

Erste Testmessungen der kondensierten Kryptonquelle für das KATRIN Experiment

von

Björn Hillen

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im

Institut für Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Westfälischen Wilhelms-Universität

Münster

im Januar 2007

Ich versichere, dass ich die Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt, sowie Zitate kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. Chr. Weinheimer

Korreferent: PD. Dr. K. Reygers

INHALTSVERZEICHNIS

1. <i>Einleitung</i>	7
1.1 Motivation	7
1.2 Geschichte des Neutrinos	7
1.3 wichtige Neutrinoexperimente	8
1.4 Bedeutung der absoluten Neutrinomasse für das Universum	9
2. <i>Das KATRIN Experiment</i>	13
2.1 Grundprinzip und allgemeiner Aufbau	13
2.2 Die Tritiumquelle und Transportsektion	16
2.3 Vorspektrometer	17
2.4 Hauptspektrometer	17
2.5 Detektor	19
2.6 Stabilität und Kalibration	19
2.6.1 ^{109}Cd	21
2.6.2 Am/Co	22
2.6.3 ^{83}Rb Festkörperquelle	22
2.6.4 Kondensierte Kryptonquelle	26
3. <i>Aufbau der kondensierten Kryptonquelle</i>	27
3.1 Das Gaseinlasssystem	27
3.2 Steuerung des Gaseinlasssystems	29
3.3 Das Kryosystem	31
3.4 Arbeitsweise der kondensierten Kryptonquelle	34
3.5 Mechanischer Aufbau des Kroysystems	35
3.6 Problem der kondensierten Kryptonquelle	38
4. <i>Charakterisierung der Kryptonquelle</i>	39
4.1 Gas in das Monitorvolumen einlassen	41
4.2 Filme auffrieren	41
4.3 Bestimmung der Filmdicke	43
4.4 Abkühl- und Auftauverhalten der Kryptonquelle	46
4.5 Steuerung und Überwachung des Gaseinlasssystems	48
4.6 Typische Ergebnisse	49

5. Untersuchung der ^{83m}Kr -Aktivität	54
5.1 Si PIN Diode mit Kühlfalle als Kryptondetektor	54
5.1.1 Typische Signale	57
5.1.2 Vorüberlegung	59
5.1.3 Eichung des Detektors	59
5.1.4 Bestimmung der ^{83}Rb Zählrate mittels Messung der ^{83m}Kr Konversi- onselektronen	62
5.1.5 Bestimmung der ^{83}Rb Zählrate mittels direkter Messung der γ -Aktivität mit einem hochauflösenden Ge-Detektor	68
5.1.6 Diskussion der Messungen zur Bestimmungen der Aktivität	73
5.2 Zählrate der Messungen zur Reproduzierbarkeit der Linienlage	74
5.2.1 Messung mit kontinuierlich auffrierendem Krypton	75
5.2.2 Messung mit einmalig aufgefrorenem Krypton	77
5.2.3 Messung mit heliumgespültem ^{83m}Kr	78
5.3 Messungen der Zählrate bei Auftauen bzw. Abkühlen des Kaltkopfes	79
5.3.1 Abkühlen des Kaltkopfes	79
5.3.2 Auftauen des Kaltkopfes	81
5.4 Zusammenfassung des Zählratenproblems	83
6. Zusammenfassung und Ausblick	84
Anhang	85
A. Verkabelung des Gaseinlasssystems	86
B. Raumwinkelsimulation: Flussdiagramm + Quellcode	90
C. Neuer Kryptonzugang	94
D. Kryptonquelle auf Hochspannung legen	96
E. Das „Gesamtprogramm.vi“	98
F. Formel zu Saugvermögen	99

1. EINLEITUNG

1.1 Motivation

In dieser Diplomarbeit wird ein Teil der Daten der kondensierten Kryptonquelle, welche zum KATRIN Experiment gehört, untersucht. Das Ziel des KATRIN Experiment ist die Bestimmung der Masse des Elektron-Antineutrino $\bar{\nu}_e$. Deshalb stellt sich die Frage, was ein Neutrino ist und wieso es mit einem so immensen Aufwand erforscht wird. Denn alle Neutrinoexperimente haben eine Gemeinsamkeit: Da das Neutrino nur einen winzigen Wechselwirkungsquerschnitt z.B. für $\bar{\nu}_e + p \rightarrow n + e^+$ bei $E_\nu \approx MeV$ von ca. $\sigma = 10^{-43} cm^2$ hat, sind alle Versuche, die sich mit der Erforschung des Neutrinos befassen, sehr komplex und aufwändig.

Zum Nachweis einer Reaktion eines Neutrinos mit normaler Materie, kann man, sofern sich der Detektor im Wasser oder im Eis befindet, das Čerenkovlicht eines Myons messen, das bei einer solchen Reaktion entsteht. Aber aufgrund des geringen Wechselwirkungsquerschnitts muss der Detektor nun einerseits riesig sein - AMANDA am Südpol z.B. hat ein Volumen von 5 Millionen m^3 -, andererseits muss der Untergrund extrem klein sein wegen der geringen Zählrate.

1.2 Geschichte des Neutrinos

Einen der ersten wichtigen Hinweise auf die Existenz des Neutrinos lieferten 1914 Chadwick und Geiger. Sie fanden heraus, dass das β -Spektrum kontinuierlich ist. Dies war recht unerwartet und stand im Gegensatz zum bereits bekannten α -Spektrum, welches nur ein schmales lorentzförmiges Maximum besitzt. Unter der Annahme einer 2 Körper Reaktion schien es so, als ob das Energieerhaltungsgesetz verletzt ist.

Einen Ausweg aus diesem Dilemma fand erst Wolfgang Pauli 1930 mit Hilfe eines 3 Körper Zerfalls. Er postulierte ein bisher noch unentdecktes, leichtes Teilchen mit dem Spin $1/2$, das die fehlende Energie in Form von kinetischer Energie mit sich fort trägt [Pau61]. Dabei gab er dem Teilchen interessanterweise den vorläufigen Namen Neutron, da zum einen das Teilchen elektrisch neutral war und zum zweiten das heutige Neutron noch unbekannt war, es wurde erst 1932 von Chadwick entdeckt.

Drei Jahre nach Paulis Postulat formulierte dann erstmals Enrico Fermi eine mathematische Theorie des β -Zerfalls mit dem nun Neutrino (=“kleines Neutron“) genannten Teilchen. Diese Theorie musste im nächsten Schritt durch den Nachweis des Neutrinos verifiziert werden.

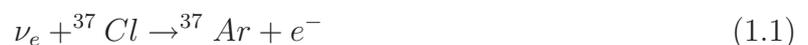
Dazu kam es erst 23 Jahre später im Jahre 1956. Auf Grund der geringen Wechselwir-

kungswahrscheinlichkeit braucht man extrem starke Neutrinoquellen. Diese wurde erst in den späten 40ern durch Kernreaktoren zur Verfügung gestellt. Clyde Cowan und Frederick Reines benutzen dazu die vom Savannah River Reaktor erzeugten Neutrinos [Rei56, Rei59]. Diese durchquerten eine 11m dicke Bleiabschirmung mühelos und konnten dahinter im Detektor ein Signal auslösen. Dazu wäre kein anderes bekanntes Teilchen in der Lage gewesen. Cowan und Reines berechneten einen erstaunlich kleinen Wechselwirkungsquerschnitt von nur $\sigma = (1, 1 \pm 0, 3) \cdot 10^{-47} m^2 = (1, 1 \pm 0, 3) \cdot 10^{-7} pb$. Heute ist das leicht zu verstehen, da Neutrinos nur über die schwache Wechselwirkung mit anderer Materie wechselwirken, die Austauschteilchen Z^0, W^+, W^- jedoch mit einer Masse von $m_{Z^0} = 91 GeV$ bzw. $m_W = 80, 4 GeV$ sehr schwer sind. Aufgrund der Unschärferelation nimmt bei zunehmender Masse der Austauschteilchen die Reichweite der Wechselwirkung ab. Damit waren aber noch lange nicht alle Fragen geklärt.

Beispielsweise wurde 1962 die zweite Neutrinoart, das Myonneutrino ν_μ , und 1978 die dritte, das Tauneutrino ν_τ entdeckt. Es gibt seit 1989 einige starke Hinweise, dass es keine weiteren Neutrinoarten gibt, zumindest keine leichten. Dies wurde durch eine Messung der Zerfallsgeschwindigkeit des Z-Bosons verifiziert: Es kann über verschiedene Zerfallskanäle, z.B. auch in Neutrinos zerfallen, vorausgesetzt das entsprechende Neutrino ist leichter als das Z-Boson Z^0 mit seiner Masse von $m_{Z^0} = 91, 187 GeV$. In der theoretischen Beschreibung, dem Standardmodell der Elementarteilchenphysik, bilden die Neutrinos drei Familien (e, μ, τ) mit den zugehörigen geladenen Leptonen, der eine Familienquantenzahl zugeordnet werden kann. Diese Familienquantenzahl ist eine Erhaltungsgröße, die nur bei der Neutrinooszillation und womöglich beim neutrinolosen Doppelbetazerfall verletzt wird. Der neutrinolose Doppelbetazerfall wurde im Heidelberg-Moskau-Experiment beobachtet, muss jedoch in einem weiteren Experiment verifiziert werden, weil die Ergebnisse dieses Versuchs noch kontrovers gedeutet werden [Kla04].

1.3 wichtige Neutrinoexperimente

Kernreaktoren sind jedoch nicht die einzige bekannte Neutrinoquelle. Ray Davis war einer der ersten, der sich seit den 60ern intensiv mit der Erforschung der solaren Neutrinos, den Neutrinos der Sonne, befasste [Dav55]. Sein Detektor besteht aus einem riesigen mit 615 Tonnen Perchlorethylen (C_2Cl_4) gefüllten Tank, der in der amerikanischen Homestake Mine aufgebaut ist. Dort reagieren die Neutrinos mit den Chloratomen (1.1):



Alle 2 Monate werden dann die einzelnen Argonatome aus dem Tank extrahiert. Deren Zerfall kann dann nachgewiesen werden. Nach einer Messzeit von 24 Jahren wurden gerade mal 875 Ereignisse detektiert. Das waren deutlich weniger als vom Sonnenmodell vorhergesagt [Bah76]. Da ein Fehler am Experiment ausgeschlossen werden konnte, war dies der erste Hinweis auf eine Neutrinooszillation. Allerdings mussten erst weitere Experimente folgen, bevor die Neutrinooszillation eindeutig bewiesen werden konnte. Ray Davis erhielt für seine Arbeit im Jahr 2002 den Physiknobelpreis.

Das Problem brachte Masatoshi Koshiba auf die Idee mit seinem Kamioka Experiment, das gebaut worden war, um den Protonenzerfall mittels Čerenkovstrahlung zu beobachten, Neutrinos nachzuweisen. 1986 konnte Koshiba dann Ray Davis Beobachtung der fehlenden Neutrinos bestätigen. Ein Jahr später gelang ihm der erste Nachweis einer kosmischen Neutrinoquelle. Die Supernova SN-1987A [Sch97] sandte etwa 10^{57} Neutrinos aus. Von dieser unvorstellbar großen Anzahl konnten auf der Erde 19 Teilchen eindeutig nachgewiesen werden, die meisten in der Kamioka Mine, einige wenige vom IMB Experiment in Cleveland. Durch die Annahme, dass alle Neutrinos gleichzeitig emittiert wurden und dass die energiereichen Neutrinos früher auf der Erde ankommen als die energiearmen, gelang die Berechnung einer Obergrenze für die Neutrinomasse [PDG04]:

$$m(\bar{\nu}_e) \leq 5,7 eV \quad (1.2)$$

Eine weitere wichtige Entdeckung gelang am Nachfolgeexperiment Superkamiokande. 1998 wurde die Neutrinooszillation bestätigt, die sich schon in Davis' Experiment angedeutet hatte. Neutrinooszillation bedeutet, dass sich z.B. ein Elektronneutrino in ein Myonneutrino umwandeln kann. Das ist allerdings nur möglich, wenn beide Neutrinos unterschiedliche Masse haben. Somit existiert wenigstens ein Neutrino mit einer von null verschiedenen Masse. Desweiteren müssen die Mischungswinkel Θ zwischen den Neutrinoeigenzuständen der schwachen Wechselwirkung (ν_e, ν_μ, ν_τ) und den Neutrinoeigenzuständen der Masse (ν_1, ν_2, ν_3) ungleich null sein:

$$P(\nu_i \rightarrow \nu_j) = \sin^2(\Theta) \sin^2\left(\frac{\Delta m^2 L}{4E}\right) \quad (1.3)$$

In dieser Gleichung gilt: $\Delta m^2 = m_2^2 - m_1^2$. L ist dabei die zurückgelegte Strecke und E die Energie des Neutrinos. Die Formel gibt also an, mit welcher Wahrscheinlichkeit $P(\nu_i \rightarrow \nu_j)$ ein bestimmtes Neutrino nach einer Strecke L zu einer anderen Neutrinoart geworden ist.

Die Neutrinooszillation lässt nur Rückschlüsse über die Unterschiede zwischen zwei Neutrinoarten zu, allerdings erhält man keine Aussage zur absoluten Neutrinomasse.

1.4 Bedeutung der absoluten Neutrinomasse für das Universum

Auf der waagerechten Achse in Abbildung 1.1 ist die Masse des leichtesten Neutrino-Masse-eigenzustand angegeben. Die senkrechten Achse zeigt die Summe aller drei Neutrinomassen. Es gibt zwei Extremfälle: Sollte die Masse des leichtesten Neutrinos nahe bei 0 liegen, so ist das Massenspektrum hierarchisch. Die Unterschiede zwischen zwei Arten sind also größer als die Masse selbst. Im Falle einer großen Masse des leichtesten Neutrinos spielt der Massenunterschied nicht mehr die dominierende Rolle und das Massenspektrum ist degeneriert. Zu beachten ist der Unterschiede zwischen Neutrinoeigenzustand (ν_e, ν_μ, ν_τ) und dem Neutrinomassenzustand (ν_1, ν_2, ν_3). Die Neutrinomasse besteht im allgemeinen aus einer Mischung aller Masseneigenzustände. Die typische Notation ist in Gleichung 1.4 gegeben.

$$m(\nu_e) = \left(\sum_{i=1}^3 |U_{ei}|^2 m(\nu_i)^2 \right)^{1/2} \quad (1.4)$$

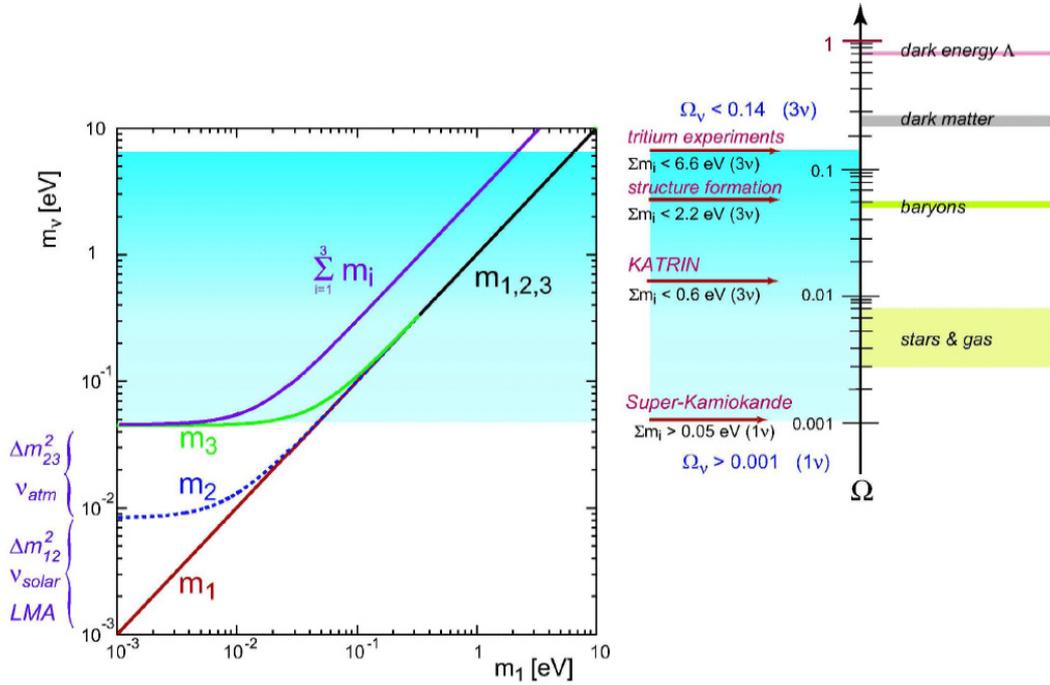


Abb. 1.1: **absolute Massenskala der Neutrinos.** Mit dem Wissen der absoluten Neutrinomasse des leichtesten Neutrinos kann man sagen, ob die Neutrinos in einem hierarchischen oder einem degenerierten Spektrum vorliegen. Des weiteren lässt sich mit der absoluten Masse die Relevanz des Neutrinos für die Massenverteilung im Universum und damit für die Galaxieentstehung abschätzen.

Dabei ist U_{ei} eine 3x3 Mischungsmatrix, die angibt, welchen Beitrag die einzelnen Masseneigenzustände zur Neutrinomasse liefern. Auf dem rechten Teil der Graphik ist der Einfluss der verschiedenen Massen auf die Massenverteilung im Universum zu sehen. Aufgrund der unglaublich großen Anzahl von Neutrinos im Universum (10^9 mal mehr als Baryonen) können sie auch bei ihrer geringen Masse 1%-15% des Energieinhalts Ω des Univerums ausmachen. Den größte Anteil macht die dunkle Energie ($\Omega_\Lambda \approx 73\%$) und die dunkle Materie ($\Omega_{dm} \approx 23\%$) aus. Das Neutrino hat demnach einen nicht zu unterschätzenden Einfluss auf die Struktur im Universum. Deshalb wird auch versucht den absoluten Wert der Neutrinomasse zu bestimmen. Eine indirekte Methode ist, die Daten der Himmelmusterung WMAP und SDSS die Neutrinomasse zu Grunde zulegen. Diese Vorgehensweise hat den Nachteil, dass der berechnete Wert immer stark vom zugrunde liegenden Modell abhängt.

Der neutrinolose Doppelbetazerfall ($0\nu\beta\beta$ -Zerfall), sofern er existiert, kann ebenfalls die absolute Neutrinomasse liefern. Beim normalen Doppelbetazerfall entstehen zwei Neutrinos. Handelt es sich beim Neutrino um ein Majorana-Teilchen, also einem Teilchen, das sein eigenes Antiteilchen ist, so besteht die Möglichkeit, dass sich die beiden Neutrinos des Doppelbetazerfalls annihilieren. Sollte das Neutrino ein Majorana-Teilchen sein, so hat es auch eine Masse. Im Heidelberg-Moskau-Experiment wurde unter anderem versucht diese zu be-

stimmen. Nach einer Messzeit von mehr als 10 Jahren wurde in der Auswertung ([Kla04]) ein Signal mit rund 29 Ereignissen und einer Signifikanz von $4,2\sigma$ gefunden. Die Masse des Neutrinos lässt sich damit auf $m_\nu = 0,43 \pm 0,17 eV/c^2$ mit 90% C.F. festlegen. Zur Zeit ist nicht die gesamte Fachwelt von den Ergebnissen überzeugt, da es noch ungeklärte Signale im gemessenen Spektrum gibt, die nur einige 10 keV neben den ausgewerteten liegen.

Eine direkte Methode zur Untersuchung der Neutrinomasse ist die präzise Vermessung des β -Spektrums am Endpunkt. Das ist auch die Grundidee des KATRIN Experiments. Die beiden Vorgängerexperimente sind das Mainzer bzw. das Troitsker Experiment. Durch die Messung des Tritiumzerfalls haben beide eine Obergrenze für die Neutrinomasse von $m_\nu \leq 2,2 eV/c^2$ festgelegt. Diese Grenze ist derzeit die weltbeste direkte Bestimmung der Neutrinomasse in einem Laborexperiment. Viele Mitarbeiter der beiden Experimente sind nun mit ihrem Wissen und ihrer Erfahrung glücklicherweise Mitglieder der KATRIN Kollaboration. Die andere wichtige Eigenschaft des Mainzer Spektrometers ist die Tatsache, dass es später im KATRIN Aufbau als Monitorspektrometer zur Überwachung der Stabilität der Hochspannung weiterarbeiten kann.

Im KATRIN Experiment wird der Endpunkt des β -Spektrums von Tritium hochpräzise mittels eines elektrostatischen Retardierungsspektrometers vermessen. Dabei muss die am Spektrometer angelegte Hochspannung über mehrere Jahre bis auf wenige ppm stabil bleiben. Um diese Stabilität zu gewährleisten, werden zwei Arten der Überwachung benutzt.

Ein Hochspannungsteiler teilt die Hochspannung mit einem sehr präzisen Teilverhältnis in den Bereich 0V-10V und vergleicht sie mit einem 10V Standard. Zusätzlich gibt es ein Monitorspektrometer mit zugehöriger Kalibrationsquelle, das auf einem natürlichen Standard basiert und somit keinen Alterungseffekten wie die Widerstände im Spannungsteiler unterliegt. Eine der aussichtsreichsten Kalibrationsquellen ist die kondensierte Kryptonquelle (CKrS). Sie benutzt als atomaren/nuklearen Standard die K32-Konversionselektronen von ^{83m}Kr . Diese Diplomarbeit beschreibt die Eigenschaften, den technischen Aufbau und einige Testmessungen der kondensierten Kryptonquelle.

Gliederung der Arbeit:

Kapitel 2: Vorstellung des KATRIN Experiments. Dazu gehört sowohl das grundlegende Prinzip der Messung als auch eine kurze Beschreibung der einzelnen Teile des Experiments. Insbesondere wird dabei auf die Bedeutung der Kalibration und der kondensierten Kryptonquelle für das KATRIN Experiment eingegangen.

Kapitel 3: In diesem Kapitel werden Aufbau und Prinzip der Kryptonquelle beschrieben. Es werden ebenfalls alle eingesetzten Pumpen und Messgeräte beschrieben.

Kapitel 4: Die wichtigste Anwendung der Kryptonquelle ist das Auffrieren eines radioaktiven Films. Bei seiner Herstellung sollten mehrere Dinge beachtet werden. Die einzelnen Schritte können in diesem Kapitel nachgelesen werden. Außerdem sind noch einige Diagramme mit typischen Verhalten der Kryptonquelle zu finden.

Kapitel 5: Es wurden bereits zwei Messphasen mit der Kryptonquelle durchgeführt. Während dieser Messungen trat das Problem einer zu geringen Zählrate auf. In Kapitel 5 sollen die Ursachen hierfür untersucht und die geplanten Lösungen besprochen werden.

Anhang: Hier sind noch einige interessante und nützliche Informationen und Tabellen zusammengefasst, die im Laufe der Zeit entstanden sind.

2. DAS KATRIN EXPERIMENT

Das KATRIN Experiment soll die Obergrenze der Neutrinomasse nach 3 Jahren Messzeit mit 95% C.L. auf $m_\nu = 0,2eV$ verbessern. Bei einer Masse von $m_\nu = 0,3eV$ ist ein Nachweis mit einer Signifikanz von 3σ möglich, bei $m_\nu = 0,35eV$ von 5σ .

2.1 Grundprinzip und allgemeiner Aufbau

Die Grundidee des KATRIN Experiments zur Bestimmung der absoluten Neutrinomasse ist die Untersuchung des β -Zerfalls von Tritium (Gl. 2.1):



Tritium hat eine Halbwertszeit von $t_{1/2} = 12,3a$ und sendet bei seinem β -Zerfall ein Elektron und ein Anti-Elektronneutrino aus. Das Neutrino kann im KATRIN Experiment nicht direkt nachgewiesen werden. Weiter oben wurde bereits erwähnt, dass dafür riesige Detektoren nötig sind. Allerdings ist der Einfluss des Neutrinos auf das Elektron bzw. das β -Spektrum (siehe Abbildung 2.2) sehr wohl messbar.

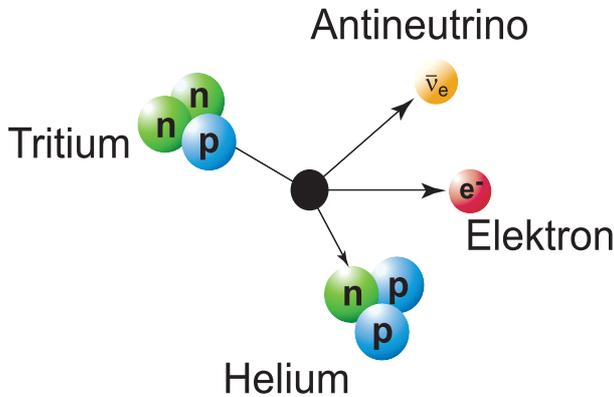
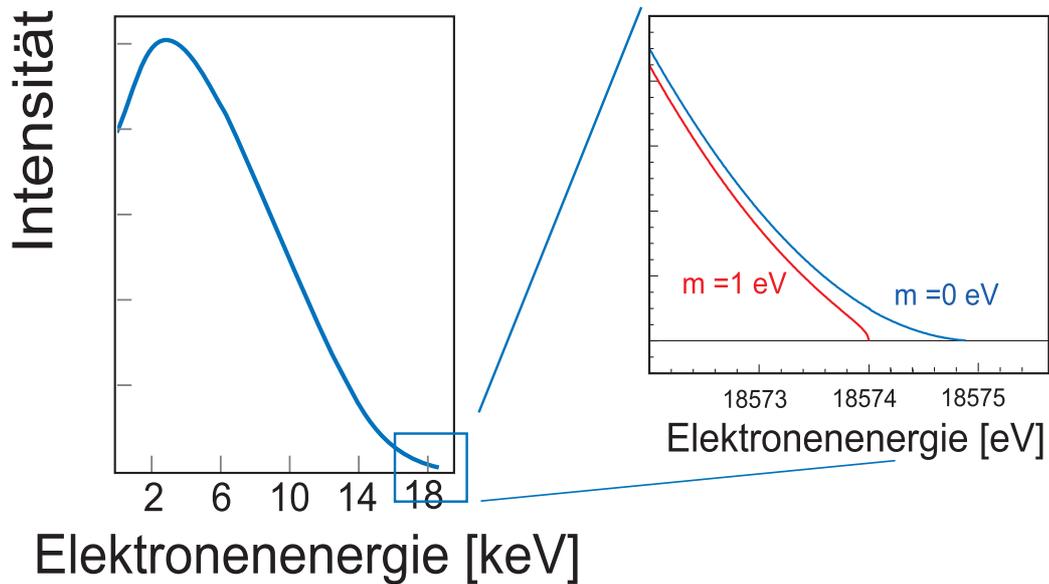


Abb. 2.1: β -Zerfall eines Neutrons im Tritiummolekül. Ein Neutron wandelt sich unter Aussendung eines Elektrons und eines Elektron-Antineutrinos in ein Proton um.

$$\frac{dN}{dE} = C * F(Z, E) p(E + m_e c^2) (E_0 - E) \sqrt{[(E_0 - E)^2 - m_\nu^2]} \Theta(E_0 - E - m_\nu) \quad (2.2)$$

Ein typisches β -Spektrum nähert sich in der Theorie (siehe Gl. 2.2) quadratisch dem Nullpunkt an. Ob das Neutrino nun eine Masse hat oder nicht beeinflusst die Form des

Die Gleichung für ein β -Spektrum ist in Gl. 2.2 [Kra05] gegeben. Darin ist $C = \frac{G_F^2}{2\pi} \cos^2 \theta_c |M|^2$ ein für die Neutrinomasse uninteressanter Faktor, der die Fermi Konstante G_F , den Cabibbo Winkel θ_c und das Kernmatrixelement M enthält. Auch die Fermifunktion $F(Z, E)$ ist unabhängig von der Masse des Neutrinos. Θ ist die Stufenfunktion, sie sorgt in der Gleichung für die Energieerhaltung. E ist die kinetische Energie des Elektrons, m_e sein Masse, p sein Impuls und E_0 ist die maximal mögliche Energie des Elektrons bei einem masselosen Neutrino, m_ν schließlich ist die Masse des Neutrinos.

Abb. 2.2: β -Zerfall

Spektrums praktisch überhaupt nicht. Nur bei den größten β -Energien gibt es einen Unterschied wie in Abbildung 2.2 zu sehen ist. In diesem Beispiel mit einer Neutrinomasse von 1eV endet das Spektrum 1eV früher. Der Endpunkt des Spektrums ist jedoch nicht so genau bekannt, das man diesen Wert zu einer Aussage über die Neutrinomasse benutzen könnte. Einzig die Form der Kurve wird die Neutrinomasse bzw. ein neue Obergrenze festlegen.

Um eine möglichst große Zählrate im gewünschten Bereich des Endpunktes zu erreichen, sollte die Energie des Endpunktes E_0 möglichst niedrig sein (Die Funktion fällt mit $(E - E_0)^2$, siehe β -Spektrum Gl. 2.2). Das war einer der Gründe, weshalb Tritium gewählt wurde, seine Endpunktennergie ist die zweit niedrigste aller β -Quellen. ^{187}Re hat zwar eine noch niedrigere Endpunktsenergie, die Halbwertszeit beträgt jedoch $t_{1/2} = 5 \cdot 10^{10} a$. Deshalb erreicht Tritium mit $t_{1/2} = 12,3 a$ Halbwertszeit die höhere spezifische Zählrate in der Region um den Endpunkt herum. Ein weiterer Vorteil von Tritium ist die kleine Kernladungszahl Z . Dadurch ist die Elektronenstruktur sehr einfach. Das macht die Fermifunktion $F(Z, E)$ kleiner, die die Wechselwirkung zwischen abgestrahltem Elektron und Quelle berücksichtigt. Zum anderen ist die inelastische Streuung der β -Elektronen mit dem Quellenmaterial besonders klein.

Um den Endpunkt des Spektrums zu vermessen, ist zu bedenken, dass es keinen Detektor mit der benötigten Energieauflösung im eV Bereich gibt. Darum kommt eine andere Technik zum Einsatz. Wie auch schon beim Mainzer und Troitsker Experiment ist der zentrale Bestandteil des Experiments ein MAC-E-Filter (=magnetic adiabatic collimation combined with electrostatic Filter) [Pic90][Lob85a][Lob85b][Bea80]. Dieser ermöglicht eine Umwandlung der radialen Bewegungsenergie der Elektronen in longitudinale Bewegungsenergie (siehe

Abbildung 2.3). In diesem Zustand ist es möglich eine Gegenspannung U_0 an die zentralen Elektroden anzulegen und die Elektronen mit zu geringer kinetischer Energie ($E_e < U_0e$) zu reflektieren. Auf diese Art ist die Transmissionsfunktion praktisch eine Stufenfunktion: Bei einer angelegten Spannung von $U_{\text{zentral}} = -18,600$ kV werden negativ geladene Teilchen mit einer Energie von $E_e = 18,599$ keV geblockt, Teilchen mit $E_e = 18,601$ keV werden durchgelassen. Beim KATRIN Experiment werden z.B. von 15V unterhalb bis 15V oberhalb des Tritiumendpunkts in 1V Schritten einzelne Messungen der Zählrate durchgeführt werden. Diese Messungen zeigen nur den hochenergetischen Teil des β -Spektrums. Bei genügend hoher Statistik sollte dann eine Anpassung der Kurve um den Endpunkt herum möglich sein.

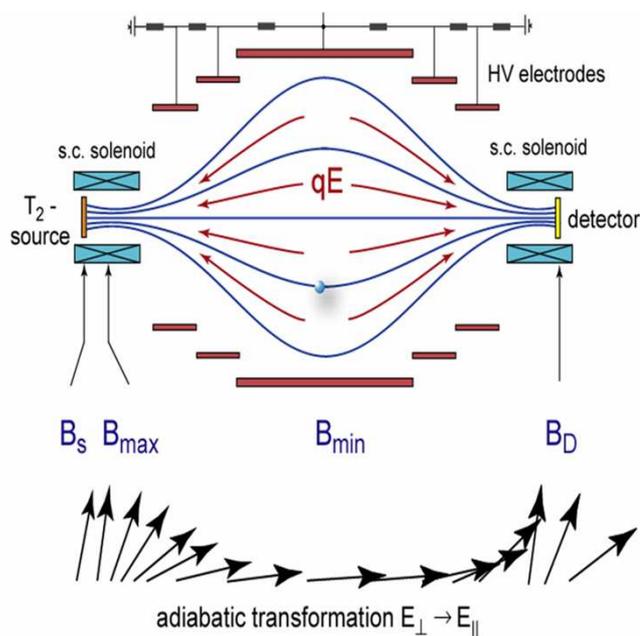


Abb. 2.3: Prinzip eines MAC-E-Filters[KDR04]
 messer von $d=9,8$ m und eine Länge von $l=23,3$ m.

Der Untergrund spielt in diesem Experiment, wie auch bei den Vorgängerexperimenten, eine entscheidende Rolle, da das Signal eine sehr niedrige Zählrate hat. Das letzte eV des β -Spektrum beinhaltet z.B. nur den 10^{-13} ten Teil der gesamten Zerfälle. Jedes aus der Tankwand geschlagene Elektron könnte durch die Felder innerhalb des Spektrometers zum Detektor hin beschleunigt werden und dort fälschlicherweise als Elektron aus dem β -Spektrum nachgewiesen werden. Diese Untergrundelektronen werden durch Myonen aus der kosmische Strahlung erzeugt. Da das Experiment in keinem Untergrundlabor steht, wurde eine andere Idee entwickelt, um den Untergrund zu minimieren. Durch innen eingebaute Drähte in 2 Lagen, die auf $U = -100$ V bzw. $U = -200$ V gegenüber der Tankwand liegen, können die an der Tankwand entstehenden Elektronen reflektiert werden. Als zweite Aufgabe kann diese Drahtelektrode auch die Penningfallen im Spektrometer leeren: Wie bei jeder Kombination von elektrischen und magnetischen Feldern gibt es unbeabsichtigte Potentialminima, in denen sich positiv geladene Teilchen ansammeln. Diese können im Laufe der Zeit Restgasatome ionisieren und so zur Erhöhung des Untergrundes beitragen. Deshalb soll in regelmäßigen Abständen die Drahtelektrode als elektrischer Dipol arbeiten, um die gespeicherten Teilchen

Ein kleiner Rest der radialen Energie bleibt noch erhalten, dieser hängt vom folgendem Verhältnis (Gl. 2.3) ab:

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{B_{\min}}{B_{\max}} \quad (2.3)$$

$B_{\min} \approx 3 \cdot 10^{-4} T$ ist die Stärke des Magnetfeldes in der Analysierebene (so wird die Mittelebene des Spektrometers mit dem höchsten Retardierungspotential genannt), B_{\max} die maximale Stärke auf dem Weg der β -Elektronen von der Tritiumquelle zur Analysierebene. Aber je kleiner das Verhältnis von B_{\min}/B_{\max} desto mehr weitet sich der magnetische Flusschlauch auf. Damit dieser noch komplett innerhalb des Spektrometers liegt, muss dieses um so größer sein. Das KATRIN Spektrometer hat einen Durch-

mit Hilfe der $E \times B$ -Drift zu entfernen.

Das KATRIN Experiment lässt sich in mehrere einzelne Teile unterteilen (siehe Abbildung 2.4), die im folgenden beschrieben werden:

1. Die Quell- und Transportsektion
2. Das Vorspektrometer
3. Das Hauptspektrometer
4. Der Detektor
5. Die Kalibration

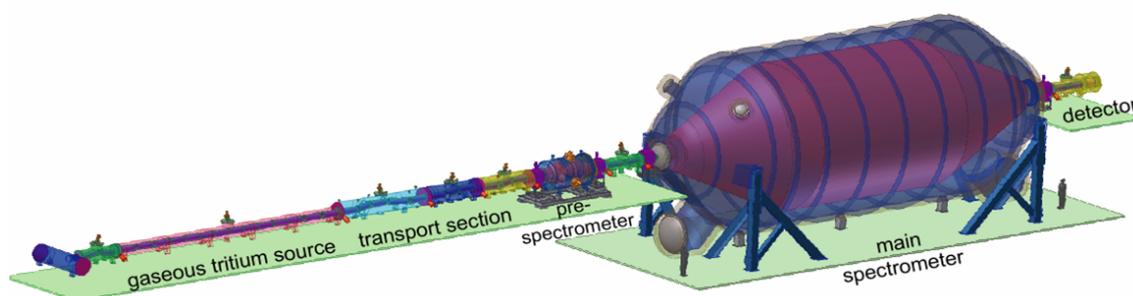


Abb. 2.4: Aufbau des KATRIN Experiments. Die Gesamtlänge des Aufbaus beträgt 70m. Das Experiment besteht aus einer gasförmigen fensterlosen Tritiumquelle, einer Transportsektion, die die Elektronen bis zum Vorspektrometer leitet. Dieses lässt nur die Elektronen mit den höchsten Energien (die letzten 100V des β -Spektrums) passieren. Das Hauptspektrometer vermisst schließlich den Endpunkt des β -Spektrums. Der Detektor detektiert die einzelnen Ereignisse. Nicht abgebildet in dieser Graphik ist das Monitorspektrometer, welches zur Überwachung der Hochspannungsstabilität dient.

2.2 Die Tritiumquelle und Transportsektion

Die Tritiumquelle, auch WGTS (= windowless gaseous tritium source) genannt, wird mit ca. 5 Ci Tritium pro Sekunde gespeist, das in einer Schleife wiederverwendet wird. Dies ist einer der Gründe, warum das Experiment am FZK (= Forschungszentrum Karlsruhe) aufgebaut wird. Dort hat man durch das Tritiumlabor Karlsruhe einzigartige Erfahrung mit Tritium und kann auch solch große Mengen zur Verfügung stellen. Das Tritium soll im Quellenbereich zerfallen, diesen aber nicht verlassen. Denn sollte das Tritium bis in den Spektrometertank gelangen und dort zerfallen, könnte das Elektron unter Umständen den Detektor treffen und

den Untergrund erhöhen oder viel schlimmer das Ergebnis verfälschen. Um dies auszuschließen soll der Partialdruck des Tritiums am Spektrometer auf unter $p_{T_2} = 10^{-20}$ mbar gefallen sein. Dazu trägt einmal die differentielle Pumpstrecke, ein Teil der Transportsektion, bei. Der Weg, den ein Elektron durch die Transportsektion nimmt, verläuft nicht geradlinig, sondern es gibt immer wieder Winkel. Die Elektronen werden durch Magnetfelder geführt, während das Tritium in den Ecken durch starke Turbopumpen abgepumpt wird. Magnetfelder eignen sich perfekt für diese Aufgabe, da sie zwar die Richtung, nicht aber die Energie eines geführten Teilchens ändern.

Der andere Teil der Transportsektion ist die kryogene Pumpstrecke (=CPS), in der das Tritium mittels Kryosorption an kondensiertem Argon-Frost auffriert. Dieser Bereich besteht aus zwei jeweils 4m langen Stahlrohren, die auf $T = 4\text{K}$ abgekühlt werden. Der dort aufgefrorene Argon-Frost bietet dem Tritium eine sehr große Oberfläche an. Alleine in diesem Bereich soll der Tritiumfluss um den Faktor 10^7 unterdrückt werden. Hierzu werden an dem Testaufbau TRAP (Tritium Argon frost pump) Versuche durchgeführt. Das Problem ist die beim β -Zerfall von T_2 deponierte Energie, sie führt zu Desorption des T_2 von der Wand. Durch viele dieser Prozesse hintereinander kann das Tritium die CPS überwinden. Erste Tests zeigen jedoch, dass die Migrationsgeschwindigkeit weniger als $v_{migration} = 8,3\text{cm/d}$ beträgt.

2.3 Vorspektrometer

Aufgrund der riesigen Menge an Tritium, das in der Quelle vorhanden ist, gelangt eine gigantische Anzahl von mehr als 10^{10} β -Teilchen pro Sekunde bis zum Vorspektrometer (Abb. 2.5(a) und 2.5(b)). Weil nur der letztes Teil des β -Spektrums, etwa 10^{-13} vom totalen Fluss, interessant sind, findet hier eine erste Filterung statt. Dazu wird das Vorspektrometer, ein kleiner MAC-E-Filter (Durchmesser $d=1,7\text{m}$), verwendet, dessen Retardierungsspannung in der Analysierebene etwa 100V unter der Endpunktenergie E_0 des β -Spektrums liegt. Dadurch verlassen nur noch etwa 1000 Elektronen/s das Vorspektrometer wieder. Der Druck im Spektrometer muss extrem niedrig sein, um Ionisierung des Restgases zu vermeiden. Sonst könnten die freigewordenen Elektronen indirekt über mehrstufige Prozesse bis zum Detektor gelangen und irrtümlich als Signal detektiert werden. Deshalb herrscht sowohl im Vor- als auch im Hauptspektrometer ein Druck von $p < 10^{-11}$ mbar.

