# Zählratenoptimierung und Hochspannungsmodifikation der kondensierten Konversionselektronen-Kryptonquelle (CKrS) für das KATRIN-Experiment

von

Jürgen Smollich

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im Institut für Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

 $\operatorname{der}$ 

Westfälischen Wilhelms-Universität Münster

im April 2008

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. A. Khoukaz

# INHALTSVERZEICHNIS

1.	Einführung					
	1.1	Motiv	ation $\ldots$	9		
	1.2	Der $\beta$	-Zerfall und die Geburtsstunde des Neutrinos	9		
	1.3	Einige	wichtige Neutrinoexperimente	0		
		1.3.1	Nachweis der Neutrinos	1		
		1.3.2	Neutrino-Oszillation 12	2		
2.	Das	KATR	IN-Experiment	5		
	2.1	Schem	atischer Aufbau und Idee des KATRIN-Experiments 1'	7		
		2.1.1	Verwendung von Tritium beim KATRIN-Experiment 1'	7		
		2.1.2	Der MAC-E-Filter 18	8		
	2.2	Die ve	rschiedenen Komponenten des KATRIN-Experiments	0		
		2.2.1	Tritiumquelle – WGTS	0		
		2.2.2	Transport-und Pumpstrecke	1		
		2.2.3	Vorspektrometer	2		
		2.2.4	Hauptspektrometer	3		
		2.2.5	Detektor	5		
		2.2.6	Energieauflösung und systematische			
			sowie statistische Unsicherheiten beim KATRIN-Experiment 2	5		
		2.2.7	Energiekalibration	7		
3.	Die	konden	sierte Kryptonquelle	1		
	3.1	Aufba	u der kondensierten Kryptonquelle	2		
	3.2	Bildur	ng von $^{83m}$ Kr	5		
	3.3	Gaseir	$alassystem \dots \dots$	9		
	3.4	Kryos	ystem und Substratbereich	2		
		3.4.1	Kryosystem	2		
		3.4.2	Substratbereich	3		
	3.5	Arbeit	sweisen der CKrS $\dots \dots \dots$	4		
		3.5.1	Auffrieren von Filmen, "Preplating"	4		
		3.5.2	Ellipsometrie	4		
		3.5.3	Reinigung des Substrats 44	4		
	3.6	Herau	sforderungen und Schwierigkeiten bei der CKrS	5		

4.	Unte	Untersuchung des Zählratenproblems				
	4.1	Mathematische und physikalische Vorbemerkungen	47			
		4.1.1 Aktivität und Halbwertszeit der Rb-Quelle	47			
		4.1.2 Von der Quelle bis zum Substrat	49			
		4.1.3 Durchlaufwahrscheinlichkeit und differentielle Transportgleichung	51			
		4.1.4 Nachweiseffizenz NWE	55			
		4.1.5 Ermittlung der Zählrate	56			
	4.2	Vorbereitende Messungen	60			
		4.2.1 Kalibration des Datenaufnahmesystems	60			
		4.2.2 Verhalten der Kryptonquelle beim Abkühlen und Aufwärmen	63			
	4.3	Messungen zur Zählratenoptimierung	65			
	4.4	Mittlere Verweildauer	88			
	4.5	Zusammenfassung der Messergebnisse	89			
	4.6	Hochspannung an der kondensierten Kryptonquelle	91			
		4.6.1 Messung mit Hochspannung	94			
5.	Zusa	ammenfassung und Ausblick	97			
Ar	nhang	S.	99			
Α.	Bedi	ienugnsanleitung und Schaltpläne HV-Schrank	101			
В.	Tran	nsportschein Rb-Quelle	109			

# 1. EINFÜHRUNG

# 1.1 Motivation

Neutrinos spielen in der Physik eine wichtige Rolle, weil sie bei Reaktionen der schwachen Wechselwirkung beteiligt sind bzw. entstehen und weil sie viele interessante und außergewöhnliche Eigenschaften haben. So entstehen z.B. durch die kosmische Strahlung in der Atmosphäre oder bei Fusionsprozessen in Sternen und in Supernovaexplosionen Neutrinos in großer Zahl. Neben diesen und weiteren natürlichen Neutrinoquellen, gibt es auch künstliche Neutrinoquellen (Reaktorneutrinos und Beschleuniger), mit denen sehr intensive Neutrinoflüsse erreicht werden können, die bei verschiedenen Experimenten von Nöten sind.

Im Augenblick gibt es jedoch noch viele offene Frage zu beantworten, zu deren Beantwortung das Karlsruher Tritium Neutrino Experiment (KATRIN) beitragen möchte. Zum Beispiel haben die Neutrinos im Standard-Modell der Teilchenphysik bisher keine Masse – verschiedene Experimente, auf die im Abschnitt 1.3 näher eingegangen wird, zeigen jedoch eindeutig, dass zumindest einer der Masseneigenzustände von Null verschieden sein muss. Die Frage nach der Masse des Elektronantineutrinos ( $\bar{\nu}_e$ ) soll mit dem KATRIN-Experiment beantwortet werden, in dessen Rahmen diese Diplomarbeit angefertigt wurde. Des Weiteren ist noch nicht geklärt, ob das Neutrino ein Dirac- oder Majorana-Teilchen ist, also ob das Neutrino gleichzeitig auch sein eigenes Anti-Teilchen ist. Dies wird versucht mit Experimenten zum neutrinolosen doppelten  $\beta$ -Zerfall ( $0\nu\beta\beta$ ) herauszufinden.

Wenn im Laufe dieser Diplomarbeit allgemein von Neutrinos gesprochen wird, ist damit meist das Elektronantineutrino  $\bar{\nu}_e$  gemeint. Da die anderen Neutrinoarten ( $\mu$  und  $\tau$ ) beim KATRIN-Experiment keine Rolle spielen, werden sie hier höchstens nur am Rande erwähnt. Dem geneigten Leser sei für einen umfassenden Einblick in die Neutrinophysik die entsprechende Literatur ans Herz gelegt.

# 1.2 Der $\beta^-$ -Zerfall und die Geburtsstunde des Neutrinos

Als Chadwick am Anfang des 20. Jahrhunderts den  $\beta^-$ -Zerfall untersuchte, machte er eine merkwürdige Entdeckung: Er beobachtete nicht, wie vom  $\alpha$ -Zerfall her bekannt, ein diskretes Spektrum (siehe Abbildung 1.1), sondern ein kontinuierliches (siehe Abbildung 1.2). Legt man auch dem  $\beta$ -Zerfall einen Zweikörperzerfall und dessen Kinematik zu Grunde, scheinen die Erhaltungssätze für Energie und Drehimpuls verletzt. Die Lösung für dieses Problem scheint im Nachhinein relativ trivial. Im Jahre 1930, als Pauli seine Neutrino-Hypothese aussprach, war es jedoch etwas völlig Neues. Pauli erklärte das kontinuierliche Energiespektrum beim  $\beta^-$ -Zerfall mit der Beteiligung eines dritten, elektrisch neutralen Teilchens, [Pau61]. Auf Grund seines elektrisch neutralen Charakters nannte Pauli es "Neutron". Zwei Jahre später, nach der Entdeckung des Kernbestandteils "Neutron" durch Chadwick, wurde der Name "Neutrino" - also "kleines Neutron" für Paulis postuliertes Teilchen gebräuchlich.



Abb. 1.1: Nebelkammeraufnahme von  $\alpha$ -Zerfällen Die Nebelkammeraufnahme zeigt den  $\alpha$ -Zerfall von  $^{212}_{84}$ Po, [Fin54].



Abb. 1.2:  $\beta$ -Zerfallsspektrum von Tritium, [Kun91]

Der Endpunkt des Tritium-Zerfallsspektrums liegt bei einer Energie von  $\mathbf{Q}=18,6~\mathrm{keV}.$ 

Beim  $\beta^-$ -Zerfall zerfällt ein im Kern gebundenes Neutron (n) in ein Proton (p), ein Elektron (e) und ein Elektronantineutrino, gemäß folgender Reaktion:

$$n \to p + e^- + \bar{\nu}_e. \tag{1.1}$$

Es dauerte nun aber noch über 25 Jahre, bis das Neutrino<sup>1</sup> auch wirklich durch Reines und Cowan nachgewiesen werden konnte. Hierauf wird im folgenden Kapitel näher eingegangen.

# 1.3 Einige wichtige Neutrinoexperimente

Nachdem Pauli das Neutrino postuliert hatte, machten sich weltweit viele Physiker und Radiochemiker (so z.B. auch R. Davis) daran, zunächst das Neutrino nachzuweisen und dann weitere Eigenschaften herauszufinden. Dabei haben alle Experimente der Neutrinophysik

 $<sup>^{1}</sup>$  Hierbei handelt es sich genauer um das Elektronantineutrino.

eine "große" Gemeinsamkeit: den kleinen Wechselwirkungsquerschnitt von Neutrinoreaktionen. Um dies zu verdeutlichen, sei darauf hingewiesen, dass ein Reaktor-Neutrino (Energie-Spektrum im Bereich einiger MeV) statistisch gesehen im Mittel ca. 30 Jahre lang mit nahezu Lichtgeschwindigkeit durch Wasser fliegt, bevor es zu einer Wechselwirkung kommt, [Sch97].

#### 1.3.1 Nachweis der Neutrinos

Die Idee zum Nachweis des Neutrinos von Reines und Cowan [Rei<br/>56, Rei 59] war der inverse $\beta^+\mbox{-}{\rm Zerfall \ gemäß}$ 

$$\bar{\nu}_e + p \to e^+ + n. \tag{1.2}$$

Reines und Cowan verwendeten als starke Neutrino-Quellen Kernreaktoren – namentlich Savannah River Plant und Hanford Reaktor – für ihre Experimente. Auf Grund des Neutronenüberschusses der Spaltprodukte in einem Kernreaktor sind diese  $\beta^-$ -Strahler, d.h. nach (1.1) werden Elektronantineutrinos  $\bar{\nu}_e$  abgestrahlt.



Abb. 1.3: Schematischer Aufbau zum Nachweis des Neutrinos, [Sch97] Mit dieser Versuchsanordnung wiesen Reines und Cowan erstmals Neutrinos nach.

Im Wesentlichen besteht der Detektor aus einem mit Cadmium-Chlorid (CdCl<sub>2</sub>) in wässriger Lösung (H<sub>2</sub>O) gefüllten Behälter zwischen zwei Flüssig-Szintillationszählern mit dazugehörigen Sekundärelektronenvervielfältigern. Die Nachweisreaktion (vgl. (1.2)) findet an einem Proton in der wässrigen Lösung statt. Das entstehende Positron e<sup>+</sup> annihiliert praktisch sofort mit einem e<sup>-</sup> in zwei  $\gamma$ s mit einer Energie von jeweils 511 keV, die dann in den Szintillationszählern als koinzidentes, promptes Signal nachgewiesen werden. Das Neutron, das ebenfalls bei der Reaktion entsteht, wird innerhalb einiger  $\mu$ s durch die Wassermoleküle auf eine niedrigere Energie moderiert und von einem Cadmium-Kern eingefangen. Durch die Absorption des Neutrons gelangt der Cadmium-Kern in einen energetisch angeregten Zustand und durch Emission von  $\gamma$ -Quanten wieder in seinen Grundzustand. Die  $\gamma$ -Quanten aus dem Cadmium-Kern werden ebenfalls mit Hilfe der Szintillationszähler nachgewiesen. Die Signatur für ein  $\bar{\nu}_e$  besteht also aus zwei Koinzidenz-Signalen, die zeitlich um einige  $\mu$ s getrennt sind. Der Wirkungsquerschnitt für diese Reaktion beträgt gerade einmal  $\sigma = (1,1 \pm 0,3) \cdot 10^{-43}$  cm<sup>2</sup>, [Sch97].

#### 1.3.2 Neutrino-Oszillation

Oszillierende Übergänge der Art  $\nu_i \leftrightarrow \nu_j$  mit i,  $j = e, \mu, \tau$ , in denen sich eine Neutrinoart in eine andere mit verschiedenen Leptonflavourzahlen  $L_i \neq L_j$  umwandeln kann, werden Neutrino-Flavour-Oszillation genannt. Zwei Voraussetzungen dafür, dass es zu Neutrino-Oszillationen kommen kann, sind:

- 1. Mindestens ein Masseneigenzustand muss  $\neq 0$  sein. Dies impliziert, dass nicht alle Neutrinos die gleiche Masse haben, [Sch97].
- 2. Die Leptonflavourzahlen  $L_i$  sind nicht streng erhalten, was zur Folge hat, dass die Neutrinoarten untereinander mischen, [Sch97].

Zur Neutrino-Oszillation gibt es zu viele Experimente, um hier alle eingehend und ausführlich zu beschreiben. Aus diesem Grund wird an dieser Stelle auf drei ausgewählte eingegangen: SNO, KamLAND und Superkamiokande.

Der Nachweis der Neutrino-Oszillation ist von großer Bedeutung, da man dadurch indirekt zeigen kann, dass Neutrinos eine Masse  $\neq 0$  haben müssen. Hierzu betrachtet man die Übergänge (Oszillationen) zwischen den Eigenzuständen der Flavour-Familien,  $|\nu_e\rangle$ ,  $|\nu_{\mu}\rangle$ ,  $|\nu_{\tau}\rangle$ . Hätten alle Neutrinos keine Masse, so müsste jede Mischung der Neutrinos ebenfalls ein Eigenzustand des Massenoperators sein, und die Masseneigenzustände  $|\nu_1\rangle$ ,  $|\nu_2\rangle$  und  $|\nu_3\rangle$ könnten gemäß  $|\nu_e\rangle$ ,  $|\nu_{\mu}\rangle$  und  $|\nu_{\tau}\rangle$  als exakt zugehörig zu  $|e\rangle$ ,  $|\mu\rangle$  und  $|\tau\rangle$  definiert sein, d.h., falls es Flavour-Oszillationen gibt, gibt es mindestens einen Masseneigenzustand  $\neq 0$ [TuK04].

