



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 662 421 A5

⑤ Int. Cl.⁴: G 01 N 13/00  
H 03 H 9/19  
H 01 L 41/22

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

// B 64 G 1/66

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑳ Gesuchsnummer: 3826/83

㉓ Inhaber:  
Laboratoire Suisse de Recherches Horlogères,  
Neuchâtel

㉔ Anmeldungsdatum: 13.07.1983

㉔ Erfinder:  
Sekler, Jörg, Neuchâtel  
Zumsteg, Alphonse, Solothurn  
Hintermann, Hans Erich, Ins

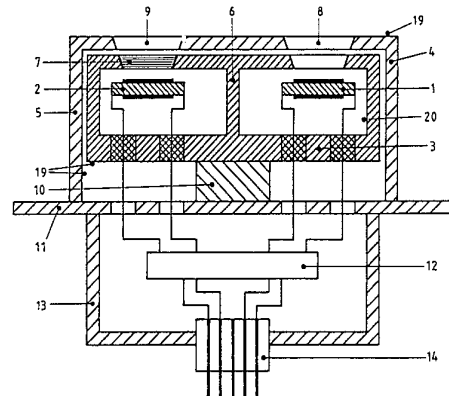
㉕ Patent erteilt: 30.09.1987

㉕ Vertreter:  
Centre Suisse d'Electronique et de  
Microtechnique S.A., Neuchâtel

㉖ Patentschrift  
veröffentlicht: 30.09.1987

⑤④ Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor.

⑤⑦ Die Kontaminationsmessung beruht auf dem Prinzip der Bestimmung der Masse oder Schichtdicke der adsorbierten oder kondensierten gasförmigen, flüssigen und festen Stoffe auf einer Oberfläche eines piezoelektrischen Schwingers. Der Detektor enthält mindestens einen Messschwinger (1) mit mindestens einem integrierten Dünnschicht-Temperaturfühler, ein diskretes vom Messschwinger getrenntes oder ebenfalls auf der Schwinger-Oberfläche integriertes Ausheizelement, einen Referenzschwinger (2), der durch einen mechanischen Schild (6) vom Messschwinger (1) getrennt und durch ein optisches Fenster (7) vor Kontamination, nicht aber vor Wärmestrahlung geschützt ist. Dadurch können die Einflüsse der Absoluttemperatur auf die Schwingfrequenzen, der Temperaturdifferenzen zwischen den Quarzen und der Schnittwinkelabweichungen der Schwinger elektronisch oder numerisch korrigiert werden.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor, bei welchem die Masse oder Schichtdicke der auf einer Oberfläche eines piezoelektrischen Messschwingers adsorbierten oder kondensierten gasförmigen, flüssigen oder festen Stoffe bestimmt wird, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens der piezoelektrische Messschwinger mit mindestens einem integrierten Dünnschicht-Temperaturfühler versehen ist.

2. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der integrierte Dünnschicht-Temperaturfühler ein Widerstand ist.

3. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der integrierte Dünnschicht-Temperaturfühler ein Halbleiter ist.

4. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der integrierte Dünnschicht-Temperaturfühler ein Thermoelement ist.

5. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens eine Elektrode gleichfalls als Dünnschicht-Widerstands-Temperaturfühler ausgebildet ist.

6. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass zur Ausheizung des Messschwingers eine vom Messschwinger getrennte Widerstandsheizung eingebaut ist.

7. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass zur Ausheizung des Messschwingers, auf seiner Oberfläche eine vom Dünnschicht-Temperaturfühler getrennte, integrierte Widerstandsheizung angebracht ist.

8. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Dünnschicht-Temperaturfühler gleichfalls als Heizelement zur Ausheizung des Messschwingers ausgebildet ist.

9. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Elektroden des Messschwingers gleichfalls als Dünnschicht-Temperaturfühler als auch Heizelement zur Ausheizung des Messkristalls ausgebildet sind.

10. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 2 und einem der Ansprüche 5 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die integrierten Dünnschicht-Temperaturfühler und Heizelemente aus einer widerstandsvergrößernden Geometrie, insbesondere aus einer mäander- oder mäanderähnlichen Struktur bestehen.

11. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich zum Messschwinger (1) ein zweiter, vom ersten durch ein Kontaminationsschild (6) getrennter, und durch ein optisches Fenster (7) vor Kontamination, nicht aber vor Wärmestrahlung geschützter Referenzschwinger (2) in einer Kühl/Heizkammer (4) eingebaut ist.

12. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Referenzschwinger (2) mit mindestens einem integrierten Dünnschicht-Temperaturfühler versehen ist.

13. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das optische Fenster (7) an der Kühl/Heizkammer (4) angebracht ist.

14. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das optische Fenster (7) am Detektorgehäuse (5) angebracht ist.

15. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Kühlung/Heizung der Kühl/Heizkammer (4) mit einem thermoelektrischen Element erfolgt.

16. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass zur Verringerung

der Wärmeabgabe der Aussenwand der Kühl/Heizkammer (4) an das Detektorgehäuse (5), die Aussenflächen (19) der Kühl/Heizkammer (4) und die Innenflächen (19) des Detektorgehäuses (5) mindestens teilweise mit einem Thermalanstrich oder -Beschichtung von geringer thermaloptischer Emission, jedoch hoher Reflexion versehen sind.

17. Piezoelektrischer Kontaminationsdetektor nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass zur Begünstigung der Wärmeübertragung zwischen der Heiz/Kühlkammer (4) und den beiden piezoelektrischen Schwingern (1, 2) die Innenflächen (20) der Kühl/Heizkammer (4) mindestens teilweise mit einem Thermalanstrich oder -Beschichtung versehen sind, deren thermaloptische Emissions- und Absorptionswerte möglichst nahe an Werte des schwarzen Körpers kommen.

18. Verfahren zur Herstellung eines piezoelektrischen Kontaminationsdetektors nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Elektroden (15) und die integrierten Dünnschicht-Temperaturfühler und Heizelemente durch physikalische, chemische und elektrochemische Gas-Flüssigkeits-, oder Feststoffreaktionen aufgebracht werden.

19. Verwendung des piezoelektrischen Kontaminationsdetektors nach einem der Ansprüche 1 bis 17 zur Bestimmung der Massenablagerung durch Ausgasung von Materialien im Vakuum.

Die vorliegende Erfindung betrifft einen piezoelektrischen Kontaminationsdetektor, bei welchem die Masse oder Schichtdicke der auf einer Oberfläche eines piezoelektrischen Messschwingers adsorbierten oder kondensierten gasförmigen, flüssigen oder festen Stoffe bestimmt wird.

An Bord von Raketen, Satelliten und dergleichen Flugkörpern muss die Kontamination kritischer Teile infolge Ausgasung und Verdampfung der verwendeten Konstruktionsmaterialien, deren Überzüge und Schmierstoffe durch eine restriktive Materialauswahl begrenzt und die verbleibende Kontamination der kritischen Teile kontrolliert werden.

Besonders gefährdete Teile sind: optische Elemente, wie Infrarot-Optiken, Sonnenenergie-Kollektoren, oder mechanische Teile wie Ventile, oder Strukturen, die mit Thermalanstrichen- und -schichten für ein bestimmtes thermaloptisches Verhalten (Emissions- und Reflexionsvermögen) versehen sind. Mit zunehmenden Einsatz tieftemperaturgekühlter Optiken und Sensoren und durch den Ersatz metallischer Werkstoffe durch organische Komponenten ist eine Verschärfung der Problematik entstanden und dadurch eine kontinuierliche, an Bord-Kontrolle der Kontamination notwendig geworden.

Eines der meist verwendeten Messverfahren beruht auf der Änderung der Schwingfrequenz eines piezoelektrischen Schwingers durch die zusätzliche Masse adsorbierter oder kondensierter Stoffe auf derjenigen Kristalloberfläche, die der Ausgasungsquelle zugewandt ist.