2.4 Hauptspektrometer

Das Hauptspektrometer hat eine Gesamtlänge von mehr als 23m und einen Durchmesser von etwa 10m. Damit ist es derzeit der mit Abstand größte MAC-E-Filter der Welt und kann den Tritiumendpunkt mit einer Auflösung von nur 0,93eV vermessen. Der für die Tankwand verwendete Stahl ist besonders unmagnetisch und vakuumtauglich. In Abbildung 2.6 sieht man eine schematische Abbildung des Hauptspektrometers inklusive Drahtelektroden. Es werden etwa 42,8km Draht in den 240 Modulen verbraucht. Das sind 23.000 einzelne Drähte. Durch diese große Menge verdoppelt sich fast die Oberfläche des Tanks. Um dennoch das geforderte gute Vakuum zu erreichen, ist der Edeltank elektropoliert. Zusätzlich kann

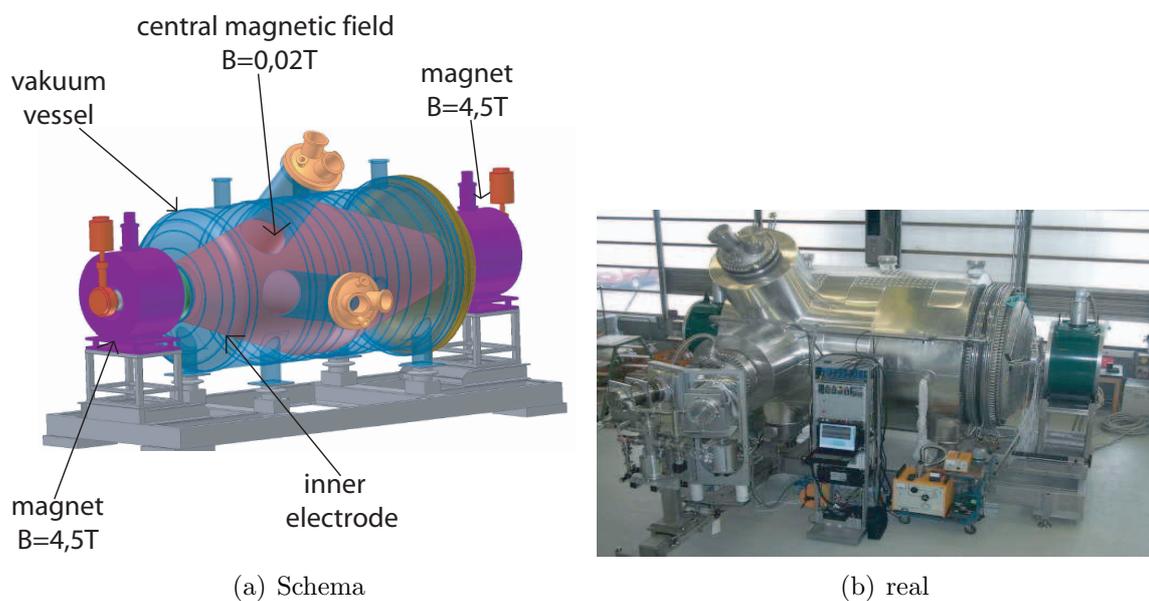


Abb. 2.5: **Das Vorspektrometer** filtert aus den etwa 10^{10} β -Teilchen, die pro Sekunde in das Vorspektrometer gelangen, die höchstenergetischsten heraus. Durch diese Filterung gelangen nur etwa 1000 β -Teilchen pro Sekunde bis zum Hauptspektrometer.

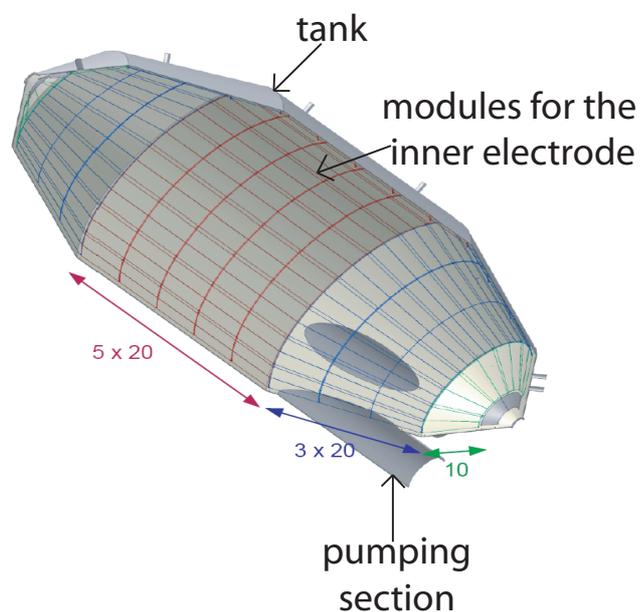


Abb. 2.6: Ein Schnitt durch das Hauptspektrometer zeigt die Drahtmodule. Es gibt zwei Pumpanschlüsse mit jeweils drei Turbopumpen.

das Spektrometer noch mit 350°C ausgeheizt werden. Pro 100 Grad Ausheizen sollte sich der Druck um eine Größenordnung verbessern.

2.5 Detektor

Nachdem die β -Teilchen durch den MAC-E-Filter selektiert wurden, gelangen sie zu einem hoch segmentierten Silizium-Detektor. In jedem Segment wird ein anderer Teil der Quelle abgebildet. Dies hat den Vorteil, dass man sich nur bestimmte Teile des Flussschlauchs anschauen kann oder bestimmte andere Teile ausblenden kann. Es besteht ebenso die Möglichkeit jeden Pixel (etwa 150 Stück) anders auszuwerten. Dafür gibt es verschiedene Gründe:

1. Das Potential unterscheidet sich über den ganzen Radius des Spektrometers in der Analysierebene um etwa $U = 1V$.
2. Ebenso unterscheidet sich auch das magnetische Feld um etwa $B = 350mG$ über den gesamten Radius.
3. Am Rand des Detektors wird der Untergrund eine größere Rolle spielen, da die meisten Untergrundereignisse in der Tankwand entstehen.
4. Es ist außerdem möglich, dass jeder Pixel mit einer anderen Effizienz arbeitet.

Um zu testen wie die einzelnen Pixel auszuwerten sind, soll in einem Testversuch eine Elektronenkanone bzw. die kondensierte Kryptonquelle (siehe nächstes Kapitel) direkt an das Spektrometer angeschlossen werden.

Um den Untergrund möglichst gering zu halten, beträgt die Schichtdicke des Detektors nur $300\mu m$, somit ist er kaum sensitiv auf γ -Teilchen bei $E=18,6keV$. Desweiteren ist die Totschicht mit $50nm$ extrem dünn, um so den Energieverlust zu minimieren und die Auflösung zu verbessern. Diese beträgt etwa $\sigma=1keV$ bei $E=18,6keV$.

2.6 Stabilität und Kalibration

In diesem Kapitel soll zunächst geklärt werden, welche Unsicherheiten es im KATRIN Experiment gibt und wie diese zu verstehen sind. Anschließend wird auf eine der Unsicherheiten, die Überwachung des Potentials in der Analysierebene, genauer eingegangen.

In Tabelle 2.1 sind alle angenommenen Unsicherheiten des KATRIN Experiments zusammengefasst. Sie verstehen sich dabei als Vorgaben, die nicht überschritten werden dürfen.

Alle Fehler zusammen ergeben eine maximale Unsicherheit von $0,035eV^2$. Damit lässt sich eine Obergrenze von $m_\nu < 0,2eV/c^2$ in der Masse des Neutrinos bestimmen. Sollte die Masse größer sein als $m_\nu = 0,3eV/c^2$, so kann sie mit mindestens 3σ nachgewiesen werden.

Für diese Diplomarbeit ist besonders der dritte Punkt aus Tabelle 2.1 interessant. Damit das Experiment mit der geforderten Auflösung durchgeführt werden kann, wird eine sehr stabile Spannungsversorgung benötigt. Denn es gilt der Zusammenhang zwischen unerkannter Fluktuation der Spannung σ und Verfälschung des Quadrats der Neutrinomasse [Rob88]:

Tab. 2.1: Zusammenfassung der systematischen Fehlerquellen im KATRIN Experiment

Fehlerquelle	Unsicherheit von m_ν^2 in eV^2
inelastische Streuung der Elektronen in der WGTS	0,007
Fluktuation der Quelldichte $< 0,1\%$	0,007
Überwachung des Potentials in der Analysierebene	0,007
Aufladung der Quelle durch Ionenrümpfe $Phi < 20mV$	0,007
Verteilung der Endzustände	0,007

$$\Delta m_\nu^2 = -2\sigma^2 \quad (2.4)$$

Sollten also unerkannte Fluktuationen auftreten, wird eine zu kleine Neutrinomasse bestimmt. Es ist nicht wichtig, die Spannung die ganze Messzeit über extrem genau zu halten, es reicht aus, wenn eine Spannungsschwankung detektiert wird. Simulationen und Gleichung 2.2 zeigen, dass eine zeitlich konstant falsche Spannung dagegen nur einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Messung hat [Kas03]. Die Überwachung der Stabilität der Hochspannung geschieht zusätzlich zu einem präzisen Hochspannungsteiler mit einer Ankopplung an einen natürlichen Standard. Beim KATRIN Experiment wird dies ein nuklearer/atomarer Standard sein, welcher die ganze Messphase über stabil bleiben soll.

Um das Ziel einer maximalen unentdeckten Fluktuation des Potentials von $0,007eV^2$ zu erreichen, bedarf es nach Gleichung 2.5 maximal einer Spannungsfluktuation von $\sigma = 60mV$. Bezogen auf die 18,6 kV in der Analysierebene entspricht das einer Genauigkeit von $\frac{0,06}{18575} = 3 \cdot 10^{-6}$! Diese Genauigkeit soll mit dem Aufbau aus Abb. 2.7 erreicht werden.

Zur Überwachung des angelegten Potentials im KATRIN Experiments wird das Mainzer Neutrinomassen Spektrometer verwendet. Es wird im folgenden als Monitorspektrometer bezeichnet. Wie in der Abbildung 2.7 zu erkennen ist, sind Hauptspektrometer und die Elektrode des Monitorspektrometer elektrisch miteinander verbunden, sie liegen deshalb auf dem gleichen Potential. Die Referenz, mit der die Spektrometerspannung verglichen wird, liefert die Kalibrationsquelle. Da der atomare Standard aber eine andere Energie hat als der Endpunkt des Tritium- β -Spektrums, müssen die Elektronen mit einer zusätzlichen Spannung beschleunigt werden. Man erhält dann in einer auf $3ppm \hat{=} 60meV$ genau bekannten Stelle im Spektrum eine Referenzlinie. Da diese Energie immer wieder an der gleichen Stelle im Spektrum liegt, kann man auf diese Art eine Verschiebung des Potentials feststellen. Mit der Kalibrationsquelle ist zwar keine absolute Eichung angestrebt, dies ist jedoch auch nicht unbedingt erforderlich. Eine relative Eichung, also eine Stabilität der Linienlage von 60meV, reicht für das KATRIN Experiment aus. Zusätzlich zur Kalibrationsquelle gibt es noch den Spannungsteiler. Dieser teilt die U=-18,6kV Hochspannung mit einem extrem stabilem Teilerverhältnis in den Bereich zwischen 0V und 10V. Dieser Wert ist ohne große Probleme, durch Vergleich mit einem 10V Standard auf die gewünschte Präzision zu bestimmen. Der Spannungsteiler alleine reicht nicht aus, da er womöglich Alterungseffekten unterliegt. Diese können nur durch eine erneute Kalibration in der PTB entdeckt und durch Neukalibration behoben werden. Darum wird es praktisch zwei völlig verschiedene Wege geben, um die Sta-

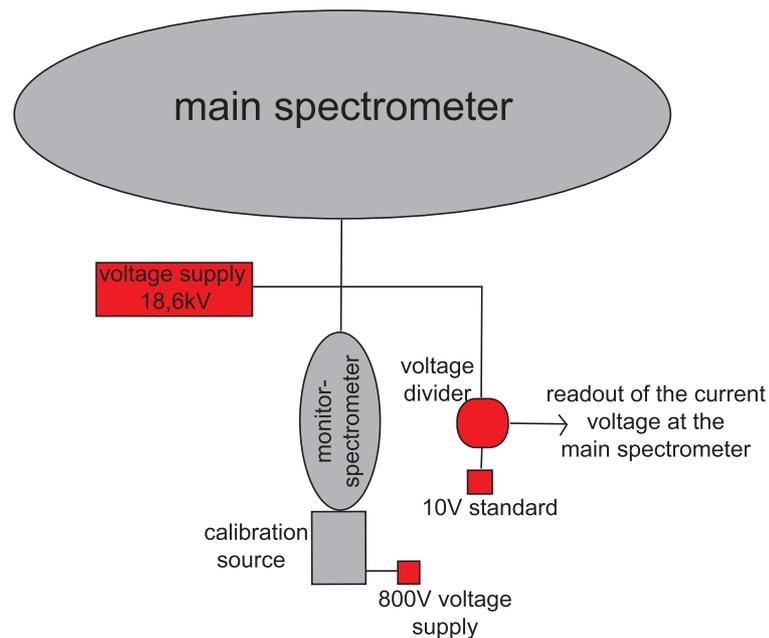


Abb. 2.7: Kalibration des KATRIN Experiments

bilität der Hochspannung zu gewährleisten. Den Spannungsteiler für kurze Zeiträume und die Kalibrationsquelle, die auf einem nuklearem/atomarem Standard beruht, für die gesamte Messzeit.

Die Anforderungen an die Kalibrationsquelle sind:

1. schmale Linienbreite
2. gute Reproduzierbarkeit der Linienlage
3. hohe Zählrate, um den statistischen Fehler klein zu halten
4. einfache Bedienung
5. Bei Quellen mit geringer Halbwertszeit: schnelle Herstellung eines radioaktiven Films, um die Messzeit zu verringern
6. Unter Umständen Einsatz direkt am Hauptspektrometer zur Bestimmung der Transmissionsfunktion des Spektrometers

Es stehen prinzipiell mehrere Quellen zur Verfügung:

2.6.1 ^{109}Cd

Bei dieser noch ungetesteten Quelle sollen Elektronen mit einer Energie von $E=18,5\text{keV}$ detektiert werden. Sie werden zu einem kleinen Prozentsatz als Auger-Elektronen emittiert, wenn sich ^{109}Cd durch Elektroneneinfang in ^{109}Ag umwandelt. Allerdings ist die Linienbreite

mit 11,2eV deutlich breiter als die aller anderen Quellen, was dann wiederum eine höhere Statistik/Zählrate erfordert und es ist noch ungeklärt, ob diese Quelle sich im Laufe der Zeit chemisch verändert.

2.6.2 Am/Co

Bei dieser Quelle befindet sich vor einem ^{241}Am -Festkörper eine dünne Co-Folie. Die vom Americium emittierten Photonen schlagen Elektronen aus der Kobalt-Folie heraus. Die Photoelektronen werden mit einer Energie von $E_{photo} = 18,635 \text{ keV}$ und einer Linienbreite von $\Gamma = 1,2\text{eV}$ aus der K Schale des Kobalts emittiert:

$$E_{photo} = E_{\gamma} - E_B - E_{rec} \quad (2.5)$$

Dabei ist E_{photo} die Energie der Photoelektronen, $E_{\gamma} = 26344,6 \pm 0,2\text{eV}$ [Hel00] die Energie der vom Americium emittierten Photonen, $E_B = 7708,78 \pm 0,02\text{eV}$ [Des03] die Bindungsenergie der Elektronen der K Schale und $E_{rec} < 0,2\text{eV}$ die Rückstoßenergie der Atome nach der Emission des Photoelektrons.

Der Vorteil einer solchen Quelle ist die Tatsache, dass man die ganze Messphase über in voller Stärke eine einzige Quelle benutzen kann, da ^{241}Am eine Halbwertszeit von $T_{1/2} = 432\text{a}$ hat. Allerdings hat diese Quelle einen großen Nachteil. Das Kobalt darf nur in einer ganz dünnen Schicht vorliegen, damit die Elektronen keine Energie beim Durchqueren des Festkörpers verlieren. Durch diese Einschränkung fällt die Zählrate sehr gering aus. Die Prager Kalibrationsgruppe hat diese Quelle am Mainzer Spektrometer getestet [Kas03]. Sie erzielten eine Zählrate von 2 Ereignisse/s auf einem Untergrund von ca. 9 Ereignisse/s. Das erfordert eine Messzeit von einigen Stunden pro Messung. Erst dann erhält man genug Statistik, um zu testen, ob der Spannungsteiler „gewandert“ ist. Bisher ist die Langzeitstabilität der Quelle noch unbekannt.

2.6.3 ^{83}Rb Festkörperquelle

Die ^{83}Rb Quelle besteht aus einer Folie, die als Trägermaterial für die ^{83}Rb -Atome dient. Hier zerfällt das ^{83}Rb in ^{83m}Kr . Genau wie bei der kondensierten Kryptonquelle (weiter unten) werden dann die Konversionselektronen des ^{83m}Kr zur Kalibrierung benutzt. Die Folie muss sehr dünn sein, damit die Elektronen beim Durchqueren des Festkörpers keine Energie verlieren. Dadurch könnte sich die K32-Konversionslinie verbreitern oder sogar verschieben. Auch diese Quelle testete die Prager KATRIN Gruppe bereits am Mainzer Spektrometer. Sie stellten fest, dass die Zählrate sehr viel geringer als erwartet war. Offenbar verbleibt das ^{83m}Kr nach dem ^{83}Rb -Zerfall nicht im Festkörper, sondern wird ins Vakuum emittiert. Aufgrund der Halbwertszeit von 86,2 Tagen bei ^{83}Rb , werden mehrere Quellen benötigt, die alle reproduzierbar die gleichen Eigenschaften haben.

Das Zerfallsschema¹ ist in Abbildung 2.8 zu sehen. Demnach erreichen vom ^{83}Rb aus 76% alle Zerfallsketten den 41,6keV Zustand. Das ist der metastabile ^{83m}Kr -Zustand, der für die

¹ <http://www.nndc.bnl.gov/chart/getdecayscheme.jsp?nucleus=83KR&dsid=83rb%20ec%20decay>

Kalibration interessanteste Teil beginnt hier. Deshalb ist er nochmal vergrößert in Abbildung 2.9 zu erkennen. Bei der inneren Konversion wird die Anregungsenergie des Kerns von $E_{\text{Anregung}} = 41,6 \text{ keV}$ direkt an ein Elektron übertragen. Dabei wird auf das Elektron eine Energie von $E_e = E_{\text{angeregt}} - E_{\text{Bindung}}$ übertragen. Für die Kalibration am interessantesten sind die K32-Konversionselektronen mit einer Energie von $E_{K32} = 17,82 \text{ keV}$. Der Konversionsfaktor beträgt $a=2000$ (Abb. 2.9), es werden also 2000 mal mehr Elektronen als γ -Teilchen emittiert. Zu Testzwecken wird auch die L32-Konversionslinie vermessen. Sie hat gegenüber der M32-Linie den Vorteil einer 6 mal größeren Intensität (siehe Tabelle 2.4). Die Energie der L32- und M32-Konversionselektronen beträgt $E_{L32} = 30,229 \text{ keV}$ bzw. $E_{M32} = 31,862 \text{ keV}$. Auch die M9-Konversionslinie bei $E_{M9} = 9,117 \text{ keV}$ ist von gewissem Interesse, da einige systematische Effekte am besten zu verstehen sind, wenn sie bei mehreren verschiedenen Energien untersucht werden. Sie wirken sich aufgrund der unterschiedlichen Energie unterschiedlich stark auf die M9-, K32-, L32-Konversionslinie aus.

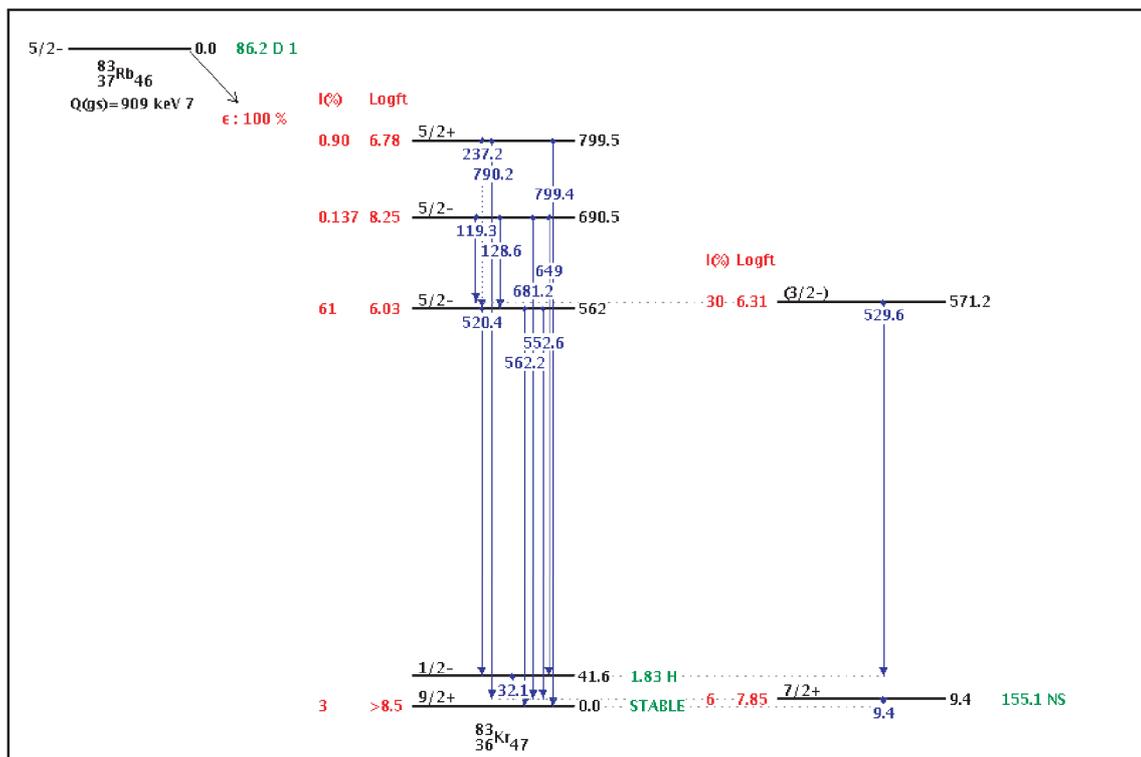


Abb. 2.8: gesamter Zerfallsprozess von ^{83}Rb

In den Tabellen 2.2 und 2.3 stehen alle benötigten e^- - und γ -Energien von ^{83}Rb [NuRb]. Die in Klammern angegebenen Unsicherheiten beziehen sich immer auf die letzten Stellen. Die entsprechenden Zerfälle für $^{83\text{m}}\text{Kr}$ stehen in den Tabellen 2.4 und 2.5. [NuKr]

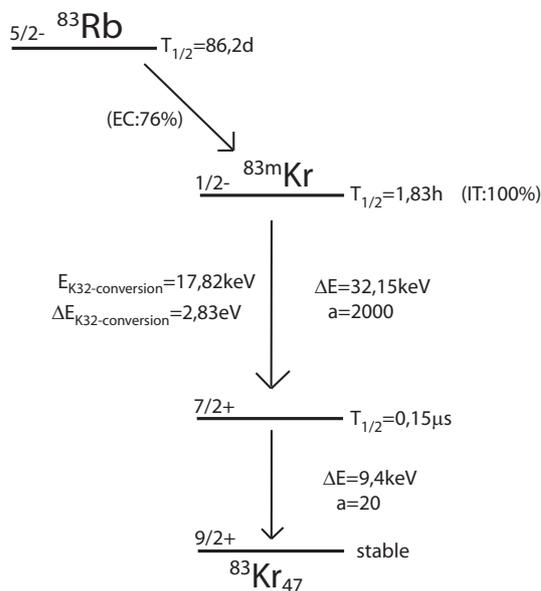


Abb. 2.9: Zerfallsprozess von $^{83\text{m}}\text{Kr}$, K32 Konversionselektronen: $E = 17,826\text{keV}$ und $\Delta E=2,83\text{eV}$

Tab. 2.2: e^- -Energie bei ^{83}Rb [NuRb]

Name	Energie in keV	Intensität in %
Auger L	1,5	109(10)
Auger K	10,8	31(3)
CE K	104,99(9)	0,003(3)
CE K	114,22(12)	$2,5 * 10^{-4}(18)$
CE L	117,40(9)	$5 * 10^{-4}(4)$
CE M	119,03(9)	$7 * 10^{-5}(6)$
CE L	126,63(12)	$3 * 10^{-5}(3)$
CE M	128,26(12)	$5 * 10^{-6}(4)$

Tab. 2.3: γ -Energie bei ^{83}Rb [NuRb]

Energie in keV	Intensität in %
119,32(9)	0,0143(24)
128,55(12)	0,00134(23)
237,19(?)	$2,5 \cdot 10^{-4}$ (25)
520,3991(5)	45(3)
529,5945(6)	29,3(21)
552,5512(7)	16,0(11)
562,17(5)	0,0085(10)
648,97(4)	0,085(6)
681,18(5)	0,031(5)
790,15(3)	0,66(4)
799,37(4)	0,237(16)

Tab. 2.4: e^- -Energie bei ^{83m}Kr [NuKr]

Name	Energie in keV	Intensität in %	Linienbreite in eV
Auger L	1,5	185,5(16)	
CE L	7,4841(10)	77(4)	
CE M	9,1171(13)	12,6(6)	
Auger K	10,8	10,6(5)	
CE K	17,8242	30,5(14)	2,83(12)
CE L	30,2288(10)	77(3)	L_{II} 1,84(5)
CE M	31,8618(13)	13,1(6)	M_{II} 1,99(32)

Tab. 2.5: γ -Energie bei ^{83m}Kr [NuKr]

Energie in keV	Intensität in %
1,59	4,08(16)
9,4051(8)	5,5(3)
12,598	5,8(3)
12,651	11,2(6)
14,104	0,80(5)
14,111	1,56(9)
14,311	0,206(12)
32,1498(8)	0,062

2.6.4 Kondensierte Kryptonquelle

Bei der kondensierten Kryptonquelle wird zur Eichung die gleiche Linie (K32 Konversionslinie von ^{83m}Kr) wie bei der ^{83}Rb Festkörperquelle verwendet. Allerdings wird bei dieser Quelle das ^{83m}Kr , welches eine Halbwertszeit von $T_{1/2} = 1,83h$ hat, nicht dort erzeugt, wo es zur Messung benötigt wird. Es entsteht in einer ^{83}Rb Quelle und wird danach über eine Kapillare zu einem typischerweise 10-30K kaltem Substrat geleitet, wo es kondensiert. Die kondensierte Kryptonquelle hat als einzige Quelle den Vorteil, dass sie direkt am Hauptspektrometer eingesetzt werden kann. Sollte es zu einem Problem kommen und Radioaktivität ins Hauptspektrometer strömen, wäre der Tank bei allen anderen Quellen auf Jahre durch die Radioaktivität unbrauchbar. Mit einer Halbwertszeit von $T_{1/2} = 1,83h$ bei ^{83m}Kr verringert sich schon nach einem einzigen Tag die Radioaktivität um mehr als 10 Halbwertszeiten, also mindestens um einen Faktor 1000. Nach einigen Tagen wäre praktisch kein Untergrund mehr nachweisbar.

Da ^{83m}Kr eine Halbwertszeit von 1,83h hat, kann nicht eine einzige Quelle für die gesamte Messphase des KATRIN Experiments, welche immerhin 3 Jahre beträgt, präpariert werden. Deshalb werden sehr viele, aber möglichst ähnliche Quellen immer wieder neu präpariert. Um das ^{83m}Kr reproduzierbar auffrieren zu können, nutzt man die Vorteile einer ^{83}Rb Quelle, weil diese eine recht lange Halbwertszeit von $T_{1/2} = 86,2$ Tagen hat. ^{83}Rb zerfällt in ^{83m}Kr und dieses wiederum die gewünschten K32-Konversionselektronen bei $E = 17,826\text{keV}$ liefert (siehe Abbildung 2.9).

Um genügend ^{83m}Kr aufzufrieren muss man einige Zeit warten bis sich im Rb-Volumen genug Krypton angesammelt hat. Eine einfache Abschätzung der Zeit liefert die Formel für den Mutter-Tochter-Zerfall. Das Mutter-Element ^{83}Rb ist sehr viel langlebiger als das Tochter-Element ^{83m}Kr und aus der allgemeinen Formel für Mutter-Tochter-Zerfall 2.6:

$$A_{Kr}(t) = A_{Kr0}e^{-\lambda_{Kr}t} + 0,76 \cdot \frac{\lambda_{Kr}}{\lambda_{Kr} - \lambda_{Rb}} A_{Rb0}(e^{-\lambda_{Rb}t} - e^{-\lambda_{Kr}t}) \quad (2.6)$$

folgt mit der Annahme $\lambda_{Rb} \ll \lambda_{Kr}$ die einfache Abschätzung für die Aktivität des Tochter-Elements, also ^{83m}Kr :

$$A_{Kr}(t) = 0,76 \cdot A_{Rb0}(1 - e^{-\lambda_{Kr}t}) \quad (2.7)$$

Dabei ist λ jeweils die mittlere freie Lebensdauer und A die Aktivität. Der Faktor 0,76 ist wegen der 76%igen EC-Wahrscheinlichkeit von ^{83}Rb nach ^{83m}Kr notwendig. Nach 3 ^{83m}Kr -Halbwertszeiten hat sich bereits etwa 90% der maximalen Menge an Krypton angesammelt.

3. AUFBAU DER KONDENSIERTEN KRYPTONQUELLE

Die kondensierte Kryptonquelle dient als natürlicher Energiestandard und soll die Stabilität der Hochspannung des KATRIN Hauptspektrometers auf 60mV Genauigkeit überwachen. Um dies zu erreichen, wird radioaktives ^{83m}Kr auf ein Graphitsubstrat aufgebracht, welches in den Quellmagneten des Monitorspektrometers gefahren werden kann. Dort zerfällt das Krypton und die K32 Konversionselektronen mit einer Energie von $E_{K32} = 17,8\text{keV}$ werden vom Detektor nachgewiesen. Das Monitorspektrometer arbeitet ebenso wie das Hauptspektrometer als MAC-E-Filter (siehe Kapitel 2.1). Um eine gute Reproduzierbarkeit der Lage der K32-Konversionslinie auf der Energieachse zu gewährleisten, muss das verwendete Gas extrem rein sein. Deshalb gibt es neben dem kühlbaren Substratbereich (im folgenden Kryosystem genannt) noch ein Gaseinlasssystem, in dem die verwendeten Gase gereinigt werden. Es handelt sich bei den verwendeten Gasen neben radioaktivem ^{83m}Kr noch um stabiles Krypton und Helium. Diese liegen in Gasflaschen mit einer Reinheit von 4.7 (99,997%) bei Krypton bzw. 5.0 (99,999%) bei Helium vor.

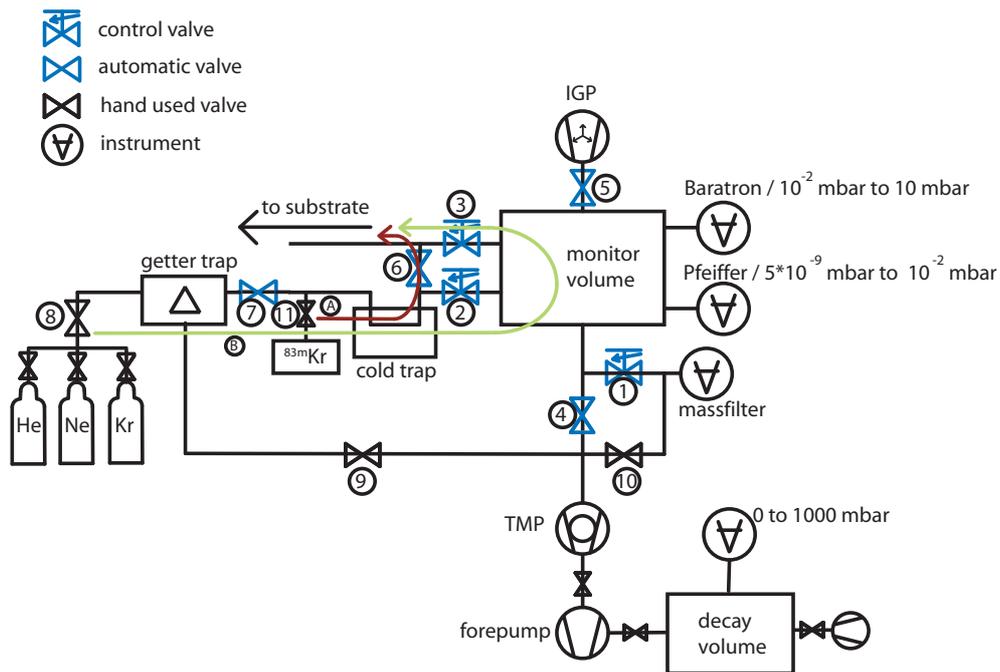
In diesem Kapitel soll der mechanische Aufbau und die grundlegenden Eigenschaften der beiden Komponenten (Gaseinlasssystem und Krossystem) erklärt werden. Desweiteren gibt es ein Kapitel mit den verwendeten Bauteilen und Pumpen des Kryosystems (Details des Gaseinlasssystems werden in der Diplomarbeit [Pra05] beschrieben).

3.1 Das Gaseinlasssystem

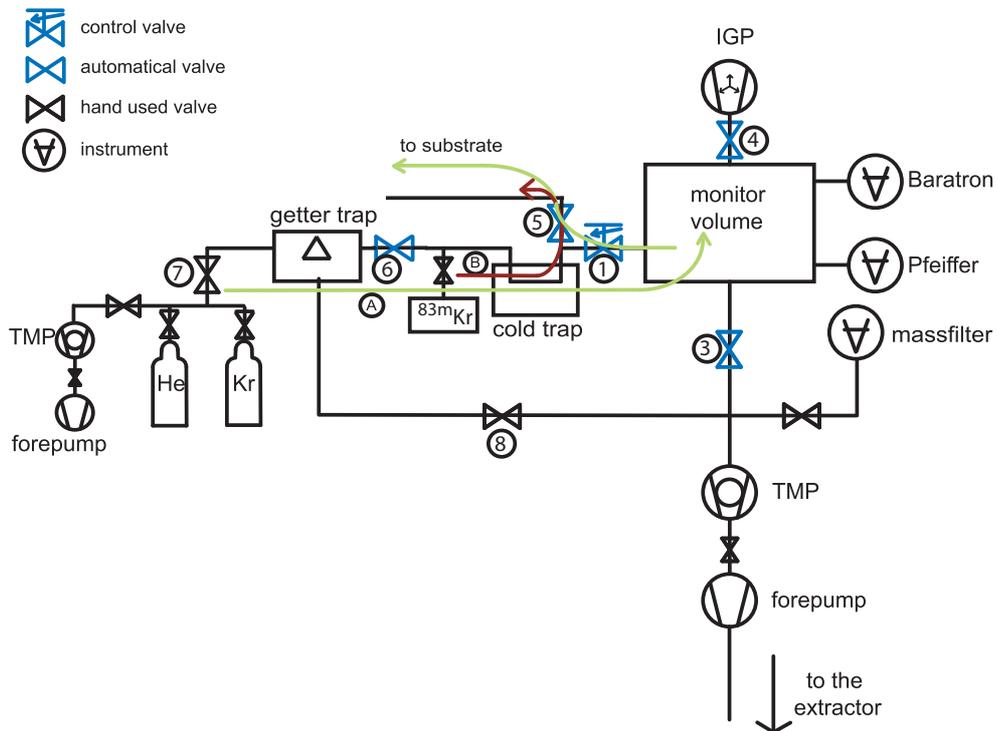
Das Gaseinlasssystem 3.1(a) hat die Aufgabe, die benutzten Gase zu reinigen und bis zum Gebrauch zu speichern. Zur Speicherung dient ein ca. $V_{\text{Monitor}} = 1\text{l}$ großes Monitorvolumen. Gereinigt werden die Gase mit einem Getter, optional steht noch eine Kühlfalle zur Verfügung. Die Gaszusammensetzung kann mit einem Massenfilter untersucht werden. Es sind zwei Pumpen im Gaseinlasssystem vorhanden: eine Turbomolekularpumpe (TMP) + Vorpumpe und eine Ionengetterpumpe (IGP), die erst ab Drücken von $p_{\text{Monitor}} = 10^{-5}\text{mbar}$ eingesetzt werden darf.

Nach dem ersten Aufbau wurde das Gaseinlasssystem aus Abbildung 3.1(a) bzw. 3.2 geändert (siehe Abbildung 3.1(b)). Eine Änderung gegenüber dem ursprünglichem Aufbau ist die zweite Turbomolekularpumpe am Druckminderer (siehe Abb. 3.1(b) links). Mit ihr erreicht man in den Kapillaren ein um fast eine Größenordnung besseres Vakuum, da die Strecke bis zur Pumpe erheblich verkürzt wird. Deshalb verringert sich auch die Zeit erheblich bis wieder ein guter Druck am Druckminderer herrscht, nachdem z.B. stabiles Krypton eingelassen wurde.

Die weitaus ungünstigste Änderung am Gaseinlasssystem ist das Fehlen von zwei Schrittmotorventilen. Diese stellten sich im Probetrieb als undicht heraus und mussten entfernt



(a) geplantes Gaseinlasssystem



(b) benutztes Gaseinlasssystem

Abb. 3.1: **Gaseinlasssystem der kondensierten Kryptonquelle.** Die „Kontrollventile“ lassen sich per Computer mit einem Schrittmotor auf eine beliebige Öffnung einstellen. Die „automatischen Ventile“ werden auch per Computer, allerdings nur auf offen bzw. geschlossen, eingestellt. Die „Handventile“ werden manuell geöffnet und geschlossen. Der Getter reinigt die Gase nachdem er einmal durch Heizen aktiviert wurde [Pra05]. Die beiden Druckmeßgeräte unterscheiden sich in ihrem Einsatzbereich. Das Baratron arbeitet im Bereich zwischen $p = 10^{-2} \text{ mbar}$ und $p = 15 \text{ mbar}$ besser, das Pfeiffer-Meßgerät ist für alle niedrigeren Drücke vorgesehen

werden, da kein schneller Ersatz bzw. keine schnelle Reparatur verfügbar war. Dadurch hat sich der Weg des stabilen Kryptons etwas geändert. Es muss durch das gleiche Ventil dosiert zum Substrat gelassen werden, durch das es auch ins Monitorvolumen gelangt. Das zweite regulierbare Ventil sollte eine kleine Menge Gas aus dem Monitorvolumen in das Volumen des Massenfilters leiten. Dieser wurde bisher nur zu Testzwecken benutzt, um die Gaszusammensetzung des Monitorvolumens zu untersuchen, deshalb ist unbekannt wie groß diese Einschränkung ist. Radioaktives ^{83m}Kr sollte nicht ins Monitorvolumen gelangen, weil aus dem etwa $V_{\text{Monitor}} = 1\text{ l}$ fassenden Volumen eine viel zu geringe Menge Krypton wieder austreten und zum Substrat gelangen würde.

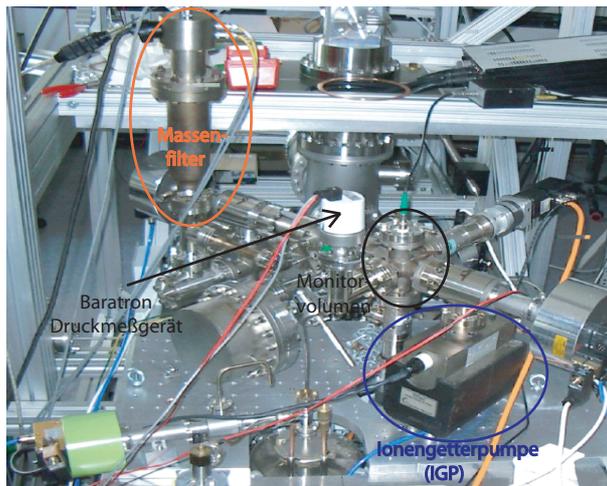


Abb. 3.2: **Gaseinlasssystem.** Das Monitorvolumen besteht aus einem 6 armigen CF-Kreuzstück mit etwa einem Liter Volumen. Ebenfalls zu erkennen sind die Ionengetterpumpe und der Massenfilter. Die Turbopumpe ist nicht zu erkennen. Sie befindet sich unterhalb der Stützplatte.