Die schon erwähnten Experimente zeigen zweifelsfrei die gesuchten Oszillationen, [Ah01, Fu01].

Beim SNO-Experiment (SNO = Sudbury Neutrino Observatory) in Kanada handelt es sich um einen riesigen Wasser-Cerenkov-Detektor, der sich in ca. 2000 Meter Tiefe befindet und schweres Wasser als Detektormedium verwendet, [Sch97]. Er ist sensitiv auf solare Neutrinos, die eine Energie von wenigen MeV haben. Im Wesentlich können in diesem Detektor drei Reaktionen simultan gemessen werden:

$$\nu_{e} + d \rightarrow p + p + e^{-}$$

$$\nu_{e,\mu,\tau} + d \rightarrow p + n + \nu_{e,\mu,\tau}$$

$$\nu_{e,\mu,\tau} + e \rightarrow \nu_{e,\mu,\tau} + e$$
(1.3)

Da die Energie solarer Neutrinos nicht groß genug ist, um  $\mu$  oder  $\tau$  zu erzeugen, weist die erste Reaktion von (1.3) nur  $\nu_e$  nach. Die zweite ist jedoch unabhängig gültig von der Neutrinoart und weist somit den gesamten Neutrinofluss nach. Die dritte ist ebenfalls empfindlich auf alle drei Flavours, jedoch mehr auf  $\nu_e$ . Mit ihrer Hilfe lässt sich aber auch der Gesamtneutrinofluss bestimmen. Die Messergebnisse des SNO-Experiments zeigen nun, dass der Gesamtneutrinofluss in etwa dreimal so groß ist wie der  $\nu_e$ -Fluss, [Ah01].

Ein weiteres Experiment, bei dem Neutrino-Oszillation nachgewiesen wurde, ist das Experiment KamLAND in der Kamioka-Mine (Japan). Der Detektor dort besteht aus 1000 Tonnen flüssigem Szintillator, der die Elektronantineutrinos nachweist, die in den  $\sim 200$  km entfernten Kernreaktoren erzeugt werden. Das Energiemaximum der Antineutrinos aus den Reaktoren liegt bei 4-5 MeV. Das bedeutet, dass auch bei niederenergetischen Neutrinos Oszillationen beobachten werden können, [TuK04].

Das Super-Kamiokande-Experiment ist das verbesserte und vergrößerte Nachfolgeexperiment des Kamiokande-Experiments, das sich ebenfalls in der Kamioka-Mine in Japan befindet. Auch hierbei handelt es sich um einen Wasser-Cerenkov-Detektor. Im einem zylindrischen Tank (Durchmesser 39 m, Höhe 41 m) befinden sich 50.000 m<sup>3</sup> Wasser und ein weiterer kleinerer Innentank (Durchmesser 34 m, Höhe 41 m), der mit 32.000 m<sup>3</sup> hochreinem Wasser gefüllt ist. Beim Super-Kamiokande-Experiment wurden u.a. Oszillationen atmosphärischer Neutrinos (Energiebereich: einige GeV) nachgewiesen. Der Aufbau aus zwei ineinanderliegenden Tanks dient zur Abschirmung gegen Umgebungsradioaktivität und als aktiver Vetozähler z.B. gegen atmosphärische Myonen, [Sch97].

Wie bereits erläutert, hat das Phänomen der Neutrino-Oszillation, die durch die genannten Experimente nachgewiesen wurden, direkt zur Folge, dass die Neutrinos eine Masse  $\neq 0$  haben müssen. Um die Bestimmung der Masse des Elektronantineutrinos mit KATRIN wird es im nächsten Kapitel 2 gehen.

# 2. DAS KATRIN-EXPERIMENT

Wie schon im Abschnitt 1.1 erwähnt, gibt es die Neutrinos betreffend noch mehrere ungeklärte Fragen. Eine davon ist die nach der Masse der Neutrinos. Mit dem KATRIN-Experiment soll die Masse des Elektronantineutrinos ( $\bar{\nu}_e$ ) bestimmt werden.

Die Grundidee zur direkten Bestimmung der absoluten Elektronantineutrino-Masse liegt in der Vermessung des  $\beta^-$ -Zerfalls von Tritium gemäß



(2.1)

Abb. 2.1: Schematisch: Zerfall eines Tritiumatoms

Die Energieverteilung beim  $\beta^-$ -Zerfall des Tritiums lässt sich durch die Gleichung

$$\frac{dN}{dE} = C \cdot F(Z, E) \cdot p_e \cdot (E + m_e c^2) (E_0 - E) \sqrt{(E_0 - E)^2 - m_\nu^2} \Theta(E_0 - E - m_\nu)$$
(2.2)

beschreiben, [Sch97]. Hierin sind:

- 1.  $C = \frac{G_F^2}{2\pi} \cos^2 \theta_C |M|^2$ , mit  $G_F$  = Fermi-Konstante,  $\theta_C$  = Cabibbo-Winkel und M = Kernmatrixelement
- 2. F(Z,E) die Fermifunktion (unabhängig von  $m_{\nu}$ )
- 3.  $\Theta$  die Stufenfunktion
- 4. E die kinetische Energie des Elektrons,  $m_e$  seine Ruhemasse,  $p_e$  sein Impuls

- 5.  $E_0$  die maximal mögliche Energie, die ein Elektron haben kann, falls das Neutrino masselos wäre
- 6.  $m_{\nu}$  die Neutrinoruhemasse.

Wie man sieht, fließt in (2.2) auch die Neutrinomasse quadratisch mit ein. Des Weiteren ist zu erkennen, dass sich das  $\beta^-$ -Spektrum durch den Term  $(E_0 - E)\sqrt{(E_0 - E)^2 - m_{\nu}^2}$  quadratisch dem Nullpunkt annähert. Da die Neutrinomasse so gering ist, beeinflusst sie die Form des Spektrums in weiten Teilen nur unwesentlich. Betrachtet man jedoch den Endpunkt des Spektrums (siehe Abbildung 2.2), so kann man kleine Unterschiede erkennen (vgl. rote und blaue Kurve).



Abb. 2.2:  $\beta$ -Zerfallsspektrum von Tritium

Links in der Graphik ist das komplette Zerfallsspektrum von Tritium abgebildet. Rechts ist der Endpunktsbereich vergrößert dargestellt.

Aus der Form des Spektrums im Endpunktsbereich lässt sich die Neutrinomasse bzw. eine neue Obergrenze für die Neutrinomasse festlegen. Wichtig hierbei ist, dass für eine Neutrinomasse  $m_{\nu} \neq 0$  gilt:

- 1. Der Endpunkt des  $\beta$ -Spetrums ist verschoben und
- 2. die Form des Spektrums ist verändert.

Wie beim Mainz-Experiment soll die Form des Spektrums ausgewertet werden, nicht die Position des Endpunktes  $E_0$ .

# 2.1 Schematischer Aufbau und Idee des KATRIN-Experiments

Der gesamte Aufbau hat eine Länge von 70 m. In Abbildung 2.3 ist gekennzeichnet durch

- (a) die gasförmige, fensterlose Tritiumquelle (gaseous windowless tritium source, WGTS)
- (b) die Transport- und Pumpstrecke
- (c) das Vorspektrometer (pre-spectrometer)
- (d) das Hauptspektrometer (main spectrometer) und
- (e) der Detektor (detector).



Abb. 2.3: Schematischer Aufbau des KATRIN-Experiments

Das Monitorspektrometer, das zur Überwachung der Retardierungsspannung verwendet wird, ist in der Grafik nicht abgebildet. Die verschiedenen Komponenten werden im Abschnitt 2.2 erläutert.

### 2.1.1 Verwendung von Tritium beim KATRIN-Experiment

Es gibt mehrere Gründe, warum beim KATRIN-Experiment das <br/>  $\beta$ -Spektrum von Tritium untersucht wird:

- 1. Die Endpunktsenergie ist mit E = 18,6 keV relativ gering. Dies hat zur Folge, dass der Effekt der Neutrinomasse auf die Form des Spektrums im Endpunktsbereich relativ groß ist.
- 2. Tritium (<sup>3</sup>H) hat mit 12,3 Jahren eine relativ kurze Halbwertszeit und damit ergibt sich eine genügend hohe Zerfallsrate im Endpunktsbereich, da es sich um einen übererlaubten Zerfall handelt.
- 3. Für Tritium mit der Kernladungszahl Z = 1 ist die Fermi-Funktion  $F(E,Z) \approx 1$  und damit die Verzerrung des  $\beta$ -Spektrums durch die Coulomb-Wechselwirkung gering, [Sch97].

2.1.2 Der MAC-E-Filter

Im KATRIN-Experiment nimmt das Hauptspektrometer (siehe Abbildung 2.3), das als MAC-E-Filter konzipiert ist, die entscheidende Rolle ein. Daher sei in diesem Abschnitt auf das Prinzip des MAC-E-Filters gesondert eingegangen. MAC-E-Filter steht dabei für Magnetic Adiabatic Collimation with Electrostatic Filter.



Abb. 2.4: Schematisch: MAC-E-Filter, [Pic92]

Im oberen Bildteil ist u.a. der Flussschlauch, der durch die Magnetfeldlinien gebildet wird, zu sehen (blaue Linien). Im unteren Bereich ist die adiabatische Transformation des Elektronimpulses bzw. der Energie skizziert.

Abbildung 2.4 zeigt schematisch im oberen Teil einen MAC-E-Filter und im unteren Teil die adiabatische Transformation des Elektronenimpulses. Im Folgenden wird die Funktionsweise beschrieben. Die wichtigsten Komponenten eines MAC-E-Filters sind zum einen, wie in Abbildung 2.4 zu sehen, zwei Magnete; je einer am Eingang und einer am Ausgang des Spektrometers. Im Inneren dieser Solenoiden ist die magnetische Feldstärke am größten  $(B_{max} = 6 \text{ T})$ , in der Analysierebene – genau in der Mitte zwischen den Solenoiden – am geringsten  $(B_{min} \approx 3 \cdot 10^{-4} \text{ T})$ . Tritt ein Elektron, das aus der Tritium-Quelle kommt (in Abbildung 2.4 also von links kommend) in das inhomogene Magnetfeld zwischen den beiden Solenoiden ein, führt es entlang der magnetischen Feldlinien eine Zyklotronbewegung aus. Die kinetische Energie  $E_{kin}$  des eintretenden Elektrons lässt sich in eine Komponente parallel  $(E_{\parallel})$  zum  $\vec{B}$ -Feld und eine orthogonal  $(E_{\perp})$  dazu aufteilen. Für die einzelnen Größen gilt:

$$E_{||} = E_{kin} \cdot \left(\frac{\vec{B} \cdot \vec{v}}{|\vec{B}| \cdot |\vec{v}|}\right)^2 = E_{kin} \cdot \cos^2 \Theta$$
(2.3)

$$E_{\perp} = E_{kin} - E_{\parallel} = E_{kin} \cdot \sin^2 \Theta \tag{2.4}$$

Hierbei ist mit  $\Theta$  der Winkel, der zwischen dem Impuls des Elektrons  $\vec{p_e}$  und der magnetischen Feldlinie gebildet wird, bezeichnet. Das Elektron läuft entlang einer Zyklotronbahn, wodurch man ihm im nicht-relativistischen Fall ein magnetisches Bahnmoment  $\mu$  zuordnen kann:

$$\mu = |\vec{\mu}| = \frac{e}{2m_e} \cdot |\vec{l}| = \frac{E_{\perp}}{B}.$$
(2.5)

Da es sich bei dem  $\vec{B}$ -Feld um ein inhomogenes Feld handelt, wirkt auf das Bahnmoment die magnetische Gradientenkraft  $\vec{F}$ :

$$\vec{F}_{\nabla} = \vec{\nabla}(\vec{\mu} \cdot \vec{B}). \tag{2.6}$$

Für kleine Änderungen des Magnetfeldes pro Zyklotronumlauf gilt [Jac02]:

$$\mu = \frac{E_{\perp}}{B} = const. \tag{2.7}$$

Das bedeutet nun, dass eine geringerwerdende Stärke des B-Feldes zu einer adiabatischen Transformation von  $E_{\perp}$  zu  $E_{\parallel}$  führt. In der Analysierebene ist das B-Feld am geringsten, die Komponente  $E_{\parallel}$  dadurch maximal und  $E_{\perp}$  minimal (siehe hierzu auch Abbildung 2.4).

Die zweite wichtige Komponente beim MAC-E-Filter sind die im Spektrometer angebrachten Elektroden. Sie erzeugen ein elektrostatisches Gegenfeld, das zur Energiefilterung der Elektronen dient. Das elektrostatische Gegenfeld ist, genau wie das magnetische Führungsfeld, inhomogen, wobei das Retardierungspotenzial gerade in der Analysierebene sein Maximum hat. Dies hat zur Folge, dass die Elektronen auf der Strecke zwischen erstem Solenoiden und der Analysierebene abgebremst werden und je nach Energie entweder diese Potenzialbarriere überwinden können oder nicht. Da sich das elektrostatische Gegenfeld nur auf die Komponente  $E_{||}$  auswirkt, ist es von größter Wichtigkeit, dass die Elektronen in der Analysierebene nur diese eine Komponente besitzen. Diese Transformation wird durch einen möglichst großen Abfall der B-Feldstärke bewirkt. Hat ein Elektron die Analysierebene passiert, wird es wieder durch die Potenzialdifferenz, die zwischen Analysierebene und Detektor herrscht, in Richtung Detektor beschleunigt und über die Magnetfeldlinien geführt. Wichtig zu beachten ist nun noch, dass der gesamte Flussschlauch innerhalb des Spektrometertanks liegen sollte, damit keine Elektronen durch das B-Feld in die Spektrometerwand geführt werden, da sie dann dem Experiment nicht mehr zur Verfügung stünden. Um das  $\beta$ -Spektrum nun zu vermessen, wird die Gegenspannung stufenweise um die Endpunktsenergie variiert und in ihrer Abhängigkeit die Ereignisse im Detektor gezählt: Es wird also ein integriertes  $\beta$ -Spektrum gemessen.