Bei Detektoren herkömmlicher Art werden zwei Schwingquarze verwendet, ein Messquarz und ein Referenzquarz. Diese werden üblicherweise übereinander angeordnet und zwar derart, dass der Messquarz den Referenzquarz zur Verhinderung seiner Kontamination abdeckt. Zur selektiven Bestimmung der Adsorption oder Kondensation verschiedener Stoffe muss die Temperatur des Messkristalls im gewünschten Bereich kontrollierbar variiert werden können. Aus messtechnischen Gründen muss der Referenzquarz die gleiche Temperatur annehmen, da die Schwingfrequenz nicht nur von der Masse sondern auch von der Kristalltempe-

ratur abhängt, die mit diskreten Temperaturfühlern meist zwischen den beiden Kristallen gemessen wird.

Wie verschiedene Autoren gezeigt haben, können trotz kompakter Bauweise beträchtliche Temperaturunterschiede zwischen beiden Quarzen entstehen, welche zu unkontrollierbaren und entsprechend nicht korrigierbaren Messfehlern führen. Ferner wurde festgestellt, dass mit einem diskreten Temperaturfühler, angebracht zwischen beiden Quarzen, nicht die wahre Temperatur des Messkristalls gemessen wird, sondern ungefähr diejenige der Quarzhalterung. Im weiteren kann mit solchen Detektoranordnungen eine Kontamination des Referenzquarzes nicht vollständig ausgeschlossen werden.

Bei solchen Detektor Konzepten dient der Referenzschwingquarz in erster Linie als Temperaturreferenz, da ein idealer Detektor einen Messschwingquarz ohne jeglichen Temperaturkoeffizienten enthalten sollte. Da keine solchen für den vorgesehenen Detektor geeigneten Quarzkristalle existieren, wird daher ein zweiter, idealerweise identischer Schwingquarz als Temperaturreferenz benutzt. Unvermeidliche Fabrikationstoleranzen des Kristall-Schnittwinkels führen aber in der Praxis zu abweichenden Temperaturkoeffizienten zwischen beiden Schwingquarzen, welche den Messwert verfälschen.

Von D.A. Wallace (Journal of Spacecraft, Vol. 17, No 2, 1980) wurde ein Ausgasungs-Detektor vorgeschlagen, bei dem durch die Verwendung eines Dublett-Quarzkristalls («doublet crystal») der Temperaturunterschied zwischen Mess- und Referenzkristall verringert werden kann. Diese Ausführung hat jedoch den Nachteil des Übersprechens zwischen den Resonanzonen bedingt durch die mögliche Kopplung zwischen den unterschiedlichen Mess- und Referenzschwingungen. Diese Kopplung führt zu Frequenz-Unstabilitäten und Interferenzerscheinungen.

Zur Wiederverdampfung der adsorbierten und kondensierten Stoffe wird generell der Messkristall ausgeheizt. Bei den vorgenannten Detektor Konzepten wird dazu ein zusätzliches, diskretes Heizelement oder in gewissen Ausführungen der vorgenannte, diskrete Temperaturfühler verwendet. Da die Wärmeübertragung hauptsächlich indirekt durch Strahlungsaustausch erfolgt, ist der thermische Wirkungsgrad gering und somit der elektrische Leistungsbedarf bedeutend.

Zweck der vorliegenden Erfindung ist ein Detektor Konzept mit dem Ziel, die vorerwähnten Nachteile der ungenauen Temperaturfassung und -kontrolle bei piezoelektrischen Kontaminationsdetektoren zu vermeiden. Diese Aufgabe wurde so gelöst, dass mindestens der Messschwinger mit mindestens einem integrierten Dünnschicht-Temperaturfühler versehen ist. Durch die genaue Kenntnis der Kristalltemperatur wird eine elektronische oder numerische Korrektur des Temperatureinflusses auf die Schwingfrequenz ermöglicht. Damit besteht grundsätzlich die Möglichkeit, auf den Referenzschwinger zu verzichten; dies erfordert aber eine absolute Frequenzmessung, eine Forderung, die unter Laborbedingungen oft erfüllt werden kann. Falls auf den Referenzschwinger aus Gründen einer vereinfachten, weiteren Signalverarbeitung nicht verzichtet werden kann, ist durch die erfindungsgemäße Temperaturfassung die Möglichkeit gegeben, den Effekt der Schnittwinkeldifferenz und der Temperaturdifferenz zwischen Mess- und Referenzschwinger zu korrigieren.