Als letztes wurde noch das Abklingvolumen entfernt, in welches das radioaktive Krypton abgepumpt werden kann, um dort in stabiles Krypton zu zerfallen. Statt dessen wird die Abluft jetzt direkt durch einen Schlauch in den dafür vorgesehenen Abzug geleitet.

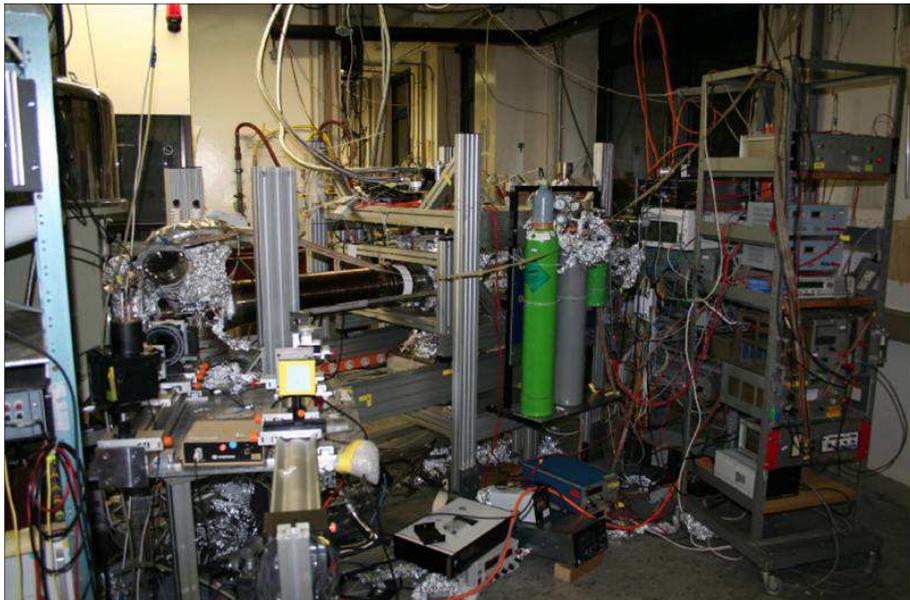
In den ersten beiden Messphasen in Mainz, Januar-März und Juni-Juli 2006, wurden insgesamt drei verschiedene Gase für die Messung benutzt. Helium zum Spülen, stabiles Krypton aus der Gasflasche als Unterlage für ^{83m}Kr und das radioaktive Krypton selbst, welches im Rb-Volumen entsteht. Als weiteres Gas war prinzipiell noch Neon verfügbar gewesen, aber wegen der relativ „hohen“ Temperatur des Substrats von etwa 10K kann Neon nicht als Unterlage für das radioaktive Krypton dienen. Es wären maximal wenige Monolagen aufgrund von Physisorption oder anderen Oberflächeneffekten denkbar (bisher wurde das an der Kryptonquelle noch nicht untersucht).

3.2 Steuerung des Gaseinlasssystems

Um die verschiedenen Ventile am Gaseinlasssystem zu steuern, gibt es zwei Möglichkeiten. Zum einen ist eine einfache elektrische Steuerbox vorhanden. Man kann durch manuelles Umlegen eines Schalters ein Ventil öffnen oder schließen bzw. durch Benutzung eines Potentiometers die Regulierventile steuern. Als bessere Variante ist die Steuerung auch mit dem PC möglich. Dieser ist mit einem PXI System verbunden, welches über das Programm „Labview“ gesteuert wird. Das PXI System kann wiederum über diverse Einschubkarten die Ventile steuern, indem es einfach eine Spannung an zwei Ausgänge auf „high“ oder „low“ (beim Regelventil jeden beliebigen Wert dazwischen) anlegt. Umgekehrt kann das PXI System auch Spannungen lesen und so die Ausgabe von den Spannungs- und Temperatursenso-



(a) **komplette Kryptonquelle, aufgebaut im Labor in Münster.** Das Gaseinlasssystem ist auf dem Bild nicht zu erkennen, es liegt hinter den Gasflaschen. Das Substrat befindet sich links in der Ellipsometrikammer, aus dem ein Massenfilter herausragt. Mit dem Lecktester, der im Vordergrund zu sehen ist, wurde die UHV-Apparatur auf Lecks untersucht. Im Bereich zwischen Substrat und Gaseinlasssystem führt die Kapillare entlang, hier zu sehen ist der umschließende Wellbalg. Er ist dehnbar, dadurch gelingt es einem Motor den fahrbaren Teil der Quelle, das Substrat gehört dazu, nach vorne durch die Ellipsometrikammer zu schieben. Diese Eigenschaft wird zum Einsatz der Quelle am Spektrometer benötigt.



(b) **Die Kryptonquelle, aufgebaut am Mainzer Spektrometer.** Ganz links im Bild ist ein Teil des Magneten zu erkennen in dessen Zentrum das Substrat während der Messung gebracht wird. Rechts am Rand erkennt man das Rack, in welchem Spannungsquellen und die Steuergeräte für die Temperatursensoren untergebracht sind.

Abb. 3.3: Die kondensierte Kryptonquelle

ren im Programm ausgeben (Programm siehe Anhang). Fällt durch einen Computerabsturz das Programm aus, so übernimmt automatisch die Steuerbox die Steuerung. Das PXI System verkraftet Dank interner Batterie auch einige Minuten ohne Stromversorgung.

3.3 Das Kryosystem

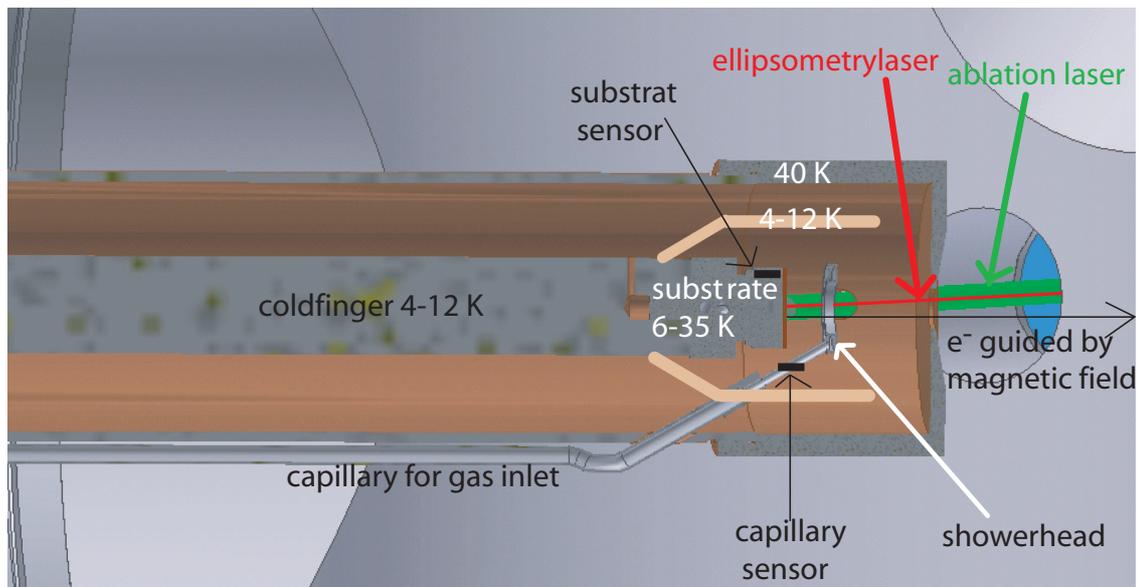


Abb. 3.4: **Bereich um das Substrat.** Um lokal einen möglichst niedrigen Druck am Substrat zu gewährleisten, gibt es zwei Strahlungsschilde. Eines hat die Temperatur $T = 12K$, das andere $T = 40K$. Es gibt jeweils drei Öffnungen in den Strahlungsschilden: 2 Löcher für die Reinigung der Substratoberfläche mit einem Laser (Ablation) bzw. Bestimmung der aufgefrorenen Schichtdicke mittels Ellipsometrie (Kapitel 4.3) und eine Öffnung, durch die die Elektronen die Kryptonquelle verlassen.

Der wichtigste Bestandteil des Kryosystems ist das Graphitsubstrat, auf dem das radioaktive ^{83m}Kr auffriert. Da das Substrat bis auf $T_{Sub} = 10K$ kühlbar sein muss, wird ein Kältekopf verwendet, an dem ein Kühlfinger befestigt ist, auf dessen Spitze das Substrat sitzt. Der Kühlfinger ist notwendig, um das Substrat in einen Magneten fahren zu können. Die Elektronen verlassen das Substrat in eine beliebige Richtung. Durch den Magneten werden aber fast alle Elektronen, die in den vorderen Halbraum emittiert werden, in Richtung Detektor geführt. So ergibt sich ein ziemlich großer Raumwinkel von etwa 35%. Abbildung 3.4 und 3.5 zeigen den Bereich um das Substrat etwas detaillierter. Man kann die Position der Temperatursensoren erkennen und man sieht, dass die Kapillare in einer ringförmigen Düse enden. Das soll eine gleichmäßigere Verteilung des Krypton auf der Substratoberfläche gewährleisten. Um lokal einen besseren Druck als im Rest der Kryptonquelle zu erreichen und dadurch das Auffrieren von Restgasen zu unterdrücken, wurden zwei Strahlungsschilde installiert. Das innere hat etwa eine Temperatur von 12K, das äußere eine von 40K. Um die

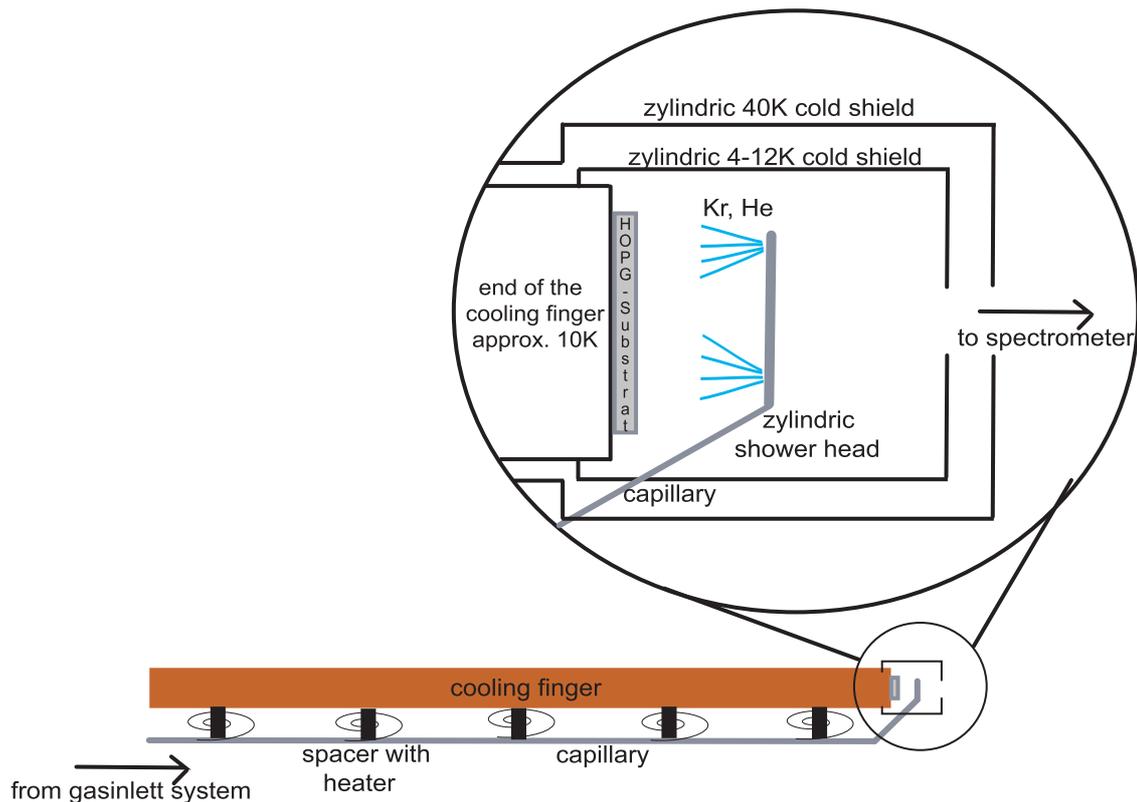
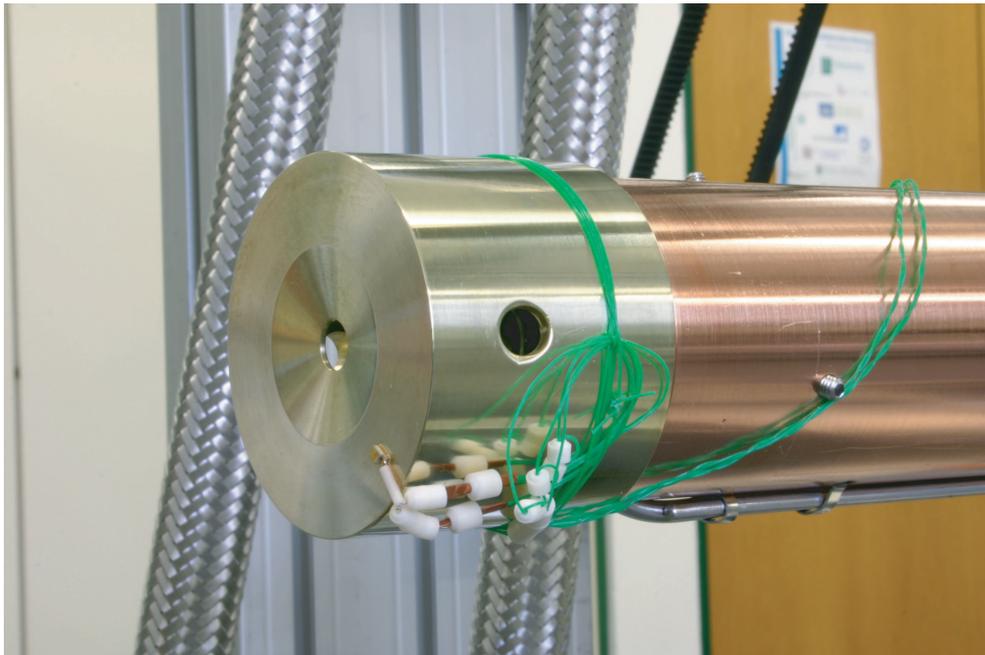


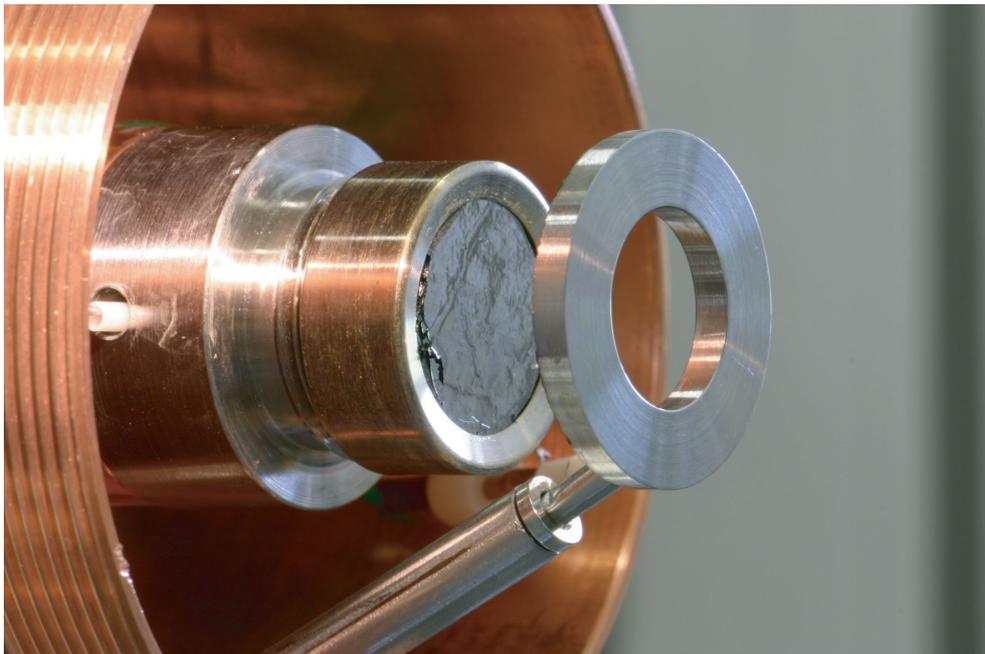
Abb. 3.5: **Kryoteil.** Die Kapillare führt am Kaltfinger entlang und ist durch Stege mit ihm verbunden. Die Kapillare ist heizbar, um eine Temperatur zwischen $T=40\text{K}$ und $T=120\text{K}$ zu gewährleisten. Im Substratbereich gibt es zwei Strahlungsschilde, um den Druck lokal sehr niedrig zu halten. Es soll möglichst wenig Restgas auffrieren, angestrebt ist maximal eine Monolage in mehreren Stunden. Der Duschkopf soll eine möglichst homogene Verteilung des ^{83m}Kr auf dem HOPG(=highly oriented pure graphite) Substrat gewährleisten.

Strahlungsverluste zu minimieren wurde die vordere Blende, die die Elektronen durchqueren müssen, möglichst klein gehalten. Der Durchmesser beträgt nur etwa $1,5\text{cm}$. Auch die beiden Löcher für die Ablation (Säuberung der Substratoberfläche mit einem Laser) bzw. Ellipsometrie (siehe Kapitel 4.3) haben den gleichen kleinen Durchmesser von etwa $1,5\text{cm}$. In der nächsten Messphase werden allerdings diese Öffnungen wegen des Ablationslasers vergrößert. Bei den ersten Ablationstests wurde nur ein Teil des HOPG-Substrats vom Ablationslaser ausgeleuchtet. Die Hitze wird nicht gleichmäßig über das ganze Substrat verteilt und es verbleibt noch nachweisbar radioaktives Krypton auf dem Substrat bzw. das radioaktive Krypton wird lokal abgelöst und friert dann an einer kälteren Stelle des Substrats wieder auf. Dies soll in der nächsten Messphase zum einen durch die größeren Löcher, zum anderen durch den Einbau eines hochwertigeren HOPG-Substrats, welches eine höhere Laserleistung erlaubt, verhindert werden.

Das Kryosystem lässt sich noch unterteilen in ein statisches Gestell und einen fahrbaren Schlitten (siehe Abbildung 3.3(a)). Dies ist nötig, damit die Quelle in den Magneten fahren



(a) **Das vordere Ende des Kaltfingers.** Zu erkennen ist das 40K Kaltschild mit einem Temperatursensor. Die grüne Ummantelung der Signalleitung besteht aus Teflon. Unterhalb des Kaltfingers sieht man ein Stück der Kapillare. Zentral auf dem 40K Schild ist eine Öffnung für die Ellipsometrie und die Laserablation zu erkennen.



(b) **Das Substrat** ist lokal atomar flach. Die sichtbaren Erhebungen sind nur auf makroskopischer Ebene vorhanden. Durch Abziehen der obersten Graphitschicht des Substrats mit einem Klebestreifen kann die Oberfläche geglättet werden. Ebenfalls zu erkennen ist der Duschkopf, welcher das ^{83m}Kr homogen auf das Substrat verteilt. Der Durchmesser des Substrats beträgt etwa 1cm. Um eine höhere Laserleistung beim Ablationslaser zu verwenden, wird diese Substrat in der nächsten Messphase durch ein hochwertigeres ersetzt.

Abb. 3.6: Der Substratbereich

kann. Das komplette Gaseinlasssystem ist fest mit dem fahrbaren Teil des Kryosystems verbunden. Das Vor- und Zurückfahren wird von einem elektrischen Motor übernommen.

3.4 Arbeitsweise der kondensierten Kryptonquelle

Nachdem eine Quelle aufgefroren wurde, muss zuerst geprüft werden wie dick der Film geworden ist. Das lässt sich mit der Reflektionsellipsometrie erreichen. Sie kann bei sorgfältiger Durchführung einzelne aufgefrorene Atomlagen nachweisen, prinzipiell sogar Bruchteile, da sie über eine Fläche mittelt. Die Funktionsweise wird weiter unten erklärt. Die Dicke der radioaktiven Schicht Krypton, die nur den 10^{-5} -ten Bruchteil einer Atomlage ausmacht, kann allerdings selbst dieses Verfahren nicht nachweisen. Es geht nur darum zu prüfen, wie dick die Unterlage aus stabilem Krypton ist (warum stabiles Krypton als Unterlage aufgefroren wird, wird ebenfalls im nächsten Kapitel erklärt) bzw. zu prüfen, ob das Substrat vor dem Auffrieren komplett sauber ist. Nach der Ellipsometrie wird die Quelle in den Magneten gefahren und eine Messung durchgeführt. Nach jeder Messung kann die Dicke der Schicht ein zweites Mal gemessen werden. Dabei soll sich herausstellen, ob sich die Schichtdicke geändert hat zum Beispiel aufgrund von aufgefrorenem Restgas oder abgedampftem Krypton. Die Menge an aufgefrorenem Restgas hängt stark vom Druck im System ab. Um das Auffrieren von Restgas zu vermeiden, ist es wichtig, dass UHV Bedingungen im System, sowohl in der Quelle als auch im Spektrometer, herrschen. Derzeit wird in der Kryptonquelle bei eingeschaltetem Kaltkopf ein minimaler Druck von $p_{kryosystem} = 2 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ erreicht, während der Druck im Spektrometer bei $p_{spektrometer} = 2 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$ liegt.

Um das Substrat zwischen zwei Filmen wieder zu reinigen, stehen prinzipiell zwei Möglichkeiten zur Verfügung.

Ursprünglich geplant ist die Laserablation. Dazu wird ein frequenzverdoppelter NdYAG-Laser benutzt, der bis zu 2W Leistung im Dauerbetrieb zur Verfügung stellt. Im gepulsten Betrieb erreicht er eine Leistung von ca. 0,5GW pro Puls. Mit einem Schuss auf das Substrat sollte sich die Temperatur lokal auf mehrere tausend Grad erhöhen und sowohl Krypton als auch jegliches Restgas sofort zum Verdampfen bringen. Die Gase setzen sich dann auf dem 12K kaltem Schild ab, das das Substrat umgibt. Das HOPG Substrat selber sollte den Schuss aus dem Ablationslaser vertragen ohne zu verdampfen oder seine Struktur zu verändern. Die Hitze müsste sich auf Grund der Graphitstruktur vor allem seitlich ausbreiten, so dass das gesamte Substrat gleichmäßig erhitzt wird.

Als zweite Methode das Substrat zu reinigen, besteht die Möglichkeit, die Substratheizung zu benutzen. Sie kann das Substrat auf etwa 100K erhitzen. Das reicht, um in diesem niedrigen Druckbereich radioaktives und stabiles Krypton vollständig zu verdampfen (siehe Abb. 3.7). Allerdings wird das Substrat bei dieser Technik nicht so heiß wie bei der Ablation, deshalb können z.B. Spuren von Wasser, die noch im Restgas enthalten sind, nicht abgelöst werden. Dies könnte im monatelangem Betrieb zu einem kleinen dauerhaften Film auf dem Substrat führen. Die einzige Möglichkeit ihn zu beseitigen, wäre den Kaltkopf auszuschalten und ihn auszuheizen. Dies ist jedoch nicht möglich, da er auf maximal 50°C erhitzt werden darf. Der eigentliche Zweck der Heizung ist die Erhitzung des Substrats auf rund $T_{Sub} = 27\text{K}$ während der Messung. Da Krypton bis etwa $T = 35\text{K}$ komplett auffriert, wird so verhindert,

dass sich während der Messung unnötig Gase wie Wasserstoff oder Argon auf dem Substrat absetzen.

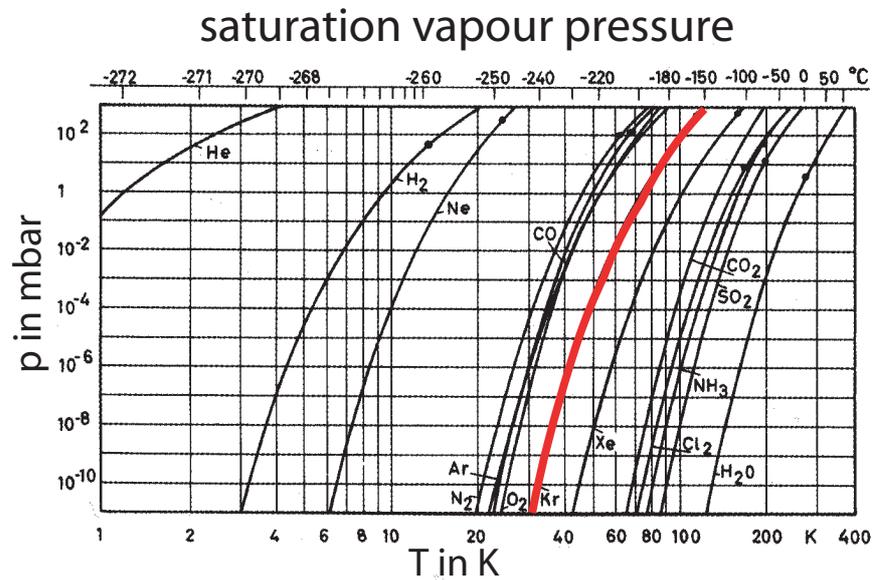


Abb. 3.7: Die Sättigungsdampfdruckkurven für verschiedene Elemente [Wtz04], ^{83m}Kr ist rot eingefärbt

3.5 Mechanischer Aufbau des Kroosystems

In der Kryptonquelle kommen drei Turbopumpen, eine Vorpumpe, ein Kaltkopf, zwei Laser, ein Druckmessgerät und die zugehörigen Steuergeräte zum Einsatz (siehe Abb. 3.8):

1. **MAGW 1500** Diese Turbomolekularpumpe von Leybold sitzt unterhalb der Ellipsoidkammer. Gesteuert vom MAG drive digital.
 - (a) lageunabhängiger Einbau möglich
 - (b) Saugvermögen: $S = 1100\text{l/s}$
 - (c) Enddruck: $p_{\text{end}} < 10^{-10}\text{mbar}$
 - (d) Kompression von N_2 : $K = 10^8$
 - (e) Betriebstemperatur: $T_{\text{Betrieb}} = 60^\circ\text{C}$
2. **MAG drive digital** steuert die MAGW 1500 Turbopumpe
3. **TMP 340M** von Leybold befindet sich unterhalb des Kaltkopfes und wird von der Turbotronik NT 140 M gesteuert.
4. **Turbotronik NT 340 M** ist das Steuergerät der TMP 340M.

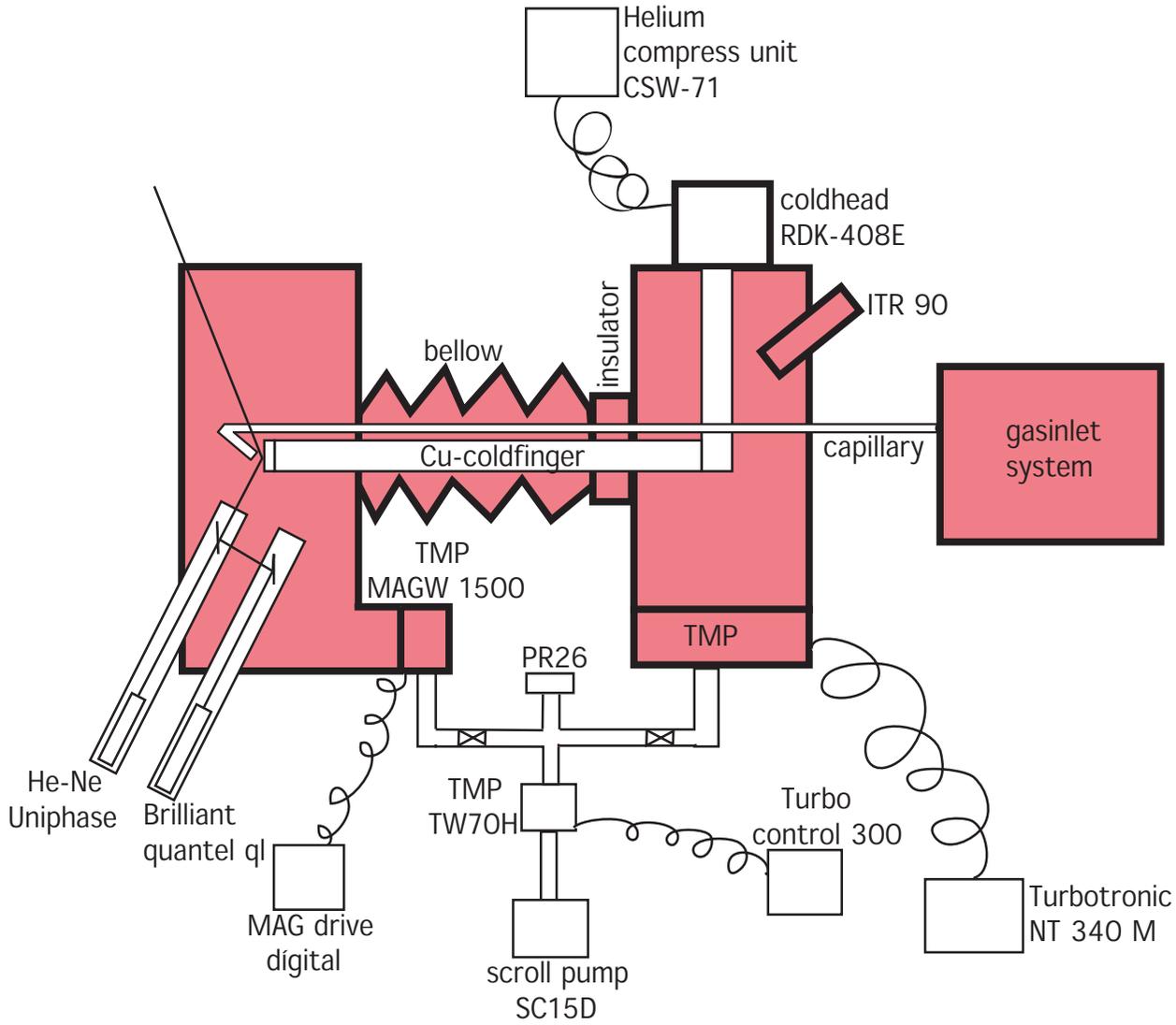


Abb. 3.8: **Die Kryptonquelle.** Schematische Darstellung der Kryptonquelle mit allen wichtigen Pumpen, Steuer- und Messgeräten

5. **TW70H** ist eine Turbopumpe von Leybold und dient gleichzeitig der MAGW 1500 und der TMP als Vorpumpe.
 - (a) Kontrollgerät: Turbo control 300
 - (b) lageunabhängiger Einbau möglich
 - (c) möglicher Enddruck mit Scrollpumpe SC15D als Vorpumpe: $p_{end} = 1 \cdot 10^{-9} \text{mbar}$
 - (d) Leerlaufkompression von N_2 bei 10mbar: $K_0 = 10^{10}$
 - (e) Saugvermögen: $S = 60 \text{l/s}$
6. **Turbo control 300** steuert die TW 70H.
7. **SC15D** Diese Scroll Pumpe produziert das Vorvakuum für die TW70H.
 - (a) Enddruck: $p_{end} < 0,016 \text{mbar}$
 - (b) Saugvermögen: $S = 13 \text{m}^3/\text{h}$
8. **PR26** ist ein Druckmessgerät für den Vorvakuumbereich, sein Arbeitsbereich ist: $p_{PR26} = 1 \cdot 10^{-9} - 10^{-2} \text{mbar}$. Die Penning-Röhre arbeitet bis $T_{arbeit} = 80^\circ\text{C}$, ist aber nicht ausheizbar.
9. **ITR90** Bei diesem Druckmessgerät für den Ultrahochvakuum-Bereich der Kryptonquelle handelt es sich um ein Pirani-Messsensor, der im Druckbereich von $p_{ITR90} = 5 \cdot 10^{-10} - 1000 \text{mbar}$ arbeitet. Am Flansch ist er ausheizbar bis $T_{heiz} = 150^\circ\text{C}$ bei Verwendung der Ausheizverlängerung
10. **RDK-408E** Es handelt sich um einen zweistufigen Kaltkopf von Sumitomo heavy industries, der nicht ausgeheizt werden darf ($T_{heiz} \leq 50^\circ\text{C}$). Gesteuert wird er von dem Kontrollgerät CSW-71. Die Kühlkapazität der ersten Stufe beträgt: $C_{40K} = 31 - 37 \text{W}$, $C_{4K} = 1 \text{W}$
11. **CSW-71** ist das Kontrollgerät des RDK-408E Kaltkopfes. Der Heliumdruck der Kaltkopfzuleitungen wird hier eingestellt und sollte bei laufendem Kaltkopf $p_{He} = 2,1 - 2,3 \text{hPa}$ betragen. Im ausgeschalteten Zustand sollte der Druck bei $p_{He} = 1,6 - 1,65 \text{hPa}$ liegen.
12. **He-Ne-uniphase** Der Standard He-Ne-Laser arbeitet mit einer Wellenlänge von $\lambda_{He-Ne} = 632,8 \text{nm}$, er dient zur Ellipsometrie.
13. **Brilliant quantel ql.** Dieser gütegeschaltete NdYAG Laser dient zur Ablation.
 - (a) Leistung im Dauerbetrieb: $P_{dauer} = 2 \text{W}$
 - (b) Energie pro Puls: $E_{Puls} = 180 \text{mJ}$ bei 10Hz
 - (c) frequenzverdoppelte Wellenlänge: $\lambda = 532 \text{nm}$
 - (d) Pulsdauer: $t_{Puls} = 5 \text{ns}$
 - (e) Während des Betriebs ist eine Schutzbrille zu tragen.

3.6 Problem der kondensierten Kryptonquelle

Die beobachtete Zählrate der ^{83m}Kr Konversionselektronen beträgt maximal 250 Ereignisse/s, obwohl aufgrund der Rb-Aktivität (etwa 3MBq) bis zu 100.000 Ereignisse/s zu erwarten sind. Es gibt keinen exakten Erwartungswert für die Zählrate, da nicht 100% der ^{83m}Kr -Atome bis zum Substrat gelangen und von dort wiederum nur ein begrenzter Teil, etwa 35%, der emittierten Elektronen zum Detektor gelangen. Es besteht der Verdacht, dass die Kapillare entweder selbst mit Heizung nicht warm genug werden oder dass die Kapillare an mindestens einer Stelle lokal kälter ist als der Temperatursensor anzeigt, so dass viel weniger radioaktives Krypton detektiert wird als die Rechnungen erwarten lassen. Die maximal detektierbare Zählrate setzt sich im einzelnen aus folgenden Faktoren zusammen:

1. Verzweigungsverhältnis von ^{83}Rb in ^{83m}Kr : $f = 76\%$
2. Anteil der K32-Konversionselektronen an allen Zerfällen von ^{83m}Kr : $f_{BR} = 30\%$
3. Anteil von ^{83m}Kr , der vom Rb-Volumen bis zum Substrat gelangt: $f_{\text{Substrat}} = 25\%$?
4. Nachweiswahrscheinlichkeit des Spektrometers (inklusive Raumwinkel): $\omega \cdot \varepsilon = 35\%$

Der dritte Faktor ist noch unbekannt. Legt man die abgeschlossene Messphase zu Grunde, so beträgt dieser Faktor nur 0,1%! Aus diesem Grund wird in Kapitel 5 untersucht, ob aus der Quelle das radioaktive Krypton austritt.

4. CHARAKTERISIERUNG DER KRYPTONQUELLE

Das Ziel der Untersuchung der kondensierten Kryptonquelle ist die reproduzierbare Messung der Lage der K32-Konversionslinie. Dazu ist es notwendig, die auf dem Substrat aufgefrorenen Filme möglichst reproduzierbar herzustellen. Im vorigen Kapitel wurde erklärt, dass deshalb besonderer Wert auf die Reinheit des Gases gelegt wird, in diesem Kapitel wird beschrieben wie genau ein bestimmter Film mit diesen Gasen aufgefroren wird. Im Verlauf der Messungen wurden verschiedene Filme präpariert, fast ausschließlich vom Typ a) bzw. d) (siehe Abb. 4.1). Die beiden Techniken b) und c) wurde derzeit noch nicht untersucht.

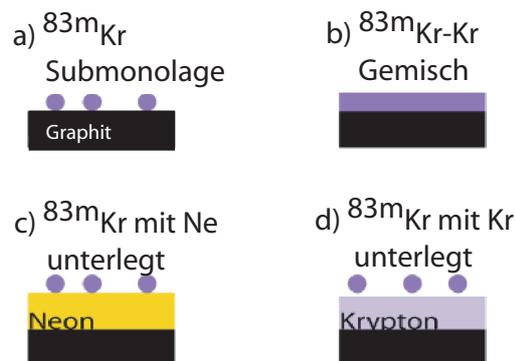


Abb. 4.1: Die verschiedenen Filme. 10^{10} ^{83m}Kr -Atome entsprechen nur etwa 10^{-5} einer Monolage. Vom stabilen Krypton werden bis zu 50 Monolagen aufgefroren. Ist die Unterlage zu dick, wirkt sie als Isolator und die Oberfläche lädt sich auf, was eine Veränderung in der Austrittsarbeit mit sich bringt. Das wiederum bedeutet eine mögliche Verschiebung der Kr-Konversionslinie im Volt-Bereich während der Messung.

Eine Unterlage aus stabilem Krypton wurde verwendet, da man auch nach der Benutzung des Ablationslasers nicht gewährleisten kann, dass die Oberfläche ohne jedes Restgas und atomar flach ist. Werden beispielsweise 5 Monolagen stabiles Krypton wie in 4.1 d) aufgefroren, so hat man auf jeden Fall eine glatte Fläche ohne große Löcher sofern das Krypton nicht auf dem Substrat schockgefriert (die Grenze zwischen organisierendem Film und schockgefrieren ist bei unserem Aufbau nicht bekannt). Ein weiteres wichtiges Argument für eine Unterlage sind die Spiegelladungen im Substrat aufgrund der Ladung des Tochteratoms

nach dem Zerfall[Pic92]. Dabei wird die Konversionslinie je nach Abstand D des Atoms und Abstand d der Spiegelebene vom Substrat um einige eV verschoben. Für ein Aluminiumsubstrat ist $\Delta E \approx 2,3\text{eV}$ (siehe Gl. 4.1). Das Ion induziert nach dem Zerfall eine Spiegelladung im Substrat, wodurch das Energieniveau abgesenkt und die Austrittsarbeit eines weiteren β -Teilchens verändert wird.

$$\Delta E = \frac{-e^2}{8\pi\epsilon_0(D-d)} = (2,3 \pm 0,2)\text{eV} \quad (4.1)$$

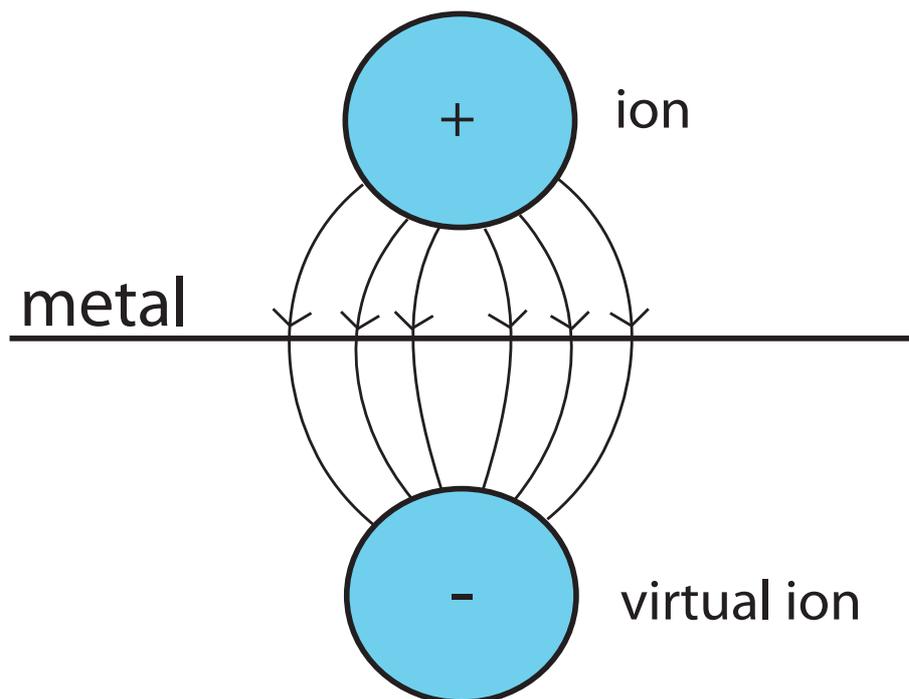


Abb. 4.2: Zur Veranschaulichung der Spiegelladungen

Hier kann ein dickerer Film als Unterlage helfen, den Einfluss der Spiegelladungen gering zu halten. Es gibt allerdings auch ein Argument, den Film nicht beliebig dick zu machen. Denn zerfällt das ^{83m}Kr , dann bleiben die positiven Atomrümpfe zurück. Das Substrat ist zwar elektrisch leitend, allerdings wirkt ein dicker Edelgasfilm als Isolator, so dass das Substrat nicht mehr elektrisch neutral ist. Dadurch verändert sich die Austrittsarbeit der Elektronen und es kommt zu einer unerwünschten Verschiebung der Konversionslinie. Möglichkeiten b) und c) wurden nicht angewandt wie bereits weiter oben erwähnt. Jedoch scheinen Methode a) und speziell d) besonders aussichtsreich in Hinblick auf Stabilität der Konversionslinie [Ost07].