#### 2.2 Die verschiedenen Komponenten des KATRIN-Experiments

In den folgenden Abschnitten sollen nun die verschiedenen Hardware-Komponenten des KATRIN-Experiments beschrieben und erklärt werden. Hierbei kann ein Blick auf Abbildung 2.3 hilfreich sein. Die im Folgenden gemachten Angaben beziehen sich auf [Kat04].

#### 2.2.1 Tritiumquelle – WGTS

Die fensterlose gasförmige Tritiumquelle (windowless gaseous tritium source), ist ein 10 m langes Rohr mit einem Durchmesser von 90 mm. In der Mitte der WGTS (vgl. Abbildung 2.5) wird das Tritium ( $T_2$ ) mit einem Druck von  $3,4\cdot10^{-3}$  mbar eingebracht. Die Tritiummoleküle bewegen sich durch Drift und Pumpen vom Injektionsbereich zu den Stirnflächen der WGTS. Dort wird das Gasgemisch (verbliebenes Tritium und entstandene <sup>3</sup>Helium-Ionen) wieder abgepumpt, das Helium wird abgeschieden und das gereinigte Tritium wieder injiziert.



Abb. 2.5: Schematisch: windowless gaseous tritium source

In der Mitte wird das Tritium in die WGTS injiziert. Von dort diffundiert es dann zum linken bzw. rechten Rand, wo das Gas abgepumpt wird.

Das Tritium-Gas wird eine Temperatur von T = 27 K – mit einer maximal erlaubten Schwankung von 0,1 % – und eine Isotopenreinheit von > 95 % haben. Dadurch wird die Säulendichte auf den Referenzwert von  $\rho d = 5 \cdot 10^{17}$  Moleküle / cm<sup>2</sup> festgelegt. Ein homogenes Magnetfeld mit einer Stärke von 3,6 T sorgt dafür, dass sich die (Zerfalls-)Elektronen Richtung Spektrometer (und auch entgegengesetzt) bewegen. Ein hinreichend starkes elektrisches Gegenfeld soll verhindern, dass die entstehenden positiven Ionen zum Spektrometer gelangen.

#### 2.2.2 Transport-und Pumpstrecke

Im Anschluss an die WGTS schließt sich eine Transportstrecke an. Durch sie soll verhindert werden, dass kein Tritium in die Spektrometer gelangt, da dadurch ein erhöhter Untergrund entstehen würde. Im Vor- sowie Hauptspektrometer ist ein Tritiumfluss von maximal  $10^{-14}$  mbar l/s noch akzeptabel. Dies soll mit Hilfe mehrerer Mechanismen erreicht werden.



Abb. 2.6: Schematisch: Transportsektion

Links in der Graphik (blau) ist die differentielle Pumpstrecke zu sehen. Rechts in der Graphik (lila) ist die kryogene Pumpstrecke zu sehen.

Die Transportsektion besitzt keine geradlinige Geometrie, sondern weist einige Kurven auf (vgl. Abbildung 2.6). Die Transportstrecke kann grob in zwei Teile aufgeteilt werden:

- 1. Differentielle Pumpstrecke, *differential pumping section* (DPS), aktiver Teil der Transportstrecke (blau in Abbildung 2.6)
- 2. Kryogene Pumpstrecke, *cryogenic pumping section* (CPS), passiver Teil in der Pumpstrecke (lila in Abbildung 2.6)

Die in der WGTS entstandenen Elektronen werden magnetisch durch die Transportstrecke und um deren Kurven geführt. Die Tritiummoleküle können diese nicht passieren und werden an den geeigneten Stellen der DPS abgepumpt und dem Tritiumkreislauf wieder zugeführt. Durch diesen aktiven Teil wird eine Reduktion des Tritiumanteils um einen Faktor  $10^7$  erreicht. Der zweite, passive Teil der Transportsektion, die CPS, stellt für die Tritiummoleküle eine Kühlfalle dar. Zum einen befinden sich die Wände in diesem Bereich auf einer Temperatur von ~ 4 K, zum anderen ist es, auf Grund dieser tiefen Temperatur möglich, in diesem Bereich Argon aufzufrieren, wodurch sich die reaktive Oberfläche stark vergrößert. Trifft also ein Tritiummolekül auf die Wand, kann es dort sehr gut adsorbiert werden. Durch diesen Kühlfallenmechnismus wird wiederum ein Reduzierungsfaktor  $10^7$  beim Tritiumanteil erreicht.

#### 2.2.3 Vorspektrometer

An die Transportsektion schließt das Vorspektrometer an. Dies arbeitet – ebenso wie das Hauptspektrometer – als MAC-E-Filter (vgl. Abschnitt 2.1.2). Der Vorspektrometertank hat eine Länge von 3,5 m und einen Durchmesser von 1,7 m; ist also im Vergleich zum Hauptspektrometer relativ klein. Die wichtigste Aufgabe des Vorspektrometers liegt darin, die niederenergetischen Elektronen (E  $\leq 18,3$  keV) daran zu hindern zum Hauptspektrometer zu gelangen. Dies wird durch ein entsprechendes Gegenfeld bewerkstelligt. Der Sinn dieser Filterung besteht darin, dass dadurch der ohnehin nicht interessierende Teil des  $\beta$ -Spektrums abgeschnitten wird und es im Hauptsptektrometer zu einer Reduzierung der Untergrundereignisse kommt, die durch ionisierende Stöße der Elektronen mit Restgasatomen hervorgerufen werden können. Hieraus ergibt sich auch die Notwendigkeit eines äußerst geringen Drucks p im Vor- und Hauptspektrometer; dieser sollte bei p < 10<sup>-11</sup> mbar liegen. Abbildung 2.7 zeigt den schematischen Aufbau des Vorspektrometers.



#### Abb. 2.7: Schematisch: das Vorspektrometer

In der Graphik sind die verschiedenen Komponenten des Vorspektrometers zu sehen. Lila markiert sind die beiden Magnete. Blau dargestellt ist der Spektrometertank innerhalb dessen in rosa die Drahtelektrode angedeutet ist.



# Abb. 2.8: Foto: das Vorspektrometer

Auf dem Foto ist das Vorspektrometer – aufgebaut zu verschiedenen Tests in einer Halle auf dem Gelände des Karlsruhe Forschungszentrums – zu sehen. Noch nicht installiert ist in dieser Aufnahme die Trockenluftkabine.

#### 2.2.4 Hauptspektrometer

Wie schon erwähnt ist das Hauptspektrometer das Kernstück des KATRIN-Experiments. Der Spektrometertank hat einen Durchmesser von ~ 10 m und eine Länge von 23,3 m. Mit diesem riesigen MAC-E-Filter wird eine Energieauflösung von 0,93 eV im Endpunktsbereich des Tritium- $\beta$ -Spektrums erreicht (siehe auch Abschnitt 2.2.6). Die innere Oberfläche des Spektrometers beträgt 650 m<sup>2</sup>, das Volumen liegt bei ca. 1250 m<sup>3</sup>. Auf das Intervall 1 eV unterhalb des Endpunktes des Tritium- $\beta$ -Spektrums (vgl. Abbildung 2.2) entfällt gerade einmal ein Anteil von  $2 \cdot 10^{-13}$  aller Ereignisse. Aus diesem Grund müssen Untergrundereignisse weitestgehend minimiert werden.



Abb. 2.9: Hauptspektrometertank während des Transports auf dem Gelände des Forschungszentrums Karlsruhe

Ein Großteil dieser unerwünschten Ereignisse ergibt sich zum einen durch radioaktive Zerfälle in den verwendeten Materialien. Zum anderen können durch Auftreffen kosmischer Strahlung auf die Spektrometertankwand Elektronen ausgelöst werden. Diese Elektronen können ebenfalls durch das angelegte Magnetfeld auf den Detektor geführt werden, wo sie dann zu einem erhöhten Untergrund führen, der energetisch nicht vom gewünschten  $\beta$ -Signal getrennt werden kann. Um dies zu verhindern, wird im Spektrometertank in einem relativ geringen Abstand zur Tankwand eine Drahtelektrode angebracht. Sie liegt auf einem negativeren Potenzial als die Tankwand selbst. Entsteht nun z.B. durch ein Myon aus der kosmischen Strahlung in der Tankwand ein niederenergetisches Elektron, gelangt dieses nicht mehr zum Detektor, weil es durch die Potenzialdifferenz zwischen Drahtelektrode und Tank zurück zur Tankwand gelenkt wird, [Mul02, Fla04]. Für diese innere Drahtelektrode werden 42,8 km Draht in 240 Modulen verbaut. Dies entspricht ca. 23.000 einzelnen Drähten. Hierdurch wird die innere Oberfläche des Tanks fast verdoppelt, was eine weitere Herausforderung darstellt, um das benötigte extreme Vakuum zu erreichen. Um diese Herausforderung zu meistern, wird der gesamte Spektrometertank bei einer Temperatur von  $T = 350^{\circ}$  C ausgeheizt, etwa 3,2 km Gettermaterial verbaut und es werden 12 Turbomolekularpumpen mit einer Gesamtpumpleistung S von ca.  $S = 10^{6}$  l/s installiert.

In Abbildung 2.10 ist ein Drahtelektrodenmodul zu sehen. Die 240 benötigten Module werden in Münster gefertigt. Eigens hierfür wurde ein Reinraum eingerichtet. Abbildung 2.11 zeigt das Hauptspektrometer, dessen Innenfläche durch die Elektrodenmodule aufgeteilt wird (blaue, rote und grüne Linien).



Abb. 2.10: Schematische Abbildung eines Drahtelektrodenmoduls.

Die Module werden in einem eigens dafür eingerichteten Reinraum in Münster produziert.



Abb. 2.11: Schematisch: Hauptspektrometer

Die Innenfläche des Hauptspektrometers wird durch die Elektrodenmodule segmentiert.

#### 2.2.5 Detektor

Nachdem die Elektronen das Hauptspektrometer passiert haben, treffen sie auf den Detektor. Wie in Abbildung 2.12 zu sehen, handelt es sich bei dem Detektor um einen segmentierten Silizium-Detektor.



Die 148 Segmente dienen der verbesserten Ortsauflösung. Jedes Segment bidlet einen bestimmten Bereich des Flussschlauches ab. Die einzelnen Segmente lassen sich auch unabhängig voneinander auswerten. Die äußeren Bereiche des Flussschlauches werden auch in den äußeren Segmenten des Detektors abgebildet. In der Nähe der Tankwand finden aber eher Untergrundereignisse statt als im zentralen Bereich des Tanks. Werden nur die zentralen Segmente ausgewertet, erhält man ein besseres Signal-Untergrund-Verhältnis. Des Weiteren ist der Detektor extrem dünn  $\sim 300 \ \mu m$ , so dass er kaum sensitiv auf  $\gamma$ -Teilchen im Energiebereich von E = 18,6 keV ist, was sich somit auf die Rauschun-

Abb. 2.12: Segmentierter Detektor, [Ste07]

terdrückung im Detektor positiv auswirkt. Außerdem beträgt die Totschicht des Detektors nur 50 nm, wodurch der Energieverlust minimiert und die Auflösung verbessert wird. So erreicht man eine Auflösung des Detektors von  $\sigma \leq 1$  keV bei der Energie von E = 18,6 keV. Im folgenden Abschnitt 2.2.6 wird noch einmal gesondert auf die Energieauflösung des KATRIN-Experiments eingegangen.

#### 2.2.6 Energieauflösung und systematische sowie statistische Unsicherheiten beim KATRIN-Experiment

Beim KATRIN-Experiment wird für die Bestimmung der e<sup>-</sup>-Energie aus dem T<sub>2</sub>-Zerfall eine Energieauflösung von < 1 eV angestrebt. Diese Auflösung hängt von dem Verhältnis der Stärke der B-Felder im MAC-E-Filter ab. In der Analysierebene (vgl. Abbschnitt 2.1.2) herrscht eine B-Feldstärke von  $B_{min} \approx 3 \cdot 10^{-4}$  T und im Solenoiden von  $B_{max} = 6$  T. Die maximale Energie der Elektronen liegt bei E = 18,6 keV. Für die Energieauflösung  $\Delta E$  gilt:

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{B_{min}}{B_{max}} \tag{2.8}$$

Setzt man nun in (2.8) die o.a. Zahlenwerte ein und löst nach  $\Delta E$  auf, erhält man für die Energieauflösung  $\Delta E$  einen Zahlenwert von  $\Delta E = 0.93$  eV. Eine bessere Energieauflösung wäre also durch Änderung des Verhältnisses der beiden B-Feldstärken zu erreichen, was aber auch dazu führt, dass sich der Durchmesser des Flussschlauches im Hauptspektrometer ändert. Zur Erinnerung: Der Flussschlauch muss vollständig im Spektrometertank liegen, da sonst die Elektronen in die Spektrometertankwand geführt werden. Ein größeres Spektrometer würde zwar eine bessere Energieauflösung erlauben, dadurch würden auch die technischen Herausforderungen größer, was z.B. das extreme Ultrahochvakuum betrifft.

Wie bei jedem Experiment, gibt es auch beim KATRIN-Experiment mehrere systematische und statistische Unsicherheiten.