Als weiteren Vorteil des erfindungsgemäßen Detektors besteht die Möglichkeit, den integrierten Temperaturfühler so auszubilden, dass er auch zur direkten Kristall-Ausheizung verwendbar ist, wodurch der thermische Wirkungsgrad verbessert und die aufzuwendende Heizleistung erniedrigt wird. Dazu sind widerstandsvergrößernde Geometrien, wie

Mäander-ähnliche Dünnschicht-Strukturen vorteilhaft. Es besteht auch die Möglichkeit, mindestens eine der Elektroden als Temperaturfühler und/oder Ausheizelement auszubilden.

5 Als Mess- und Referenzschwinger können alle geeigneten Materialien und Schnitte verwendet werden, bevorzugt werden aber für diese Anwendung AT- oder BT-Schnitt Quarzresonatoren und zwar wegen ihrer ökonomischen Herstellungsmethoden und weitverbreiteten Verwendung.

10 Als integrierte Dünnschicht-Temperaturfühler können Widerstandsfühler, Thermolemente, Halbleitersensoren benutzt werden, bevorzugt werden für diese Anwendung metallische Dünnschichten. Diese Dünnschichten können, ebenso wie die Elektroden, durch physikalische, chemische und elektrochemische Gas-, Flüssigkeits- oder Feststoffreaktionen aufgebracht werden, bevorzugt werden insbesondere Kathodenzerstäubung, Verdampfen oder elektrochemische Abscheidung.

Der erfindungsgemäße Detektor kann als Einkristall-Detektor, enthaltend als einzigen piezoelektrischen Schwinger den Messschwinger, als Zweikristall-Detektor, enthaltend den Messschwinger und den Referenzschwinger, sowie als Multikristall-Detektor für Spezialzwecke gebaut werden. Zudem sind verschiedene Ausführungsformen

25 möglich. Die Erfindung wird nachfolgend aufgrund eines Ausführungsbeispiels eines Zweikristall-Detektors erläutert:

Fig. 1: Schnittbild der Anordnung des Kontaminationsdetektors

Fig. 2: Aufsicht der Schwingquarz-Sensoren

Fig. 3: Montage der Schwingquarze

Figur 1 zeigt den Messquarz 1 und den Referenzquarz 2, die auf der Basisplatte 3 der Kühl-/Heizkammer 4 montiert sind; diese ist vom Detektorgehäuse 5 umschlossen. Der Referenzquarz 2 ist vom Messquarz 1 durch eine als Kontaminationsschild wirkende Trennwand 6 und von der Kontaminationsquelle durch ein wärmedurchlässiges optisches Fenster 7 getrennt. Dieses optische Fenster 7 kann auch in der Öffnung des Detektorgehäuses angebracht sein, wenn das Kontaminationsschild zum Kontaminationsschutz des Referenzquarzes genügt. Der Sichtwinkel von Mess- und Referenzquarz wird durch ihre Blendenöffnungen 8 und 9 in der Kühl-/Heizkammer 4 und im Detektorgehäuse 5 definiert. Die Kühl-/Heizkammer 4 wird mit einem thermoelektrischen Element 10 auf die Arbeitstemperatur gebracht, wobei der Montageflansch 11 als Wärmeableiter bei Kühlung ausgebildet ist. Die Quarzoszillator-Elektronik 12 ist unmittelbar unter dem Montageflansch 11 in einem thermisch separierbaren Gehäuse 13, nahe bei den beiden Schwingquarzen eingebaut. Über einen Durchgangsstecker 14 werden die elektrischen Signale dem Messsystem zugeführt.