Es können bei der Produktion eines ^{83m}Kr -Films viele Parameter variiert werden. Im folgenden sollen die verschiedenen Schritte und Möglichkeiten aufgelistet und erklärt werden.

4.1 Gas in das Monitorvolumen einlassen

Für das kontrollierte Einlassen von Gasen in das Monitorvolumen, benutzt man die Regulierventile 2, 3 (siehe Abbildung 3.1(a)). Die Öffnung des Regulierventils wird in Stellung 0-10 angegeben, da der Schrittmotor in diesen Einheiten arbeitet, auch zehntel Bruchteile sind ansteuerbar. Bei Stellung 3 ist das logarithmisch arbeitende Ventil noch komplett geschlossen, während es etwa ab Stellung 9 vollständig geöffnet ist.

Es gibt die Möglichkeit, die Ventile des Gaseinlasssystems automatisch durch ein Programm steuern zu lassen oder man steuert sie manuell. Bei der automatischen Methode lässt man einmal das Gas manuell ein und speichert dann ab. Das Programm wiederholt alles auf die Sekunde genau. Dies funktioniert am Besten, wenn man das Gas langsam, also mit kleiner Ventilstellung einlässt, da das Programm manchmal verzögert reagiert, z.B. dann, wenn viele komplexe Programme gleichzeitig auf dem PXI-System laufen. Typisch wären 2-3 Sekunden Verzögerung. Bei einer relativ kleinen Ventilstellung, etwa 7, steigt in dieser Zeit der Druck noch nicht wesentlich an. Um Unsicherheiten aufgrund des langsamen PXI-Systems zu minimieren, sollte es möglichst wenige Änderungen der Ventilstellung geben. Die schnellste Methode Gas einzulassen, ist die Manuelle. Hier kann man das Ventil am Anfang weit öffnen, etwa Stellung 9-10. Diese Methode ist vorzuziehen, wenn es darum geht schnell einen Film zu präparieren. Dazu lässt man zuerst über das manuelle Regulierventil am Druckminderer eine kleine Gasmenge bis Ventil 6,8 (Abb. 3.1(b)) ins Gaseinlasssystem ein, dort sollte etwa ein Druck von $p = 50 - 200\text{mbar}$ herrschen. Das Gas wird in diesem Bereich durch den Getter gereinigt. Nach Einlassen des Gases in das Monitorvolumen sollte das Ventil zu den Gasflaschen wieder geschlossen und das Gas abgepumpt werden. Ist der Druck im Monitorvolumen größer als gewünscht, kann bei einer kleinen Stellung des Regulierventils Gas abgepumpt werden.

4.2 Filme auffrieren

Als ein vernünftiger Wert hat sich $p_{MV} = 1\text{mbar}$ Krypton im Monitorvolumen herausgestellt. Mit diesem Druck lassen sich durch verschiedene Stellungen bzw. verschiedene Öffnungszeiten des Regulierventils praktisch alle Schichtdicken zwischen einer und einigen hundert Monolagen auf dem Substrat erreichen (siehe nächstes Kapitel, Abb. 4.6). Zum Auffrieren eines Films aus stabilem Krypton auf dem Substrat öffnet man Ventil 5 aus Abbildung 3.1(b). Mit Hilfe des Regulierventils 1 kann danach dosiert Krypton ins Kryosystem diffundieren eingelassen werden.

Außer Krypton kann auch Helium in das Gaseinlasssystem eingelassen werden. Dies ist zum Spülen der Kapillare bzw. zum Mitspülen des ^{83m}Kr gedacht. Eine früher angeschlossene Neonflasche wurde vor der 2. Messphase abgeklemmt, um das Vakuum zu verbessern. Die Temperatur am Substrat mit 11-12K reichte nicht aus, um Neon aufzufrieren. Ein besseres Vakuum garantiert ein reineres Gas, was wiederum eine bessere Reproduzierbarkeit der Filme bedeutet.

Um das ^{83m}Kr aufzufrieren, muss das Handventil 11 (Abb. 3.1(b)) am Rb-Volumen geöffnet werden. Das Rb-Volumen sollte vorher mindestens 3-4 Kr-Halbwertszeiten, etwa 6-7

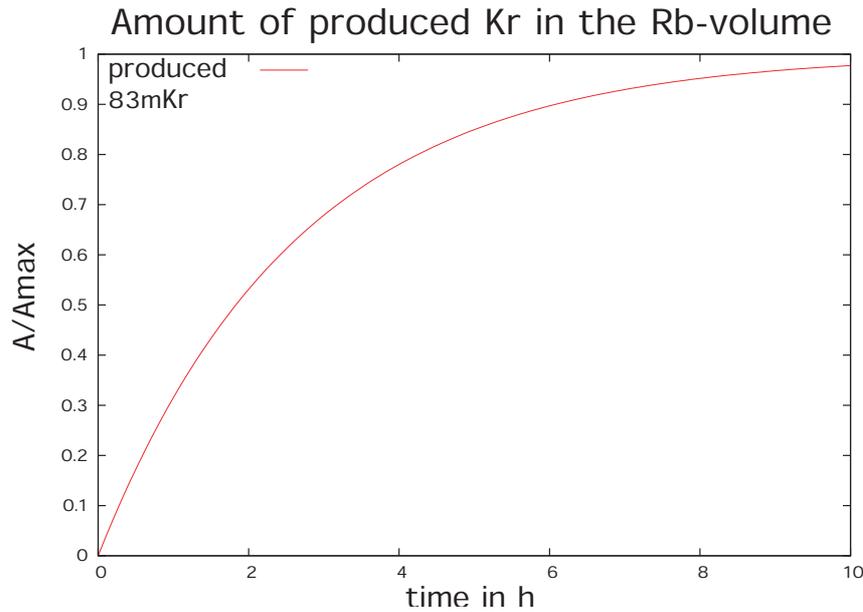


Abb. 4.3: **Kr Produktion im Laufe der Zeit.** Spätestens nach 6-7 Stunden Sammelzeit von ^{83m}Kr kann laut Gleichung 2.6 eine Messung gestartet werden

Stunden, geschlossen gewesen sein, damit durch den Rb-Zerfall genug ^{83m}Kr angesammelt wurde. In Abbildung 4.3 ist die Produktion von ^{83m}Kr in den ersten 10 Stunden zu sehen. Sie lässt sich mit Gleichung 2.7 berechnen. Auf der senkrechten Achse ist das Verhältnis von maximal möglichem und angesammeltem Krypton aufgetragen. Nach dem Öffnen des Handventils 11 (Abb. 3.1(b)) sollte man mindestens 15-20 Minuten warten, damit das Krypton auch wirklich durch die Kapillare bis zum Substrat gelangt. Aus Gleichung F.2 (Anhang) folgt bei einer $l = 150\text{cm}$ langen Kapillaren mit einem Durchmesser von $d = 0,2\text{cm}$ bei molekularer Strömung der Leitwert L von:

$$L = 12,1 \frac{d^3}{l} = 6,4 \cdot 10^{-4} \text{ l/s} \quad (4.2)$$

Man benötigt etwa $1000\text{s} \approx 17\text{min}$ damit das etwa 600ml fassende Volumen bis zum Substrat durch die Kapillare diffundiert ist.

Es ist auch möglich das Ventil 6 3.1(b) während der Messung geöffnet zu lassen. Dadurch bleibt die Zählrate nach etwa 2 Stunden relativ konstant und nimmt nicht mit der Halbwertszeit ab. Prinzipiell möglich ist auch der Einlass von Helium in das Rb-Volumen, um mit einem Druckunterschied von z.B. $\Delta p = 5\text{mbar}$ zwischen Rb-Volumen und Kryosystem das ^{83m}Kr -He Gemisch in einem kurzen Stoß zum Substrat zu spülen. Testmessungen haben gezeigt dass diese Technik keine Vorteile in Hinsicht auf die Zählrate bringt. Auf das Problem der zu geringen Zählrate wird weiter unten genauer eingegangen. Deshalb wurde meistens die erste Methode mit dem kontinuierlichem Kr-Einlass angewendet.

4.3 Bestimmung der Filmdicke

Um die Schichtdicke von Filmen auf eine Atomlage genau bestimmen zu können, bedarf es einer besonderen Technik. Möglich ist dies mit der Ellipsometrie. Das Prinzip der Ellipsometrie ist an Abbildung 4.4 zu erkennen.

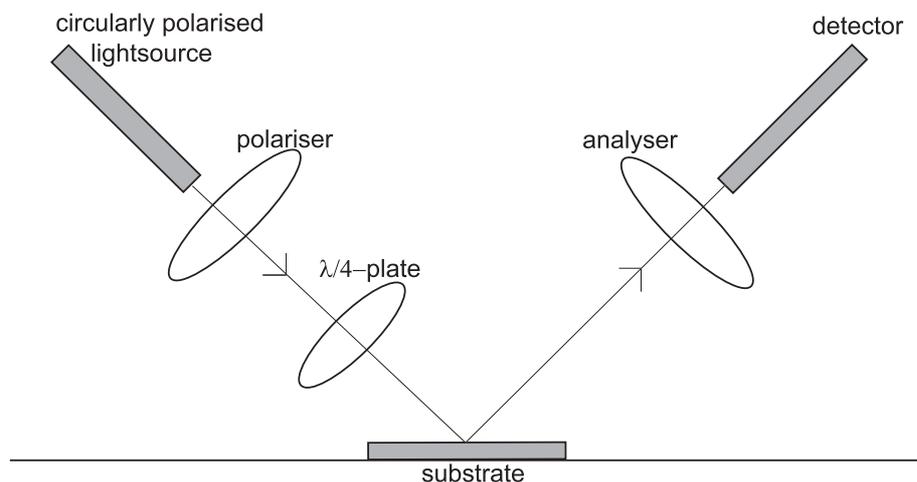


Abb. 4.4: **Prinzip der Ellipsometrie.** Es gilt die Stellung des Polarisators zu finden, in der elliptisch polarisiertes Licht aufgrund von Mehrfachreflektion an den verschiedenen Schichten des Substrats linear polarisiert reflektiert wird. Der Analysator wird in eine Position gebracht, in der der Detektor minimale Intensität misst. Mit den beiden Winkeln von Analysator und Polarisator lässt sich die Schichtdicke berechnen.

Die Grundidee der Null-Ellipsometrie beruht auf der Tatsache, dass der Polarisationszustand eines anfangs elliptisch eingestellten Lichtstrahls nach einer Reflektion an einem dünnen Schicht/Substrat-Verband aufgrund von Mehrfachreflektion (siehe Abb. 4.5) linear polarisiert sein kann. Je nach Schichtdicke ändert sich die Richtung der Polarisation. Genau dieses Verhalten ist sehr erwünscht. Findet man heraus in welche Richtung der reflektierte Lichtstrahl vollständig linear polarisiert ist, so kann die Dicke des Films berechnet werden. Linear polarisiertes Licht lässt sich glücklicherweise sehr leicht untersuchen. Man benötigt nur einen linear Polarisator/Analysator. Dieser wird so lange gedreht bis ein Minimum, im Idealfall eine vollständige Auslöschung, des Lichtstrahls erreicht wird. Die Stellungen von Analysator und Polarisator erlauben die Berechnung der Schichtdicke.

In Abbildung 4.4 erkennt man den schematische Aufbau. Zuerst wird das Licht definiert elliptisch polarisiert, dazu durchläuft der unpolarisierte Laserstrahl erst einen Linearpolarisator und anschließend ein $\lambda/4$ -Plättchen. In diesem Zustand wird das Licht am Substrat reflektiert. Wie weiter oben erwähnt, lässt sich nun das Minimum an Lichtintensität leicht mit einem drehbaren Linearanalysator finden.

Um die mathematische Herleitung zu verstehen, benötigt man die Fresnelschen Reflektionskoeffizienten R_s , R_p für senkrecht und parallel zur Einfallsebene polarisierte Lichtstrahlen.

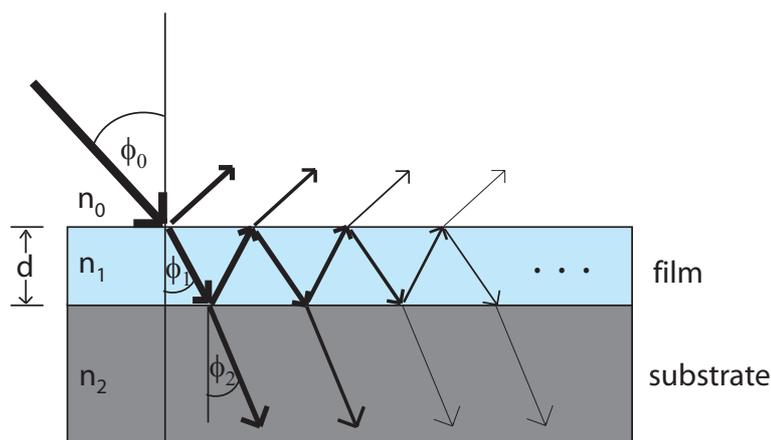


Abb. 4.5: Mehrfachreflexion eines Laserstrahls im Film. Alle reflektierten Teilstrahlen interferieren miteinander.

$$R_s = \frac{r_{01s} + r_{12}e^{-i2\delta}}{1 + r_{01s}r_{12}e^{-i2\delta}} \quad (4.3)$$

$$R_p = \frac{r_{01p} + r_{12}e^{-i2\delta}}{1 + r_{01p}r_{12}e^{-i2\delta}} \quad (4.4)$$

r_{ijx} sind die Fresnelkoeffizienten $r_{ijp} = \frac{n_j \cos \Phi_i - n_i \cos \Phi_j}{n_j \cos \Phi_i + n_i \cos \Phi_j}$ bzw. $r_{ijs} = \frac{n_i \cos \Phi_i - n_j \cos \Phi_j}{n_i \cos \Phi_i + n_j \cos \Phi_j}$ für die Reflexion zwischen Luft/Film bzw. Film/Substrat. Der Phasenunterschied zweier benachbarter Strahlen ist:

$$\delta = 2\pi \frac{d}{\lambda} \sqrt{n_1^2 - n_0^2 \sin^2 \Phi_0} \quad (4.5)$$

In dieser Gleichung steckt auch die Schichtdicke d . λ ist die Wellenlänge, sie beträgt in unserem Aufbau $\lambda = 632,8 \text{ nm}$, da ein He-Ne-Laser verwendet wird. n_0 und n_1 sind die Brechungsindizes aus Abb. 4.5.

Die Schichtdicke d bestimmt man mit Gleichung 4.6:

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = -\tan(A) e^{-2i(P-\pi/4)} \quad (4.6)$$

A,P ist dabei ein Paar der Analysator- bzw. Polarisatorposition, bei dem wie weiter oben beschrieben die Intensität des detektierten Laserstrahls minimiert wurde. Zur Berechnung der Schichtdicke benötigt man also neben der Kenntnis des Einfallswinkels Φ noch die Brechungsindizes von Graphit und Krypton.

Misst man für verschiedene Schichtdicken die Werte A und P, so können diese gegeneinander aufgetragen werden. In der Theorie ergeben diese Punkte annähernd eine geschlossene Kurve, die einer Ellipse ähnelt. Etwa alle 3400 \AA Schichtdicke wiederholt sich die Ellipse. Das ist allerdings keine große Einschränkung für unsere Anwendung, weil nur relativ dünne Filme (maximal 30 Atomlagen, entspricht ca. 3° Winkeländerung) gefroren werden sollen.

Im tatsächlichen Betrieb erfolgt die Bestimmung des Minimums sukzessiv. Das bedeutet, zuerst wird ein bestimmter Winkelbereich, etwa 5° , mit dem Analysator abgefahren und das Minimum der erhaltenen Parabel bestimmt. Der Analysator wird in diese Position gebracht. Anschließend wird das Minimum durch Drehung des Polarisators bestimmt. Nachdem auch dieser in das Minimum gefahren wurde, beginnt die Messung wieder mit dem Analysator. Sollten sich die Positionen nicht mehr ändern, hat man eine Stellung gefunden. Die Position des Polarisators P und die Position des Analysators A werden notiert. Aus deren Änderungen im Vergleich zum reinen Substrat lässt sich die Schichtdicke berechnen.

Die beiden Schrittmotoren, welche den Polarisator bzw. Analysator steuern, haben eine Genauigkeit von $0,02^\circ$. Bei den normalen Ellipsometriemessungen fährt man jeweils einen Winkel von $\theta = 1^\circ$ in $0,02^\circ$ Schritten mit dem Analysator/Polarisator ab.

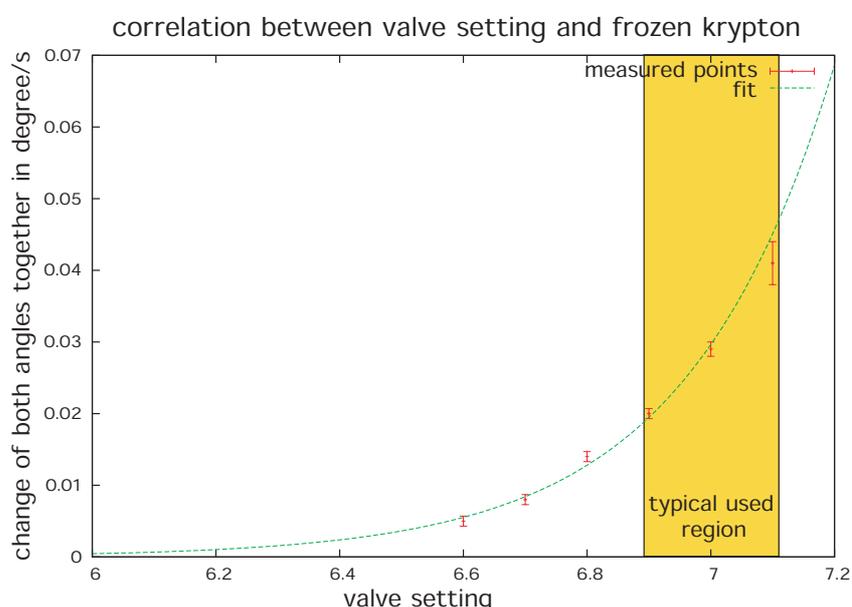


Abb. 4.6: Zusammenhang zwischen Ventilstellung und aufgefrorenem Krypton pro Sekunde. Mit der Stellung 7,1 erreicht man in weniger als 2 Minuten 20 Monolagen. Bei dünneren Schichten zieht man eine kleinere Stellung des Ventils vor, um die Öffnungszeit während sich das Ventil bewegt, etwa 7s, klein zu halten gegen die Zeit, in der das Ventil geöffnet bleibt. Das erhöht die Reproduzierbarkeit.

Derzeit steht noch keine präzise Umrechnung von der Winkeländerung des Polarisator/Analysator-Paares in eine Schichtdicke zur Verfügung, da keine exakte Referenzellipse existiert (siehe Kapitel Bestimmung der Schichtdicke). Diese ist jedoch im Bereich dünner Schichten in guter Näherung linear. Genau unter diesen Bedingungen wurden diese Messungen durchgeführt. Man kann an dem Diagramm ablesen, wieviel Grad sich der Analysator und Polarisator zusammen pro Sekunde ändern. Bei geringer Öffnung des Ventils, wie etwa Stellung 6,6 ist dieser Wert gering genug, um in 30s nur circa eine Monolage aufzufrieren. Das Ventil von Stellung 0 in Stellung 10 zu bringen dauert 10 Sekunden. Deshalb wählt man am besten eine kleinere Öffnung des Ventils und eine längere Öffnungszeit. Dadurch ist die

Zeit zu vernachlässigen, die das Ventil zum Öffnen und Schließen benötigt. Das macht die Handhabung einfacher und reproduzierbarer. Denn das Ventil wird durch ein LabView Programm gesteuert, welches wie oben schon erwähnt je nach Belastung des PXI Systems bis zu 3 Sekunden Verzögerung haben kann. Das sind z.B. bei Stellung 8 des Ventils schon viele Monolagen.

4.4 Abkühl- und Auftauverhalten der Kryptonquelle

Um das typische Verhalten der kondensierten Kryptonquelle während des Abkühl- und des Auftauprozesses kennenzulernen, wurden die Temperaturen und Druck am Kapillar-, 40K-Schild- und Substratsensor mitgeschrieben. Der Temperaturverlauf folgt wie erwartet beim Abkühlen und beim Auftauen des Kaltkopfes typischerweise einer $a \cdot e^{-t} + b$ bzw. $a \cdot (1 - e^{-t}) + b$ Kurve (zu sehen in Abbildung 4.7 und 4.8).

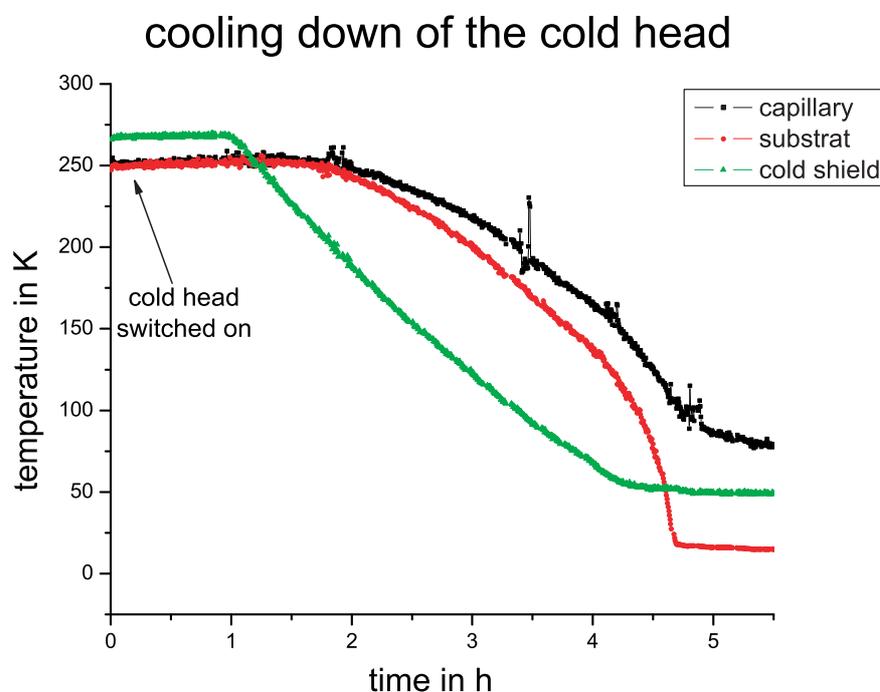


Abb. 4.7: **Kühlcharakteristik des Kaltkopfes.** Nach etwa 5 Stunden kann Krypton aufgefroren werden.

Besonders auffällig ist die Zeitskala. Das Auftauen dauert mindestens 10 mal länger. Während die Kryptonquelle 4-5 Stunden nach dem Einschalten des Kaltkopfes bereits messbereit ist, dauert das Auftauen im Normalfall 2-3 Tage. Die Temperatur am Substrat und am Kaltschild steigen bzw. fallen ziemlich gleichmäßig, nirgendwo im Graph gibt es größere unerwartete Schwankungen. Beim Kapillarsensor dagegen kommt es immer zwischen 175K und 200K zu Fluktuationen. Das kann bedeuten, dass der Temperatursensor in diesem Bereich nicht so gut arbeitet. Allerdings könnte es auch auf einen Kontakt zwischen Kapillare und

Kaltschild hindeuten. Es wurde schon des öfteren beobachtet, wie die Kapillartemperatur beim Hochregeln der Heizung gefallen ist.

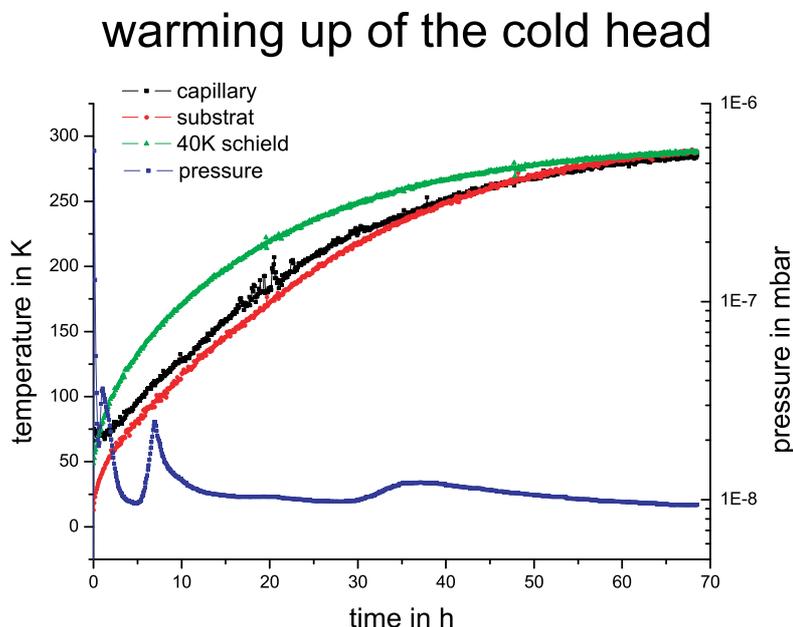


Abb. 4.8: Auftaucharakteristik des Kaltkopfes. Die verschiedenen Anstiege in der Druckkurve entstehen durch auftauendes Gas. Es könnte sich um Stickstoff handeln, der an den verschiedenen Stellen im System verdampft.

Die Druck-Kurve in Abbildung 4.8 zeigt einige Druckanstiege. Je später diese sind, desto länger und weniger ausgeprägt sind sie. Das liegt daran, dass die Temperatur im späteren Verlauf kaum noch steigt, während sie zu Beginn sehr steil gestiegen ist. Vermutlich handelt es sich immer um das gleiche Gas. Stickstoff wäre denkbar, da im Kryoteil immer noch einige kleine Lecks zu finden waren, z.B. am Isolator (dieser wird für die nächste Messphase ausgetauscht, er befindet sich zwischen Gaseinlasssystem und Substrat und trennt diese beiden elektrisch voneinander). Krypton ist eher unwahrscheinlich. Die Messung fand nur drei Tage nach dem Einschalten des Kaltkopfes statt. In dieser Zeit wurde kein Film mit stabilem Krypton als Unterlage gemessen. Es wurde nur radioaktives Krypton eingelassen. Das ist nicht genug Krypton, um einen Druckanstieg bis auf $p_{Kryosystem} = 10^{-6}$ mbar zu erklären.

Die Kurven haben die erwartete Form und sollten bei jedem Abkühl- und Auftauvorgang ähnlich aussehen.

4.5 Steuerung und Überwachung des Gaseinlasssystems

Das Gaseinlasssystem, welches für die Säuberung und Speicherung der Gase verantwortlich ist, enthält 5 automatische Ventile und zwei Druckmessröhren. Um diese zu steuern bzw. auszulesen, wird, wie bereits erwähnt, das PXI System benutzt. Das PXI-System wird über ein Labview Programm gesteuert, das bereits im Rahmen einer früheren Diplomarbeit [Pra05] erstellt wurde. An dieser Stelle sollen nur die Neuerungen und Verbesserungen erwähnt werden. Im Anhang E sind mehrere Screenshots des Programms zu sehen. Das Programm zur Steuerung und Überwachung des Gaseinlasssystems heißt „Gesamtprogramm.vi“. Oben links sind die Reiter zu erkennen, die die verschiedenen Menüpunkte aufrufen. Im einzelnen bedeuten diese:

1. eine allgemeinen Übersicht über die wichtigsten Werte, inklusive SMS Warnsystem
2. Die Ventilsteuerung des Gaseinlasssystems mit Druckauslese
3. Die Temperaturüberwachung des Gaseinlasssystems
4. Die Fernsteuerung der Heizung

In der Übersicht sind die wichtigsten Werte der kondensierten Kryptonquelle auf einen Blick ablesbar. Dazu gehört neben Druck im Kryobereich und Temperatur am Substrat auch der Druck im Gaseinlasssystem. Eine besonders wichtige Neuerung ist unten rechts zu erkennen. Das SMS Warnsystem. Da die meisten Messungen lange laufen sollen, bieten sich Messungen über Nacht an. Das Warnsystem hat zwei Arbeitsweisen. Stellt man den Schieber auf „an“, so versendet es an alle Telefonnummern, die in der Datei „Telefonnummern.txt“ auf dem PXI-System gespeichert sind, eine SMS, sobald eine festgelegte Grenze von Druck bzw. Temperatur überschritten ist. Die SMS beinhaltet alle aktuellen Drücke und Temperaturen. Das System sendet nach 5 Minuten eine weitere SMS, damit man sehen kann, ob sich die Werte verändert haben. Andererseits erhalten jederzeit alle Handys in der Datei „Telefonnummern.txt“ eine Status SMS, wenn jemand die Nummer 01757250981 anruft, 2-3 mal klingeln lässt und auflegt. Als letzten Satz beinhaltet jede SMS die Angabe, ob es sich um eine Status-SMS (alle Werte innerhalb der gewünschten Limits) oder eine Warn-SMS (mindestens ein Wert überschreitet ein Limit) handelt.

Die manuelle Ventilsteuerung hat sich nur geringfügig seit der Diplomarbeit [Pra05] geändert. Einzige wichtige Neuerung ist die Druckauslese des Spektrometers. Damit ist es nun möglich auch den Druck im Spektrometer permanent zu überwachen.

Die Temperatúrauslese war zuvor ein eigenständiges Programm. Sie wurde in das Gesamtprogramm integriert. Es kann die Temperatur in beliebigen Zeitintervallen mit schreiben, nur sollte man sich über den begrenzten Speicherplatz auf dem PXI System bewusst sein. Die Dateien sollten wenigstens alle 2 Tage auf einem anderen Computer abgespeichert werden, um den Platz wieder frei zu geben.

Die Heizungssteuerung ist ebenfalls neu. Es ist möglich die gewünschte Heizspannung im Programm einzugeben. Sollte die Temperatur oder der Druck im System eine bestimmte Grenze überschreiten, so stellt sich die Heizung selbständig ab. Sollte dem Computer eines Tages ein Internetzugang zur Verfügung stehen, ist es prinzipiell möglich alle diese Werte

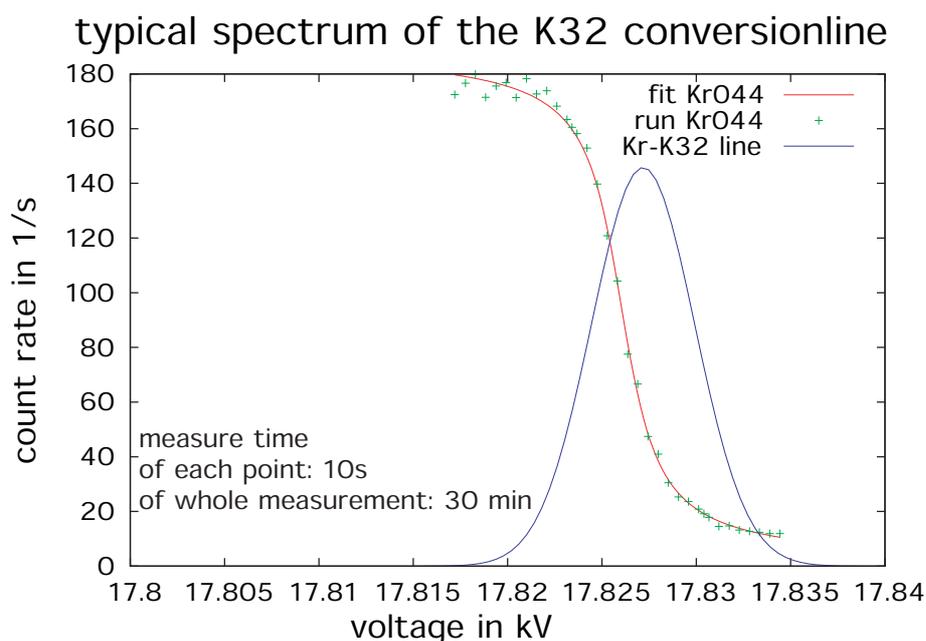


Abb. 4.9: Eine typische gemessene Kr-K32-Konversionslinie mit einer Linienbreite von $\sigma = 2,83\text{eV}$. Die lorentzförmige K32-Konversionslinie von $^{83\text{m}}\text{Kr}$ erhält man durch Entfaltung des integralen Lorentzspektrums (rote Kurve) mit der Transmissionsfunktion des Spektrometers (Abb. 4.10, Gl. 4.7)

online zu überwachen. Das Programm ist so geschrieben, dass man alle Werte sehen kann, allerdings ist es aus Sicherheitsgründen nicht möglich Ventile oder Heizungen zu steuern. Schließlich kann es vorkommen, dass man beispielsweise ein falsches Ventil öffnet und die Turbopumpe herunter fährt. Ist man direkt im Labor lässt sich dieser Fehler leicht korrigieren.

4.6 Typische Ergebnisse

In den ersten zwei Messphasen wurden insgesamt fast 200 Messungen durchgeführt. Abbildung 4.9 zeigt ein typisches integrales Spektrum der K32-Kr-Konversionslinie von $^{83\text{m}}\text{Kr}$. Je höher die am Spektrometer angelegte Retardierungsspannung steigt, desto weniger Elektronen gelangen zum Detektor. Da die Transmissionsfunktion des Spektrometers keine exakte Stufenfunktion ist (siehe Abb. 4.10 und Gl. 4.7), handelt es sich beim integralen Lorentzspektrum mathematisch gesehen um die Faltung der Transmissionsfunktion mit der Lorentzkurve. Die Transmissionsfunktion ist in Gleichung 4.7 gegeben.

$$T = \begin{cases} 0 & \text{für } E < qU_0 \\ 1 - \sqrt{1 - \frac{E - qU_0}{E_S} \cdot \frac{B_S}{B_A}} & \text{für } E - E \cdot \frac{B_A}{B_S} \leq qU_0 \leq E \\ 1 & \text{für } qU_0 \leq E - E \cdot \frac{B_A}{B_S} \end{cases} \quad (4.7)$$

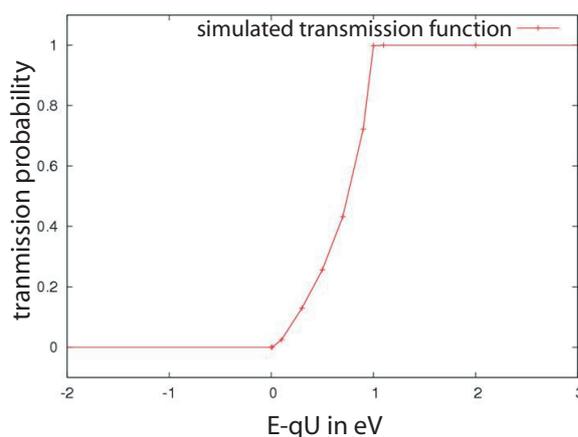


Abb. 4.10: **Transmissionsfunktion des Mainzer Spektrometers.** Die Transmissionsfunktion entspricht fast einer Sprungfunktion. Innerhalb eines Volts steigt die Transmissionwahrscheinlichkeit von 0 auf 1. Während der Messungen betrug: $B_S = 6T$, $B_A = 0,3mT$ und die Auflösung des Spektrometers: $\Delta E = 0,9eV$

Dabei ist:

1. E = kinetische Energie der Elektronen
2. U_0 = Gegenspannung in der Analysierebene
3. B_S = Magnetfeld am Emisionsort der Elektronen = Magnetfeld im Zentrum des Magneten
4. B_A = Magnetfeld in der Analysierebene

Bei den bisherigen Messungen wurden Magnetfelder von $B_S = 6T$ und $B_A = 0,3mT$ benutzt. Die Auflösung ist durch die maximale Energie gegeben, die nicht vom Transversalimpuls in den Longitudinalimpuls umgewandelt wird.

$$\Delta E = \frac{B_S}{B_A} \cdot E_{max} = \frac{6T}{0,3mT} \cdot 17825eV = 0,9eV \quad (4.8)$$

E_{max} ist die maximale Energie, die die K32 Konversionselektronen von ^{83m}Kr besitzen können.

Die Auswertung dieser Daten erfolgt mit dem Programm Minuit, es entfaltet das integrale Lorentzspektrum mit der Transmissionsfunktion. Das Programm gibt die Linienposition und -breite, jeweils mit Fehler, sowie das χ^2 der Messung aus. Eine komplette Messung dauert bei der derzeitigen Zählrate von 100-200 Ereignisse/s etwa 30-40 Minuten, jeder einzelne Messpunkt 10s. Indem jeder Punkt zweimal gemessen wird, die Spannung wird erst erhöht und dann wieder verringert, wird eine Korrektur 1. Ordnung in der Halbwertszeit vorgenommen. Wird allerdings kontinuierlich ein Film aufgefroren, gibt es keine Probleme mit der

Halbwertszeit, da die Zählrate nach einem anfänglichen Anstieg stabil bleibt. Bei Langzeitmessungen über Nacht mit kontinuierlich auffrierendem ^{83m}Kr wurden bis zu 16 Messungen hintereinander durchgeführt. Die Hauptaufgabe der Kryptonquelle im KATRIN Experiment ist es mit einer Reproduzierbarkeit von besser als 60meV die K32-Konversionslinie zu messen. Die meisten Ergebnisse der Messungen zur Reproduzierbarkeit und Stabilität der CKrS finden sich in der Doktorarbeit [Ost07]. Hier sollen nur 2 Messungen der ersten Messphase vorgestellt werden.

Abbildung 4.11 zeigt eine Reihe von Messungen der ersten Messphase im Februar 2006. Die Linienbreite der Lorentzkurve der K32-Konversionslinie wurde bei der Auswertung auf $\sigma = 2,83\text{eV}$ fixiert. Man erhält eine Standardabweichung der Verteilung der Messpunkte von $\sigma = 78\text{meV}$. Es besteht die Hoffnung, in den späteren Messphasen die Standardabweichung weiter zu senken. Dazu wird das Vakuum in der kondensierten Kryptonquelle verbessert, um so einen noch reineren Film herstellen zu können. Je reiner der Film, desto besser die Reproduzierbarkeit. Außerdem sollen die Fehlerbalken der einzelnen Messungen verkleinert werden. Dazu benötigt man eine höhere Statistik, also eine höhere Zählrate. Diese Messungen wurden mit etwa 200 Ereignissen pro Sekunde durchgeführt. Angestrebt sind einige 1000 pro Sekunde. Auf dieses Thema wird noch einmal detaillierter im nächsten Kapitel eingegangen.

Auch die Filme mit einer Unterlage aus stabilem Krypton wurden hinsichtlich ihrer Stabilität und Reproduzierbarkeit untersucht. In Abbildung 4.12 sieht man mehrere Messungen mit unterschiedlich dicker Unterlage. Die Dicke der Unterlage wurde zwischen 6 und 250 Angstrom variert. Man erhält eine Standardabweichung von etwa $\sigma = 60\text{meV}$. Dabei ist kein Zusammenhang zwischen Dicke der Unterlage und Linienposition zu erkennen. Laut Theorie sollte bei sehr kleinen Unterlagen die Energie etwas geringer werden. Allerdings ist hier auch die Statistik noch sehr gering. Bei Dicken zwischen 0 und 15 Angstrom müssen noch weitere Messungen gemacht werden, um eine eindeutige Aussage zu erhalten. Auch bei diesen Messungen sind die großen Fehlerbalken der einzelnen Messungen noch sehr unbefriedigend. Sollten sie in der nächsten Messphase kleiner werden, könnte eine Wiederholung dieser Messungen im Bereich dünner Unterlagen aufschlussreich sein.