Die erwartete statistische Unsicherheit beim KATRIN-Experiment wird in [Kat04] mit

$$\sigma_{stat} = 0,018 \,\mathrm{eV} \tag{2.9}$$

angeben. Bei den systematischen Fehlerquellen soll versucht werden, den Wert der statistischen Unsicherheit nicht zu übertreffen. Die wichtigsten systematischen Fehlerquellen sind in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Tab. 2.1: Systematische	Fehlerquellen im	KATRIN-Experiment,	[Kat04]
-------------------------	------------------	--------------------	---------

Fehlerquelle	Maximal erlaubter Beitrag zur
	${\rm Unsicherheit}{\rm von}{\rm m}_{\nu}^2{\rm in}{\rm eV}^2$
inelastische Streuung der Elektronen in der WGTS	0,0075
Fluktuationen der Quelldichte $<0,1\%$	0,0075
Überwachung des Potenzials in der Analysierebene	0,0075
Aufladung der Quelle (WGTS) durch Ionenrümpfe	0,0075
Verteilung der Endzustände	0,0075

Aus der quadratischen Summe<sup>1</sup> ergibt sich somit ein maximaler systematischer Fehler

$$\sigma_{sys} = 0,017 \,\mathrm{eV}.$$
 (2.10)

Wiederum in der quadratischen Summe ergibt sich aus (2.9) und (2.10) eine Gesamtunsicherheit von

$$\sigma_{tot} = 0,025 \,\mathrm{eV}.$$
 (2.11)

Damit würde die bei KATRIN angestrebte Sensitivität von  $m_{\nu} \leq 0, 2 e^{V/c^2}$  erreicht und eine Neutrinomasse von  $m_{\nu} = 0, 35 e^{V/c^2}$  mit mindestens  $5\sigma$  nachgewiesen werden.

Dies bedeutet u.a., dass beim KATRIN-Experiment eine äußerst stabile Spannungsversorgung notwendig ist, da es nach [Rob88] einen Zusammenhang zwischen einer unerkannten Fluktuation  $\sigma$  der Retardierungsspannung und Verfälschung des Quadrats der Neutrinomasse m<sub> $\nu$ </sub> gibt:

 $<sup>^{1}</sup>$  Die Unsicherheiten werden quadratisch addiert, da keine Korrelationen vorliegen.

$$\Delta m_{\mu}^2 = -2\sigma^2 \tag{2.12}$$

Falls es also zu unerkannten Fluktuationen in der Retardierungsspannung kommt, wird eine zu kleine Neutrinomasse gemessen. Die Konsequenz hieraus ist also, Fluktuationen, wenn sie nicht ausgeschlossen werden können, möglichst gering zu halten und vor allen Dingen etwaige Fluktuationen nicht nur zu erkennen, sondern auch quantitativ zu messen. Um eine maximale Unsicherheit von 0,0075 eV<sup>2</sup> bei der Potenzialüberwachung (vgl. Tabelle 2.1) zu gewährleisten, darf es – gemäß Gleichung (2.12) – höchstens zu einer unerkannten Spannungsfluktuation von  $\sigma = 60$  mV kommen. In der Analysierebene wird ein Potenzial von 18,6 keV anliegen. Es muss also eine Genauigkeit von  $\frac{0.06 V}{18575 V} = 3 \cdot 10^{-6}$  – was 6 ppm (parts per million) entspricht – über einen effektiven Messzeitraum von drei Jahren erreicht werden. Hierum wird es in dem Abschnitt 2.2.7 gehen.

#### 2.2.7 Energiekalibration

Bei der Überwachung der Retardierungsspannung kommen zwei Mechamnismen parallel zum Einsatz:

- 1. ein hochpräziser Hochspannungsteiler, [Thu07]
- 2. Kalibrationsquellen, basierend auf einem nuklearen Standard



Abb. 2.13: Schematisch: Kalibrationsaufbau Im Aufbau ist zu sehen, wo und wie die Kalibrationsquelle eingesetzt werden soll.

Der Hochspannungsteiler teilt die angelegte relativ hohe Retardierungsspannung von 18,6 kV in den Bereich zwischen 0 V und 10 V herunter, da es in diesem Spannungsbereich problemlos möglich ist, die Spannung hochpräzise (3 ppm) zu messen. Über das bekannte Teilerverhältnis im Hochspannungsteiler, lässt sich dann auf die Retardierungsspannung zurückrechnen. Da u.a. die in diesem Hochspannungsteiler verwendeten Widerstände möglicherweise einem Alterungsprozess unterliegen, soll mit dem Hochspannungsteiler eine eher kurzfristige Spannungsstabilität überwacht werden. Für die Überwachung der Spannungsstabilität über den gesamten Messzeitraum von fünf Jahren, soll eine Kalibrationsquelle, fußend auf einem nuklearen Standard, zum Einsatz kommen.

Abbildung 2.13 zeigt schematisch den Aufbau zur Überwachung der Retardierungsspannung beim KATRIN-Experiment. Das Hauptspektrometer, das Monitorspektrometer, was ebenfalls als MAC-E-Filter arbeitet, sowie der Spannungsteiler sind alle mit der Spannungsquelle für die Retardierungsspannung verbunden. Kalibrationsquelle und Spannungsteiler messen unabhängig voneinander die angelegte Spannung am Hauptspektrometer. Auf den Spannungsteiler zur Messung der Retardierungsspannung soll hier nicht mehr weiter eingegangen werden; für Details sei auf die Dissertation von Thomas Thümmler verwiesen [Thu07]. Auf mögliche Kalibrationsquellen und deren verschiedene Charakteristika wird im folgenden Unterabschnitt ausführlich eingegangen.

#### Kalibrationsquellen für das KATRIN-Experiment

Bei Kalibrationsquellen, die auf einem nuklearen bzw. atomaren Standard beruhen, geht es im Wesentlichen darum, möglichst genau die Energien von emittierten Elektronen (Konversionselektronen, Auger-Elektronen) bzw.  $\gamma$ -Quanten zu vermessen. Des Weiteren hat eine Kalibrationsquelle einigen Anforderungen, auch hinsichtlich möglicher weiterer Anwendungen – also nicht nur zur Energiekalibration – beim KATRIN-Experiment zu genügen. Im Detail sind folgende Eigenschaften wünschenswert:

- 1. schmale Linienbreite
- 2. gute Reproduzierbarkeit der Linienlage
- 3. hohe Zählrate
- 4. relativ einfache Bedienung und Handhabung hinsichtlich radioaktiver Strahlung
- 5. geringe Halbwertszeit, falls die Kalibrationsquelle in Bereichen eingesetzt werden soll, in denen durch eine mögliche Kontamination durch Quellmaterial das gesamte Experiment gefährdet wäre
- 6. die Energie, der zu detektierenden Elektronen bzw.  $\gamma s$  sollte möglichst im Energiebereich der Retardierungsspannung liegen.

Im großen und ganzen kommen vier verschiedene Kalibrationsquellen in Frage, die nun beschrieben und deren Vor- und Nachteile erläutert werden. Energiedaten gemäß [Nudat2]. 1.  $^{109}Cd$ -Kalibrationsquelle

<sup>109</sup>Cd wandelt sich durch eine Elektroneneinfangreaktion in <sup>109</sup>Ag um. Dabei werden zu einem geringen Anteil Auger-Elektronen mit einer Energie von E = 18,5 keV emittiert, was prinziell sehr gut ist, da die Energie sehr nahe bei der zu überwachenden Spannung liegt. Die Schwierigkeit, die dieser Quelle innewohnt, ist, dass die natürliche Linienbreite mit  $\Gamma = 11,2$  eV relativ breit ist.

2. Am/Co-Kalibrationsquelle

Die Idee bei dieser Quelle ist, dass sich vor einem Americium-Präparat eine dünne Kobaltfolie befindet. Die vom Americium emittierten Photonen treffen auf die Kobaltfolie, wodurch Photoelektronen aus der K-Schale emittiert werden, die eine Energie von E =18,635 keV mit einer natürlichen Linienbreite von  $\Gamma = 1,2$  eV besitzen. Die Photoelektronenenergie lässt sich aus der Energie der vom Americium emittierten Photonen, der Bindungsenergie der Elektronen der K-Schale im Kobalt und der Rückstoßenergie der Kobaltatome nach Emission des Photoelektrons berechnen. Neben der sehr schmalen Linienbreite und der Energie der Photoelektronen hat diese Quelle noch den weiteren Vorteil, dass nur einmal eine Quelle installiert und diese dann über die gesamte Messzeit (5 Jahre) nicht mehr erneuert werden muss, da Americium eine Halbwertszeit von 432 Jahren hat.

Die Quelle hat aber auch zwei entscheidende Nachteile: Zum einen könnte beim Einsatz dieser Quelle am Hauptspektrometer Americium in dieses gelangen, wodurch eine irreversible Kontamination entstehen würde; zum anderen muss die Kobaltfolie sehr dünn sein, da ansonsten die Elektronen beim Durchgang durch diese zu viel Energie verlieren würden. Hierdurch erhält man nur eine sehr geringe Zählrate (2 Ereignisse / Sekunde), [Kas08].

3. <sup>83</sup>Rb-Festkörper-Kalibrationsquelle

<sup>83</sup>Rb zerfällt in <sup>83m</sup>Kr, was dann wiederum weiterzerfällt und dabei Konversionselektronen emittiert, die zur Kalibration verwendet werden. Die (interessierenden K32-) Elektronen haben eine Energie von E = 17,82 keV, bei einer Linienbreite von  $\Gamma = 2,83$  eV. Da die Kalibration mit Hilfe der Konversionselektronen aus dem Zerfall des <sup>83m</sup>Kr ausführlich im Kapitel 3 beschrieben wird, sei auf die detaillierte Beschreibung dort verwiesen, da sie sich nicht von der der <sup>83</sup>Rb-Festkörperquelle unterscheidet. Dort ist dann auch das Zerfallsschema von <sup>83</sup>Rb zu finden. Der wesentliche Unterschied zwischen der Festkörperquelle und der kondensierten Quelle (siehe unten), besteht darin, dass bei der kondensierten Quelle der Entstehungsort des Kryptons und der Ort, an dem die Konversionselektronen emittiert werden nicht identisch sind; bei der Festkörperquelle ist dieser identisch. Der Nachteil der Festkörperquelle ist ähnlich wie bei der Am/Co-Quelle: <sup>83</sup>Rb hat eine Halbwertszeit von 86,2 Tagen. Eine Kontamination des Spektrometers mit Rubidium wäre auch hier fatal.

4. Kondensierte Kryptonquelle

Die kondensierte Kryptonquelle umgeht den Nachteil der Rb-Festkörperquelle, was jedoch zu einem komplexeren Aufbau führt.

Zur Kryptonquelle alles Weitere im Kapitel 3.

# 3. DIE KONDENSIERTE KRYPTONQUELLE

Wie schon im Abschitt 2.2.7 kurz angedeutet, nehmen Kalibrationsquellen beim KATRIN-Experiment eine entscheidende Rolle bei der Langzeitüberwachung und des Online-Monitorings der Retardierungsspannung ein. Abbildung 3.1 zeigt an welchen Stellen eine Kalibrationsquelle eingesetzt werden kann und soll.



#### Abb. 3.1: Einsatzort der CKrS bei KATRIN Die roten Kreise markieren die Stellen, an denen die CKrS eingesetz werden kann.

Im Wesentlichen sind das:

1. Überwachung der Retardierungsspannung Einsatzbereich für eine Kalibrationsquelle ist die Verwendung als natürlicher Standard zur Überwachung der Retardierungsspannung. Da dies am Monitorspektrometer geschieht, könnte hier entweder die <sup>83</sup>Rb-Festkörperquelle oder die kondensierte Kryptonquelle oder beide Quellen redundant verwendet werden. Eine Kontamination des Monitorspektrometers mit <sup>83</sup>Rb – Halbwertszeit 86,2 d – ist natürlich nicht erstrebenswert, wäre aber auch nicht so dramatisch, da ein daraus resultierender erhöhter Untergrund sich nicht entscheidend auf die zu messende Größe auswirkt, wie es im Fall des Hauptspektrometers der Fall wäre. Auf Grund der relativen Einfachheit der Festkörperquelle bietet sich für sie der Einsatzort Monitorspektrometer an. Eine simultane Verwendung von Festkörperquelle und kondensierter Quelle hätte den Vorteil einer doppelten Sicherheit bei der Überwachung der Retardierungsspannung.

#### 2. Bestimmung der Transmissionsfunktion des Hauptspektrometers

Der Haupteinsatzbereich einer Kalibrationsquelle am Hauptspektrometer ist die Bestimmung seiner Transmissionsfunktion. Da es sich hierbei um eine Anwendung direkt am Hauptspektrometer handelt, wobei unter allen Umständen eine (radioaktive) Kontamination vermieden werden muss, bietet sich hier die kondensierte Kryptonquelle an. Da <sup>83m</sup>Kr eine Halbwertszeit von nur 1,83 h hat, wäre eine etwaige Kontamination damit nach relativ kurzer Zeit wieder verschwunden. Voraussetzung für die Bestimmung der Transmissionsfunktion ist, dass man eine hinreichend hohe Zählrate an Konversionselektronen hat (ca. 2-3 kHz). Dies zu erreichen ist die Hauptaufgabe in dieser Diplomarbeit. Aus diesem Grund ist dieser Kernfragestellung Kapitel 4 gewidmet.

3. Diagnose an der Haupt-Beamline an der CPS

Auch in diesem Anwendungsbereich hat die kondensierte Kryptonquelle den Vorteil, dass eine etwaige radioaktive Kontamination nach mehreren Halbwertszeiten, d.h. wenigen Tagen bereinigt wäre.