Figur 2 zeigt eine mögliche Ausführung der Schwingquarze, bei dem zusätzlich zu den Elektroden 15 ein integrierter, Mäander-förmiger Temperaturfühler 16 aufgebracht ist.

Figur 3 zeigt die Montage der Schwingquarze innerhalb der Kühl-/Heizkammer 4. Beide Quarze sind einzeln über elektrisch isolierte Durchführungen 17 in der Basisplatte 3 montiert, wobei die Quarze selbst über eine elastische Aufhängung 18 an den Durchführungen 17 angelötet sind.

Um die Wärmeverluste, hervorgerufen durch den möglichen Temperaturunterschied zwischen der Kühl-/Heizkammer 4 und dem Detektorgehäuse 5 klein zu halten, sind die entsprechenden Flächen 19 durch einen Thermalanstrich oder -beschichtung mit geringer thermaloptischer Emission und hoher Reflexion im interessierenden Temperaturbereich

versehen. Dies gilt ebenfalls für Flächen, die direkten Wärmequellen, wie z.B. der Sonne ausgesetzt sind.

Da hingegen die Wärmeübertragung zwischen der Kühl-/Heizkammer 4 und den beiden Schwingquarzen 1 und 2 zur Erreichung eines niedrigen Leistungsbedarfs möglichst hoch sein soll, sind die inneren Flächen 20 der Kühl-/Heizkammer 4 durch einen Thermalanstrich oder -beschichtung so versehen, dass im interessierenden Temperaturbereich deren thermaloptische Emissions- und Absorptionswerte

möglichst nahe an Werte des Schwarzen Körpers kommen.

Abgesehen von den Weltraum-Anwendungen kann der erfindungsgemäße Detektor und seine Einzelteile auch zur Verbesserung von Detektoren für konventionelle Anwendungen verwendet werden, wie Aufwachraten-Monitore für die Beschichtungstechnologien, Aerosol-Partikel-Analysatoren für den Umweltschutz und Seismische Detektoren für die Erdbeben-Frühwarnung.