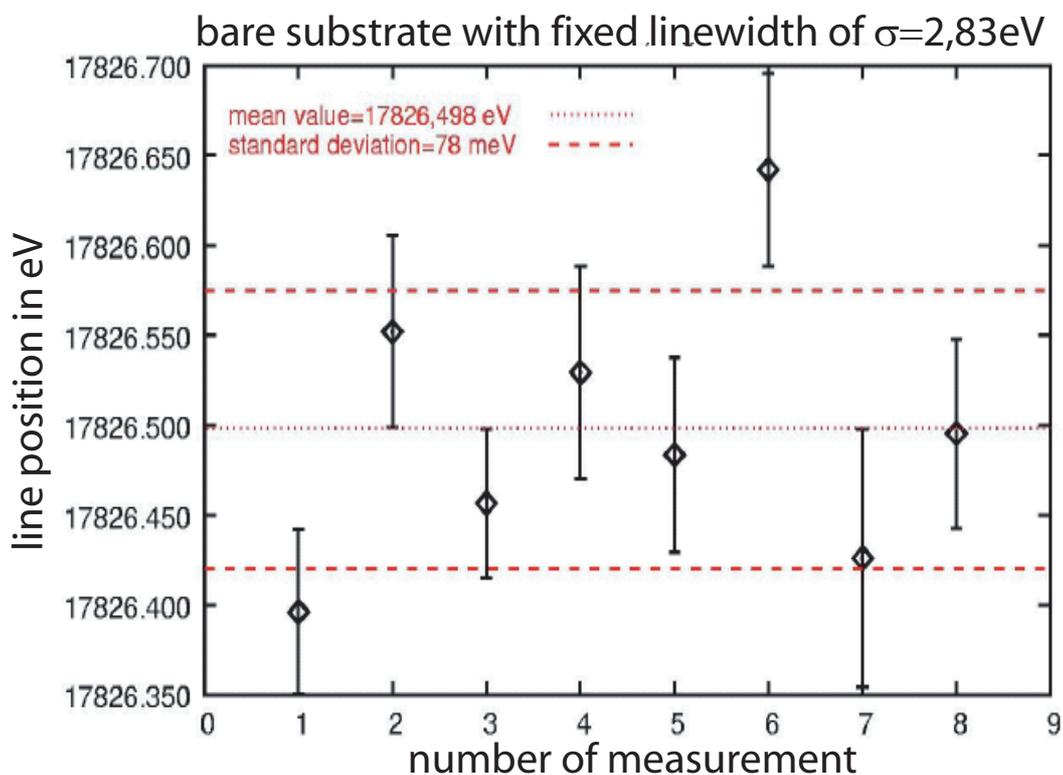


Abb. 4.11: Messung mit ^{83m}Kr direkt auf dem Substrat. Diese Graphik beinhaltet nur Messungen der ersten Messphase im Februar 2006. Die Standardabweichung der Schwankung der Messpunkte beträgt $\sigma = 78\text{meV}$. Der absolute Wert der Linienposition ist von keiner besonderen Bedeutung, da keine absolute Eichung der Energie angestrebt ist. Durch eine Erhöhung der Zählrate von 200 Ereignissen pro Sekunde auf einige 1000 Ereignissen pro Sekunde werden die Fehlerbalken der einzelnen Messungen bei zukünftigen Messungen verkleinert. Auch die Reinheit des Filmes wird durch Verbesserung des Vakuums gesteigert. Durch diese beiden Verbesserungen sollte eine noch bessere Reproduzierbarkeit, d.h. kleinere Schwankungen der Messpunkte, erreichbar sein.

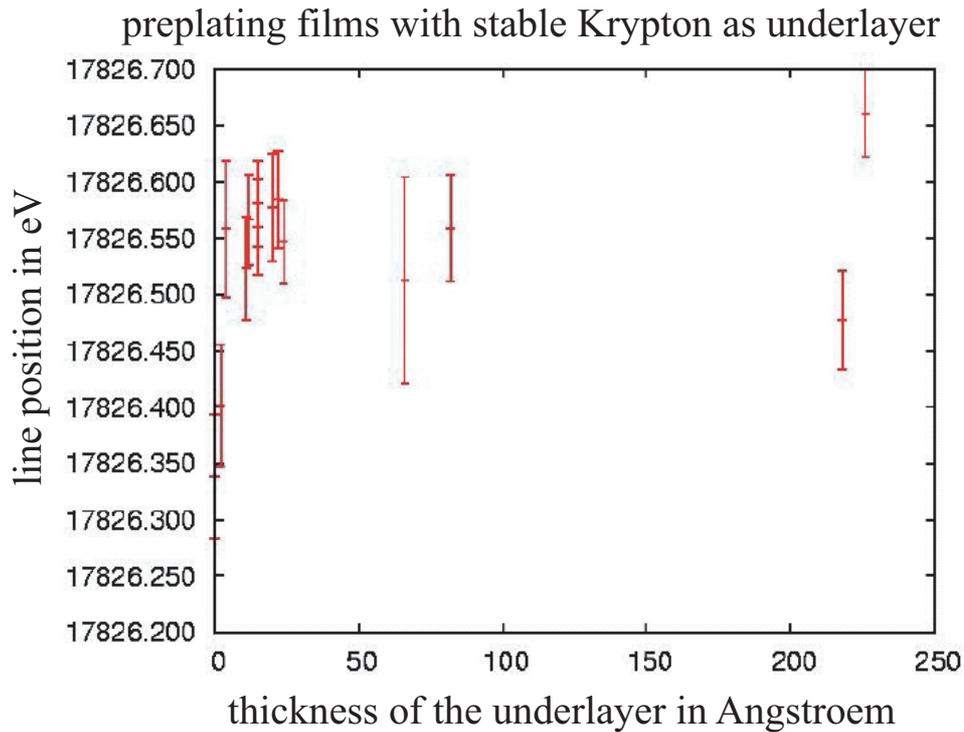


Abb. 4.12: Messungen mit einer stabilen Krypton Unterlage. Bei der Auswertung dieser Messungen wurde die Linienbreite der K32-Konversionslinie auf $\sigma = 2,83\text{eV}$ fixiert. Die Reproduzierbarkeit der Linienlage hat eine Standardabweichung von $\sigma = 60\text{meV}$. Es ist keine Abhängigkeit von Linienposition und Dicke der Unterlage zu erkennen, obwohl die Theorie einen Abfall der Energie zu kleineren Dicken hin voraussagt. Die Messungen müssten noch einmal mit höherer Statistik in diesem Bereich wiederholt werden, um eindeutig Aufschluss geben zu können.

5. UNTERSUCHUNG DER ^{83m}Kr -AKTIVITÄT

5.1 *Si PIN Diode mit Kühlfalle als Krypton-detektor*

Wie bereits in Kapitel 3 erwähnt, friert auf dem Substrat eine viel zu geringe Menge ^{83m}Kr auf, was zu geringen Zählraten führt. Die Rb-Quelle hatte bei ihrem Eintreffen am 22.11.05 in Mainz etwa eine Stärke von 6,4 MBq. Bei einer Quellstärke von 3MBq während der ersten Messung betrug die Zählrate der Kr-K32-Konversionslinie etwa 200 Ereignisse/s. Die erwartete Zählrate war 100.000 Ereignisse/s. Für den Betrieb von KATRIN ist eine Zählrate von einigen 1000 Ereignisse/s notwendig. Denn nur mit dieser hohen Zählrate ist eine schnelle Bestimmung, im Bereich einiger Minuten, der Lage der K32-Konversionslinie auf 60meV Genauigkeit möglich. Derzeit gibt es zwei bevorzugte Erklärungen, die eine Zählrate erklären können, die mehr als Faktor 100 zu niedrig ist:

1. Die Kryptonatome frieren auf dem Weg zum Substrat in der Kapillare fest. Die Kapillarheizung hat den Zweck dies zu verhindern, indem sie die Kapillare bis auf 120K erhitzt. Falls es jedoch eine Stelle in der 1m langen Kapillare gibt, die nur 40-50K kalt ist, dann wirkt diese als Kühlfalle, die auch das Krypton auffriert. Um dem entgegenzuwirken, bleibt nur die Möglichkeit eine neue, thermisch besser vom Kühlfinger isolierte, Kapillare einzubauen.
2. Es besteht außerdem die Möglichkeit, dass das radioaktive ^{83m}Kr das Rb-Volumen nicht verlässt. Sollte dies der Fall sein, so muss es mit einem Spülgas wie Helium in einem laminaren Fluss mit herausgespült werden. Dafür eignen sich nur sehr wenige Gase, da diese die Messungen nicht stören dürfen, das heißt, das Spülgas darf nicht auf dem Substrat auffrieren und sollte relativ gut abgepumpt werden können, damit relativ schnell wieder ein niedriger Druck in der Kryptonquelle herrscht.

Das erste Problem wird durch einen Umbau der Kapillare gelöst (siehe Abbildung 5.1). Die Kapillare hat nun einen besseren thermischen Anschluss an den Heizer. Heizer und Kapillare verlaufen parallel und sind in einem U-förmigen Rohr eingebettet, wodurch auf der kompletten Strecke entlang des 40K-Schildes thermischer Kontakt besteht und eine höhere Kapillartemperatur erreicht werden kann.

Das zweite Problem wurde im Rahmen dieser Diplomarbeit mit einer Si PIN Diode (Hamamatsu S3590-05) in einem kleinen Testaufbau (Abb. 5.2) untersucht. Der Messaufbau besteht aus einer Si PIN-Diode, hinter der direkt die erste Stufe eines sehr rauscharmen Vorverstärkers sitzt. Dieser überträgt das Signal an eine nachfolgende Vorverstärkerstufe, mit der er durch ein etwa 20cm langes Kabel (elektromagnetisch abgeschirmt durch ein

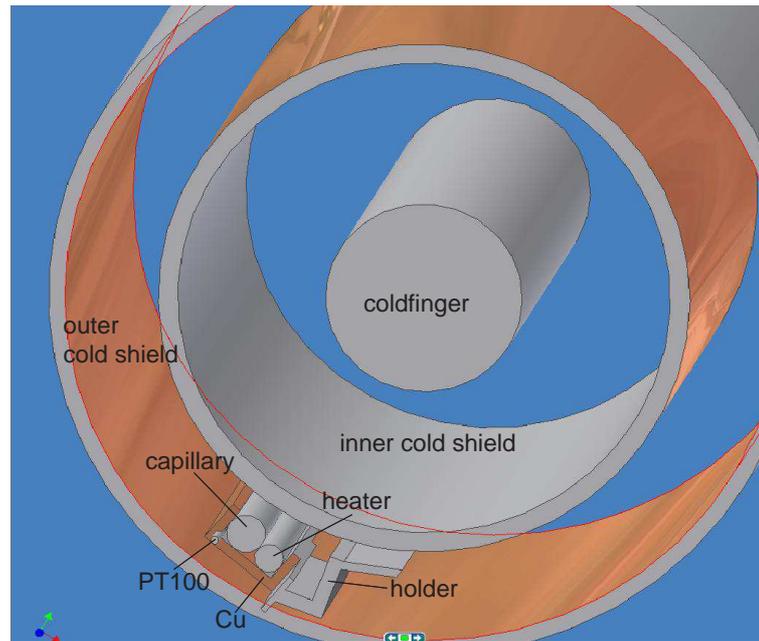


Abb. 5.1: **Neue Kapillare.** Durch den schlechteren Wärmekontakt an das Kaltschild und die bessere Verbindung zwischen Kapillare und Heizer ist es leichter diese Kapillare auf Temperaturen über $T_{Kap} = 150\text{K}$ zu bringen.

Drahtgeflecht) verbunden ist (siehe Abbildung 5.6). Desweiteren folgt noch ein Spektroskopieverstärker, von dem aus die Signale zum DAQ-System gelangen. Direkt an der ersten Vorverstärkerstufe befindet sich der Eingang für den Pulser und für die Spannungsversorgung des Detektors. Die Polarität der Versorgungsspannung U_{det} ist positiv und folgende Werte sollten eingehalten werden, um die Diode nicht zu zerstören:

1. $U_{det,max} = 70\text{V}$ bei $T = 300\text{K}, p = 1\text{mbar}$
2. $U_{det,max} = 100\text{V}$ bei $T = 300\text{K}, p \leq 10^{-2}\text{mbar}$
3. $U_{det,max} = 150\text{V}$ bei $T = 255\text{K}, p \leq 10^{-2}\text{mbar}$

Der Detektor kann an einem Kühlaggregat (bis -20°C) angeschlossen werden, wodurch die Auflösung der K32 Konversionslinie deutlich steigt (von $\sigma_{warm} \approx 2,7\text{keV}$ auf $\sigma_{kalt} \approx 1,9\text{keV}$) und das Untergrundrauschens um etwa 5 keV auf ca. 9,5 keV fällt. Das Kühlaggregat wird mit vergälltem Alkohol betrieben und eine Umdrehung am Gerät gegen den Uhrzeigersinn bedeutet eine Abkühlung um ca. 10°C . Es ist vorteilhaft, wenn der Detektor nicht der kälteste Punkt im System ist, denn andernfalls friert Wasser auf der PIN-Diode fest. Deshalb wurde der Detektor während der Messungen nur bis $+5^\circ\text{C}$ abgekühlt sofern der Kühlfinger des Testaufbaus nicht betrieben wurde. Noch besser wäre es zwar nicht unter 15°C zu kühlen, allerdings bedeutet eine Abkühlung um nur 8°C fast keinen Gewinn an Auflösung. 5°C Betriebstemperatur schien ein brauchbarer Kompromiss zu sein.

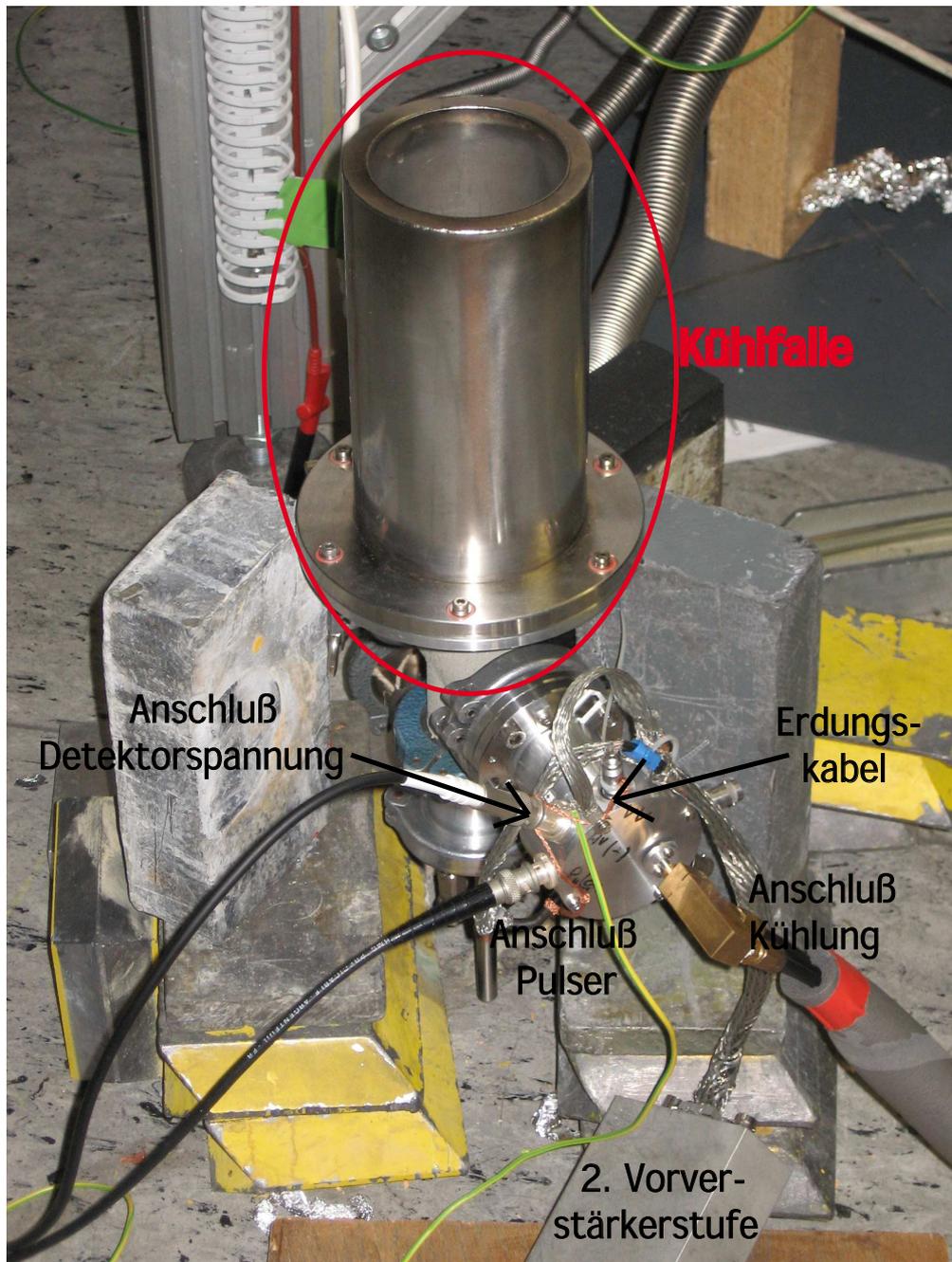


Abb. 5.2: **Der Testaufbau.** Hier in Mainz. Die Bleiziegel dienen nur als Stütze. In die Kühlfalle kann flüssiger Stickstoff eingefüllt werden, um das radioaktive Krypton an einem Kühlfinger aufzufrieren. Der Detektor ist bis -20°C kühlbar. Das ^{83m}Kr wird durch die Turbopumpe am Gaseinlasssystem in das Detektorvolumen gepumpt, von dort wird es mit einer Vorpumpe in einen Abzug geleitet.

Um die gute Auflösung und das niedrige Rauschen zu erhalten, war eine angemessene Erdung des Detektoraufbaus notwendig. Am Gehäuse der ersten Vorverstärkerstufe ist ein Erdungskabel fest angebracht. Laut dem originalen Schaltungsplan, soll es zwei verschiedene „Erden“ geben, die auf unterschiedlichem Potential liegen. Die Signalerde gehört zur PIN-Diode, während die Gehäuseerde außen anliegt. Durch Experimentieren mit dem Detektor stellte sich heraus, dass ein geringeres Rauschen erreicht wird, wenn beide Erden durch einen Kupferdraht verbunden sind. Diese „Verdrahtung“ sollte vorzugsweise beibehalten werden, da sie zumindest in der Praxis zu guten Ergebnissen führt. Speziell in Laboren mit vielen elektrischen Störquellen, wie laufenden Turbopumpen, ist dieser Kupferdraht wichtig (vergleiche Abb. 5.3(a) und Abb. 5.3(b)).

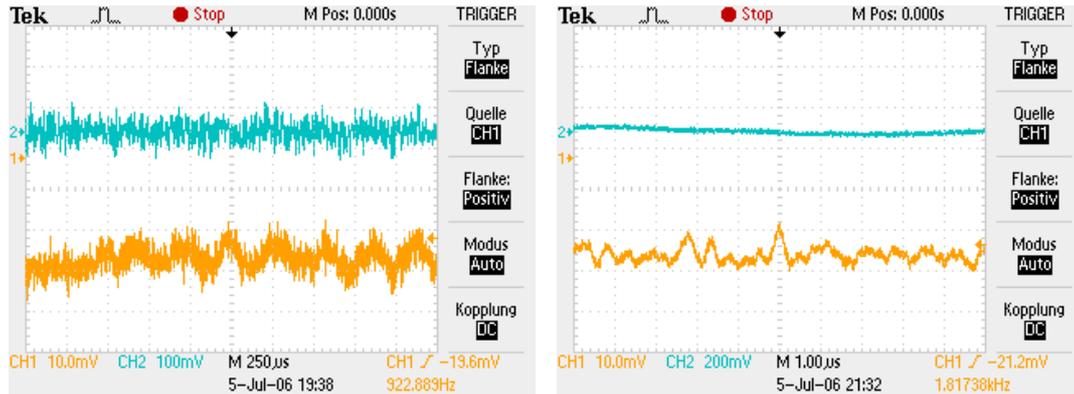
Es gab zwei verschiedene Messphasen. Eine erste Messphase wurde in Mainz direkt am Gaseinlasssystem durchgeführt, in der untersucht wurde, ob ^{83m}Kr durch das Gaseinlasssystem bis zur Pumpe gelangt. Die zweite fand in Münster statt und sollte klären, ob aus dem Rb-Volumen wirklich das gesamte Krypton herauskommt. Dazu wurde das Rb-Volumen direkt an die Kühlfalle mit Detektor angebracht. Die Mainzer Messungen sind leider nicht so aussagekräftig wie die Messungen aus Münster. Denn in Mainz wurde die Aktivität des abgepumpten ^{83m}Kr gemessen. In Münster dagegen wurde nach dem Evakuieren das Ventil zur Pumpe geschlossen, so dass sich ein Gleichgewicht einstellen konnte. Das ist ein Grund, warum es nicht möglich ist, die beiden Messungen direkt miteinander zu vergleichen. Desweiteren wurden sehr unterschiedliche Pumpen benutzt. In Mainz wurde das Rb-Volumen mit einer Turbopumpe gepumpt (etwa $p = 5 \cdot 10^{-8}$ mbar im Monitorvolumen) während die Si-Diode im Vorvakuum eingebaut war (keine Druckmessgerät vorhanden). In Münster dagegen befand sich die Diode in einem Hochvakuum von etwa $p = 10^{-5}$ mbar, evakuiert mit einer Öldiffusionspumpe.

5.1.1 Typische Signale

Im Laufe der Messungen wurden verschiedene Aufnahmen mit dem Oszilloskop gemacht, um das Aussehen der verschiedenen Signale und des Rauschens zu dokumentieren.

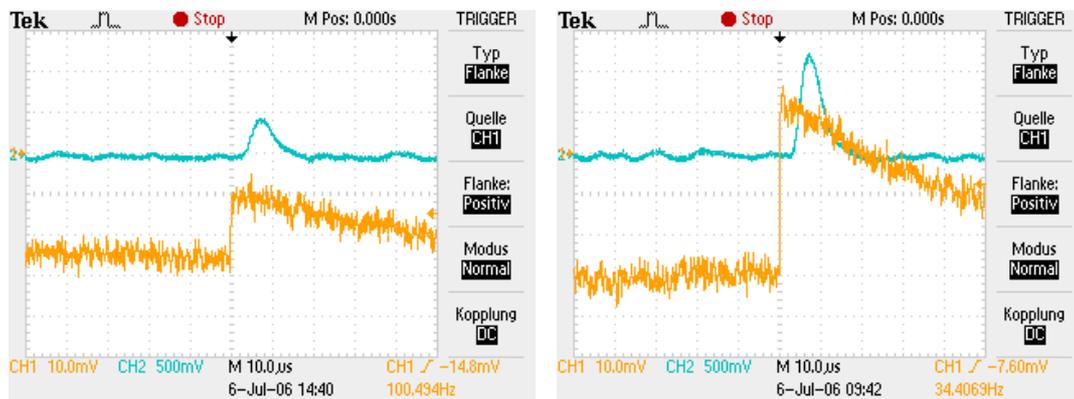
Bei allen Bildern (5.3(a)-5.3(d)) ist die obere Linie jeweils das Signal des Hauptverstärkers und die untere Linie das Signal aus dem Vorverstärker. Abbildung 5.3(a) zeigt das Rauschen zu Beginn der Messung. Es ist bei einer so großen Oszillation nicht möglich ein Kryptonereignis zu messen. Nicht zu erkennen in dieser Graphik ist das überlagerte, langwellige Rauschen. Dieses wird allerdings bei einer Zeitkonstante von 2μ vom Bandpassfilters des Spektroskopieverstärkers (shaping Zeit) heraus gefiltert und stört deshalb die Messung nicht. Allgemein ist aufgefallen, dass das Rauschen im Labor in Mainz im allgemeinen und speziell in der Nähe der Kryptonquelle besonders groß ist. Im Isotopenlabor in Münster war das Rauschen kaum noch ein Problem. Bild 5.3(b) zeigt das optimal bekämpfte Rauschen in Mainz. Hier gibt es nur noch zufällige Fluktuationen.

Die beiden Bilder 5.3(c) und 5.3(d) zeigen Signale. Zum einen ein Signal vom ^{83m}Kr und zum anderen ein Pulserignal, welches direkt in den ersten Vorverstärker eingespeist wird. Da das Pulser-Signal ebenfalls alle Verstärkerstufen durchläuft, kann man anhand seiner Breite die elektronische Auflösung des Systems abschätzen. Alle Aufnahmen wurden mit einer Verstärkung (coarse gain auf dem Hauptverstärker genannt) von 20-50 gemacht.



(a) starkes Rauschen, beide Erden sind nicht miteinander verbunden

(b) schwaches Rauschen, beide Erden sind miteinander verbunden



(c) typisches Signal eines Konversionselektrons

(d) Pulser

Abb. 5.3: **Typische Spektren.** In jeder einzelnen Abbildung ist das untere gelbe Signal jeweils das Signal des Vorverstärkers, das obere Signal kommt aus dem Hauptverstärker.

Die feinere Einstellung (fine gain) stand auf 9,2. Mit dieser Einstellung endete bei diesem Testaufbau das Rauschen etwa bei 10keV und die Auflösung der L+M32 Konversionslinie des Kryptons hatte eine Breite von $\sigma \approx 2,5\text{keV}$. Bei zu geringer Verstärkung ist das Rauschen zwar kleiner, allerdings wird das Spektrum auch auf weniger Kanäle zusammengestaucht.

5.1.2 Vorüberlegung

Für die Messung zur ^{83m}Kr Aktivität wurden die L+M 32 Konversionselektronen mit $E \approx 30\text{keV}$ verwendet. Es stellt sich die Frage, ob Elektronen mit 30keV Energie aufgrund von Absorption in der Luft den Detektor erreichen können.

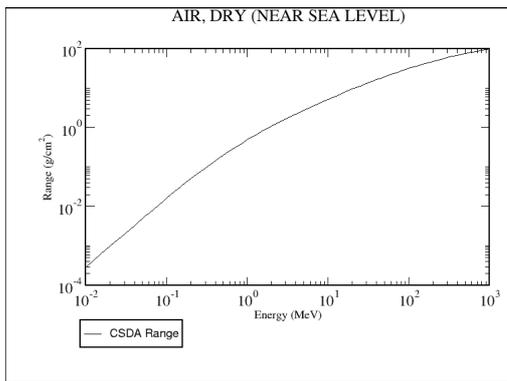


Abb. 5.4: Reichweite der Elektronen in Luft. CSDA (=continuous slowing down approximation)

In Abbildung 5.4 (ESTAR¹) ist der Energieverlust für Elektronen (stopping power) in normaler trockener Luft zu sehen. Mit Hilfe dieses Graphen lässt sich die Reichweite der gewünschten Elektronen abschätzen. Bei dem Versuch geht es um die L+M32 Konversionslinie, welche etwa bei $E=30\text{keV}$ liegt. Aus der zugehörigen Tabelle liest man für 30keV Elektronen den Wert $x_{CSDA} = 2,002 \cdot 10^{-4}\text{g/cm}^2$ ab.

Jetzt muss noch die Reichweite der Elektronen bei einem Druck von z.B. $p = 1\text{mbar}$ (typischer Druck im Aufbau nach einigen Stunden ohne Pumpe) und Dichte der Luft von $\rho_L = 28\text{g/mol}$ berechnet werden. Unter Normalbedingung enthalten $V=22,4\text{l}$ Gas $N=1\text{mol}$ Teilchen. Bei $p=1\text{mbar}$ sind es dann 22400l/mol .

Daraus folgt dann die Rechnung:

$$x_{T\text{estaufbau}} = \frac{N}{V} \rho_L = \frac{1\text{mol}}{22400\text{l}} \cdot 28\text{g/mol} = 1,25 \cdot 10^{-6}\text{g/cm}^3 \quad (5.1)$$

Man erkennt sofort, dass der berechnete Wert bei $r=1\text{cm}$ sehr viel kleiner als der abgelesene ist:

$$x_{T\text{estaufbau}} \cdot r = 1,25 \cdot 10^{-6}\text{g/cm}^2 \ll x_{CSDA} = 2,002 \cdot 10^{-3}\text{g/cm}^2$$

Selbst bei einer Entfernung von $r=20\text{cm}$ (= Größe der Vakuumkammer) und einem maximalem Druck von $p=100\text{mbar}$ sind die Zahlen noch etwa gleich groß:

$$x_{T\text{estaufbau}} = 2,5 \cdot 10^{-3}\text{g/cm}^2 \approx x_{CSDA} = 2,002 \cdot 10^{-3}\text{g/cm}^2$$

In den Messungen ist der Druck in einigen Fällen tatsächlich bis auf $p=100\text{mbar}$ gestiegen. Dies stört aber kaum, da fast nur die Elektronen in unmittelbarer Nähe des Detektors ($\sim 4\text{cm}$) nachgewiesen werden (siehe Simulation weiter unten).

5.1.3 Eichung des Detektors

Vor einer Messung muss zuerst der Detektor geeicht werden, um bei der Auswertung jedem Kanal die entsprechende Energie zuordnen zu können. Es stand dazu eine ^{57}Co Eichquelle

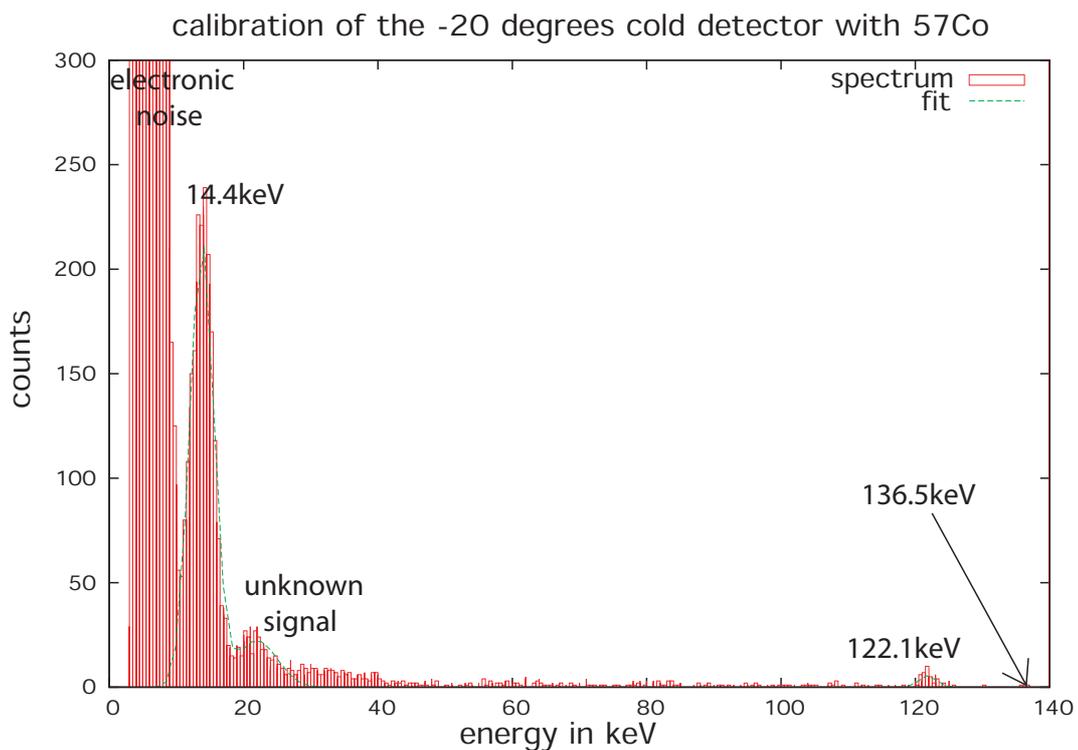
¹ <http://units.nist.gov/PhysRefData/Star/Text/ESTAR.html>

Tab. 5.1: Ergebnisse der Eichung mit ^{57}Co

Element	theoretische Energie in keV
^{57}Co	14,4
Ag?	22,1
^{57}Co	122,1
^{57}Co	136,5

zur Verfügung.

Diese Quelle hat auch γ -Linien im niedrigen Energiebereich (siehe Tabelle 5.1), damit sind hier Energien $< 100\text{keV}$ gemeint, da die höchste für uns interessante ^{83m}Kr Linie bei 32keV liegt. Elektronen können im Eichspektrum nicht nachgewiesen werden, denn es handelt sich um eine gekapselte Eichquelle, die nicht von niederenergetischer β -Strahlung durchdrungen werden kann. In Abbildung 5.5 ist eine der ^{57}Co -Messung mit geeichter Energieachse zu sehen.

Abb. 5.5: Eichung des Detektors mit ^{57}Co

Der Signal bei $22,1\text{ keV}$ ist kein typisches Signal aus dem ^{57}Co Spektrum. Ein Signal an dieser Stelle tauchte allerdings auch bei verschiedenen anderen Testquellen auf, sein Ursprung ist unbekannt.

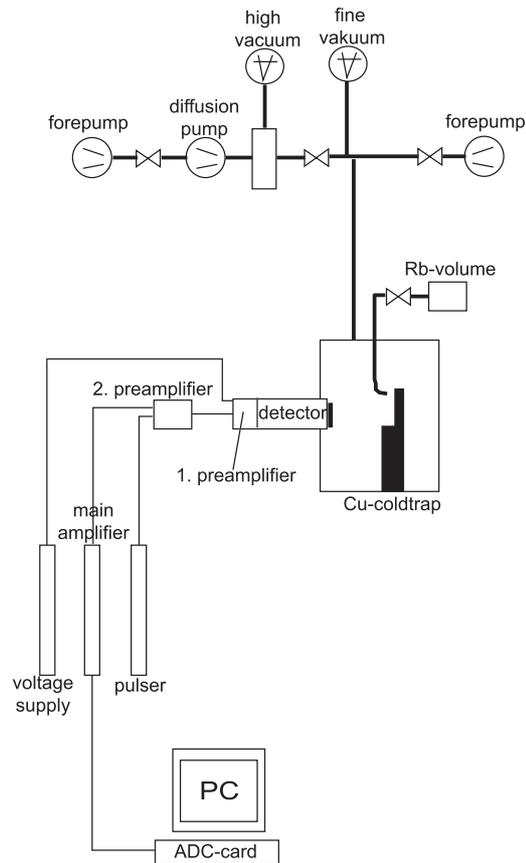


Abb. 5.6: Testaufbau zur Bestimmung der ^{83m}Kr Aktivität. Während die Ventile zur Pumpe geschlossen werden, kann das ^{83m}Kr in das Nachweisvolumen strömen und verteilt sich dort gleichmäßig. Die Öldiffusionspumpe erreicht einen minimalen Druck von $p = 10^{-5}\text{mbar}$.

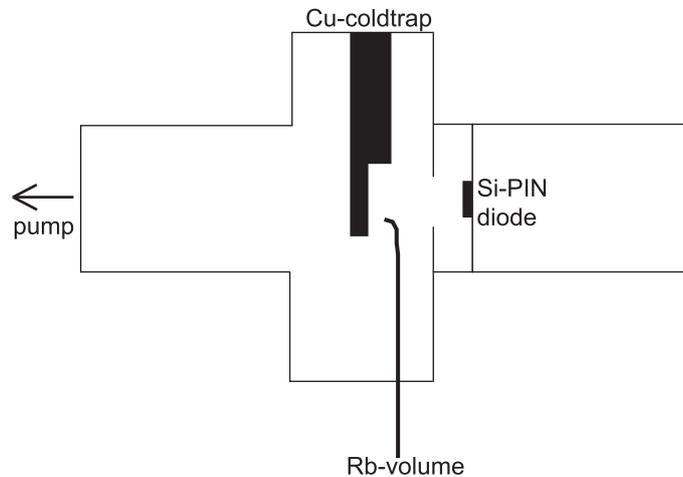
5.1.4 Bestimmung der ^{83}Rb Zählrate mittels Messung der ^{83m}Kr Konversionselektronen

Abb. 5.7: Schematischer Aufbau des Detektorvolumens

Um herauszufinden, ob das gesamte Krypton die Quelle verlässt, werden 2 Messungen durchgeführt. Einmal wird der Teststand aus Abbildung 5.6 aufgebaut und die Aktivität von ^{83m}Kr durch Messung der Konversionselektronen bestimmt (Kapitel 5.1.4). Bei der zweiten Messung wird die Aktivität des ^{83}Rb mit einem hochauflösendem Ge-Detektor mit Hilfe der 500keV-800keV γ 's bestimmt (Kapitel 5.1.5). Durch den Vergleich der beiden Aktivitäten kann bestimmt werden, wieviel Prozent des ^{83m}Kr die Rb-Quelle verlässt.

Die Messung wurde auf folgende Art durchgeführt. Zuerst wird das komplette System inklusive des Rb-Volumens mit der Diffusionspumpe evakuiert. Anschließend wird das Ventil zur Pumpe geschlossen und das ^{83m}Kr diffundiert gleichmäßig in das zur Verfügung stehende Volumen (typische Messung siehe Abb. 5.8). Es wurden 4 Versuche mit verschieden großem Volumen durchgeführt, um zu sehen, ob die Dichte und damit auch die Zählrate bei kleineren Volumen erwartungsgemäß steigt. Durch Entfernen des Balgs zwischen Detektorvolumen und Pumpe bzw. der Kühlfalle konnten verschieden große Volumina untersucht werden. Wie Abbildung 5.9 zeigt, gibt es tatsächlich einen Volumeneffekt, denn je größer das Volumen, in dem sich das ^{83m}Kr ausbreiten kann, desto geringer die Zählrate. Die größte Zählrate erreicht man somit bei abgetrenntem Balg und ausgebaute Kühlfalle (die Kühlfalle selbst stellt mit $V_{KF} = 0,7\text{l}$ Volumen das größte Volumen dar, der Balg beinhaltet $V_{Balg} = 0,35\text{l}$, das minimale Detektorvolumen nur $V_{DV} = 0,25\text{l}$). Die vierte Messung mit warmem Kühlfinger ist nicht in der Graphik zu erkennen, weil es von dieser Messung keine Kurve gibt, sondern nur die letzten 3 Punkte. Die 4. Messung, die in der Abbildung zu sehen ist, war ein Versuch mit kaltem Kühlfinger. Leider ist die Auswertung hier deutlich schwieriger, da noch unbekannt ist, wie groß der sticking Koeffizient ist, also wie viel Prozent von dem auftreffendem Krypton wirklich am Kupfer festfriert.

In Abbildung 5.10 ist die Volumenabhängigkeit zu erkennen, es handelt sich wie zu erwarten um ein x^{-1} Gesetz. Je größer das Volumen ist, desto kleiner wird die Zählrate. Allerdings

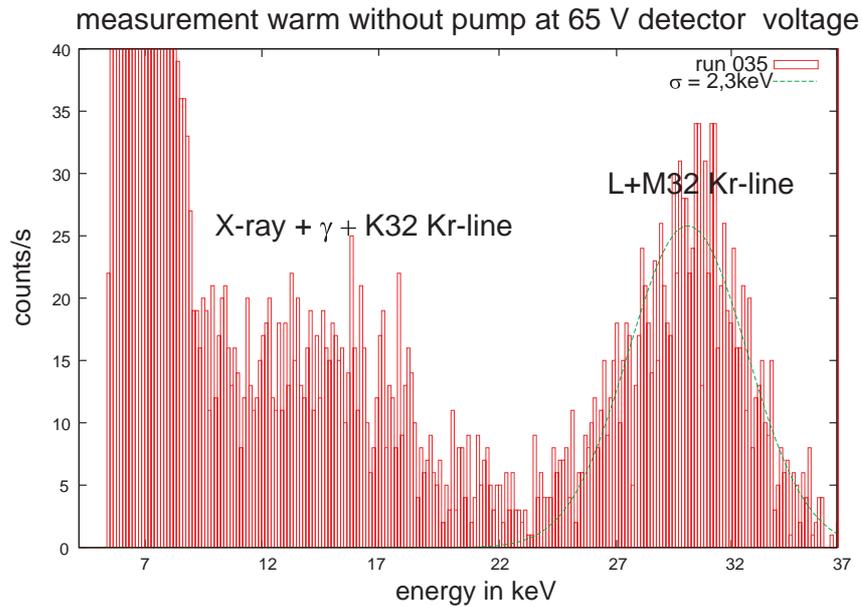


Abb. 5.8: Typisches Spektrum einer Messung mit dem Testaufbau. Die L+M32 Krypton Konversionslinie wird zur Auswertung verwendet. Die K32 Konversionslinie ist nicht zu erkennen aufgrund der vielen γ - und Röntgenereignisse.