In den folgenden Abschnitten wird es nun darum gehen, die verschiedenen Komponenten, Eigenschaften und Arbeitsweisen der kondensierten Kryptonquelle (CKrS = condensed krypton source) zu charakterisieren und schließlich die Herausforderungen und Schwierigkeiten, die u.a. mit der relativ niedrigen Zählrate einhergehen, zu erläutern und Lösungen dafür zu entwickeln.

# 3.1 Aufbau der kondensierten Kryptonquelle

Zunächst sei an dieser Stelle ein kurzer Überblick des Aufbaus der kondensierten Kryptonquelle erlaubt. Zu den oben angegebenen Eigenschaften, sind an die CKrS noch weitere Anforderungen gestellt:

- 1. Die Position der Peaks im Energiespektrum sollen eine gute Langzeitstabilität und eine gute Reproduzierbarkeit aufweisen.
- 2. Die Bildung von  $^{83m}$ Kr soll räumlich getrennt stattfinden, so dass eine Kontamination, z.B. vom Hauptspektrometer, vollständig ausgeschlossen werden kann.



Abb. 3.2: Gesamtaufbau der kondensierten Kryptonquelle (CKrS) in Münster, März 2008

3. Besonders für die Bestimmung der Transmissionsfunktion des Hauptspektrometers ist eine hohe Zählrate erstrebendswert, [Ost08].

In einem Quellvolumen befindet sich <sup>83</sup>Rb, das in <sup>83m</sup>Kr zerfällt (Abschnitt 3.2). Von dort gelangt das Krypton als nächstes in das Gassystem (Abschnitt 3.3), wo es u.a. gereinigt wird, [Pra05]. Im Anschluss an das Gassystem folgt das Kryosystem. Über eine Kapillare erreicht das gereinigte Gas ein Graphitsubstrat aus HOPG (higly oriented pyrolitic graphite) (Abschnitt 3.4.2), auf dem möglichst das gesamte Krypton auffrieren soll. Das Graphitsubstrat befindet sich auf einem Kupfer-Kühlfinger (Abschnitt 3.4.1), der z.B. für die Kalibrationsmessung in den Quellmagneten des Monitorspektrometers eingefahren werden kann. Die beim Zerfall des <sup>83m</sup>Kr entstehenden Konversionselektronen werden schließlich mit einem Detektor nachgewiesen. Hierdurch ist die geforderte räumliche Trennung von Bildung des Kryptons und Messort gewährleistet (siehe Abschnitt 2.2.7). Mit Hilfe von Ellipsometrie (Abschnitt 3.5.2) kann die Dicke der aufgefrorenen Kryptonschicht auf dem Substrat gemessen werden. Mittels Ablationslaser (Abschnitt 3.5.3) und eines Heizwiderstandes unter dem Substrat ist es möglich dieses zu reinigen, [Ost08, Hil07]. Im Betriebsmodus ist das Innere der kondensierten Kryptonquelle evakuiert, was mit hauptsächlich zwei Turbopumpen und dazugehörigen Vorpumpen realisiert wird. Es wird ein Vakuum von  $< 10^{-10}$  mbar (am Substrat direkt) benötigt, da zum einen z.B. im Monitorspektrometer ebenfalls diese Bedingungen herrschen und zum anderen, da dadurch das Kondensieren von anderen Gasen auf dem Substrat vermieden wird, da dies wiederum zu Schwierigkeiten mit der Linienstabilität führen kann. Des Weiteren verhindert ein Ultrahochvakuum, dass die Konversionselektronen zwischen Substrat und Detektor mit Gasmolekülen stoßen können. Zusätzlich zu den Turbopumpen wirken der Kaltkopf und der daran adaptierte Kühlfinger als Kryopumpen, was zu einer Verbesserung der Gesamtpumpleistung führt. Während der Messungen in Münster erreichten wir einen Druck von  $\sim 3.5 \cdot 10^{-9}$  mbar im Kryosystem. Durch Ausheizen der gesamten Apparatur kann ein noch besseres Vakuum erreicht werden.

# 3.2 Bildung von $^{83m}Kr$

<sup>83</sup>Rb ist ein synthetisches Radioisotop, das mit einer Halbwertszeit von  $T_{1/2} = 86,2$  Tagen zu 100 % über eine Elektronen-Einfang-Reaktion (*electron capture*) in <sup>83</sup>Kr zerfällt. Jedoch wird nur zu einem geringen Anteil direkt der stabile Grundzustand des Kryptons erreicht. 76 % aller Zerfälle des <sup>83</sup>Rb zerfallen zunächst in einen metastabilen Zustand: <sup>83m</sup>Kr, der eine Halbwertszeit von  $T_{1/2} = 1,83$  Stunden hat.



Abb. 3.3: Zerfallsschema von <sup>83</sup>Rb nach [Nudat2]

Abbildung 3.3 zeigt den gesamten Zerfallsprozess von <sup>83</sup>Rb. Da der für die kondensierte Kryptonquelle wichtige Zerfallskanal hier etwas unterzugehen droht, ist dieser in der Abbildung 3.4 "vergrößert" dargestellt. Der angeregte Zustand 1/2- des <sup>83m</sup>Kr besitzt eine Energie von 41,6 keV und eine Halbwertszeit von  $T_{1/2} = 1,83$  h. Unter Emission eines Konversionselektrons gelangt der Kryptonkern in den ebenfalls noch energetisch angeregten Zustand 7/2+, der nur eine Halbwertszeit von  $T_{1/2} = 0,15 \ \mu$ s hat. Wiederum durch Emission eines Konversionselektrons wird schließlich der stabile Zustand 9/2+ erreicht. Die Abregung durch ein Konversionselektron ist im Fall  $1/2 \rightarrow 7/2 + 2000$  mal so wahrscheinlich wie über die Emission eines  $\gamma$ -Quants, im Fall  $7/2 + \rightarrow 9/2 + 20$  mal so wahrscheinlich. Der Konversionskoeffizient a ist somit für den ersten Fall a = 2000 und für den zweiten Fall a = 20.



# Abb. 3.4: K32-Zerfallskanal von ${}^{83m}$ Kr

In dieser Graphik ist der für die Münsteraner Messung wichtige Zerfallskanal dargestellt.



#### Abb. 3.5: Foto: Rubidium-Quellvolumen

Abbildung 3.2 ist das <sup>83</sup>Rb-Quellvolumen zu sehen, in dem das <sup>83m</sup>Kr gebildet wird. Die eigentliche Quelle ist nur ein kleiner Zylinder mit einem Volumen von ca. 100 cm<sup>3</sup>, welcher sich in dieser Bleiabschirmung befindet.
3.2. Bildung von  $^{83m}Kr$ 

Der Vollständigkeit halber sind hier alle Zerfallskanäle und -energien sowohl für  $^{83}\rm{Rb}$  als auch für  $^{83m}\rm{Kr}$  aufgeführt, [Nudat2]:

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)	$2,5 \cdot 10^{-4}(18)$
CE L	117,40(9)	$5 \cdot 10^{-5}(4)$
CE M	119,03(9)	$7 \cdot 10^{-5}(6)$
CE L	126,63(12)	$3 \cdot 10^{-5}(3)$
CE M	128,26(12)	$5 \cdot 10^{-6}(4)$

Tab. 3.1: Elektronenenergien von <sup>83</sup>Rb

Tab.	3.2:	$\gamma$ -Energien	von	$^{83}$ Rb
------	------	--------------------	-----	------------

Energie in keV	Intensität in %
119,32(9)	0,0143(24)
128,55(12)	0,00131(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)

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. 3.3: Elektron energien von  ${}^{83m}$ Kr

Tab. 3.4:  $\gamma$ -Energien von  $^{83m}$ Kr

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

# 3.3 Gaseinlasssystem

Um eine gute Langzeitstabilität und Reproduzierbarkeit der K32-Linienlage im Energiespektrum zu erreichen, müssen die verwendeten Gase extremst rein sein. Neben dem instabilen <sup>83m</sup>Kr werden auch noch stabiles Krypton und Helium verwendet (vgl. Abschnitt 3.5.1). Die erste Version eines Gaseinlasssystems wurde von Matthias Prall in seiner Diplomarbeit, [Pra05], entwickelt und gefertigt. Abbildung 3.6 zeigt den wesentlichen schematischen Aufbau des Gassystems, wie es für Testmessungen zur Stabilität der Linienposition am Mainzer Elektronenspektrometer verwendet wurde, [Ost08].

Die wichtigste Aufgabe des Gassystems besteht in der Reinigung und Speicherung der Gase. Zur Speicherung dient das ca. 1 l fassende Monitorvolumen. Für die Reinigung werden verschiedene Mechanismen verwendet:

1. Ionengetterpumpe, IGP

Die Ionengetterpumpe verbessert das Vakuum im Gassystem, sodass nur wenig Restgas noch vorhanden ist. Sie kann jedoch erst ab Drücken von  $10^{-5}$  mbar im Monitorvolumen eingesetzt werden.

2. Kühlfalle, cold trap

Die zunächst verwendete Kühlfalle zur Reinigung des Gases im Monitorvolumen erwies sich im Verlauf der Experimente als nicht zweckmäßig und wurde später entfernt.



Abb. 3.6: Schematisch: Gaseinlasssystem vor dem Umbau

Um zunächst ein Ultrahochvakuum zu erzeugen, wird das gesamte Gassystem mittels Zusammenspiel von Turbopumpe (TMP; Pfeiffer Vacuum TMU 071 P) und einer Vorpumpe (forepump; Pfeiffer Vacuum TSU 071 E) evakuiert. Ein Massenfilter (massfilter) dient zur Bestimmung der Gaszusammensetzung im Monitorvolumen. Mit Hilfe einer Druckmessröhre (Pfeiffer Compact Full Range Gauge, Typ PKR 251) wird der Druck im Gassystem gemessen. Die Regelventile (control valve) und automatischen Ventile (automatic valve) können über einen Computer mit einem LabView-Programm gesteuert und ausgelesen werden. Die Handventile (hand used valve) können nur manuell gesteuert werden. Das Helium wird als Spülgas verwendet, da es als reaktionsträges Edelgas die Messungen nicht beeinflusst. Außerdem kann es auf Grund seiner tiefen Siedetemperatur nicht im Kryosystem (siehe 3.4.1) kondensieren. Das stabile Krypton wird für das so genannte "Preplating" verwendet, auf das im Abschnitt 3.5.1 eingegangen wird. Für die Messungen von Oktober 2007 bis März 2008 in Münster, die Grundlage dieser Diplomarbeit sind, wurde das Gassystem stark modifiziert.



Abb. 3.7: Gassystem vor dem Umbau in Münster.

Auf dem Foto ist zu sehen, wie das Gassystem aussah, als es bei den Mainzer Messungen verwendet wurde, [Ost08]. Gut zu sehen, sind auch die Heizbänder, die benötigt wurden, um das Gassystem auszuheizen. Auf dem Foto 3.8 ist das von uns in Münster verwendete, stark vereinfachte Gassystem zu sehen.



Abb. 3.8: Modifiziertes Gassystem für die Messungen in Münster

Mit Hilfe der Turbopumpe können die Kapillarvolumina gepumpt werden. Das Open-Close-Ventil (o/c-Ventil) stellt die Verbindung zwischen dem Gassystem und der Kryosektion dar.



Da in Münster kein "Preplating" - siehe Abschnitt 3.5.1 - gemacht werden sollte, wurden kein Helium und stabiles Krypton sowie das Monitorvolumen benötigt. Ebenfalls wurden die verschiedenen Reinigungsmechanismen demontiert, weil eine Reinigung des Gases nicht benötigt wurde, da wir nicht die Linienposition, sondern nur die Zählrate untersuchen wollten.

Abb. 3.9: Schematisch: Gassystem nach dem Umbau

# 3.4 Kryosystem und Substratbereich

Im Anschluss an das Gassystem folgt zunächst das Kryosystem, das einen wichtigen Bestandteil des mechanischen Aufbaus ausmacht, und direkt ineinander übergehend der Substratbereich.



Abb. 3.10: Kryosystem der CKrS

Der rote Balken symbolisiert den Kaltkopf, der blaue den Kühlfinger. Der schwarze Kreis am linken Ende des Kühlfingers stellt das Substrat dar.

## 3.4.1 Kryosystem

Das Kryosystem besteht im Wesentlichen aus einem Kaltkopf (Sumitomo Heavy Industries Ltd. Model RDK-408E) und einem Kühlfinger, einem massiven Kupferstab, an dessen Stirnseite das Substrat angebracht ist. Um Wärmeeinstrahlung von außen zu dämpfen ist an den Kühlfinger ein Kühlschild (40K-Schild) installiert. Am 40K-Schild ist schließlich die Kapilare montiert, die für die aufzukondensierenden Gase die Verbindung zwischen Gassystem

und Substratregion herstellt. Damit sie nicht als Kühlfalle für das Krypton wirkt, muss sie mit einem Heizstab auf eine Temperatur > 120 K geregelt werden, [Pra05].



3.4.2 Substratbereich

Abb. 3.11: Schematisch: Substratbereich und Stirnseite des Kühlfingers

In Abbildung 3.11 ist schematisch der Substratbereich und die Stirnseite des Kaltkopfes zu sehen. In der Mitte der Abbildung befindet sich der Kühlfinger (coldfinger) der auf eine Temperatur von 11K heruntergekühlt werden kann. An seinem rechten Ende befindet sich das Substrat. Um direkt am HOPG-Substrat (HOPG = highly oriented pyrolitic graphite) einen möglichst geringen Druck zu erreichen, ist zusätzlich zum 40K-Schild, hier noch ein 12K-Schild angebracht, das sich auf einer Temperatur ähnlich der des Substrats befindet. Unterhalb des 40K-Schildes ist die Kapillare zu sehen (capillary for gas inlet), die mit einem Heizstab auf eine Temperatur oberhalb des Gefrierpunktes von Krypton geregelt wird. Im 12K- und 40K-Schild ist nicht nur eine Öffnung an der Stirnseite, durch das die Konversionselektronen zum Detektor gelangen können, sondern es sind auch noch zwei Öffnungen an den Seiten, die für die Ellipsometrie (siehe Abschnitt 3.5.2) und die Reinigung des Substrats mittels Ablation (siehe 3.5.3) benötigt werden. Weiterhin ist der Duschkopf (showerhead) in der Graphik zu sehen. Er soll dafür sorgen, dass die Kryptonatome möglichst homogen auf dem Substrat auffrieren. Für die Messungen in Münster wurde auch dieser Duschkopf stark modifiziert. Weitere Details dazu im Kapitel 4.