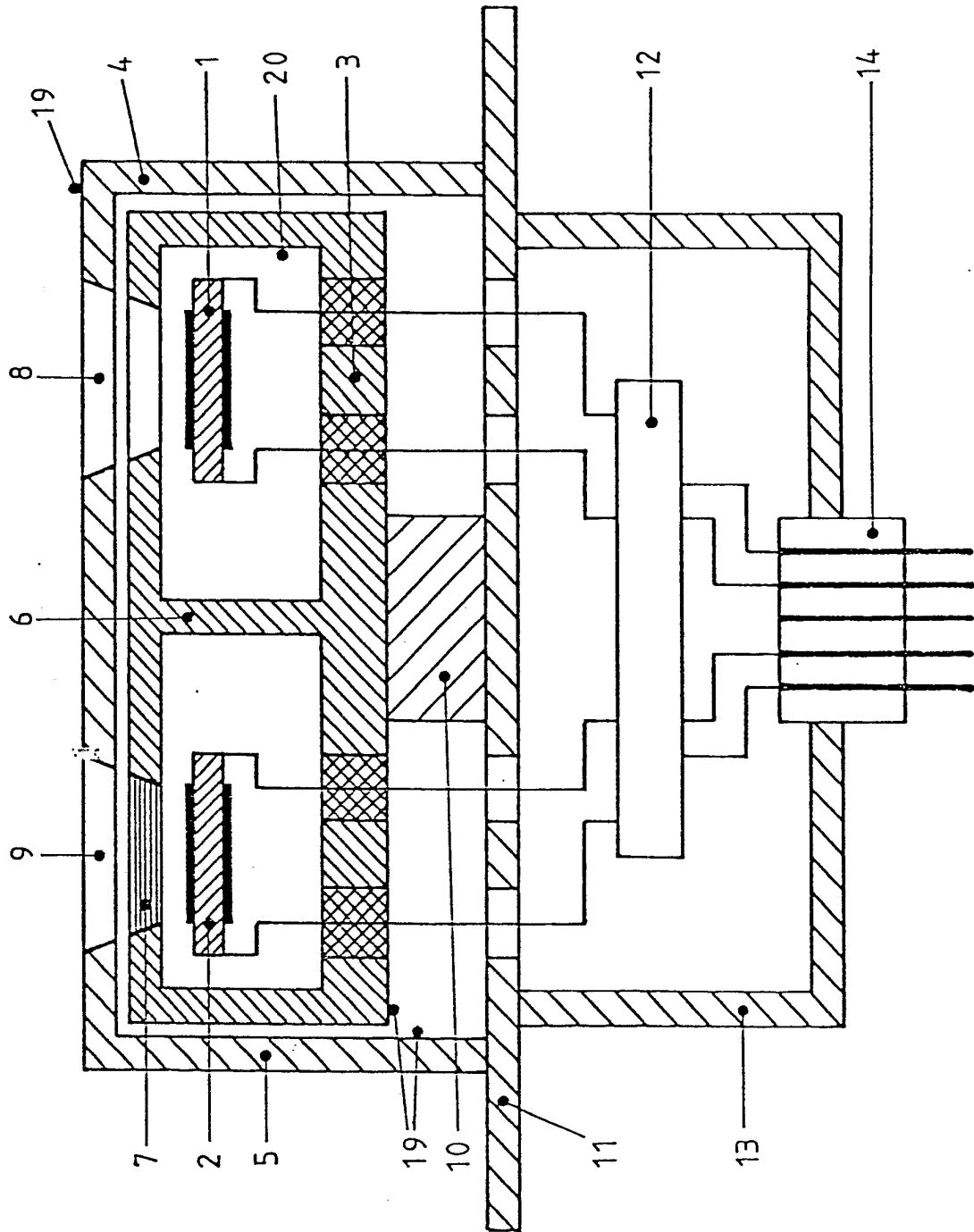


Fig.1 Schnittbild der Anordnung des Kontaminationsdetektors

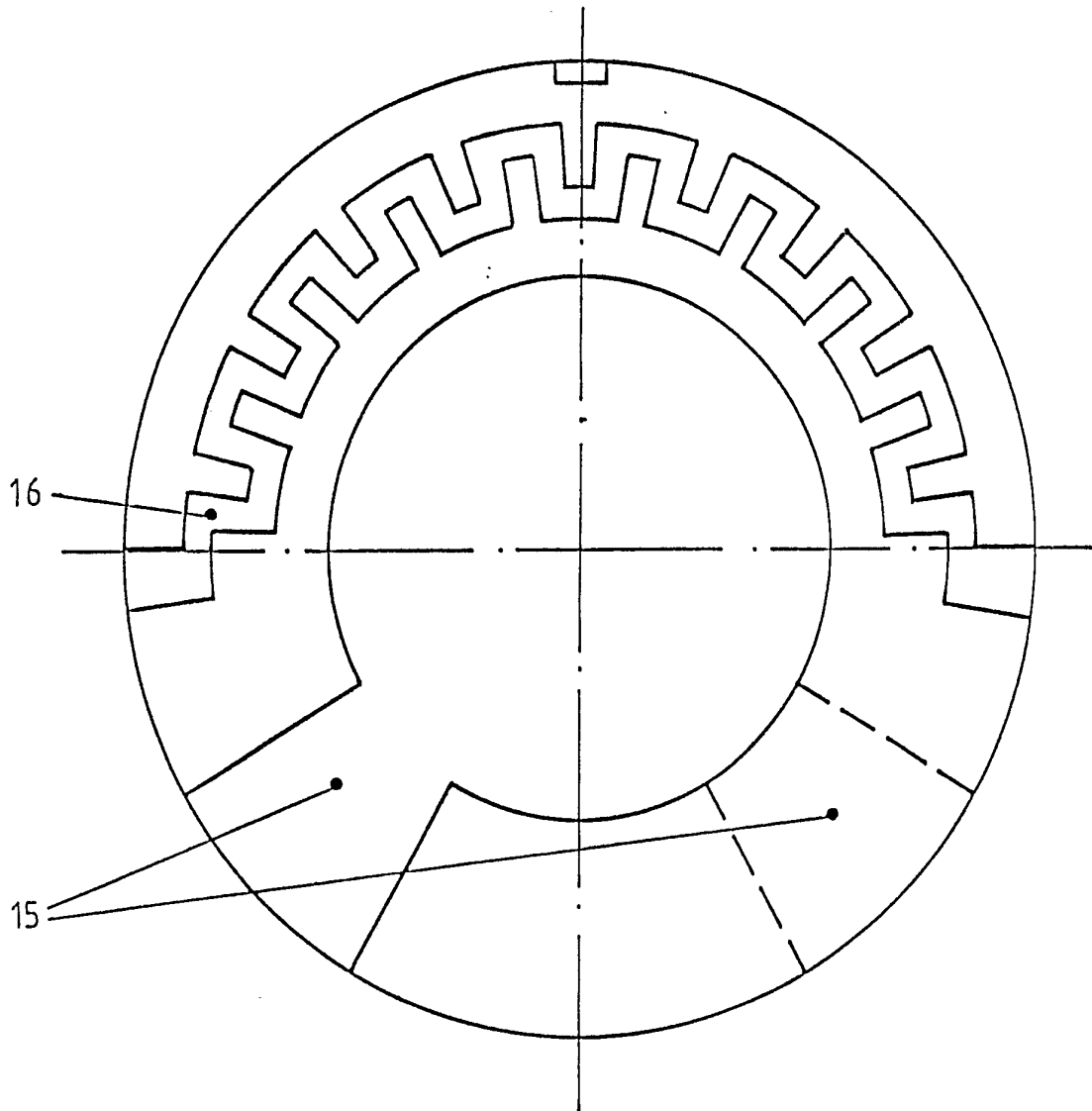