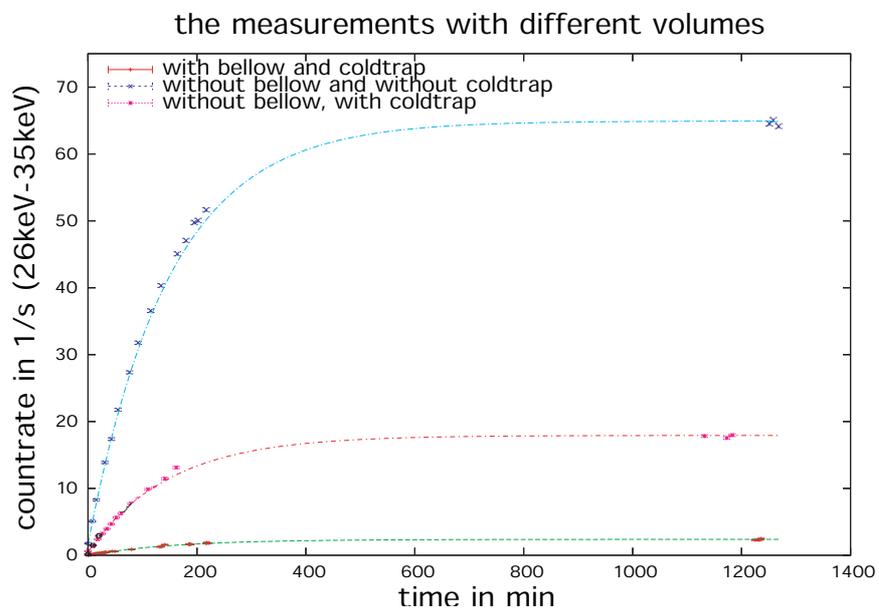


Abb. 5.9: Vergleich dreier verschiedener warmer Messungen bei unterschiedlichen Volumina.

scheint der Punkt bei $V=1,4\text{l}$ nicht hinein zu passen. Während der drei anderen Messungen wurde der Aufbau nicht mehr verändert. Es könnte sich um einen Messfehler handeln, da es die erste Messung war.

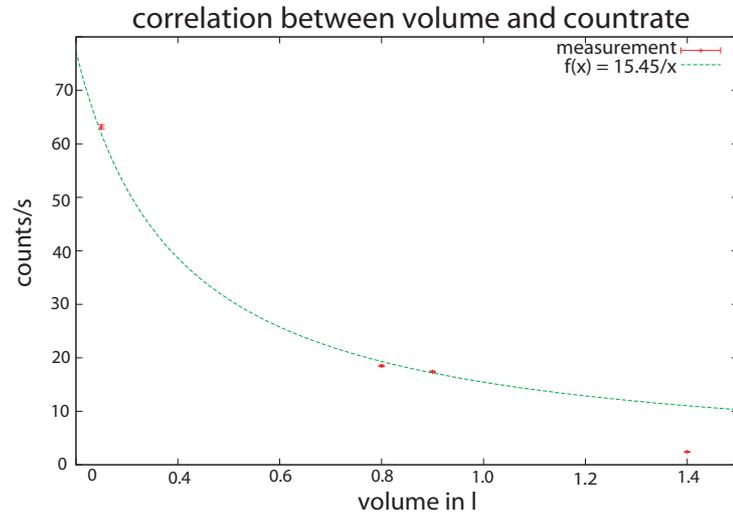


Abb. 5.10: Je größer das Volumen für das ^{83m}Kr , desto kleiner die gemessene Zählrate.

Ein ganz entscheidender Teil für die Auswertung dieser Kurven ist die Nachweiswahrscheinlichkeit der Si-PIN Diode. Es kann verschiedene Gründe geben, warum ein zufällig emittiertes Konversionselektron den Detektor nicht trifft. Offensichtlich ist, dass es einfach in die falsche Richtung fliegen kann. Allerdings kann es auch sein, dass es durch die Blende (siehe Abbildung 5.7) des Detektors aufgehalten wird. Sie ist dazu gedacht, das Detektorrauschen durch elektromagnetischen Einfluss zu verringern. Ein weiterer Grund, dass ein Elektron nicht nachgewiesen wird, ist die Rückstreuung am Si. Die Rückstreuungswahrscheinlichkeit η beträgt bei einem Einfallswinkel von $\theta = 0^\circ$ (=senkrecht auf die Detektorfläche) etwa $\eta_0 = 16\%$ bei $E=30\text{keV}$ und steigt mit der Gleichung $\eta_\alpha = (B(\eta_0/B))^{\cos\alpha}$ (siehe [Dar75]) an.

Am besten kann die Nachweiswahrscheinlichkeit durch eine Simulation (siehe Abb. B.1 im Anhang) bestimmt werden. Das Ergebnis sieht man in Abbildung 5.11(a) und 5.11(b). Hier wurden 10^8 Elektronen simuliert. Ihre Startposition ist homogen im Volumen in der Geometrie aus Abbildung 5.7 verteilt. Die Simulation benutzt als Zufallsgenerator die Routine RAN2 von Numerical Recipes, da der Standard C-Zufallsgenerator bei 5 Zufallszahlen pro simuliertem Elektron immer wieder Korrelationen gezeigt hat (siehe Abb. 5.12(a) und 5.12(b)). Es kommt dabei zu diagonalen Streifen in den Diagrammen. Durch diesen Effekt ergab sogar die Nachweiswahrscheinlichkeit einen um 50% falschen Wert! Mit der Routine RAN2 bekommt man für beide Simulationen, eine mit Kühlfalle, eine ohne, fast den gleichen Wert von 0,2% heraus. Zu sehen in den beiden Abbildungen sind die Startpositionen aller Elektronen die im Detektor ein Signal auslösen. Dadurch ist deutlich die Geometrie des Aufbaus erkennbar. Die „Pfeilspitze“ ist durch die Blende und Elektronen, die mit einem sehr großen Winkel ($> 60^\circ$) auf den Detektor treffen zu erklären, denn die flach einfall-

lenden Elektronen werden mit sehr großer Wahrscheinlichkeit zurück gestreut. Hinter der Blende breitet sich der Strahl wieder etwas auf. Man erkennt auch deutlich den scharfen Übergang zum Kühlfinger. Dieser nimmt einen recht großen Platz zentral im Volumen ein ($V_{K-Finger} = 400\text{mm}^2$) und schirmt fast alle Elektronen die hinter ihm starten ab. Einige wenige können im günstigen Winkel an ihm vorbei fliegen.

Zur Bestimmung der ^{83}Rb Aktivität aus der Zählrate der Konversionselektronen von ^{83m}Kr benötigt man Gleichung 5.2.

$$A_{Rb} = \frac{A_{Kr}}{f_{Rb \rightarrow Kr}} = \frac{A_{32keV}}{f_{Rb \rightarrow Kr} \cdot \Omega \cdot \varepsilon \cdot f_{BR}} \frac{V_{tot}}{V_{sim}} \quad (5.2)$$

Dabei ist das erste Gleichheitszeichen nur für die Kr-Aktivität im Gleichgewicht gültig. A_{32keV} ist die gemessene Zählrate im Detektor der L+M32 Konversionselektronen zusammen im Energiefenster von $E=25\text{-}35\text{keV}$. Die Auflösung des Detektors ist nicht gut genug, um diese beiden Linien (L32 bei $E_{L32} = 30,23\text{keV}$ und M32 bei $E_{M32} = 31,86\text{keV}$) zu unterscheiden. $\Omega \cdot \varepsilon$ ist die simulierte Nachweiswahrscheinlichkeit (inklusive der Rückstreuwahrscheinlichkeit). $f_{Rb \rightarrow Kr} = 0,78$ ist der Anteil von ^{83}Rb , der auch wirklich in ^{83m}Kr zerfällt. $f_{BR} = 0,76$ ist das Verzweungsverhältnis (branching ratio) von allen Kr-Zerfällen in die L+M32 Linie. Weil nicht das gesamte Volumen simuliert wurde, sondern nur das zentrale Kreuzstück, wird noch einen Faktor benötigt, der auf das gesamte Volumen hochskaliert. $V_{sim} = 0,15\text{l} \pm 0,03\text{l}$ ist das simulierte Volumen. Das gesamte Volumen V_{tot} unterscheidet sich je nachdem, ob der Balg bzw. die Kühlfalle eingebaut sind.

Tab. 5.2: Ergebnisse der ^{83m}Kr -Messungen

Aufbau	Nachweiswahrscheinlichkeit $\Omega \cdot \varepsilon$	Volumen V_{tot} in l	Zählrate A_{32keV} in der L+M 32 Linie in s^{-1}	totale Aktivität A_{Rb} in kBq
mit Balg/ mit Kühlfalle	0,2%	$1,4 \pm 0,05$	$2,37 \pm 0,05$	20 ± 2
ohne Balg/ mit Kühlfalle	0,2%	$0,9 \pm 0,05$	$17,4 \pm 0,15$	95 ± 5
mit Balg/ ohne Kühlfalle	0,2%	$0,8 \pm 0,05$	$18,5 \pm 0,05$	85 ± 5
ohne Balg/ ohne Kühlfalle	0,2%	$0,25 \pm 0,03$	$63,2 \pm 0,4$	90 ± 5
kalte Kühlfalle	0,8%	mit Pumpe	$10,6 \pm 0,1$	————

In Tabelle 5.2 sind alle vier warmen Messungen zusammengefasst. Man erkennt den offenbar falschen Punkt, hier in der ersten Zeile in der Tabelle. Berücksichtigt man diesen Punkt bei der Auswertung nicht, so ergibt sich als Mittelwert eine Aktivität von

$$A_{Rb} = 90 \pm 5\text{kBq} \quad (5.3)$$

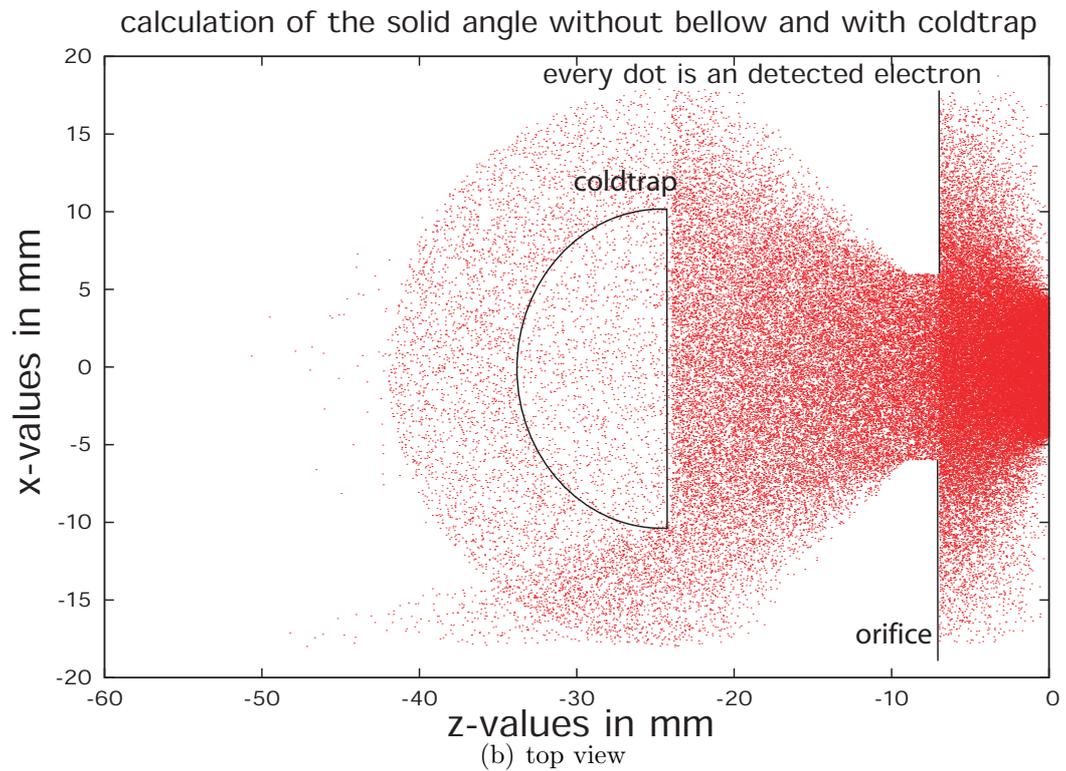
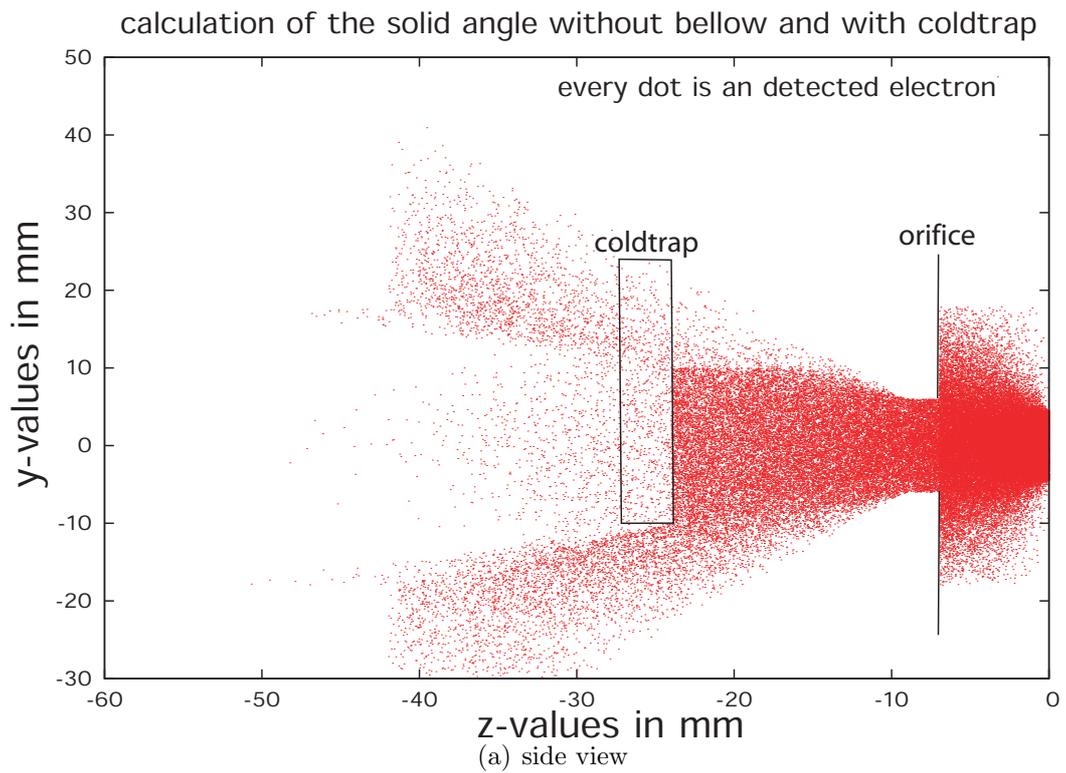


Abb. 5.11: Simulation von Konversionselektronen zur Bestimmung des Raumwinkels. Jeder einzelne Punkt ist der Startpunkt eines detektierten Elektrons. Anhand der Verteilung der Startpunkte kann man deutlich die Geometrie des Aufbaus (z.B. Kühlfalle und Blende) erkennen. Der Detektor befindet sich rechts im Bild an der $z=0$ Position.

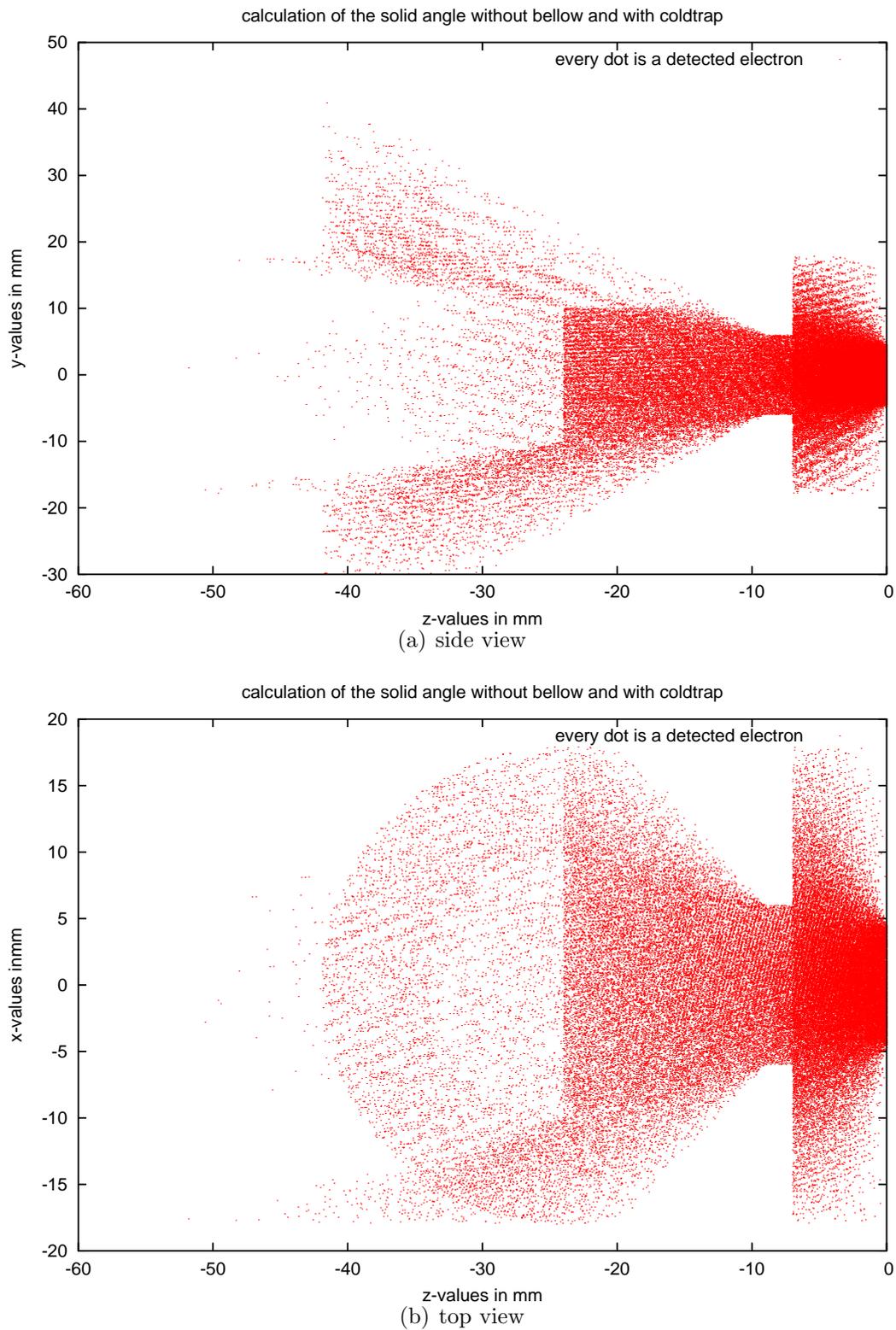


Abb. 5.12: Der Standard C++-Zufallsgenerator liefert keine unabhängigen Zufallszahlen. Es kommt zu Korrelationen und damit zu Streifen in der Simulation. Um bessere Ergebnisse zu erhalten, wurde der RAN2 Zufallsgenerator von Numerical Recipes benutzt.

Die Unsicherheit dieser Aktivität setzt sich zusammen aus den einzelnen Unsicherheiten der Volumen- und der Zählratenbestimmung der L+M32 Konversionslinie. Ein systematischer Fehler für die Simulation wurde nicht mit einbezogen. Allerdings scheint ein systematischer Fehler von 10-20% realistisch. Dieser erklärt sich mit der vereinfachten Geometrie, die der Simulation zugrunde gelegt wurde. Alle Ecken und Hohlräume kleiner als 1cm^3 wurden für die Simulation vernachlässigt. Dieses vernachlässigte Volumen beträgt zwar höchstens 5% des simulierten Gesamtvolumens, allerdings liegt es näher am Detektor und spielt somit eine wichtigere Rolle. Des weiteren wurden keine Elektronen berücksichtigt, die an einer Wand gestreut wurden und anschließend den Detektor erreicht haben. Dieser Effekt sollte nicht sehr groß sein, da nur ein schmales Energiefenster von 10keV zur Auswertung benutzt wurde. Konversionselektronen, die gestreut werden und mindestens 5keV verlieren, werden bei der Auswertung nicht berücksichtigt. Der Zufallsgenerator sollte nach Angaben von Numerical Recipes keinen nachweisbaren systematischen Fehler bei 10^9 benutzten Zufallszahlen aufweisen, er ist auf deutlich größere Mengen von Zufallszahlen im Bereich über 10^{10} ausgelegt. Die Idee, Krypton wird auf der Oberfläche adsorbiert, lässt sich nicht bestätigen. Man würde deutlich mehr Ereignisse erwarten, da auch auf der Si PIN-Diode Krypton adsorbiert werden müsste. Der Raumwinkel zum Nachweis für dieses Krypton wäre fast 50%, somit wären hohe Zählraten zu erwarten gewesen.

5.1.5 Bestimmung der ^{83}Rb Zählrate mittels direkter Messung der γ -Aktivität mit einem hochauflösenden Ge-Detektor

Bei diesem Versuch stand der Detektor nur etwa 2,5 cm vom Rb Röhrchen entfernt. Die Nachweiswahrscheinlichkeit $\Omega \cdot \varepsilon$ (Raumwinkel \cdot Nachweiseffizienz des Detektors) ist durch eine ^{137}Cs Eichmessung jedoch nur für eine Entfernung von 21 cm bekannt. Deshalb hat die Umrechnung (durch eine Simulation) womöglich einen unbekannt systematischen Fehler. Außerdem beträgt der bekannte Fehler mindestens 20%. Die Messung wurde mit einem Abstand von 21cm wiederholt.

1. Messung mit dem Ge-Detektor

In Abbildung 5.13 erkennt man den schematischen Aufbau des ersten Versuches. Bekannt ist die Nachweiswahrscheinlichkeit für ^{137}Cs in einer Entfernung von 21 cm. Um den Raumwinkel für 5 cm Entfernung zu bestimmen, wird in einer Simulation der Weg des Photons durch den Ge Kristall (siehe Formel 5.4), hier in rot dargestellt, berechnet.

$$f_{sim} = \sum_n (1 - e^{-\frac{d}{\lambda}}) \quad (5.4)$$

In f_{sim} sind alle Poisson-Wahrscheinlichkeiten, dass das Photon mindestens einmal mit dem Germanium wechselwirkt, addiert. n ist die Anzahl der Photonen, zur Simulation wurden einige Millionen benutzt. λ ist dabei die mittlere freie Weglänge der Photonen, d der von den Photonen im Germanium zurückgelegte Weg. Für jede Energie der Photonen wurde hier mit der entsprechenden freien Weglänge gerechnet², um hier einen systematischen Drift zu

² <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/ElemTab/z32.html>

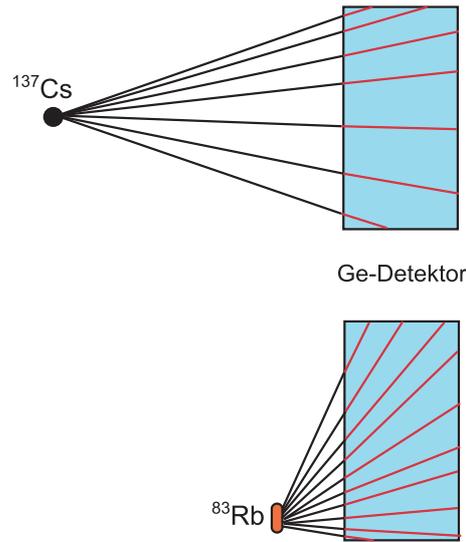


Abb. 5.13: Aufbau des Ge-Detektors bei der ersten Messung

vermeiden (Vernachlässigt wurde der systematische Effekt, dass bei einer Wechselwirkung automatisch ein Photon gezählt wird, obwohl das Photon speziell bei der Compton-Streuung oft entkommt). Die Strecke d , die ein Teilchen im Kristall zurücklegt, hängt sehr stark vom Abstand zwischen Quelle und Ge-Kristall ab. Man kann annehmen, dass sich zwar die Nachweiswahrscheinlichkeit für verschiedene Entfernungen verändert. Allerdings unterscheiden sich Nachweiswahrscheinlichkeit $\Omega\varepsilon$ und im Detektor zurückgelegtem Weg f_{sim} nur um einen systematischen Faktor. Setzt man diese beiden Wert zueinander ins Verhältnis, einmal bei einer Cs-Messung, einmal bei einer Rb-Messung, so kann man die Nachweiswahrscheinlichkeit $\Omega\varepsilon|_{Rb}$ berechnen (Gleichung 5.5):

$$\frac{\Omega\varepsilon|_{Cs}}{f_{sim}|_{Cs}} = \frac{\Omega\varepsilon|_{Rb}}{f_{sim}|_{Rb}} \quad (5.5)$$

Das ist nur in 1. Näherung richtig, da nur die erste Wechselwirkung zwischen γ -Teilchen und Ge betrachtet wird. Außerdem ist die Geometrie des Kristalls nicht sehr genau bekannt, weil er gekapselt ist. Diese unbekanntene Effekte verursachen wahrscheinlich einen systematischen Fehler wie bereits weiter oben erwähnt. Die Nachweiswahrscheinlichkeit $\Omega\varepsilon|_{Cs}$ ist bekannt, sie wurde im Rahmen eines Studentenpraktikums ermittelt. $f_{sim}|_{Cs/Rb}$ sind durch eine Simulation bestimmt worden und $\Omega\varepsilon|_{Rb}$ soll nun berechnet werden. Dieser Wert wird für Gleichung 5.6 benötigt, mit der die Aktivität der Rb-Quelle bestimmt wird.

$$A_{83Rb} = \frac{A_{peak}}{\Omega\varepsilon|_{Rb} \cdot f_{BR}} \quad (5.6)$$

Hier ist f_{BR} das Verzweungsverhältnis für die einzelnen ^{83}Rb γ -Linien. Aus jeder einzelnen γ -Linie folgt ein Wert für die Rb-Aktivität. Durch Mittelung aller Werte lässt sich der Fehler verkleinern.

Der interessanteste Ausschnitt des gemessenen Spektrums ist in Abbildung 5.14 zu sehen. Dank der angelegten 5000V ist die Auflösung mit $\sigma = 2.0\text{keV}$ sehr gut. Im Normalbetrieb darf an diesem Detektor nur eine Versorgungsspannung von 3000V anliegen.

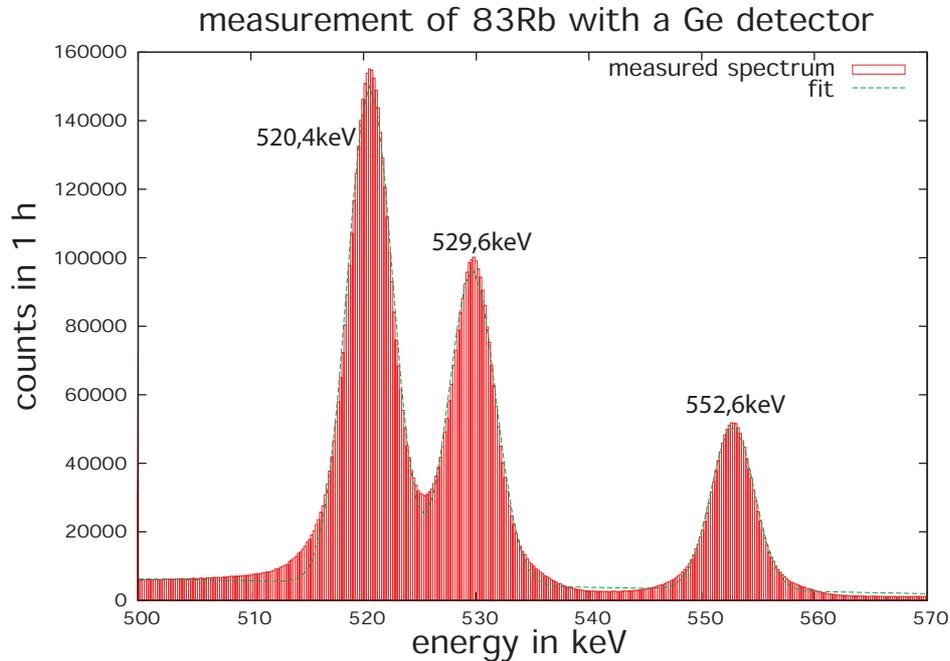


Abb. 5.14: Messung des γ -Spektrums von ^{83}Rb mit einem hochauflösenden Ge-Detektor

In Tabelle 5.3 sind alle Ergebnisse zusammengefasst. Man erkennt an der Streuung der Werte um einen gemeinsamen Mittelpunkt, dass es keinen weiteren systematischen energieabhängigen Fehler gibt. Ein systematischer Fehler wurde durch die Simulation für jede einzelne Energie (und damit jeder einzelnen mittleren freien Weglänge λ) in Gleichung 5.4 verkleinert. Ohne diese Unterscheidung wäre ein klarer Trend zu immer kleinerer Zählrate bei immer größeren freien Weglängen zu erkennen.

Der Mittelwert der berechneten Aktivität ist:

$$A_{\text{Rb}} = 325 \pm 20\text{kBq} \quad (5.7)$$

Die Messunsicherheit ergibt sich aus dem statistischen Fehler der Zählratenmessung. Der systematische Fehler, der durch die Berechnung der Nachweiswahrscheinlichkeit entsteht, ist schwer abzuschätzen. Da die genaue Geometrie des Detektors jedoch unbekannt ist und die Simulation nur die erste Wechselwirkung zwischen γ -Teilchen und Germanium berücksichtigt, liegt er vermutlich bei bis zu 20%.

2. Messung mit dem Ge-Detektor

Bei der zweiten Messung mit dem Ge-Detektor stand sowohl die ^{57}Co -Eichquelle als auch das ^{83}Rb -Röhrchen 21cm vom Detektor entfernt. Außerdem stand in dieser Entfernung auch eine

Tab. 5.3: Ergebnisse der ^{83}Rb -Messungen mit dem Ge-Detektor. Die Breite der Signale beträgt etwa $\sigma = 2,0keV$

Energie E in keV	Ereignisse/s	f_{BR} in %	Aktivität $A_{^{83}Rb}$ in kBq	freie Weglänge λ in cm^2/g
520,4	1060 ± 130	45	310 ± 40	$8,2 \cdot 10^{-2}$
529,6	685 ± 85	29,3	300 ± 40	$8,1 \cdot 10^{-2}$
552,6	330 ± 40	16	375 ± 50	$7,8 \cdot 10^{-2}$
649,0	$1,4 \pm 0,2$	0,085	300 ± 40	$7,2 \cdot 10^{-2}$
681,2	$0,53 \pm 0,06$	0,03	330 ± 40	$6,9 \cdot 10^{-2}$
790,2	$11,6 \pm 1,4$	0,66	350 ± 50	$6,4 \cdot 10^{-2}$
799,4	$3,7 \pm 0,4$	0,24	300 ± 40	$6,4 \cdot 10^{-2}$

weitere ^{137}Cs -Eichquelle mit der die Nachweiswahrscheinlichkeit für Photonen mit 500keV-1000keV bestimmt wurde. Somit wurde die Nachweiswahrscheinlichkeit durch zwei voneinander unabhängigen Messungen bestimmt, allerdings haben beide Messungen das Problem, dass die Statistik im interessanten Bereich von 500keV-600keV sehr niedrig ist, dadurch ist der Fehler um so größer. Die im Rahmen dieser Diplomarbeit bestimmte Nachweiswahrscheinlichkeit beträgt bei einer Messung mit 1000V Detektorspannung:

$$\Omega \cdot \varepsilon|_{500-600keV} = 0,00035 \pm 0,0001 \quad (5.8)$$

Das Ergebnis eines Studentenpraktikums mit etwa 2000V Detektorspannung war:

$$\Omega \cdot \varepsilon|_{500-600keV} = 0,0003 \pm 0,00005 \quad (5.9)$$

Die beiden Werte 5.8 und 5.9 stimmen somit im Vertrauensbereich überein und sind deshalb glaubwürdig. Einen Ausschnitt aus der eigentlichen ^{83}Rb -Messung sieht man in Abbildung 5.15

Die Auflösung ist nicht so gut wie bei der ersten Messung mit 5000V. Das σ der angepassten Gaußfunktionen ist im Durchschnitt etwa $\sigma = 2,8keV$ groß im Vergleich zu $\sigma = 2,0keV$ bei der ersten Messung. Da die beiden niederenergetischeren Linien sich stark überlagern, wurden zur Bestimmung der Zählrate drei überlagerte Gaußkurven mit einem abfallendem Untergrund angepasst. Die Ergebnisse dieser Messung sind in Tabelle 5.4 zusammengefasst.

Der Mittelwert ist

$$A_{Rb} = 260 \pm 25kBq \quad (5.10)$$

Fasst man alle Ergebnisse aus 5.3, 5.7, 5.10 und der Angabe auf dem Lieferschein (Die Quelle stammt aus dem Bonner Zyklotron, PD. Dr. Vianden) für die ^{83}Rb Aktivität zusammen, ergibt sich Tabelle 5.5.

Die Ergebnisse der beiden direkten γ -Messungen sind nicht so inkonsistent wie es auf den ersten Blick scheint. Sie stimmen nur im Rahmen von 2σ überein, jedoch sollte bedacht werden, dass es viele Fehlerquellen gibt. Bei einer Raumwinkelberechnung sollte die Geometrie des Detektors möglichst genau bekannt sein. Aufgrund der Kapselung war eine bessere

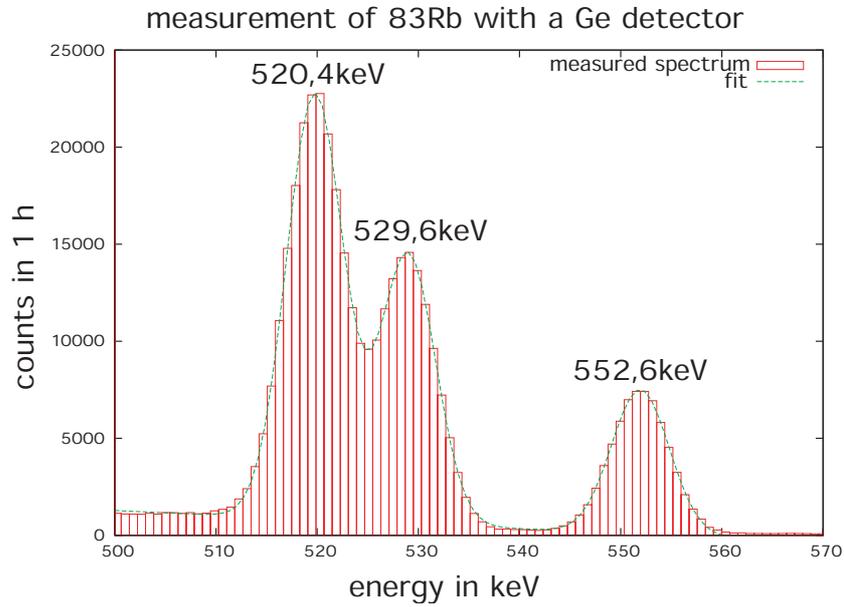


Abb. 5.15: Messung von ^{83}Rb mit einem Ge-Detektor. Die Breite der Signale beträgt etwa $\sigma = 2,8\text{keV}$

Tab. 5.4: Ergebnisse der ^{83}Rb -Messungen mit dem Ge-Detektor - 2. Messung

Energie des Signals in keV	Ereignisse/s	Verzweigungsverhältnis in %	totale Aktivität in kBq
520,4	42 ± 6	45	260 ± 70
529,6	26 ± 1	29,3	250 ± 50
552,6	15 ± 1	16	260 ± 60
649,0	$0,09 \pm 0,01$	0,085	295 ± 45
681,2	$0,03 \pm 0,005$	0,03	270 ± 50
790,2 + 799,4	$0,75 \pm 0,1$	0,66	240 ± 40

Bestimmung als Raten bzw. nach Augenmaß abschätzen nicht möglich. Bei der Simulation von Gleichung 5.4 ist immerhin ein systematischer Fehler von 20% möglich, somit sind diese beiden Ergebnisse zufriedenstellend. Die Bonner Angabe bezieht sich auf eine Aktivität von 6,4MBq am 22.11.05, dem Tag der Lieferung der Rb-Quelle nach Mainz. Ein Fehler ist unbekannt, allerdings wird auch diese Messung nicht hoch präzise sein, weil sie nur grob mit einem Handmessgerät durchgeführt wurde (zum Zeitpunkt der Lieferung war die genaue Kenntnis der Stärke der ^{83}Rb -Quelle nicht erforderlich). Außerdem werden bei dieser Bestimmung der Aktivität alle γ -Zerfälle detektiert. Es ist denkbar das noch Reste des kurzlebigen Elements ^{84}Rb ($T_{1/2} = 20min$) nachgewiesen wurden. Aber es ist vermutlich aus Gründen des Strahlenschutzes eher eine obere Grenze. Somit streuen die drei Messungen in einem verständlichen Rahmen.

Der durch die Messung der ^{83m}Kr Konversionselektronen bestimmte Wert für die Rb-Aktivität fügt sich nicht in das Bild der drei anderen Messungen ein. Die Zählrate beträgt nur 25-30% vom Wert der direkten Rb-Aktivitätsmessungen mit dem Ge-Detektor.

Tab. 5.5: Zusammenfassung aller Werte zur Bestimmung der ^{83}Rb -Aktivität

Art der Messung	^{83}Rb -Aktivität in kBq
Messung von ^{83m}Kr -Konversionselektronen	90 ± 5
erste direkte Messung der γ 's	325 ± 20
zweite direkte Messung der γ 's	260 ± 25
Angabe aus Bonn bei der Lieferung	$570 \pm ?$

5.1.6 Diskussion der Messungen zur Bestimmung der Aktivität

Es gibt zwar die Möglichkeit, dass ein Faktor, z.B. ein Verzweungsverhältnis, bei der Berechnung nicht berücksichtigt wurde oder dass die Simulation des Raumwinkels noch Fehler beinhaltet, da die Geometrie nur vereinfacht in die Simulation eingeflossen ist, allerdings unterscheiden sich die beiden Werte der direkten Messungen um mindestens 5σ voneinander.

Das Ergebnis der Messung lässt sich so deuten, dass ein Teil des ^{83m}Kr die Rb-Quelle nicht verlässt. Die Theorie, es gibt einen unbekanntem Faktor bei der Produktion, so dass bei jeder Quelle ein unterschiedlicher Prozentsatz ^{83m}Kr das Rb-Volumen verlässt, ist denkbar. Weitere Belege für diese These existieren allerdings nicht.

Die Untersuchung der Rb-Aktivität erklärt die geringe Zählrate bei den Messungen am Mainzer Spektrometer nicht. Dort wurden nur Zählraten im Bereich von 100-200 Ereignisse/s gemessen. Geht man davon aus, dass mindestens 90.000 ^{83m}Kr -Atome pro Sekunde erzeugt werden (Tabelle 5.1.5), so erwartet man aufgrund des Verzweungsverhältnisses in die K32-Konversionslinie (30%) und der Nachweiswahrscheinlichkeit eines emittierten Elektrons am Substrat (35-40%) eine Zählrate von über 10.000 Ereignisse/s.

Die wahrscheinlichste Erklärung für die geringe Zählrate ist die Theorie der zu kalten Kapillare an der Kryptonquelle. Es ist möglich, dass sie trotz eingeschalteter Heizung nie richtig „warm“ wurde, da sie unter Umständen das 50K-Kaltschild berührt hat. Im Rahmen der Diplomarbeit [Pra05] wurden Messungen mit einer kalten Kapillare durchgeführt. Nach

diesen Testmessungen muss die Temperatur der Kapillare mehr als $T_{Kap} = 120\text{K} - 150\text{K}$ (je nach Art der Messung) betragen. Ist die Temperatur geringer kommt es zu Absorption von Krypton an den Wänden. Aufgrund dieser Ergebnisse wurde die Kapillare für die dritte Messphase umgebaut. Der Heizer führt jetzt parallel zur Kapillare am Kühlfinger entlang, beide sind zusätzlich zur Verbesserung des thermischen Kontakts durch ein Kupferrohr ummantelt.

Es gibt noch jede Menge weitere interessante Tests, die mit dem Testaufbau bei Bedarf durchgeführt werden können:

1. Eine andere schwache Rb-Quelle untersuchen.
2. Aktivität bei mehreren verschiedenen Volumina messen, um eine bessere Anpassung vornehmen zu können.
3. Eine Messung mit dem Magnetfeld wiederholen (eine erste Messung ist daran gescheitert, dass weitere Umbauten am Detektor notwendig wären, um den Magneten über den Detektor schieben zu können).
4. Weiter systematische Messungen mit kaltem Kühlfinger, um den sticking Koeffizienten zu bestimmen (der Raumwinkel für die Auswertung ist bereits simuliert, er beträgt $\sigma \cdot \varepsilon = 0,76\%$) und auch aus dieser Messung einen Wert für die ^{83}Rb -Aktivität zu erhalten.

