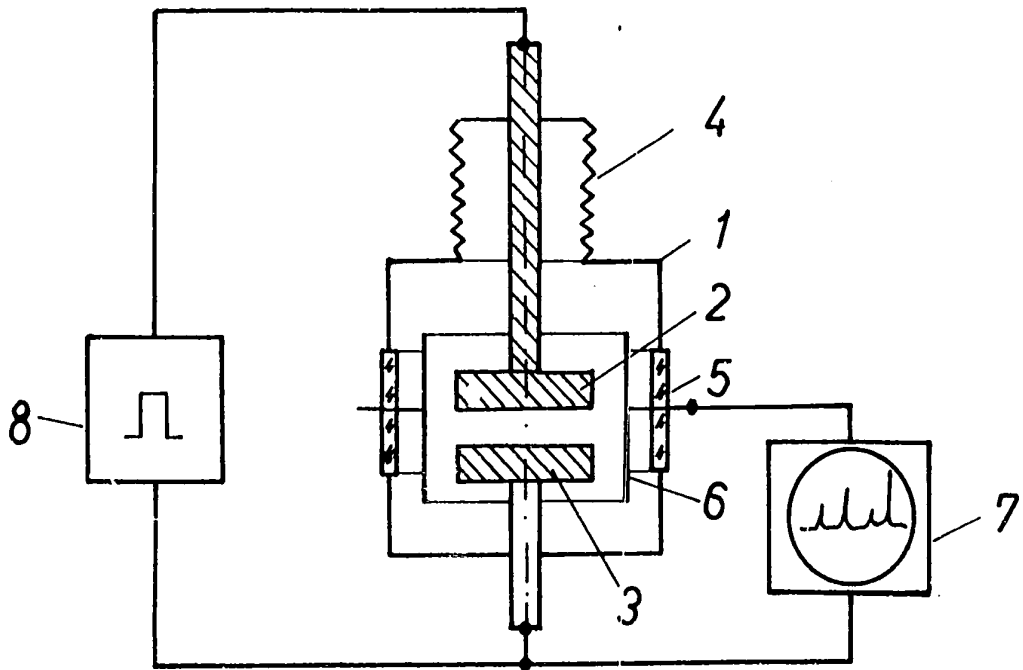
Durch das Auslösen eines Hochspannungsimpulses von Nanosekundendauer wird an den Elektroden eine gewisse Materialmenge freigesetzt, die in ionisierter Form zum Kondensationsschirm gelangt, und zwar mit je nach Teilchenmasse verschiedener Laufzeit, so daß am Kondensationsschirm elektrische Signale mit unterschiedlichem zeitlichen Abstand auftreten. Der Kondensationsschirm der Kammer wird mit einem Registriergerät verbunden, das in der Lage ist, Ströme mit einer zeitlichen Auflösung von unter einer Mikrosekunde zu messen. Dazu eignen sich z. B. Oszilloskope oder Transientenspeicher. Die Signalfolge, die sich am Schirm bei der Auslösung eines Nanosekundenimpulses am Generator ergibt, wird aufgezeichnet und anschließend mit der oben angegebenen Formel bzw. mit einer Eich Tabelle ausgewertet, um die Art der abgegebenen Substanzen zu ermitteln. Aus den Amplitudenverhältnissen der Signale läßt sich der prozentuale Anteil der Substanzen bezüglich des Grundmaterials errechnen.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist eine schonende Meßmethode, die die Schaltkammer nur wenig beansprucht. Sie erfordert keine zusätzlichen Anbauten an der Kammer, kann also auch für abgezogene Kammern eingesetzt werden und ist somit gut für laufende Qualitätskontrollen geeignet. Werden stromschwache Entladungen durchgeführt, bei denen nur dünne Oberflächenschichten der Katode beansprucht werden, so kann der Vakuumzustand der Kammer aus der Zusammensetzung des abgegebenen Gases beurteilt werden, da Adsorptionsschichten auf der Oberfläche stark von diesem Zustand beeinflusst werden. Das Verfahren liefert also auch eine Abschätzung des in der Kammer herrschenden Vakuums.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden. In Fig. 1 bezeichnen 1 das Gehäuse der Vakuumschaltkammer, 2 und 3 die Elektroden, 4 den Metallfaltenbalg, mit dessen Hilfe die Elektrode 2 bewegt werden kann, 5 die Isolierstrecke, die die Elektroden elektrisch voneinander trennt und die vakuumdicht mit dem Metallgehäuse der Kammer verbunden ist, 6 den Kondensationsschirm, der eine elektrisch leitende Verbindung nach außen aufweist, an die ein Registriergerät 7 angeschlossen ist, 8 ist ein Generator, der Hochspannungs-Nanosekundenimpulse erzeugt, die eine solche Amplitude haben, daß sie zum Durchschlag zwischen den Elektroden 2 und 3 führen.

Für die Messung werden die Elektroden 2, 3 auseinandergezogen und mit dem Generator 8 verbunden. Der Elektrodenabstand richtet sich nach der verfügbaren Amplitude der Hochspannungsimpulse. Je kleiner diese ist, desto kleiner muß der Abstand sein, um einen elektrischen Durchschlag zu erreichen. Mit dem Schirm 6 wird das Registriergerät 7 verbunden, das kurzzeitige Stromsignale zur Anzeige bringt und gegebenenfalls speichert. Diese Signale treten beim Auslösen eines Hochspannungsimpulses, der zum Durchschlag führt, auf. Bei unzureichender Intensität der Signale werden mehrere Impulse nacheinander angelegt und die Signale im Speicher des Registriergeräts aufsummiert. Anschließend werden die Signale anhand ihres zeitlichen Abstandes in der angegebenen Weise den zugehörigen Ionenmassen zugeordnet, und aus ihrem Amplitudenverhältnis wird der relative Anteil der Substanzen im Grundmaterial der Elektroden bestimmt.



Figur 1