Fig. 2 Aufsicht der Schwingquarz - Sensoren

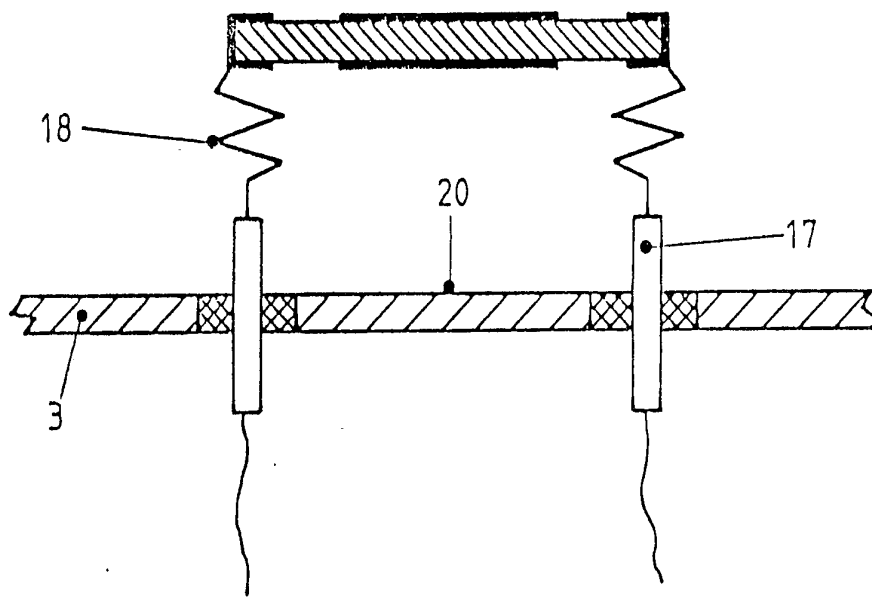


Fig. 3 Montage der Schwingquarze