Als Fazit lässt sich eines klar feststellen. Wenn es keine anderen Verluste geben würde als diese ca. 75% direkt in der Rb-Quelle, dann wäre eine beliebig hohe Zählrate (das DAQ-System verkraftet nicht mehr als 10.000 Ereignisse pro Sekunde) möglich. Das Problem der zu geringen Zählrate in der ersten und zweiten Messphase muss also eine andere Ursache haben.

5.2 Zählrate der Messungen zur Reproduzierbarkeit der Linienlage

Bei den Messungen zur Stabilität und Reproduzierbarkeit der Linienlage, wurde neben der Linienlage und -breite auch jeweils die Zählrate angepasst. Die Zählrate bricht aufgrund der hohen Auflösung des Spektrometers (0,92eV) einige 10 Volt unterhalb der K32-Linie ein (nicht in Abbildung 5.16 zu erkennen). Die Zählrate wird deshalb einige Volt unterhalb der Linie bestimmt.

Die Messungen wurden mit verschiedenen präparierten Kryptonfilmen durchgeführt. Die Idee dabei ist, die Zählrate bzw. die Reproduzierbarkeit der Linienlage durch Erhitzen der Kapillare, durch ein preplating des HOPG mit Krypton oder durch vorheriges Spülen der Kapillare mit Helium zu verbessern. Auf die Stabilität der Linienlage wird in dieser Diplomarbeit nicht eingegangen (Ergebnisse hierzu siehe [Ost07]).

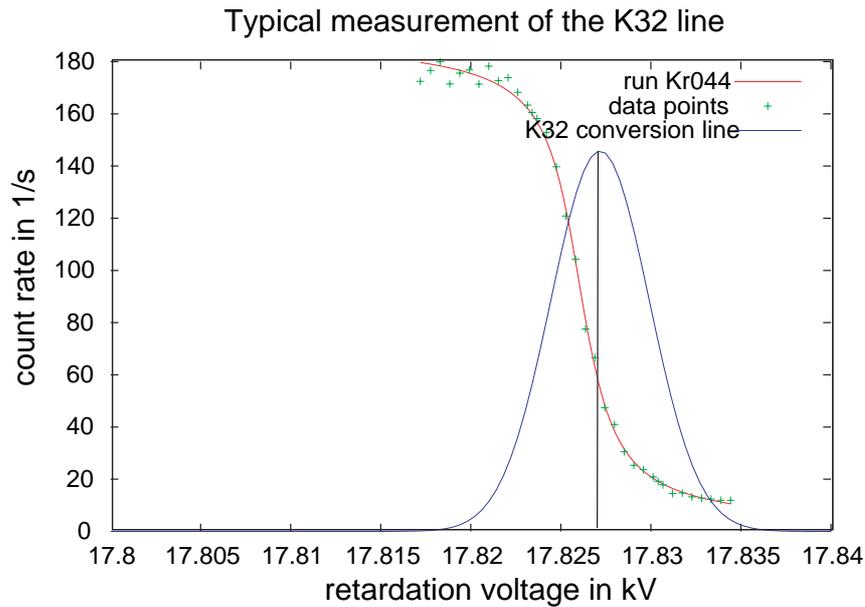


Abb. 5.16: Typischer Messung der K32 Linie. Die Breite der Linie wurde auf $\sigma = 2,83\text{eV}$ fixiert [Pic92]. Das gemessene integrale Lorentzspektrum (rote Kurve) besteht aus dem lorentzförmigen Signal (blaue Kurve) gefaltet mit der Transmissionsfunktion des Spektrometers 4.10.

5.2.1 Messung mit kontinuierlich auffrierendem Krypton

In diesem Kapitel soll untersucht werden wie sich die Zählrate bei Langzeitmessungen über viele Stunden entwickelt und wie sich die Zählraten der verschiedenen Messungen unterscheiden. Bei mehreren Messungen blieb das Ventil 6 (3.1(a)) bzw. das Rb-Ventil während der ganzen Messung geöffnet. So konnte permanent ^{83m}Kr zum Substrat gelangen und auffrieren. Die Zählrate stieg bei diesen Messungen im Laufe einiger Stunden auf ihren Maximalwert. Eine typische Messung ist in Abbildung 5.17 zu erkennen. Es wurden mehrere Langzeitmessungen durchgeführt. Sie sind zuverlässiger als einzelne Messungen, wenn es darum geht die Zählrate des Filmes zu bestimmen. Bei einer einzelnen Messung ist unklar, ob man schon lange genug gewartet hat. Wie in der Abbildung zu sehen ist, dauert es sehr lange bis die maximale Stärke der Quelle erreicht ist. Bei einer Langzeitmessung dagegen sieht man mindestens die Steigung der Kurve und kann mit der Funktion 5.11 die maximale Zählrate recht gut bestimmen.

$$f(t) = a \cdot (1 - e^{-\lambda t}) + c \quad (5.11)$$

$\lambda = \ln 2 / T_{1/2}$ ist die Lebensdauer von ^{83m}Kr . Der offset c entsteht, weil die Messung nicht sofort nach dem Auffrieren startet. Die Zählrate errechnet sich somit aus den beiden angepassten Werten $Z = a + c$.

In Tabelle 5.6 sind alle Zählraten der Langzeitmessungen zusammengefasst. In der zweiten Spalte ist die wirkliche Zählrate in 1/s abzulesen. Willkürlich wurde der Wert der Messung

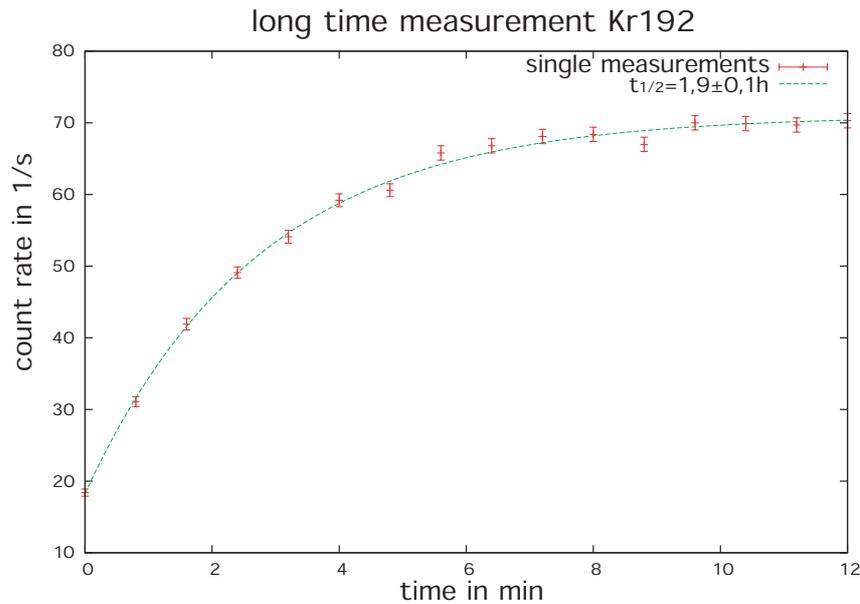


Abb. 5.17: Typische Langzeitmessung anhand von Messung Kr192. Es dauert einigen Stunden bis die maximale Zählrate erreicht ist. Die Halbwertszeit bei dieser Messung beträgt $t_{1/2} = 1,9 \pm 0,1h$

Kr058 auf 100% gesetzt, um die gemessenen Werte besser mit den theoretischen vergleichen zu können. In der Spalte „theoretische Zählrate“ wurde ebenfalls der Wert bei Messung Kr058 willkürlich auf 100% gesetzt. Alle anderen Werte in dieser Spalte werden mit Hilfe der Halbwertszeit von ^{83}Rb berechnet, Messung Kr062 z.B. fand 5 Tage später statt wodurch die Zählrate nach Gleichung 2.7 um 2% auf 98% sinken sollte.

Tab. 5.6: Tabelle Langzeitmessungen

Messung	Zählrate in 1/s	prozentuale Zählrate	theoretische Zählrate
Kr037	260 ± 10	$136\% \pm 5\%$	— — —
Kr041	232 ± 10	$122\% \pm 5\%$	115%
Kr048	223 ± 10	$115\% \pm 5\%$	113%
Kr052	195 ± 10	$103\% \pm 5\%$	102%
Kr058	190 ± 10	$100\% \pm 5\%$	100%
Kr062	190 ± 10	$100\% \pm 5\%$	98%
Kr066	170 ± 10	$90\% \pm 5\%$	95%
Kr153	95 ± 10	$50\% \pm 5$	43%
Kr195	70 ± 5	$37\% \pm 5\%$	32%

Die Messungen wurden alle unter verschiedenen Bedingungen durchgeführt: Temperatur der Kapillare, Temperatur des Substrates, mit/ohne vorheriges Spülen der Kapillare mit Helium/Krypton,... . Allerdings scheint es nur einen klaren Trend zu geben: Die ma-

ximale Zählrate verringert sich mit der Halbwertszeit von ^{83}Rb , also mit $T_{1/2} = 86,2d$. Die übrigen Faktoren haben keinen eindeutigen Einfluss, keiner der Werte verlässt den 2σ -Vertrauensbereich.

Besonders erwähnenswert ist die Messung Kr195. Hier wurde getestet, ob das Gaseinlasssystem einen Einfluss auf die Zählrate hat, indem sich z.B. das ^{83m}Kr im Volumen des Gaseinlasssystems verteilt und nicht zum Substrat gelangt. Um diesen Effekt auszuschließen, wurde das Rb-Volumen direkt an den Kryoteil der Kryptonquelle angebracht. Diese Messung zeigt eindeutig, dass das Gaseinlasssystem keine Probleme in der Zählrate mit sich bringt. Die gemessenen 70 Ereignisse/s entsprechen genau der Erwartung.

5.2.2 Messung mit einmalig aufgefrorenem Krypton

In diesem Kapitel wird untersucht, ob auch die Filme mit einmalig aufgefrorenem Krypton eine Aussage über die Zählrate liefern können. Bei einigen Messungen wurde einmal für 20 Minuten das Ventil 6 (Abb. 3.1(a)) zwischen Rb-Volumen und Substrat geöffnet und anschließend wieder geschlossen. Mit jedem Film wurden dann 3-4 Messungen durchgeführt. Die Kapillare ist hinter diesem Ventil. Sollte also Krypton in den Kapillaren auffrieren, müsste es zu einer längeren Halbwertszeit kommen. Denn ein Teil des Kryptons erreicht das Ende der Kapillare nach einiger Zeit aufgrund vieler Absorptions- und Desorptionsprozesse hintereinander.

Die Zählrate nimmt bei jeder dieser Messungen entsprechend der Halbwertszeit von ^{83m}Kr ab, zu sehen ist ein Beispiel in Abbildung 5.18. Die Halbwertszeit lässt sich der angepassten Funktion entnehmen. Zu erwarten ist eine abnehmende Exponentialfunktion wie in Gleichung 5.12.

$$f(t) = a \cdot e^{-\lambda t} = a \cdot e^{\frac{\ln 2}{T_{1/2}} t} \quad (5.12)$$

Es gab außerdem noch folgende weitere Messreihen, die in Tabelle 5.7 zusammengefasst sind.

Tab. 5.7: einzelne Quellen

einzelne Quellen	berechnete Halbwertszeit $T_{1/2}$ in h
Kr016-Kr019	$2,08 \pm 0,13$
Kr020-Kr022	$1,80 \pm 0,05$
Kr031-Kr033	$2,68 \pm 0,05$
KR034-Kr035	$2,22 \pm 0,09$

Die Messunsicherheit der Halbwertszeit schwankt sehr aufgrund der geringen Statistik (nur 4 Messpunkte pro Kurve). Die kleine Verlängerung der Halbwertszeit von 1,83h auf ca. 2,2h kann auf die geringe Statistik zurückzuführen sein. Die große Schwankung der einzelnen Werte unterliegt keiner bekannten Ursache. Diese Messung liefert keine eindeutige Aussage über den Einfluss der Kapillare.

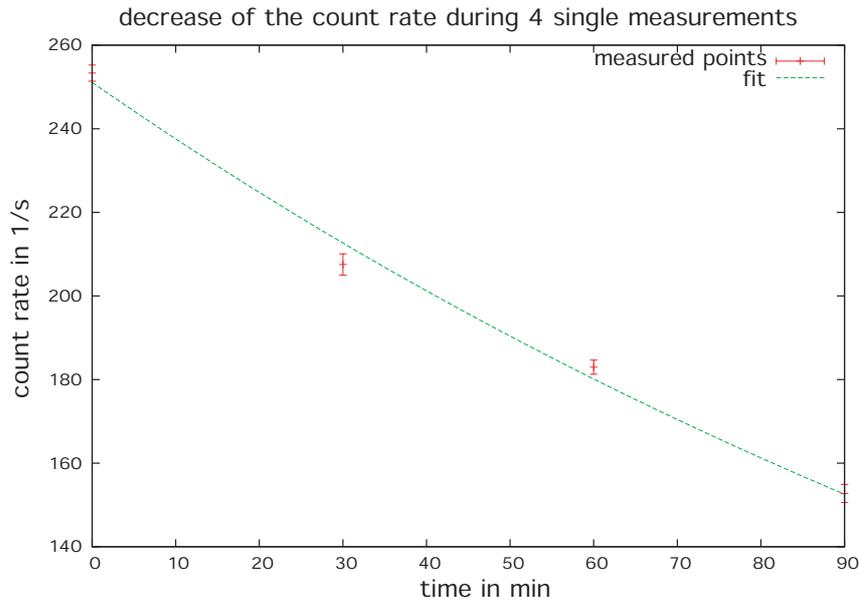


Abb. 5.18: Typischer Abnahme der Zählrate bei mehreren Messungen mit einem ^{83m}Kr -Film. Die Statistik ist bei diesen Messungen geringer als bei den kontinuierlich auffrierenden Filmen, da nur maximal 4 Messungen pro Film gemacht wurden. Die berechnete Halbwertszeit von ^{83m}Kr beträgt hier $T_{1/2} = 2,08 \pm 0,13h$

5.2.3 Messung mit heliumgespültem ^{83m}Kr

Bei dieser Messung wurden im Monitorvolumen das ^{83m}Kr mit $p = 7$ mbar Helium gemischt. Das $^{83m}\text{Kr}/\text{He}$ Gemisch gelangt in einem laminarem Fluss zum Substrat. Anders ausgedrückt: das Helium sollte das radioaktive Krypton durch die Kapillare spülen. Bei diesem Versuch hatte das Krypton ca. 2h Zeit, sich im Rb-Volumen anzusammeln. In dieser Zeit entsteht etwa 50% der maximal möglichen Menge an ^{83m}Kr (abzulesen an Gleichung 5.13).

$$A_{\text{Kr}}(t = 2h) = A_0(1 - e^{-\frac{\ln 2}{T_{1/2}} t}) \approx 0,5A_0 \quad (5.13)$$

$T_{1/2} = 1,83h$ ist die Halbwertszeit von ^{83m}Kr und A_0 ist die maximale Aktivität, welche erst nach vielen Halbwertszeiten erreicht wird (vergleiche Formel 2.7). Diese Formel für die Aktivität eines Tochter Nuklids gilt nur wenn die Mutter sehr viel langlebiger ist. Dies ist mit einer Halbwertszeit von $T_{1/2} = 86,2d$ bei ^{83}Rb sicher in einer guten Näherung gegeben.

Erhaltene Zählrate: $Z_{\text{Messung}} = 70 \pm 7$ Ereignisse/s

Nach Tabelle 5.6 erwartete Zählrate: $Z_{\text{erwartet}} = 80 \pm 8$ Ereignisse/s

Das Spülen des ^{83m}Kr mit Helium bringt keine messbare Verbesserung der Zählrate. Auch diese Messung weist darauf hin, dass kaum gasförmiges ^{83m}Kr im Rb-Volumen zurück bleibt. Demnach ist es nicht sinnvoll ^{83m}Kr mit einem laminarem He-Fluss zum Substrat zu

spülen.

5.3 Messungen der Zählrate bei Auftauen bzw. Abkühlen des Kaltkopfes

Um den Einfluss der Kapillare auf die geringe Zählrate zu untersuchen, wurden Messungen während des Abkühlens und während des Auftauens des Kaltkopfes durchgeführt. Mit diesen Messungen soll untersucht werden, ob Krypton in der Kapillare festfriert. Sollte dies der Fall sein, so gelangt während des Auftauens des Kaltkopfes das gesamte festgefrorene ^{83m}Kr ins Spektrometer und kann mit dem Detektor nachgewiesen werden. Beim Abkühlen dagegen erwartet man eine abnehmende Zählrate. Im warmen Zustand gelangt das gasförmige ^{83m}Kr ins Spektrometer und wird nachgewiesen, im kalten Zustand dagegen friert es in der Kapillare fest. Im kalten Zustand friert das Krypton allerdings auch teilweise auf dem Substrat auf und wird ebenfalls vom Detektor nachgewiesen. Um gasförmiges Krypton im Spektrometer und auf dem Substrat aufgefrorenes Krypton unterscheiden zu können, wurde die Pumpleistung am Spektrometer variiert. Die durchschnittliche Verweildauer eines Kryptonatoms liegt im Spektrometer bei voller Pumpleistung nur im Sekundenbereich. Um gasförmiges Krypton nachzuweisen muss von den zwei Turbopumpen am Spektrometer eine komplett durch ein Ventil abgetrennt, das Ventil zur zweiten Turbopumpe halb geschlossen werden. Die Ventile wurden so eingestellt, dass der Druck im Spektrometer etwa bei $p_{\text{Spektrometer}} = 5 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$ lag. Der Druck sollte nicht über $p_{\text{Spektrometer}} > 10^{-8} \text{ mbar}$ steigen, denn dann besteht die Gefahr einer Gasentladung im Spektrometer.

5.3.1 Abkühlen des Kaltkopfes

Den zeitlichen Verlauf der Zählrate und der Temperatur sieht man in Abbildung 5.19. Vor dem Beginn der eigentlichen Messung wurde ein kleiner Test durchgeführt. Schließt man Ventil 6 (dieses Ventil schneidet den Kryoteil vom Gaseinlasssystem ab), so fällt die Zählrate aufgrund der starken Turbopumpe im Spektrometer innerhalb weniger Minuten auf null. Öffnet man das Ventil wieder, so steigt die Zählrate in wenigen Minuten zu voller Stärke an. Das bedeutet, bei warmen Kapillaren diffundiert das Krypton deutlich schneller bis zum Substrat/Spektrometer als im kalten Zustand. Bei den Langzeitmessungen sind die Kapillare auch kalt, es dauerte teilweise länger als zwei Stunden bis die maximale Zählrate erreicht war.

Im weiteren Versuch gibt es zwei auffällige Stellen. Etwa eine halbe Stunde nach Einschalten des Kaltkopfes gibt es einen kleinen Abfall der Zählrate von ca. $Z=115$ Ereignisse/s auf $Z=80$ Ereignisse/s. Bis zu diesem Zeitpunkt hat sich weder die Kapillar- noch die Substrattemperatur verändert. Der Temperatursensor sitzt allerdings ganz vorne an der Kapillare in der Nähe des Substrats. Die Kapillare kann weiter hinten, Richtung Kaltkopf, schon deutlich kälter sein. Sollten sich Kaltschild und Kapillare berührt haben, wie es auf einigen Fotos scheint, dann wäre der kälteste Punkt der Kapillare wohl immer gleich der Temperatur des Kaltschildes. Zum Zeitpunkt dieses kleinen Abfalls hat das Kaltschild aber immerhin noch eine Temperatur von mehr als $T_{\text{Schild}} = 200\text{K}$.

Eine weitere Stunde später fällt die Zählrate auf den Wert $Z=0$. Zu diesem Zeitpunkt wurden wieder beide Pumpen voll in Betrieb genommen, um ab hier nur noch das aufge-

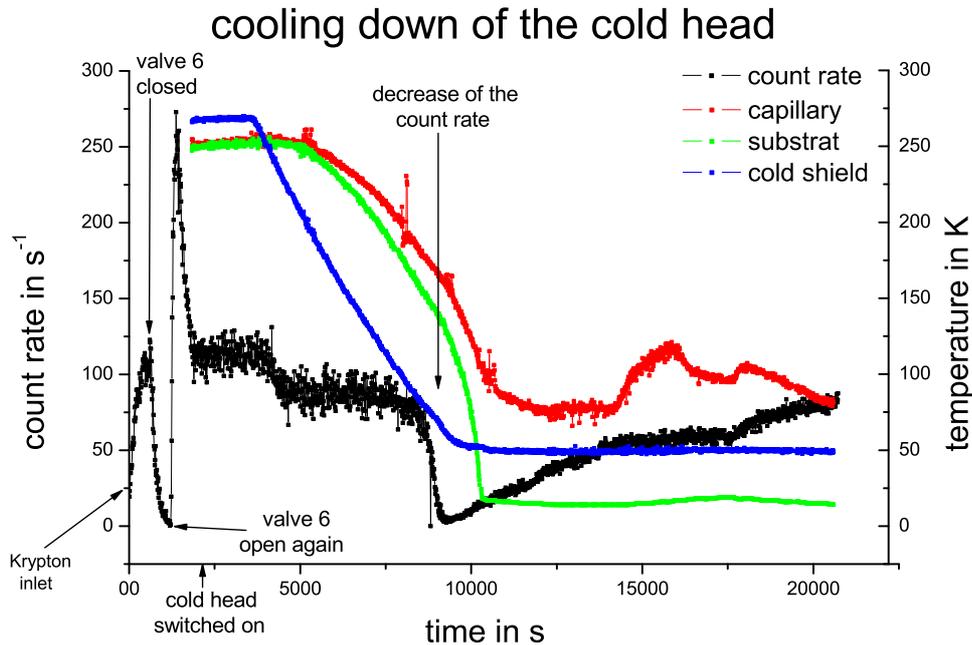


Abb. 5.19: **Zählrate während der Abkühlung des Kalkopfes.** Der erste schnelle Anstieg bei $t=1000-2000\text{s}$ ist ein Test. Hier wird das Ventil zwischen Gaseinlasssystem und Kryosystem geschlossen, um zu sehen wie schnell die Zählrate fällt bzw. nach dem Öffnen des Ventils wieder ansteigt. Der kleine Abfall der Zählrate bei etwa $t=5000\text{s}$ ist unverständlich, vielleicht friert zu diesem Zeitpunkt an einer Stelle in den Kapillaren schon Krypton fest. Bei $t=8000-9000\text{s}$ erreicht die Kapillare die nötige Temperatur, um fast das komplette ^{83m}Kr auffrieren zu lassen. Danach werden wieder beide Turbopumpen wieder voll in Betrieb genommen und man erkennt wie langsam ^{83m}Kr auf dem Substrat auffriert.

frorene ^{83m}Kr nachzuweisen. Das Kaltschild hat eine Temperatur von etwa $T_{\text{Schild}} = 80\text{K}$, der Kapillarsensor misst $T_{\text{Kapillare}} = 170\text{K}$. Die Heizung konnte die Kapillare im Verlauf der Messphasen nie über $T_{\text{Kapillare}} = 130\text{K}$ erhitzen. In der zweiten Messphase hatte der Heizer dann einen Wackelkontakt, wahrscheinlich aufgrund einer kurzfristig zu hoch angelegten Spannung, so dass nur noch etwa $T_{\text{Kapillare}} = 85\text{K}$ erreicht werden konnten.

Im weiteren Verlauf der Messung steigt die Zählrate wieder an. Das hängt zum einen von der Temperatur des Substrats ab, sie muss unter $T_{\text{Substrat}} = 50\text{K}$ fallen, damit ^{83m}Kr permanent auffriert. Zum anderen hat die Kapillare ihre minimale Temperatur von $T_{\text{Kap}} = 50\text{K}$ erreicht. Vergleicht man diesen Anstieg der Zählrate mit dem am Anfang der Messung während die Kapillare noch Raumtemperatur hat, so erkennt man hier den deutlich langsameren Anstieg. Das ist ein weiterer Hinweis auf die langsamere Diffusion des Kryptons durch die Kapillare bei Temperaturen von $T_{\text{Kap}} \approx 50\text{K}$.

Während die Zählrate immer weiter ansteigt, wurde die Kapillarheizung eingeschaltet.

Eine Temperatur von bis zu $T_{Kap} = 75\text{K}$ am Kapillarsensor beeinflusst die Zählrate offenbar nicht. In diesem Bereich, 9000s und 14000s, steigt sie konstant an. Dann ereignet sich etwas unerwartetes: Die Leistung der Heizung wurde hoch geregelt, um die Temperatur zu erhöhen, aber die Kurve der Zählrate scheint deutlich abzuflachen. Dies könnte ein Hinweis auf einen besseren thermischen Kontakt zwischen Kapillare und Kaltschild sein. Es ist schon einige Male beobachtet worden, dass die Temperatur an den Kapillaren fällt, obwohl die Heizleistung erhöht wurde. Nachdem die Heizung wieder runter geregelt wurde, steigt die Zählrate wieder deutlich steiler an.

Dieser Versuch spricht für einen Umbau der Kapillare, d.h. einer besseren thermischen Isolierung zwischen Kapillare und Kaltschild.

5.3.2 Auftauen des Kaltkopfes

Beim Auftauen des Kaltkopfes erwartet man, dass ab einer bestimmten Temperatur das komplette aufgefrorene ^{83m}Kr wieder gasförmig wird und in das Spektrometer gelangt. Dort wird der Zerfall detektiert. Bei dieser Messung wurde zuerst eine normale Messung vorbereitet, was bedeutet, dass radioaktives Krypton sowohl auf dem Substrat als auch in der Kapillare vorhanden ist. Anschließend wurde der Kaltkopf ausgeschaltet während das Rb-Volumen weiterhin geöffnet blieb. Sobald die Zählrate auf null gefallen ist, wurde die Pumpleistung des Spektrometers reduziert, indem eine Pumpe komplett, die andere teilweise durch ein Ventil getrennt wurden. Um das Auftauen etwas zu beschleunigen, wurde zusätzlich noch die Substratheizung eingeschaltet.

In beiden Abbildungen, 5.20 und 5.21, sieht man jeweils die Zählrate. Sie fällt wie erwartet zu Beginn. Es fällt der Knick nach etwa einer Stunde auf. Bis zu diesem Zeitpunkt stand die Heizung auf $U_{Heizung} = 75\text{V}$. Aus dem Abfall der Zählrate in der ersten Stunde errechnet sich eine Halbwertszeit des ^{83m}Kr von $T_{1/2} = 0,67 \pm 0,02\text{h}$. Die Heizung hat also einigen Einfluss. Die Halbwertszeit sollte bei dieser Heizleistung eigentlich noch kürzer sein, bei normalen Messungen wurde etwa mit dieser Einstellung das radioaktive Krypton vom Substrat entfernt. Das ist wahrscheinlich ein Zeichen dafür, dass Krypton aus der langsam wärmer werdenden Kapillare nach strömt. Danach wurde die Heizung ausgeschaltet, um dem steigenden Druck im Spektrometer entgegenzuwirken. Die Halbwertszeit in der 1-2 Stunde beträgt demnach auch $T_{1/2} = 2,3 \pm 0,1\text{h}$. Bis zu diesem Zeitpunkt dürfte nur sehr wenig gasförmiges Krypton nachgewiesen worden sein, da die Pumpleistung noch nicht vollständig reduziert war. Der Druck im Spektrometer sollte bei diesem Versuch $p_{\text{Spektrometer}} = 10^{-7}\text{mbar}$ nicht überschreiten. Schaut man sich Abbildung 5.21 an, so sieht man einige Anstiege und einige Abfälle des Druckes im Spektrometer. Diese hängen praktisch nur von der Pumpleistung ab. Einzig das Maximum nach einer Stunde lässt sich durch das Abschalten der Heizung erklären. Der Druck im Kryosystem dagegen hängt nicht von der Pumpleistung ab, in diesem Teil wurde sie nicht reduziert. Vermutlich taut bei jedem Maximum im Druck gerade ein kondensiertes Gas auf. Es wäre auch denkbar, dass es sich immer um Stickstoff handelt, der nur an verschiedenen Stellen im System verdampft. Das Kaltschild erreicht z.B. nach einer Stunde etwa die benötigten $T_{\text{Schild}} = 77\text{K}$. Nach 3 Stunden beträgt die Temperatur des Substrates auch ohne Heizung mehr als $T_{\text{Substrat}} = 60\text{K}$. Die Zählrate ist nun auf annähernd $Z = 0$ Ereignisse/s abgefallen, da kein Krypton mehr auf dem Substrat konden-

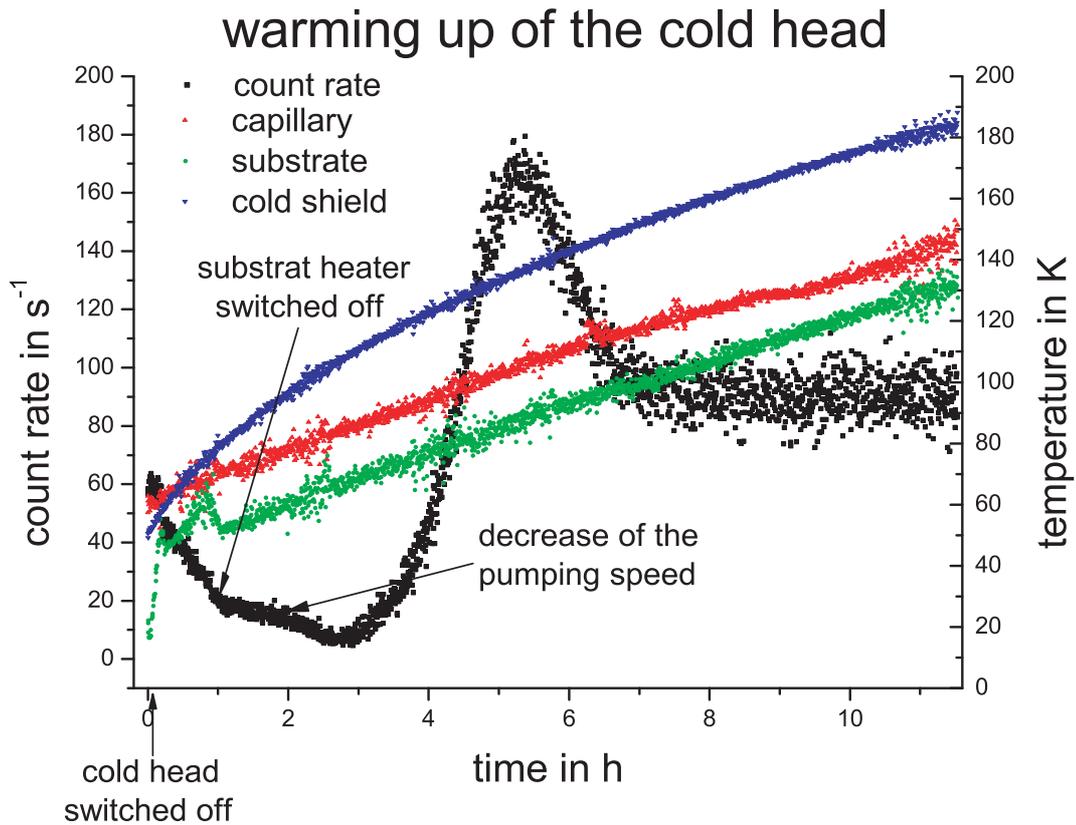


Abb. 5.20: Temperatur und Zählrate beim Auftauen des Kaltkopfes. Zu Beginn der Messung fällt die Zählrate, da das Krypton aufgrund der Substratheizung und der Halbwertszeit von ^{83m}Kr vom Substrat verschwindet. Nach etwa $t=3\text{h}$ steigt die Zählrate 2,5 Stunden lang stark an. Hier weist der Detektor vermutlich in den Kapillaren aufgetautes Krypton nach. In den nächsten 2 Stunden fällt die Zählrate auf die halbe Stärke und bleibt konstant bei diesem Wert von etwa 90 Ereignisse/s. Dies ist gasförmiges ^{83m}Kr , welches direkt vom Rb-Volumen ins Spektrometer gelangt.

siert ist. Zu diesem Zeitpunkt wird die Pumpleistung reduziert. Man sieht wie die Zählrate nun im Laufe der nächsten 2,5 Stunden stetig ansteigt und danach wieder langsam abfällt mit einer Halbwertszeit von $T_{1/2} = 1,6 \pm 0,1\text{h}$. Bedenkt man die immer noch vorhandene Pumpleistung, dann ist der Wert doch recht erstaunlich. Offenbar gelangt eine große Menge wieder gasförmig gewordenenes Krypton aus dem ganzen Kryosystem ins Spektrometer.

Die abschließende Aussage, die man aus den beiden Messungen (Auftauen und Abkühlen des Kaltkopfes) ziehen kann, lautet: Ein großer Anteil des Kryptons friert irgendwo zwischen Gaseinlasssystem und Substrat, also vermutlich in der Kapillare, fest. Diese Messung bestätigt somit die Notwendigkeit des Umbaus der Kapillare.

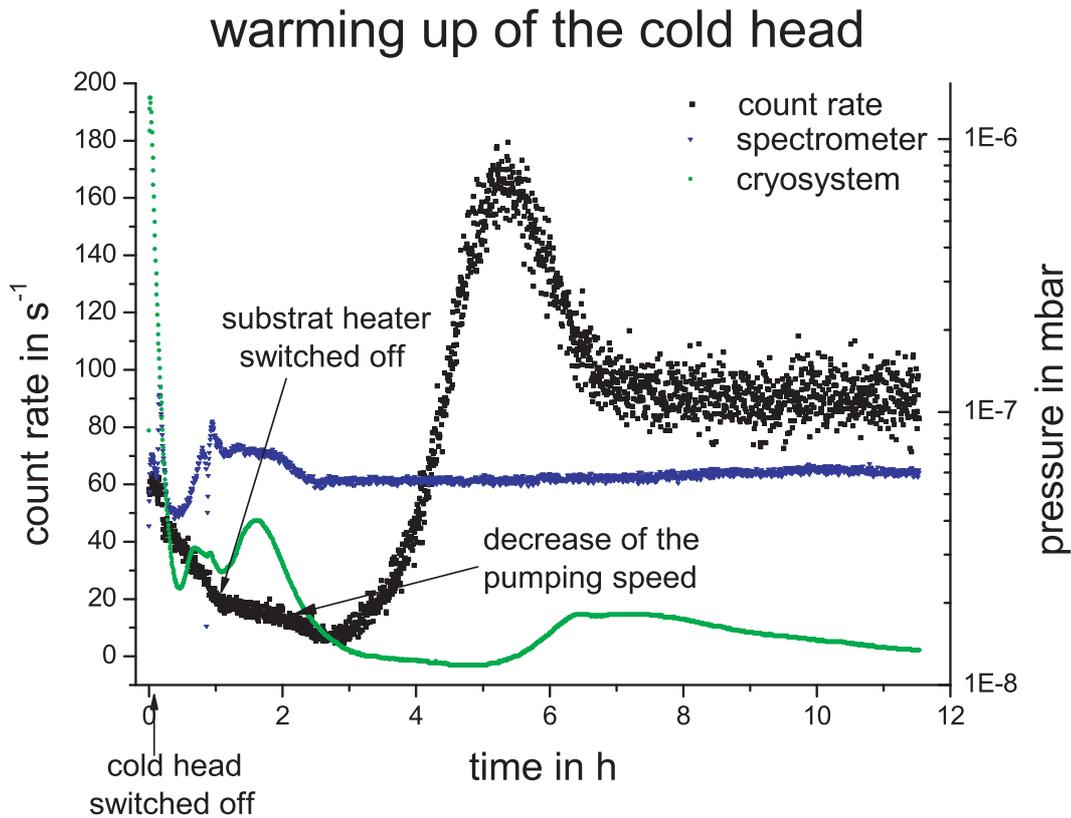


Abb. 5.21: **Druck und Zählrate beim Auftauen des Kaltkopfes.** Die Signale im Verlauf der Druckkurve sind durch auftauende Gase zu erklären. Vermutlich handelt es sich um Stickstoff.

5.4 Zusammenfassung des Zählratenproblems

Leider gibt es keine quantitative Aussage, da einige Faktoren unbekannt sind: Wieviel Krypton wird nachgewiesen; mit anderen Worten, wie groß ist der Raumwinkel? Wie stark wirkt sich das mit dem Handventil eingestellte Saugvermögen der Pumpe auf die Zählrate aus?

Nach der Verbesserung der Kapillare für die nächste Messphase sollte ein Vielfaches an Zählrate erreicht werden. Des weiteren wird die mit $A_{\text{Rb}} = 10 - 15 \text{ MBq}$ deutlich stärkere Quelle ebenfalls die Zählrate in die Höhe treiben. Sollten alle anderen Umbauten keine Steigerung der Zählrate bewirken, so müsste alleine die stärkere Quelle mindestens Faktor 3-4 mehr Ereignisse bringen. Man muss dabei beachten, das die bisher benutzte Quelle zwar immerhin $6,4 \text{ MBq}$ hatte, allerdings begann die erste Messung erst eine Halbwertszeit nach Lieferung der Quelle, sie hatte zu diesem Zeitpunkt noch etwa eine Aktivität von $A_{\text{Rb}} = 3,5 \text{ MBq}$. Mit der neuen Rb-Quelle sind mindestens Messungen der K32-Konversionslinie mit bis zu 1000 Ereignisse/s möglich.

6. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Der erste Teil dieser Diplomarbeit ist eine Anleitung für die Arbeit mit der kondensierten Kryptonquelle und die Präparation und Überwachung eines Films. Der zweite Teil befasst sich mit den Ergebnissen der ersten beiden Messphasen speziell im Hinblick auf die Zählrate. Praktisch alle Ergebnisse weisen auf eine Tatsache hin: Das radioaktive Krypton verlässt zum großen Teil die Rb-Quelle, gelangt aber aufgrund der Kapillare nicht zum Substrat.

Nach den ersten beiden Messphasen wird eine Reproduzierbarkeit der K32-Konversionslinie auf nacktem Substrat von etwa $\sigma = 78\text{meV}$ erreicht. Bei den aussichtsreicheren Filmen mit einer Unterlage aus stabilem Krypton wird eine Reproduzierbarkeit von $\sigma = 60\text{meV}$ erreicht.

Die Reproduzierbarkeit wird unter Umständen durch einige Verbesserungen an der kondensierten Kryptonquelle noch gesteigert. Aus diesem Grund wird die Kapillare für die nächste Messphase umgebaut: Der neue Heizer verläuft den ganzen Weg am Kaltfinger entlang parallel zur Kapillare. Heizer und Kapillare sind zum besseren Wärmekontakt durch ein U-förmiges Kupferrohr verbunden. Sollte auch diese Lösung nicht helfen, findet sich noch ein alternative Lösung des Zählratenproblems im Anhang. Dort wird ein 2. Kryptonzugang beschrieben. Dieser sollte aber nur benutzt werden, wenn alle anderen Möglichkeiten vergebens waren, da man sich mit dem 2. Kryptonzugang einige Nachteile einhandelt.

Desweiteren wird die Substratheizung repariert, da sie während der Messung durch eine zu hohe Spannung geschmolzen ist. Sie funktionierte danach nur noch eingeschränkt bis etwa $T_{Sub} = 80\text{K}$.

Die Laserablation muss noch deutlich überarbeitet werden. Bei den ersten Versuchen konnte die Zählrate nur geringfügig von $Z=100$ Ereignisse/s auf $Z=70$ Ereignisse/s verringert werden. Vermutlich wurde nicht das komplette Substrat vom Ablationslaser ausgeleuchtet, da die Öffnung im 12K Schild zu klein ist. Zur Verbesserung werden deshalb die Löcher im 12K Schild vergrößert und ein hochwertigeres Substrat, in dem sich die Hitze besser waagrecht im Graphit ausbreiten kann, wird für die nächste Messphase installiert.

Die bisherigen Ergebnisse der Stabilität der Linienlage (komplette Auswertung [Ost07]) weisen darauf hin, dass das Vakuum verbessert werden muss. Hieran wird bereits gearbeitet. Der Isolator zwischen dem großen Wellbalg am Kryosystem und dem Kühlaggregat hat ein kleines Leck wie eine Messung mit dem Lecktester gezeigt hat und wird durch einen neuen ersetzt. Auch eine Sub-D Durchführung am Ende des Kryosystems, durch die die Temperatursensoren ausgelesen werden, scheint ein kleines Leck zu haben. Diese wird komplett entfernt und durch eine 35 Pin Durchführung (maximaler Strom pro Pin $I_{Pin} = 10\text{A}$, maximaler Strom aller Pins zusammen $I_{gesamt} = 100\text{A}$, ausheizbar bis $T_{heiz} = 450^\circ\text{C}$, maximale Spannung bis $U = 700\text{V}$) ersetzt. Desweiteren wird die gesamte Ellipsometrikammer ersetzt.