## 3.5 Arbeitsweisen der CKrS

In den folgenden drei Abschnitten 3.5.1, 3.5.2 und 3.5.3 sollen die drei wichtigsten Arbeitsmodi der kondensierten Kryptonquelle kurz beschrieben werden. Während der Messungen in Münster (10/2007 - 03/2008) und für diese Diplomarbeit kamen sie nicht zur Anwendung. Für eine detaillierte und umfassende Beschreibung sei auf [Ost08] sowie [Hil07] verwiesen.

### 3.5.1 Auffrieren von Filmen, "Preplating"

Um eine Energiekalibration durch die kondensierte Kryptonquelle vorzunehmen, sollten sich die verschiedenen Peaks im Spektrum des Zerfalls von  $^{83m}$ Kr möglichst immer an derselben Position befinden bzw. nur sehr geringen Schwankungen unterliegen. Dies zu untersuchen war die Hauptaufgabe in der Doktorarbeit von Beatrix Ostrick, [Ost08]

Wird radioaktives <sup>83m</sup>Kr auf dem Graphitsubstrat aufgefroren, zerfällt es dort und die Konversionselektronen werden emittiert. Die einfach ionisierten Tochteratome induzieren – bevor es zur elektrischen Neutralisation kommt – im Substrat Spiegelladungen, wodurch das Energieniveau abgesenkt und die Austrittsarbeit für folgende Konversionselektronen verändert wird, was dann zu einer Verschiebung der Linienposition führt. Um den Effekt der Spiegelladungen zu minimieren wird unter die Schicht des radioaktiven Kryptons eine Schicht aus stabilem Krypton aufgefroren. Dieses Verfahren wird "Preplating" genannt. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass die Schicht stabilen Kryptons nicht zu dick ist, da es sonst nicht zum Ladungsausgleich der Tochteratome kommen kann, da die Schicht aus stabilem Krypton eine Isolationsschicht darstellt. Auch hierdurch kommt es zu einer veränderten Austrittsarbeit für die Konversionselektronen und damit verbunden zu einer unerwünschten Verschiebung der Linienposition.

### 3.5.2 Ellipsometrie

Um die Schichtdicke bestimmen zu können, verwendet man als Messverfahren die so genannte "Ellipsometrie", die eine Genauigkeit von besser als einer Atomlage ermöglicht. Hierbei handelt es sich um ein optisches Messverfahren, das sich den Effekt der Mehrfachreflektion an Grenzschichten – hier: Substratoberfläche (Graphit) und Krypton – zu Nutze macht. Hierzu schickt man definiert elliptisch polarisiertes Licht auf die Grenzschicht. Verwendet wurde ein He-Ne-Laser, dessen Licht mit Hilfe eines Polarisators und einer  $\lambda/4$ -Platte elliptisch polarisiert wurde. Je nach Schichtdicke hatte das reflektierte Licht eine unterschiedliche Polarisation, die mittels Analysator bestimmt wurde. Aus den jeweiligen Stellungen von Polarisator und Analysator lässt sich mit etwas Mathematik und den Fresnelschen Reflektionskoeffizienten  $R_s$  und  $R_p$  für senkrecht und parallel zur Einfallsebene polarisierte Lichtstrahlen die Schichtdicke errechnen, [AzBa].

### 3.5.3 Reinigung des Substrats

Bevor Filme aufgefroren werden können, muss das Substrat von möglicherweise aufgefrorenen Restgasatomen gereingt werden, da es ansonsten durch diese Verunreinigungen zu Instabilitäten in der Linienposition kommen kann. Hierzu gibt es zwei verschiedene Möglichkeiten, die auch beide verwendet wurden, [Ost08]. Zum einen befinden sich im Substrathalter zwei temperaturabhängige Widerstände (TVO) die nicht nur bei der Temperaturmessung zur Anwendung kamen, sondern auch als Heizung. Durch sie kann der Substrathalter und damit auch das Substrat selbst auf eine Temperatur geregelt werden, sodass etwaige Restgase verdampfen. Zum anderen wurde zur Reinigung des Substrats ein so genannter Ablationslaser verwendet. Hierbei handelt es sich um einen gepulsten Klasse IV-Laser (Brilliant B von Quantel) mit einer Pulsdauer von 6 ns und einer Repetitionsrate von 10 Hz bei einer Pulsenergie von 850 mJ. Schießt man mit den nano-kurzen Lichtpulsen auf das Substrat, erhitzt sich dieses lokal, sodass dadurch ebenfalls mögliche Restgasatome entfernt werden.

## 3.6 Herausforderungen und Schwierigkeiten bei der CKrS

Eine Herausforderung bei der CKrS ist das sogenannte "Zählratenproblem". Wie Björn Hillen in seiner Diplomarbeit herausgefunden hat [Hil07], tritt nicht das gesamte, im Quellvolumen entstandene radioaktive Krypton aus diesem Volumen heraus, sondern nur ca. 20-25  $\%^1$ . Vergleicht man die Anzahl von auf dem Substrat aufgefrorenen Kryptonatomen mit der Anzahl der real gemessenen ergibt sich eine Diskrepanz von mehr als 90 %. In dieser Diplomarbeit wird es nun darum gehen, zu ergründen, wo diese dramatischen Verluste herrühren und wie sie beseitigt werden können. Diese Aufgabenstellung wird im Kapitel 4 behandelt.

Eine weitere Aufgabe, wie in Kapitel 3 beschrieben, ist es, die am Hauptspektrometer angelegte Spannung zu überwachen und mit dem natürlichen Energiestandard des Zerfalls radioaktivem <sup>83m</sup>Kr zu vergleichen. Die am Hauptspektrometer angelegte Spannung beträgt ~ 18.650 V. Die Energie der K32-Konversionselektronen beim <sup>83m</sup>Kr liegt jedoch nur bei 17.680 eV. Um dies auszugleichen, werden die emittierten Elektronen mit Hilfe einer Potentialdifferenz auf die erhöhte Energie gebracht. Diese Fragestellung wird im Abschnitt 4.6 bearbeitet.

 $<sup>^1</sup>$  In diesem Zusammenhang hat sich der Ausdruck "Björn-Faktor" etabliert.

# 4. UNTERSUCHUNG DES ZÄHLRATENPROBLEMS

Wie Beatrix Ostrick in ihrer Dissertation [Ost08] herausgefunden hat, sind die Rate mit der das  $^{83m}$ Kr in der Quelle gebildet wird und die Zählrate der gemessenen Zerfälle auf dem Substrat nicht identisch.

Zwei Verlustmechanismen sind bereits bekannt:

- 1. Ist die Temperatur der Kapillare zu niedrig (T < 120 K), wirkt sie als Kühlfalle; das Krypton friert in ihr fest und erreicht somit überhaupt nicht das Substrat, [Pra05].
- 2. Aus dem Quellvolumen tritt nicht das gesamte dort gebildet<br/>e $^{83m}{\rm Kr}$ aus, sondern lediglich ein Anteil von <br/>  $\sim$  20-25 %, [Hil07].

Der ersten Tatsache wurde dahingehend Rechnung getragen, dass die Kapillare nun beheizt ist und somit auf eine Temperatur T > 120 K geregelt werden kann.

# 4.1 Mathematische und physikalische Vorbemerkungen

Zur Charakterisierung des Zählratenproblems und für die Messungen sind einige mathematische und physikalische Vorbemerkungen nötig. Diese werden in den folgenden Abschnitten erläutert.

## 4.1.1 Aktivität und Halbwertszeit der Rb-Quelle

Wie im Abschnitt 3.2 beschrieben zerfällt das <sup>83</sup>Rb mit einer Halbwertszeit  $T_{1/2} = 86,2$  d. Daraus ergibt sich für die Zerfallskonstante  $\lambda_{Rb}$  mit  $\lambda_{Rb} = \frac{ln2}{T_{1/2}}$  ein Wert von  $\lambda \approx 8,04 \cdot 10^{-3}$  <sup>1</sup>/d. Aus der Halbwertszeit  $T_{1/2} = 1,83$  h für das <sup>83m</sup>Kr lässt sich ebenso ein Wert für die Zerfallskonstante  $\lambda_{Kr}$  errechnen zu  $\lambda_{Kr} \approx 9,07$  <sup>1</sup>/d. Am 22.11.2006 hatte die Rubidiumquelle eine Aktivität von 12 MBq. Die aktuelle Aktivität der Quelle lässt sich nun relativ einfach berechnen. Hierzu macht man die Annahme, dass sich zum Zeitpunkt t=t<sub>0</sub> = 20.11.2006 nur <sup>83</sup>Rb in der Quelle befindet und noch kein <sup>83m</sup>Kr gebildet wurde. Nach [May84] gilt für jeden Zeitpunkt t > t<sub>0</sub> für die Anzahl N<sub>Kr</sub>(t) der gebildeten Kryptonatome im Gleichgewicht:

$$N_{Kr}(t) = N_{Rb,0} \cdot \frac{\lambda_{Rb}}{\lambda_{Kr} - \lambda_{Rb}} \cdot \left(e^{-\lambda_{Rb} \cdot t} - e^{-\lambda_{Kr} \cdot t}\right)$$
(4.1)

Hierbei ist  $N_{Rb,0}$  die Anzahl der Kryptonatome zum Zeitpunkt  $t_0$ , also am 22.11.2006. Die Krypton-Aktivität  $A_{Kr}$  ist nicht durch  $\frac{dN_{Kr}}{dt}$  gegeben, sondern durch  $\lambda_{Kr}N_{Kr}$ , da sich die Definition der Aktivität nur auf Zerfälle und nicht auf den (gleichzeitigen) Zuwachs bezieht. Für die Aktivitäten ergibt sich somit aus Gleichung (4.1):

$$A_{Kr}(t) = A_{Rb,0} \frac{\lambda_{Kr}}{\lambda_{Kr} - \lambda_{Rb}} \left( e^{-\lambda_{Rb}t} - e^{-\lambda_{Kr}t} \right)$$
  
=  $A_{Rb}(t) \frac{\lambda_{Kr}}{\lambda_{Kr} - \lambda_{Rb}} \left[ 1 - e^{-(\lambda_{Kr} - \lambda_{Rb})t} \right].$  (4.2)

Aus der Relation für den radioaktiven Zerfall für das Rubidium

$$A_{Rb}(t) = A_{Rb,0} \cdot e^{-\lambda_{Rb}t} \tag{4.3}$$

und Gleichung (4.2) ergibt sich für die Gesamtaktivität  $A_{ges}(t)$  für einen Zeitpunkt t die Gleichung

$$A_{ges}(t) = A_{Rb}(t) + A_{Kr}(t)$$
  
=  $A_{Rb,0} \cdot e^{-\lambda_{Rb}t} + A_{Rb,0} \frac{\lambda_{Kr}}{\lambda_{Kr} - \lambda_{Rb}} \left( e^{-\lambda_{Rb}t} - e^{-\lambda_{Kr}t} \right)$   
=  $A_{Rb,0} \cdot \left[ e^{-\lambda_{Rb}t} + \frac{\lambda_{Kr}}{\lambda_{Kr} - \lambda_{Rb}} \cdot \left( e^{-\lambda_{Rb}t} - e^{-\lambda_{Kr}t} \right) \right].$  (4.4)

Da  $\lambda_{Kr} \gg \lambda_{Rb}$  wird in Gleichung (4.4) der Term vor der runden Klammer  $\approx 1$  und man erhält für  $A_{ges}(t)$  die Gleichung

$$A_{ges}(t) = A_{Rb,0} \cdot \left[ e^{-\lambda_{Rb}t} + e^{-\lambda_{Rb}t} - e^{-\lambda_{Kr}t} \right].$$

$$(4.5)$$

Für t  $\gg T_{1/2}^{Kr}$  verschwindet der Term  $e^{-\lambda_{Kr}t}$  in Gleichung (4.5) und man erhält schließlich als Aktivitäten

$$A_{ges}(t) = A_{Rb,0} \cdot 2 \cdot e^{-\lambda_{Rb}t} \text{ und } A_{Kr} = A_{Rb} = \frac{1}{2}A_{ges}.$$
 (4.6)

Da sich die Zeit, in der Messungen in Münster gemacht wurden, über mehrere Monate erstreckte und die Halbwertszeit von <sup>83</sup>Rb nur 86,2 d beträgt, werden alle Messdaten auf ein definiertes Datum bezogen. Dieses Datum sei der 01.01.2008. Zwischen dem 20.11.2006 und dem 01.01.2008 liegen 407 Tage. Somit ergeben sich für den 01.01.2008 folgende Aktivitäten:

1. 
$$A_{ges}(t = 407 \,\mathrm{d}) = 12 \,\mathrm{MBq} \cdot 2 \cdot e^{-0,00804 \frac{1}{d} 407 \,\mathrm{d}} \approx 910 \,\mathrm{kBq}$$

2. 
$$A_{Rb}(t = 407 \,\mathrm{d}) = 12 \,\mathrm{MBq} \cdot e^{-0.00804 \frac{1}{d} 407 \,\mathrm{d}} \approx 455 \,\mathrm{kBq} = A_{Kr}(t = 407 \,\mathrm{d}).$$

Die berechnete Aktivität von  $A_{Rb} = 455$  kBq, ausgehend von 12 MBq am 20.11.2006, deckt sich fast mit der Berechnung ausgehend von einer Aktivität von 0,89 MBq am 10.10.2007<sup>1</sup> – dem Tag des Transportes der Quelle von Mainz nach Münster (Siehe hierzu auch Anlage B im Anhang). Am 01.01.2008 hatte das <sup>83</sup>Rb in der Quelle also noch eine Aktivität von 455 kBq. Da <sup>83</sup>Rb nur zu 76 % [Nudat2] in <sup>83m</sup>Kr zerfällt, wurden am 01.01.2008 im Mittel also 345.800 <sup>83m</sup>Kr-Atome pro Sekunde gebildet. Des Weiteren muss berücksichtigt werden, dass maximal 25 % der gebildeten <sup>83m</sup>Kr-Atome überhaupt nur aus dem Quellvolumen austreten, [Hil07]. Das bedeutet, dass – ohne weitere Verluste, auf die später noch eingegangen wird – 86.450 <sup>83m</sup>Kr-Atome pro Sekunde auf dem Substrat auffrieren könnten.