ANHANG

A. VERKABELUNG DES GASEINLASSSYSTEMS

Die aktuelle Verkabelung der 3 Karten im PXI-System in einer Übersicht:

Tab. A.1: Gerät NI PKI 6704, rundes Kabel

1		18	
2	Rückmeldung Ventil 2	19	
3	Rückmeldung Ventil 3	20	
4	Rückmeldung Ventil 1	21	
5		22	
6		23	
7		24	Heizung
8		25	
9		26	
10		27	Kühlfalle(Kabel zu PXI6220 Nr.61)
11		28	
12		29	
13		30	Schrittmotor 3, Erde
14		31	Schrittmotor 2
15		32	
16		33	Schrittmotor 1, Erde
17		34	Steuerung Massenfilter

Tab. A.2: Gerät NI PKI 6704, rundes Kabel

35	Rückmeldung Ventil 3, Erde	52	
36	Rückmeldung Ventil 2, Erde	53	
37	Rückmeldung Ventil 1, Erde	54	
38		55	
39		56	
40		57	Heizung 1
41		58	
42		59	
43		60	Kühlfalle (Kabel zu PXI6220 Nr.28)
44		61	
45		62	
46		63	Schrittmotor 3
47		64	
48		65	Schrittmotor 2, Erde
49		66	Schrittmotor 1
50		67	
51		68	Steuerung Massenfilter

Tab. A.3: Gerät NI PKI 6220, flaches Kabel in port 4

1		18	
2		19	
3		20	
4		21	
5		22	
6		23	Spannungsauslese IGP
7		24	Spannungsauslese IGP
8		25	Baratron, weiß
9		26	Drucksensor Substrat, Erde
10		27	
11		28	Kühlfalle (Kabel zu PXI6704 Nr.60)
12		29	
13	Ventil 7, Erde	30	Pfeifferdruckmeßgerät, rot
14		31	Kühlfalle
15	Ventil 5, Erde	32	Signal Massenfilter, schwarz
16		33	Signal Massenfilter
17	Ventil 5	34	

Tab. A.4: Gerät NI PKI 6220, flaches Kabel in port 4

35		52	Ventil 4
36		53	Ventil 4,Erde
37		54	
38		55	
39		56	
40		57	
41		58	Baratron
42		59	
43		60	Drucksensor Substrat
44		61	Kühlfalle,Erde (Kabel zu PXI6704 Nr.27)
45		62	
46		63	Pfeifferdruckmeßgerät
47	Ventil 7	64	
48		65	
49	Ventil 6	66	Kühlfalle
50		67	Spannungsauslese TMP Gassystem
51	Ventil 6, Erde	68	Spannungsauslese TMP Gassystem

Tab. A.5: Gerät NI PKI 6220, flaches Kabel in port 5

1		18	
2		19	
3		20	
4		21	
5		22	
6		23	
7		24	PT100 Nr.6, Erde
8		25	PT100 Nr. 6
9		26	PT100 Nr. 5, Erde
10		27	PT100 Nr. 4, Erde
11		28	PT100 Nr. 4,
12		29	PT100 Nr. 3, Erde
13		30	
14		31	Temperatursauslese grün
15		32	PT100 Nr. 1, Erde
16		33	PT100 Nr. 1
17		34	PT100 Nr. 8

Tab. A.6: Gerät NI PKI 6220, flaches Kabel in port 5

35	PT100 Nr.8, Erde	52	Ventil 4
36		53	
37		54	
38		55	
39		56	PT100 Nr. 7, Erde
40		57	PT100 Nr.7
41		58	
42		59	
43		60	
44		61	
45		62	
46		63	Temperatursauslese braun
47		64	PT100 Nr. 2, Erde
48		65	PT100 Nr. 2
49		66	Temperatursauslese orange
50		67	PT100 Nr. 0, Erde
51		68	PT100 Nr. 0

B. RAUMWINKELSIMULATION: FLUSSDIAGRAMM + QUELLCODE

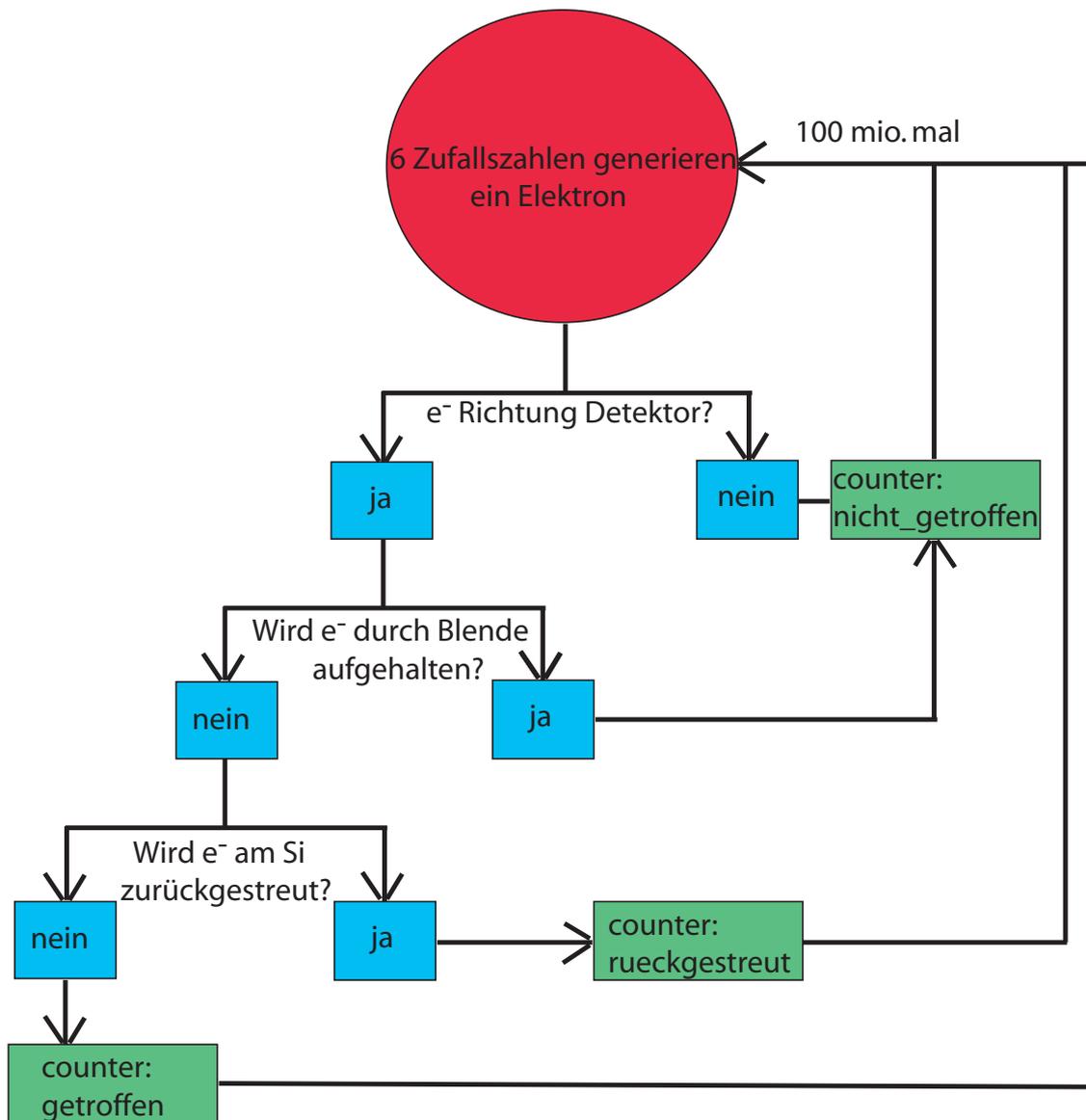


Abb. B.1: **Flussdiagramm der Raumwinkelsimulation** Die Simulation benutzt pro erzeugtem Elektron 6 Zufallszahlen. 3 für den Ort (x,y,z) , 2 Winkel für die Flugrichtung $(\theta, \phi$ in Kugelkoordinaten) und eine Zufallszahl wird beim Rückstreualgorithmus benutzt.

```
#include "stdafx.h" #include <stdio.h> #include <iostream>
#include <stdlib.h> #include <time.h> #include <math.h> #include
<fstream> #include <cmath> #define IM1 2147483563 #define IM2
2147483399 #define AM (1.0/IM1) #define IMM1 (IM1-1) #define IA1
40014 #define IA2 40692 #define IQ1 53668 #define IQ2 52774
#define IR1 12211 #define IR2 3791 #define NTAB 32 #define NDIV
(1+IMM1/NTAB) #define EPS 1.2e-7 #define RNMx (1.0-EPS)
```

```
using namespace std;
```

```
float ran2(long *idum) {
    int j;
    long k;
    static long idum2=123456789;
    static long iy=0;
    static long iv[NTAB];
    float temp;
    if (*idum <= 0) {
        if (-(*idum) < 1) *idum=1;
        else *idum = -(*idum);
        idum2=(*idum);
        for (j=NTAB+7;j>=0;j--) {
            k=(*idum)/IQ1;
            *idum=IA1*(idum-k*IQ1)-k*IR1;
            if (*idum < 0) *idum += IM1;
            if (j < NTAB) iv[j] = *idum;
        }
        iy=iv[0];
    }
    k=(*idum)/IQ1;
    *idum=IA1*(idum-k*IQ1)-k*IR1;
    if (*idum < 0) *idum += IM1;
    k=idum2/IQ2;
    idum2=IA2*(idum2-k*IQ2)-k*IR2;
    if (idum2 < 0) idum2 += IM2;
    j=iy/NDIV;
    iy=iv[j]-idum2;
    iv[j] = *idum;
    if (iy < 1) iy += IMM1;
    if ((temp=AM*iy) > RNMx) return RNMx;
    else return temp;
}
```

```
int main(void) {
    int warte;
    long initialisieren = -101;
    float max = RAND_MAX;
    float pi = 3.14159;
    float phi = 0;
    float theta = 0;
    float theta_max = 0;
    float x = 0;
    float y = 0;
    float z = 0;
    float backscattering = 0;
    double nicht_getroffen = 0;
    double getroffen = 0;
    double prozent_getroffen = 0;
    double rueckgestreute = 0;
    double prozent_rueckgestreute = 0;
    double nicht_erstellt = 0;
    double erstellt = 0;
    double durchlaeufer = 0;
    int c = 0;
```

```
cout << "Wieviele Elektronen sollen simuliert werden? ";
cin >> durchlaeufer;
```

```
ofstream file;
file.open("angekommene Elektronen.txt", ios::out );
```

```
for (int i = 0; i < durchlaeufer; i++){
    y = ran2(&initialisieren)*95-30;
    x = ran2(&initialisieren)*36-18;
    z = ran2(&initialisieren)*(-135);
    phi = 2*pi*ran2(&initialisieren);
    theta = acos(1-2*ran2(&initialisieren));
    backscattering = ran2(&initialisieren);
```

```
if(i/durchlaeufer*100 == 10)
{
    cout << "10%" << endl;
}
```

```

if(i/durchlaeufer*100 == 20)
{
    cout << "20%" << endl;
}
if(i/durchlaeufer*100 == 30)
{
    cout << "30%" << endl;
}
if(i/durchlaeufer*100 == 40)
{
    cout << "40%" << endl;
}

if(i/durchlaeufer*100 == 50)
{
    cout << "50%" << endl;
}

if(i/durchlaeufer*100 == 60)
{
    cout << "60%" << endl;
}
if(i/durchlaeufer*100 == 70)
{
    cout << "70%" << endl;
}
if(i/durchlaeufer*100 == 80)
{
    cout << "80%" << endl;
}
if(i/durchlaeufer*100 == 90)
{
    cout << "90%" << endl;
}

if(x*x+y*y < 324 || (z < -9 && (z+24)*(z+24)+x*x < 324))
{
    if(z > -9 && z < -7 && (x > 6 || x < -6 || y > 6 || y < -6)){
        nicht_erstellt++;
    }else
    {
        //file << i << " " << x << " " << y << " " << z << " " << cos(theta) << " " << phi/3.14159*180 << endl;
        if(theta < 1.5708)
        {
            if(z > -9 && z < 0 && (z*tan(theta)*cos(phi) + x < 4.5 && z*tan(theta)*cos(phi)+ x >
                -4.5 && z*tan(theta)*sin(phi) + y < 4.5 && z*tan(theta)*sin(phi) + y > -4.5)){
                if(backscattering > 0.891*powf((0.165/0.891),cos(theta)))
                {
                    file << i << " " << x << " " << y << " " << z << " " << cos(theta) << " " << phi/3.14159*180 << endl;
                    getroffen++;
                }else{
                    rueckgestreute++;
                }
            }
            if(z < -9 && ((z+9)*tan(theta)*cos(phi) + x < 6 && (z+9)*tan(theta)*cos(phi)+ x > -6 && (z+9)*tan(theta)*sin(phi)
                + y < 6 && (z+9)*tan(theta)*sin(phi) + y > -6) && (z*tan(theta)*cos(phi) + x < 4.5 && z*tan(theta)*cos(phi)+
                x > -4.5 && z*tan(theta)*sin(phi) + y < 4.5 && z*tan(theta)*sin(phi) + y > -4.5)){
                if(backscattering > 0.891*powf((0.165/0.891),cos(theta)))
                {
                    file << i << " " << x << " " << y << " " << z << " " << cos(theta) << " " << phi/3.14159*180 << endl;
                    getroffen++;
                }else{
                    rueckgestreute++;
                }
            }
        }
    }else
    {
        nicht_getroffen++;
    }
    erstellt++;
}
}
else
{
    nicht_erstellt++;
}
}

file.close();

file.open( "Ergebnisse.txt" , ios::out );

cout << "Den Detektor getroffen haben " << getroffen << " von " << erstellt/1000000 << " mio Elektronen." << endl;
prozent_getroffen = getroffen/erstellt*100;
cout << "Das sind " << prozent_getroffen << "% getroffene Elektronen." << endl;
prozent_rueckgestreute = rueckgestreute/getroffen*100;
cout << "Es wurden " << prozent_rueckgestreute << "% der Elektronen am Si zurueckgestreut." << endl;
file << "Den Detektor getroffen haben " << getroffen << " von " << erstellt/1000000 << " mio Elektronen.\n" <<
    "Das sind " << prozent_getroffen << "% getroffene Elektronen.\n" << "Es wurden " << prozent_rueckgestreute <<

```

```
    "% der Elektronen am Si zurueckgestreut.\n" << endl;
    file.close();

    cin >> warte;
    return 0;
}
```

C. NEUER KRYPTONZUGANG

Sollten alle Verbesserungen an der Quelle nicht ausreichen, um die Zählrate deutlich zu steigern, besteht immer noch die Möglichkeit eines zweiten Kryptonzugangs (Abb. C.1). Hierbei ist die Kapillare auf Raumtemperatur und deutlich kürzer als in der bisherigen Version.

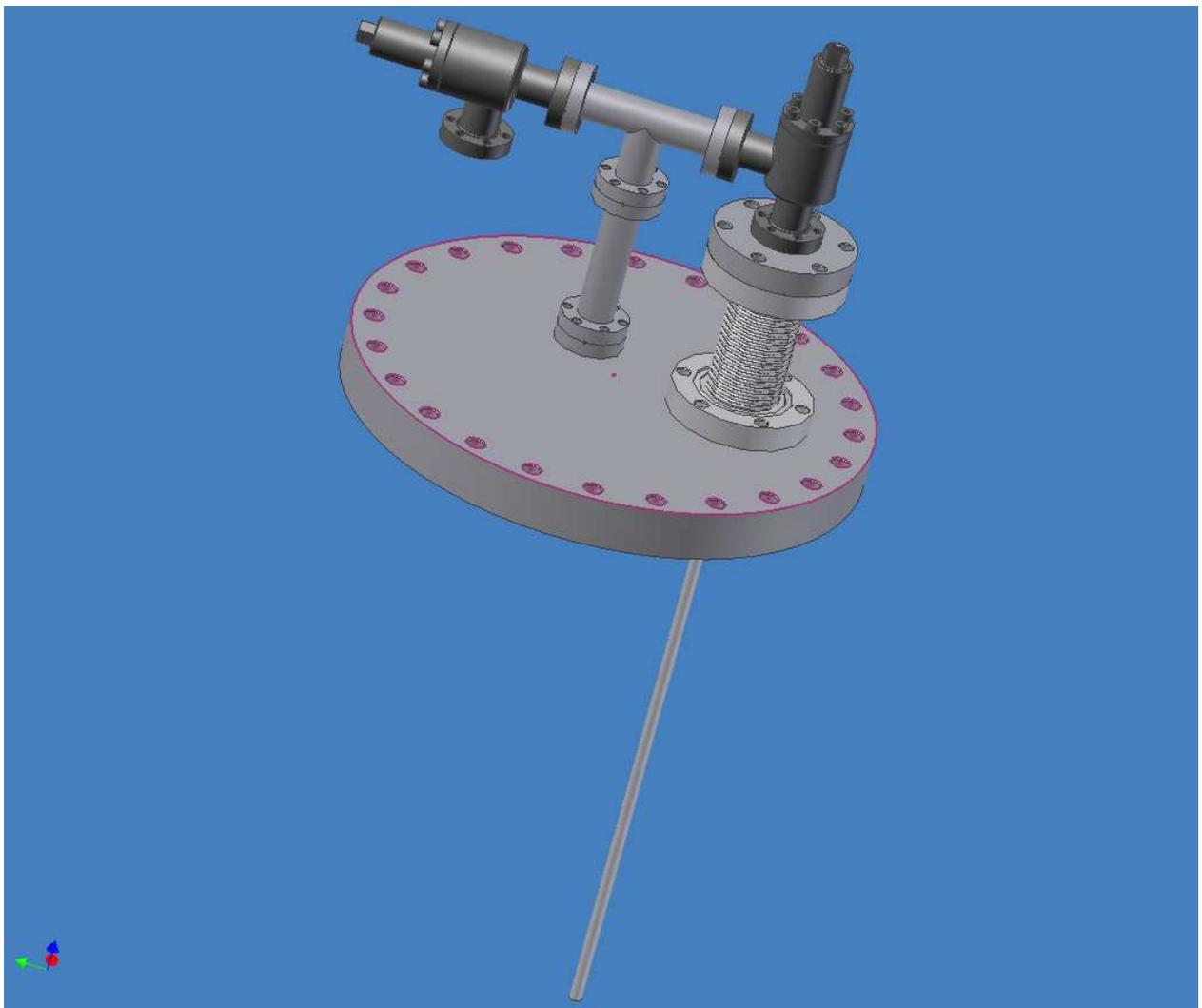


Abb. C.1: 2. Kryptonzugang

Die schematische Skizze ist in Abbildung C.2 zu erkennen. Es gibt zwei Stellungen des

Kryptonzugangs. Während des Auffrierens ragt die Kapillare senkrecht nach unten. In diesem Zustand mündet die unten abknickende Kapillare genau auf das Substrat. Nach dem Auffrieren sollte die Kapillare um die horizontale Achse geschwenkt werden. Das hat den Vorteil, dass keine Restgase aus der Kapillare zum Substrat gelangen können. Außerdem ist dies die einzige Stellung, in der der Kühlfinger in das Spektrometer gefahren werden kann. Der Nachteil dieser Konstruktion ist allerdings, dass keine Langzeitmessungen mit kontinuierlich auffrierendem Krypton möglich sind. Außerdem entfallen die Möglichkeiten der Gasreinigung, die durch das Gaseinlasssystem gegeben sind wie Getter und Kühlfalle.

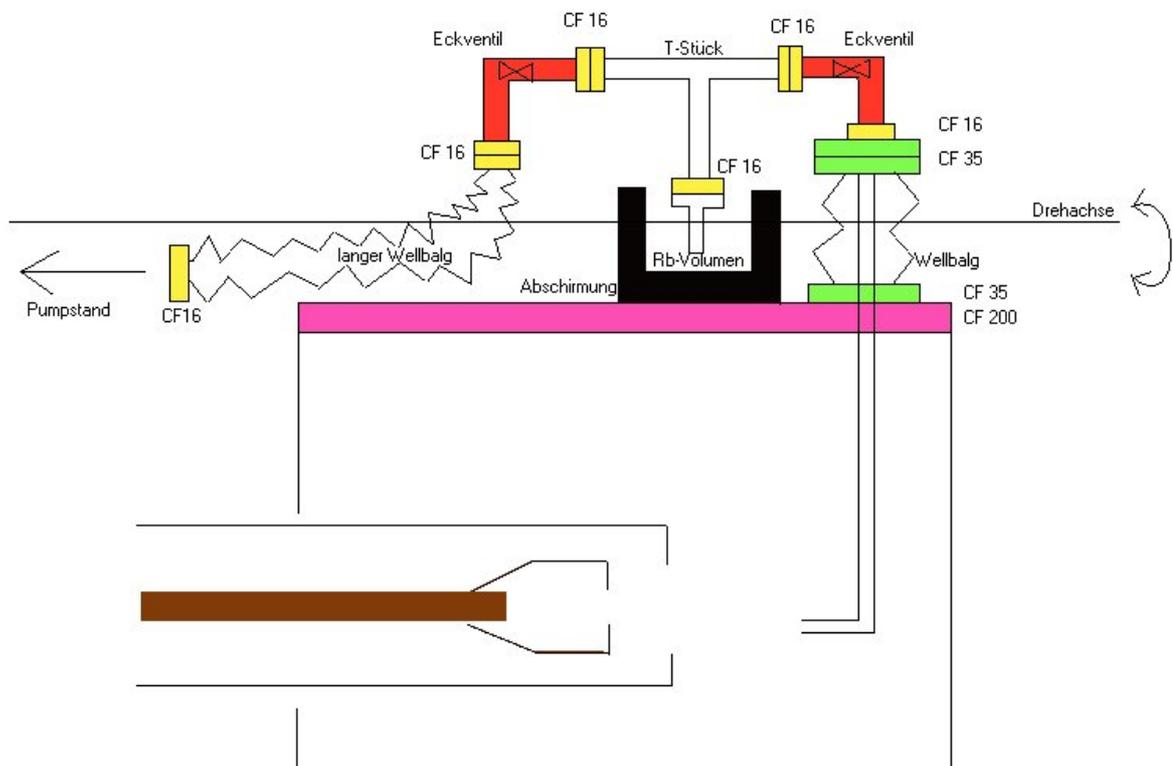


Abb. C.2: 2. Kryptonzugang - schematisch

D. KRYPTONQUELLE AUF HOCHSPANNUNG LEGEN

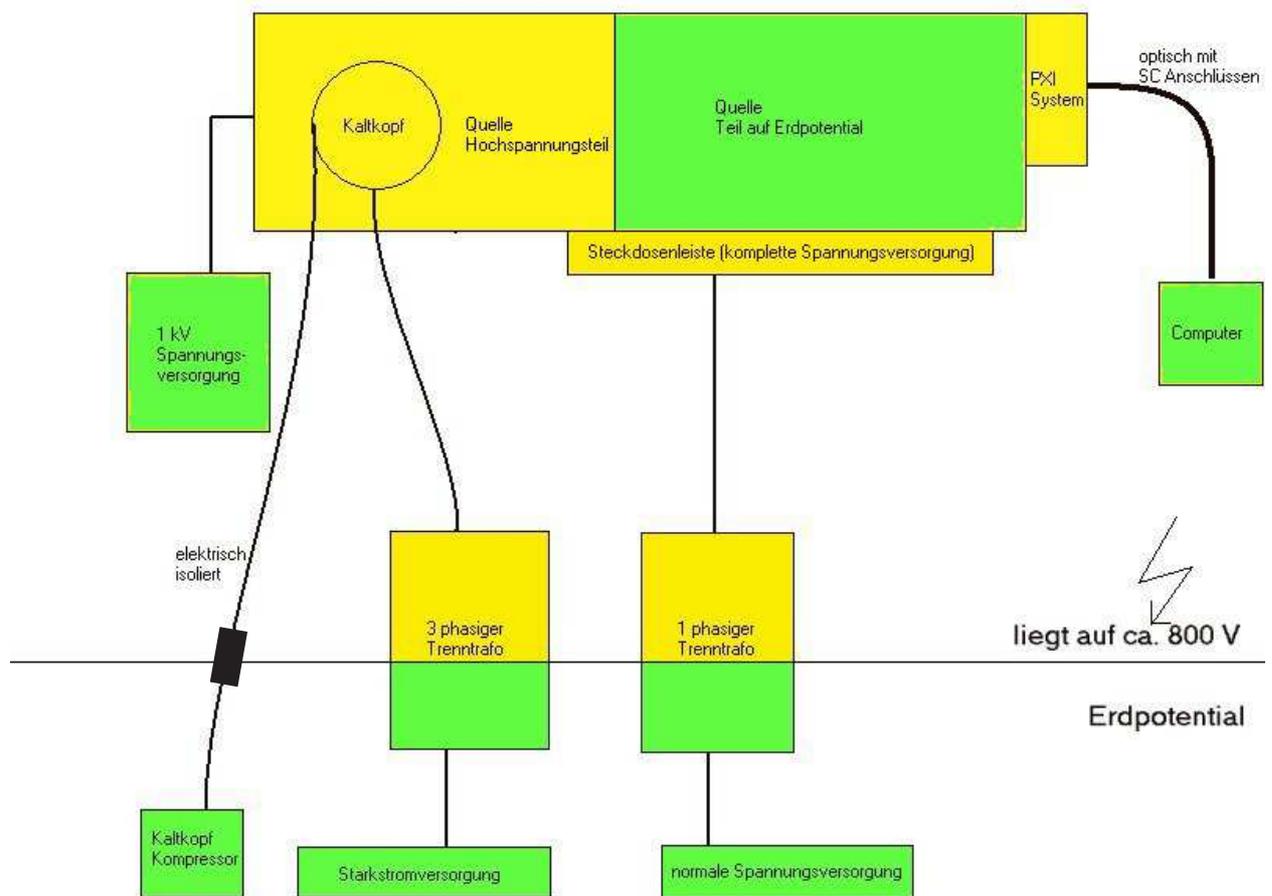


Abb. D.1: **Quelle auf Hochspannung legen - schematisch** Die grün gefärbten Bauteile liegen auf Erdpotential, die gelben auf etwa 800V Hochspannung.

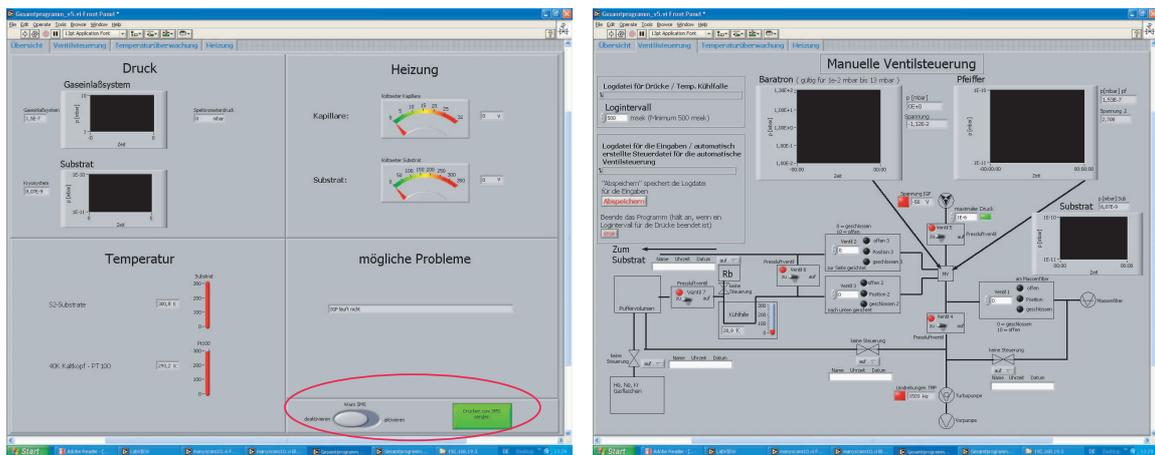
Eine weitere Aufgabe ist das Hochlegen der Quelle. Teile der Quelle (Gaseinlasssystem, Kühlfinger, Substrat, ...) sollen auf Hochspannung (etwa 800V) gelegt werden. Dazu müssen noch einige wichtige Vorbereitung getroffen werden, insbesondere müssen noch viele Stellen an der Kryptonquelle isoliert werden.

1. Stromversorgung und Controller des Kaltkopfes müssen mit dem 3-phasigen Trenntrafo vom Erdpotential getrennt werden.

-
2. Heliumzuleitung des Kaltkopfes muss elektrisch isoliert werden.
 3. Die Vorpumpe der Turbopumpe am Kryosystem muss vom Boden isoliert werden, eine 1cm dicke Plastikplatte sollte ausreichen.
 4. Es soll ein Rack geben, in dem alle NIM crates und das PXI System eingebaut werden. Dieses muss isoliert vom Erdpotential aufgebaut werden und liegt auf Hochspannung.
 5. Es darf nicht möglich sein, während angelegter Hochspannung zur Kryptonquelle zu gelangen. Im Idealfall wird ein gemeinsames interlock System mit dem Ablationslaser aufgebaut.
 6. Der Computer muss elektrisch vom Rack isoliert werden (siehe Anhang D). Die beste Lösung ist eine optische Verbindung zwischen Computer und PXI System. Wie beim KATRIN Experiment üblich, sollte aus Gründen der Kompatibilität ein Produkt aus der Reihe Moxa IMC-101 benutzt werden. Am besten geeignet ist ein Gerät mit multimode Standard und SC Stecker auf der Glasfaserseite, die andere Seite hat einen normalen RJ45 ethernet Anschluss.

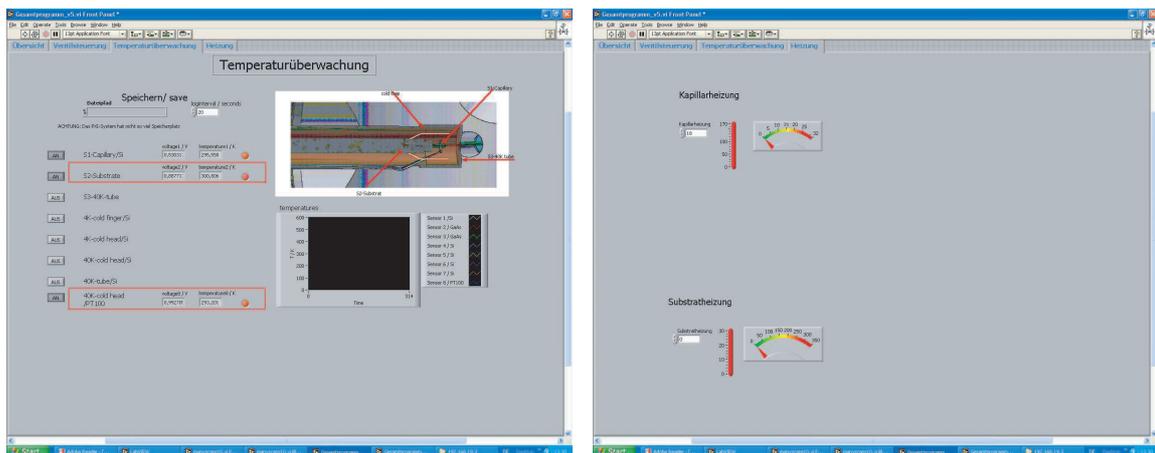
E. DAS „GESAMTPROGRAMM.VI“

Das mit Labview geschriebene Gesamtprogramm dient der Steuerung aller Ventile und der Auslese aller Druck- und Temperatursensoren des Gaseinlasssystems.



(a) Hier stehen die wichtigsten Informationen der Kryptonquelle. Rot umrandet ist das SMS-Warnsystem.

(b) Hier ist schematisch das Gaseinlasssystem mit allen Ventilen und Drucksensoren zu erkennen. Hier steuert man auch jedes Ventil durch einen Mausklick, das Programm wurde größten Teils entwickelt in der Diplomarbeit [Pra05].



(c) Dieses Fenster liefert alle Werte der Temperatursensoren der Kryptonquelle.

(d) Hier lässt sich die Spannung einstellen, welche an die Heizung angelegt werden soll.

Abb. E.1: Die aktuelle Version des „Gesamtprogramm-v5.vi“ hat 4 Reiter: Übersicht, Ventilsteuerung, Temperaturüberwachung und Heizung

F. FORMEL ZU SAUGVERMÖGEN

Die komplette kondensierte Kryptonquelle wird durch Turbopumpen auf UHV (=ultrahoch Vakuum) Bedingungen gebracht. Um die Größe der benötigten Pumpen abzuschätzen, bedient man sich einiger Formeln aus der Vakuumphysik [GdV04].

Das effektive Saugvermögen einer Pumpe ist gegeben durch:

$$\frac{1}{S_{eff}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{L} \quad (\text{F.1})$$

Dabei ist L der Leitwert und S das Saugvermögen, welches von der jeweiligen Pumpe abhängt. Es gibt an welche Transportkapazität eine Pumpe zur Verfügung stellt, diese Größe ist druckunabhängig. Das Saugvermögen S darf nicht mit der Saugleistung $q_{pv} = \frac{P \cdot V}{t} = p \cdot S = L(p_1 - p_2)$ verwechselt werden. Denn diese Größe gibt an, wieviel Gas wirklich abgepumpt wird. Man erkennt an der Gleichung $q_{pv} = p \cdot S$, dass die Saugleistung druckabhängig ist: Je kleiner der absolute Druck, desto kleiner die Saugleistung. Der Leitwert L berücksichtigt, dass in verschiedenen geometrischen Formen das Gas verschieden gut abgepumpt werden kann. Für ein gerades Rohr z.B. gilt Gleichung F.2:

$$L = 135 \frac{d^4}{l} \bar{p} + 12,1 \frac{d^3}{l} \frac{1 + 192d\bar{p}}{1 + 237d\bar{p}} \quad (\text{F.2})$$

mit $\bar{p} = \frac{p_1 + p_2}{2}$

LITERATURVERZEICHNIS

- [Azz86] R.M. Azzam and N.M. Bashara, Ellipsometry and Polarized Light, Elsevier Science, 1987
- [Bah72] J.N. Bahcall, et al., Phys. Rev. Lett. **28** (1972) 316-318
- [Bah76] J.N. Bahcall and R. Davis: Science **191** (1976) 264-267
- [Bah89] J.N. Bahcall, Neutrino Astrophysics, Cambridge University Press, 1989
- [Bah93] J.N. Bahcall, H.A. Bethe, Phys. Rev. **D47** (1993) 1298-1301
- [Bea80] J.Beamson, et. al., J.Phys. **E13** (1980) 64
- [Bor00] B. Bornschein, Dissertation, Univ. Mainz, 2000
- [Dar75] E.H. Darlington, Backscattering of 10-100keV electrons from thick targets, J. Physic, Vol 8, 1975, Seite 85-93
- [Dav55] R.Davis, Phys.Rev. **97** (1955) 766
- [Des03] R.D. Deslattes et al., Rev. Mod. Phys. 54 (2003) 3
- [FTJ95] Bahcall, et al., Solar Neutrinos, The first thirty Years, Addison Wesley, 1995
- [GdV04] Grundlagen der Vakuumtechnik, Leybold Vakuum, 2004
- [Hel00] G.C. Helmer, C. van der Leun, Nucl. Instr. Meth. A450 (2000) 35
- [KDR04] KATRIN Design Report 2004, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte **FZKA 7090** (2005)
- [Kas03] J. Kaspar, Diplomarbeit
- [Kla04] H. V. Klapdor-Kleingrothaus et al., Phys. Lett. **B586** (2004) 198 - 212
- [Kla97] H. V. Klapdor-Kleingrothaus, K. Zuber, Teilchenastrophysik, Teubner Verlag 1997
- [Kra05] Kraus et al. (Mainzer Neutrinomassenexperiment), hep-ex/0412056
- [Lob85a] V.M.Lobashev, P.E. Spivak, Nucl. Instr. and Meth. **A240** (1985)305
- [Lob85b] V.M. Lobashev, et. al. Nucl. Instr. Meth. **A238**(1985) 496

-
- [Nu21] Nudat 2.1 URL: <http://www-nds.iaea.org/nudat2/index.jsp>
- [NuKr] URL: <http://www.nndc.bnl.gov/chart/decaysearchdirect.jsp?nuc=83KR>
- [NuRb] URL: <http://www.nndc.bnl.gov/chart/decaysearchdirect.jsp?nuc=83RB>
- [Ost07] B.Ostrick, Dissertation an der WWU Münster, vorraussichtlich 2007
- [Pau61] W.Pauli in: Aufsätze und Vorträge über Physik und Erkenntnistheorie, p.156, Hrsg. W.Westphal, Vieweg & Sohn, Braunschweig, 1961
- [PDG04] S. Eidelman et al. (Particle Data Group), Phys. Lett. **B592** (2004) Issues 1 - 4
- [Pra05] M.Prall, Diplomarbeit im Institut für Kernphysik an der WWU Münster, Dezember 2005
- [Rei56] F.Reines, C.L.Cowan: Nature **178** (1956) 446;532(erratum); C.L.Cowan et al: Science **124** (1956)103
- [Rei59] F.Reines, C.L.Cowan: Phys.Rev. **113** (1959) 273
- [Pic90] A.Picard, et. al., Nucl. Instr. Meth. **B63345**
- [Pic92] A.Picard, et. al., Z.Phys.A - Hadrons and Nuclei **342**(1992) 71-78
- [Rob88] R.G.H. Robertson, D.A. Knapp, Ann. Rev. Nucl. Part. Sci. **38**(1988) 185
- [Sch97] N.Schmitz, Neutrinophysik, Teuber Verlag 1997
- [SK04] M.Ishitsuka, for the Super-Kamiokande Collaboration, Proceedings for the XXXIXth Rencontres de Moriond on Electroweak Interactions (2004)
- [Thu06] T. Thümmler, Dissertation an der WWU Münster, vorraussichtlich Winter 2006 Science and Technology, John
- [Wtz04] Wutz Handbuch Vakuumtechnik, Vieweg 2004

Danksagung

Zuerst bedanke ich mich herzlich bei Prof. Dr. Ch. Weinheimer, der diese interessante Diplomarbeit zur Verfügung gestellt und mir das Arbeiten in seiner Arbeitsgruppe ermöglicht hat.

B. Ostrick danke ich für die Zusammenarbeit, da ihre Doktorarbeit die Ergebnisse dieser Diplomarbeit mit einschließend.

Ebenfalls besonderer Dank gilt Dr. M. Beck, der mich während der Diplomarbeit betreut und mir oftmals wertvolle Tipps zu deren Gelingen gegeben hat.

Speziell in der Anfangsphase wurde ich außerdem besonders von M. Prall unterstützt, der durch seine Diplomarbeit am Gaseinlasssystem der kondensierten Kryptonquelle wunderbare Vorarbeit geleistet hatte.

Desweiteren bin ich H.W. Ortjohann und H. Baumeister zu besonderem Dank verpflichtet. H.W. Ortjohann hat sehr viel Arbeit im mechanischen Aufbau der Kryptonquelle und am Gaseinlasssystem geleistet. H. Baumeister hat mir speziell bei den münsteraner Messungen der Kryptonaktivität durch seine Erfahrung mit Detektoren und Pumpen helfen können.

Nicht zu vergessen sind die Mitarbeiter der mechanischen und der elektrischen Werkstatt, die immer wieder Bauteile, auch recht kurzfristig, fertigstellen konnten und somit eine Weiterarbeit an der Kryptonquelle überhaupt erst ermöglicht haben.

T. Thümmler danke ich für die gute Zusammenarbeit, speziell bei den Messungen in Mainz. Der Spannungsteiler, der im Rahmen seiner Doktorarbeit erstellt wurde, ist ein elementar wichtiger Bestandteil der Messung zur Stabilität der Kryptonlinie.

Dr. N. Titov unterstützt uns ebenfalls bei diesen Messung. Vor allem durch seine theoretische Arbeit half er uns sehr bei der Interpretation der Ergebnisse.

B. Bathen war mir ebenfalls bei der Auswertung behilflich durch seine Tipps und Ratschläge zur C++ Programmierung der Raumwinkelsimulation.

Mein Dank gilt aber auch noch einer Reihe von anderen Leuten, die mir immer wieder z.B. bei Computerproblemen oder den Messungen in Mainz o.ä. weiterhalfen. Im einzelnen sind das: Dr. J. Bonn, Dr. K. Schlösser, K. Valerius, A. Gebel, K. Temming, R. Jöhren, M. Reinhardt, M. Erdmann, V. Grundig,