In den vorangegangenen Berechnungen ist noch nicht berücksichtigt worden, dass die Krypton-Atome nicht instantan nach Öffnung des Quellvolumenventils auf dem Substrat auffrieren, sondern eine gewisse Zeit benötigen, um aus dem Quellvolumen, durch die Kapillare und verschiedene Volumina bis zum Substratbereich zu gelangen. Dies soll im nun folgenden Abschnitt berücksichtigt werden.





Abb. 4.1: Schema: Vom Quellvolumen bis zum Substrat

V1 ist das Quellvolumen; in ihm befindet sich die Rubidiumquelle. V2 ist das Volumen, das vom Gassystem bedingt wird. s1 ist die Verbindungskapillare zwischen V1 und V2. s2 ist die Kapillare zwischen dem Gassystem und der Austrittsdüse "nozzle".

Abbildung 4.1 zeigt die von uns in den folgenden Berechnungen berücksichtigten Volumina und Strecken. Wesentlich ist für die Berechnung der Zeit, die die Krypton-Atome zwischen dem Entstehen im Quellvolumen und Austritt aus der Kapillare am Substrat benötigen, die

 $<sup>^1</sup>$ Ausgehend von 0,89 MB<br/>q ergibt sich für den 01.01.2008 eine Aktivität von 456 kB<br/>q für die Rb-Quelle.

Größe des Quellvolumens  $(V_1)$  und des stark vereinfachten Gaseinlasssystems  $(V_2)$  sowie die beiden Strömungsleitwerte  $L_1$  und  $L_2$  der beiden Kapillaren. Für das Volumen  $V_1$  erhält man 100 cm<sup>3</sup>, Volumen  $V_2$  schätzen wir zu 200 cm<sup>3</sup>. Die Strecke  $S_1$  beträgt 54 cm;  $S_2$  ist 160 cm lang. Bei beiden Strecken beträgt der Kapillardurchmesser 2 mm.

Für den Strömungsleitwert L<br/> eines langen Rohres  $(l \gg d)$ gilt nach [Wu04] für molekularen Fluss<sup>2</sup>:

$$L = \sqrt{\frac{\pi kT}{2m}} \cdot \frac{8r^3}{3l} \tag{4.7}$$

Mit k = Boltzmann-Konstante, T = Temperatur in Kelvin, m = Masse eines Atoms des betrachteten Gases in kg, r = Radius der Kapillare und l = Länge der Kapillare.

Für  $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}, T = 300 \text{ K}, m = 1,66 \cdot 10^{-25} \text{ kg}, r = 0,001 \text{ m und } l_1 = 0,54 \text{ m sowie}$  $l_2 = 1,6 \text{ m}$  erhält man für die entsprechenden Strömungsleitwerte  $L_1 = 9,8 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$  bzw.  $L_2 = 3,3 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}.$ 

Für die folgenden Berechnungen werden noch einige Vorbemerkungen benötigt. Für detailierte Beschreibungen siehe [Wu04]:

- 1. Im Hoch- bzw. Ultrahochvakuum (p <  $1 \cdot 10^{-10}$  mbar) ist die mittlere freie Weglänge  $\bar{l}$  der Gasteilchen groß gegenüber der Querausdehnung d der Leitung. Dadurch gilt für die so genannte Knudsenzahl Kn, die zur Charakterisierung der Strömungsart verwendet wird,  $Kn = \frac{\bar{l}}{d} \gg 0, 5$ . Das bedeutet, dass zum einen die Gasteilchen bei der "Strömung" durch z.B. eine Blende, diese ohne Zusammenstöße untereinander passieren, und dass zum anderen ein einzelnes Gasteilchen beim "Fluss" durch eine Leitung sehr viel häufiger mit der Rohrwand stößt als mit einem anderen Teilchen. Wir haben es mit molekularem Fluss zu tun.
- 2. Die Bewegung vieler Teilchen durch ein Bauteil bzw. eine Leitung erfolgt statistisch. Aus diesem Grund bietet sich zur mathematischen Beschreibung solcher Bewegungen das Konzept der Durchlaufwahrscheinlichkeit P an.

Zunächst sei auf die Knudsenzahl eingegangen. Es muss geprüft werden, ob wir es mit molekularer Strömung zu tun haben. Wie oben angegeben, lässt sich die Knudsenzahl über die mittlere freie Weglänge  $\bar{l}$  berechnen. Diese lässt sich mit Hilfe des geometrischen Querschnitts eines Atoms abschätzen, [Wu04]:

$$\bar{l} = \frac{kT}{\sqrt{2\pi}D^2p} \tag{4.8}$$

Hierbei ist k die Boltzmann-Konstante mit  $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$  J/K, T die Temperatur in Kelvin,

 $<sup>^2</sup>$  Wird im weiteren Verlauf erklärt.

D der Durchmesser eines (Krypton-) Atoms und p der Druck in der Leitung mit  $p = 3 \cdot 10^{-9}$  mbar. Der Durchmesser D eines Kryptonatoms beträgt  $2 \cdot 10^{-10}$  m, [TbPh00]. Nun ist aber noch die Frage zu beantworten, welchen Wert man für die Temperatur verwenden muss. Im Messbetrieb, befindet sich das Quellvolumen bei Zimmertemperatur ( $T \sim 300$  K), die Kapillare ist bei einer Temperatur von  $T \sim 120$  K und das Substrat bei  $T \sim 12$  K.

Für die verschiedenen Temperaturen erhält man folgende Werte für  $\bar{l}$  und Kn bei einem Leitungsdurchmesser von d = 0,002 m:

- 1. T = 12K:  $\bar{l} \approx 3100$  m und Kn  $\approx 1.500.000$
- 2. T = 120K:  $\bar{l} \approx 31000$  m und Kn  $\approx 15.000.000$
- 3. T = 300K:  $\bar{l} \approx 77000$  m und Kn  $\approx 38.000.000$

Für alle Fälle erhalten wir K<br/>n $\gg$ 0,5. Wir haben es also immer mit molekularem Fluss zu tun.

#### 4.1.3 Durchlaufwahrscheinlichkeit und differentielle Transportgleichung

Nun zum Konzept der Durchlaufwahrscheinlichkeit P. Als Durchlaufwahrscheinlichkeit wird die Wahrscheinlichkeit bezeichnet, dass ein Gasteilchen, das die Eintrittsfläche eines Bauteils passiert hat, an der Austrittsfläche des Bauteils auch wieder austritt. Da wir es mit einer großen Anzahl von Teilchen zu tun haben (N  $\approx 86.450$ ) bietet es sich an über diese vielen Teilchen zu mitteln und den Teilchenstrom ( $= \frac{\text{Teilchen}}{\text{Zeit}}$ ) zu betrachten [Wu04]:

$$q_{N_2} = q_{N_1} \cdot P \tag{4.9}$$

Mit  $q_{N_2}$  = am Ausgang austretender Teilchenstrom,  $q_{N_1}$  = am Eingang eintretender Teilchenstrom und P = Durchlaufwahrscheinlichkeit.

Für die Kapillarleitungen s1 und s2 (vgl. Abbildung 4.1) gilt jeweils, dass die Länge  $l \gg$ Durchmesser d ist. Somit ergibt sich für den Nettoteilchenstrom  $q_N$  zwischen zwei Volumina

$$q_N = \frac{\bar{v}}{4} \cdot A \cdot P \cdot (n_1 - n_2), \qquad (4.10)$$

wobei A die Querschnittsfläche der Kapillarleitung ist, P die Durchlaufwahrscheinlichkeit,  $\bar{v}$  die mittlere Geschwindigkeit und  $n_1$  und  $n_2$  die jeweilige Anzahl der Teilchen pro betrachtetem Volumen (also eine Dichte!). Nach [Wu04] ergibt sich für die Durchlaufwahrscheinlichkeit P für ein langes Rohr  $(l \gg d)$ :

$$P = \frac{4}{3} \cdot \frac{d}{l} \tag{4.11}$$

Als Gleichung für die Berechnung der Teilchenströme durch die verschiedenen Volumina und Kapillarstücke erhält man aus (4.10), (4.11) und mit  $\bar{v} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}}$  schließlich:

$$q_N = \frac{\sqrt{\frac{8kT}{\pi m}}}{4} \cdot A \cdot \frac{4}{3} \cdot \frac{d}{l} \cdot (n_1 - n_2)$$

$$= \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \cdot \frac{Ad}{3l} \cdot (n_1 - n_2)$$
(4.12)

(4.12) beschreibt also den Teilchenstrom von einem Volumen durch eine lange dünne Kapillare in ein zweites Volumen. Der Sachverhalt bei der CKrS ist aber noch etwas komplexer. So ist in (4.12) noch nicht mit eingeflossen, dass

- 1. die zu betrachtenden Teilchen nicht einfach "in der Quelle vorhanden sind", sondern in ihr produziert werden, was durch die Aktivität des Rubidiums beschrieben wird, und
- 2. die entstehenden Kryptonatome ihrerseits nicht stabil sind, sondern ebenfalls dem Zerfallsgesetz für radioaktive Zerfälle unterliegen.

Die Teilchenzahl in der Rubidium-Quelle lässt sich also durch eine Differentialgleichung beschreiben:

$$\frac{d}{dt}N_{Kr}(t) = A_{Rb} - \lambda_{Kr}N_{Kr}(t) - \frac{L}{V}N_{Kr}(t)$$

$$= A_{Rb} - \lambda_{Kr}N_{Kr}(t) - \lambda_1N_{Kr}(t)$$

$$= A_{Rb} - \lambda'N_{Kr}(t)$$
(4.13)

Mit  $\lambda_1 = \frac{L}{V}$  und  $\lambda' = \lambda_{Kr} + \lambda_1$ . Des Weiteren ist  $A_{Rb}$  die Rubidiumaktivität und  $\lambda_{Kr}N_{Kr}(t)$ ist der radioaktive Zerfall vom Krypton. Der Term  $\frac{L}{V}N_{Kr}(t)$  berücksichtigt die Anzahl der Kryptonatome, die aus dem Quellvolumen herausdiffundieren mit L = Strömungsleitwert und V = Quellvolumen. (4.13) lässt sich mit Hilfe des Programms Maple einfach lösen. Als Lösung erhält man für  $N_{Kr}(t)$ :

$$N_{Kr}(t) = \frac{A_{Rb}}{\lambda'} - \frac{e^{-\lambda' t} (A_{Rb} - \lambda' N_{Kr,0})}{\lambda'}$$
(4.14)

 $N_{Kr,0}$  ist mathematisch betrachtet die Anfangsbedigung, die benötigt wird, um eine Differentialgleichung zu lösen. In unserem Fall entspricht  $N_{Kr,0}$  der anfangs im Rubidiumvolumen vorhandenen Kyptonatome. Der Einfachheit halber setzen wir  $N_{Kr,0} = 0$ . Somit erhalten wir:

$$N_{Kr}(t) = \frac{A_{Rb}}{\lambda'} - \frac{A_{Rb}}{\lambda'} \cdot e^{-\lambda't}$$
  
=  $\frac{A_{Rb}}{\lambda'} \cdot \left(1 - e^{-\lambda't}\right)$  (4.15)

(4.15) lässt sich graphisch auswerten (siehe Abbildungen 4.2).

Für die graphische Darstellung von (4.15) wollen wir den Wert für das Normdatum, den 01.01.2008, einsetzen (siehe Abschnitt 4.1.1) mit  $A_{Rb} = 455 \text{ kBq}$  und  $\lambda' = 2,56 \cdot 10^{-3} \text{ l/s}^3$ .



Abb. 4.2: Anzahl der Kryptonatome im Quellvolumen

In Abbildung 4.2 ist sehr schön zu sehen, dass sich nach ca. einer Dreiviertelstunde ein Sättigungswert für die Kryptonatome im Quellvolumen (V1) einstellt.

 $<sup>^3</sup>$  für die gesamte Strecke vom Quellvolumen (V1 = 0,0001 m<sup>3</sup>) bis zur Düse:  $S_{ges} = 2,16$  m und  $\lambda_{Kr} = 1,1 \cdot 10^{-4} \, \text{l/s}$  folgt  $L = 2,45 \cdot 10^{-7} \, \text{m}^3/\text{s}$ 

Nun wollen wir (4.12) auch einmal mit konkreten Zahlen lösen.

$$q_N = L \cdot \Delta n \tag{4.16}$$

Es ist noch zu klären, welche Dichten für  $\Delta n = |n_1 - n_2|$  verwendet werden müssen.  $n_1$  soll hierbei die Teilchendichte im Quellvolumen V1 sein. Dementsprechend wäre  $n_2$  die Teilchendichte im gesamten Kryosystem<sup>4</sup>. Nun machen wir aber die Annahme, dass dort ein sehr gutes Vakuum herrscht bzw. alle Teilchen auf dem Substrat auffrieren. Somit können wir  $n_2 = 0$  setzen. Im Gleichgewichtszustand (siehe Abbildung 4.2), z.B. für einen Zeitpunkt t = 2.700 s, erhalten wir  $N_{Kr}(t = 2.700 s) \approx 1.8 \cdot 10^8$  Teilchen, die sich im Quellvolumen befinden. Das Quellvolumen ist 0,0001 m<sup>3</sup> groß. Für  $\Delta n$  gilt  $\Delta n = \frac{N_{Kr}}{V1}$ . L soll sich in diesem Fall auf die Gesamtstrecke vom Quellvolumen bis zum Substrat beziehen; also  $L = 2, 45 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$ , siehe oben. Setzt man alle Werte in (4.16) ein, erhält man:

$$q_N = 2,45 \cdot 10^{-7} \,\mathrm{m}^3/\mathrm{s} \cdot \frac{1,8 \cdot 10^8 \,\mathrm{Teilchen}}{0,0001 \,\mathrm{m}^3} = 441.000 \,\mathrm{Teilchen}/\mathrm{s}.$$
 (4.17)

In (4.13) war  $\lambda'$  definiert als  $\lambda' = \lambda_{Kr} + \lambda_1$ . Vergleicht man  $\lambda_{Kr} = 1, 1 \cdot 10^{-4} \, \text{l/s}$  und  $\lambda' = 2,56 \cdot 10^{-3} \, \text{l/s}$  kann man erkennen, dass  $\lambda'$  etwa 25mal größer ist als  $\lambda_{Kr}$ . Daraus ergibt sich folgende Konsequenz:

Aus der Zerfallskonstanten  $\lambda$  kann man die mittlere Lebensdauer  $\tau$  berechnen:

$$\tau = \frac{1}{\lambda}.\tag{4.18}$$

Berechnet man gemäß (4.18) die mittlere Lebensdauer  $\tau'$  – das ist also die Zeit, die ein Kryptonatom im Mittel für die Strecke zwischen Quellvolumen V1 und Düse benötigt – mit den o.a. Zahlenwerten, erhält man für die mittlere Verweildauer, wie wir  $\tau'$  nun nennen wollen:

$$\tau' = \frac{1}{\lambda'} \approx 390 \,\mathrm{s} = 6,5 \,\mathrm{min.}$$
 (4.19)

Experimentell erhalten wir (vgl. Abschnitt 4.4) für die mittlere Verweildauer  $\tau'$  einen Wert von  $\tau' = 6 \text{ min.}$ 

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>, weil die Düse dort endet

#### 4.1.4 Nachweiseffizenz NWE

Wie bereits in Abschnitt 4.1.1 erwähnt, haben wir es mit radioaktiven Stoffen zu tun. Das <sup>83</sup>Rb hat eine Halbwertszeit von 86,2 Tagen, was ca. drei Monaten entspricht. Die Messungen fanden im Zeitraum Oktober 2007 bis März 2008 statt. Um die Messungen untereinander vergleichen zu können, führen wir den Begriff der Nachweiseffizienz ein. In dieser Definition ist berücksichtigt, dass der Messzeitraum länger als die Halbwertszeit des Rubidiums ist. Die Nachweiseffizienz gibt an, wie viel Prozent der erwarteten Zählrate auch wirklich nachgewiesen werden. Für die NWE gilt:

$$NWE = \left(\frac{\dot{N}_{gemessen}}{\dot{N}_{erwartet}}\right) \cdot 100\% \tag{4.20}$$

Für jedes Messdatum lässt sich aus der Aktivität der Rubidiumquelle die erwartete Zählrate berechnen, siehe Abschnitt 4.1.1. Um den Begriff der Nachweiseffizienz zu verdeutlichen, sei ein kurzes Beispiel angefügt: Am 01.01.2008 (Normdatum) haben wir eine erwartete Zählrate von Kryptonatomen  $\dot{N}_{erwartet} = 86.450$ . Als gemessene Zählrate von Kryptonatomen haben wir z.B.  $\dot{N}_{gemessen} = 25.000$ . Setzt man die Zahlen in Gleichung (4.20) ein, erhält man für die NWE einen Wert von NWE = 28,9 %. Wie wir die Zählrate der Kryptonatome messen, wird in Abschnitt 4.1.5 erläutert.

### 4.1.5 Ermittlung der Zählrate

In diesem Abschnitt soll exemplarisch an einem Beispiel beschrieben werden, wie anhand eines gemessenen Spektrums die Zählrate bestimmt wird.



Abb. 4.3: Messung Mess25112007\_1b mit Glättungskurve

Die Glättungskurve ist kein Fit. Im vorliegenden Fall wurde immer über 25 Messwerte gemittelt. Die daraus resultierende Kurve ist die Glättungskurve.

Der Graph in Abbildung 4.3 zeigt das mit einer Silizium-PIN-Diode gemessene Spektrum der Konversionselektronen des <sup>83m</sup>Kr aus der Messung Mess25112007\_1b. Ganz deutlich ist bei einer Energie von 30keV ein Peak zu sehen. Der Peak ist eine Überlagerung der L32-,M32und N32-Linie, die wir einzelnd nicht auflösen können. Es geht nun darum, aus diesem Peak die Zählrate zu ermitteln. Vermisst man  $\gamma$ -Energien, lässt sich die Form des Peaks sehr gut durch eine Gauß-Funktion beschreiben. In unserem Fall haben wir es jedoch mit Elektronen zu tun. Der Peak bei der Messung von Elektronenenergien hat – wie auch in der Abbildung 4.3 gut zu sehen – einen kleinen Ausläufer nach links zu niedrigeren Energien hin, was für mit Halbleiterdetektoren gemesse Elektronenlinien normal ist. Dies Tatsache verkompliziert die Auswertung ein wenig. Daher entschieden wir uns, die Zählrate mit Hilfe der Methode der Halbwertsbreite<sup>5</sup> zu bestimmen. Ein weiterer Grund für die Verwendung der Methode der Halbwertsbreite (FWHM) ist, dass bei manchen Messungen das Rauschen in die zu messende Linie hineinragte und so die Linie störte – wie z.B. in Abbildung 4.14 zu sehen. Durch die Methode der Halbwertsbreite fällt diese Störung nicht ins Gewicht.

Zunächst werden die Koordinaten des Maximums des Peaks bestimmt. Die Position  $(x_{max})$  und Höhe  $(y_{max})$  des Peaks werden an Hand seines Maximums bestimmt sowie die Halbwertsbreite (FWHM = full width half maximum). Für das hier behandelte Beispiel von Abbildung 4.3 ergeben sich folgende Zahlen:

$$\begin{aligned} x_{max}^{E} &= 30,09 \text{ keV und } y_{max}^{E} = 2,00^{1/\text{min}} \\ &\Rightarrow \frac{y_{max}^{E}}{2} = y_{l}^{E} = y_{r}^{E} = 1,00^{1/\text{min}} \\ &\Rightarrow x_{l}^{E} = 28,10 \text{ keV } und \ x_{r}^{E} = 31,85 \text{ keV} \end{aligned}$$
(4.21)

Hierbei zeigt das "E" im Exponenten als Hoch-Index an, dass es sich um Werte handelt, die aus dem Energie-Spektrum (x-Achse = Energie) gewonnen wurden und nicht aus dem Kanal-Spektrum (x-Achse = Kanal), was durch ein "K" indiziert wird. Als nächstes summiert man von  $\mathbf{x}_l^K = 927$  bis  $\mathbf{x}_r^K = 1063$ , nachdem man die Energie-Werte in Kanal-Werte übertragen hat, und erhält als Summe

$$\sum_{x_l^K}^{x_r^K} = 26576 \ counts \equiv N_{FWHM}.$$
(4.22)

Nun muss überlegt werden, wie man aus  $N_{FWHM}$  die Anzahl aufgefrorener Kryptonatome  $N_{Kr}$  berechnet. Hier sei zunächst die verwendete Formel angegeben und dann im Anschluss erläutert:

$$N_{Kr} = \frac{4\pi \cdot T_{1/2}^{Kr} \cdot N_{FWHM}}{\Delta \Omega \cdot \ln 2 \cdot B_{32} \cdot \epsilon_{det} \cdot Z_{FWHM} \cdot t_{mess}}$$
(4.23)

1.  $B_{32}$ 

 $B_{32}$  - branching ratio zu deutsch Verzweigungsverhältnis - ist eine dimensionslose Größe. Sie gibt an, wie groß der Anteil der L/M/N32-Zerfallskanäle an allen Zerfallskanälen von <sup>83m</sup>Kr ist. Man erhält  $B_{32} = 0.76$ ; vgl. Abschnitt 3.2.

2.  $\epsilon_{det}$ 

 $\epsilon_{det}$  ist ebenfalls eine dimensionslose Größe. In unseren Messungen verwendeten wir eine Silizium-PIN-Diode. Treffen nun Elektronen auf diese Diode, werden nicht alle - also 100 % - nachgewiesen, sondern nur ein geringerer Anteil, der u.a. durch die Rückstreuwahrscheinlichkeit der Elektronen bestimmt wird. Wir erhalten für den Fall der L/M/N32-Elektronen einen Wert von  $\epsilon_{det} = 0.84$  aus [Da75].

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> FWHM = full width half maximum

3.  $Z_{FWHM}$ 

Auch  $Z_{FWHM}$  ist eine dimensionslose Größe. Man kann zeigen, dass der Anteil der Fläche, der durch die Halbwertsbreite ( $x_l$  und  $x_r$ ) bedingt wird, an der Gesamtfläche unter einer Gaußkurve gerade 76 % ausmacht. Man erhält also  $Z_{FWHM} = 0,76$ . Da der Elektronenpeak der L/M/N-Linien keine Gaußkurve darstellt (siehe oben), erhalten wir durch Verwendung der Methode der Halbwertsbreite einen Fehler in der ermittelten Zählrate, den wir zu 10 % abschätzen.

4.  $t_{mess}$ 

Es muss natürlich auch die Messzeit berücksichtigt werden, was durch  $t_{mess}$  getan wird. In unserem Beispiel beträgt die Messzeit 7186 s, was 1,996 h entspricht.

5.  $\Delta \Omega$ 

Zerfällt das <sup>83m</sup>Kr auf dem Substrat, werden die Konversionselektronen isotrop in alle Raumrichtungen (4 $\pi$ ) emittiert. Es gibt also keine Vorzugsrichtung. Das bedeutet, dass nur ein geringer Anteil aller emittierten Elektronen auch zum Detektor – der PIN-Diode – gelangen.  $\Delta\Omega$  – das so genannte Raumwinkelelement – gibt an, wie groß der Anteil der Konversionselektronen ist, die zum Detektor gelangen.

$$\frac{\Delta\Omega}{4\pi} = \frac{A}{4\pi \cdot d^2} \tag{4.24}$$

Hierbei ist d die Entfernung zwischen Substrat und Detektor und A die Detektorfläche. Wird der Raumwinkel in der beschriebenen Weise berechnet, macht man die Annahme, dass das Substrat eine Punktquelle darstellt. A und  $d^2$  sollten die gleiche Dimension besitzen. In unseren Experimenten erhalten wir  $A = 81 \text{ mm}^2$  und  $d = 90,5 \text{ mm} \Rightarrow d^2$  $= 8190,25 \text{ mm}^2$  wurde fest justiert.

6.  $T_{1/2}^{Kr}$ 

Dies ist die Halbwertszeit von  $^{83m}$ Kr. Sie beträgt 1,83 h bzw. 6.588 s. Zusammen mit dem Faktor ln2 im Nenner wird dadurch der radioaktive Zerfall während des Auffrierens berücksichtigt.

Nach Einsetzen der Zahlenwerte erhält man schließlich aus (4.23):

$$N_{Kr} = \frac{4\pi \cdot T_{1/2}^{Kr} \cdot N_{FWHM}}{\Delta \Omega \cdot \ln 2 \cdot B_{32} \cdot \epsilon_{det} \cdot Z_{FWHM} \cdot t_{mess}}$$
  
=  $\frac{4\pi \cdot 8.190, 25mm^2 \cdot 1, 83h \cdot N_{FWHM}}{\ln 2 \cdot 81mm^2 \cdot 0, 76 \cdot 0, 84 \cdot 0, 76 \cdot 1, 996h}$  (4.25)  
=  $\frac{188.346, 742h \cdot mm^2 \cdot N_{FWHM}}{54, 37h \cdot mm^2}$   
=  $4364, 17 \cdot N_{FWHM}$ 

Setzt man nun das Ergebnis aus (4.22) für unser Beispiel in (4.25) ein, erhält man für  $N_{Kr}$ :

$$N_{Kr} = 4.364, 17 \cdot 26.576 = 1, 16 \cdot 10^8 \tag{4.26}$$

Wir führten alle unseren Messungen im radioaktiven Gleichgewicht durch – d.h. die Anzahl der in einem Zeitintervall aufgefrorenen Atome entspricht genau der Anzahl der in diesem Zeitintervall zerfallenen Atome. Diesen Zustand erreichten wir dadurch, dass wir kontinuierlich Krypton auffrieren ließen. Nach einer gewissen Zeit (siehe hierzu auch Abschnitt 4.4) stellt sich dann das erwünschte Gleichgewicht ein. Für die Zählrate  $\dot{N}_{Kr}$  gilt folgender Zusammenhang, [May84]:

$$N_{Kr} = \lambda_{Kr} \cdot N_{Kr} \tag{4.27}$$

Setzt man nun in (4.27) das Ergebnis von (4.26) mit  $\lambda_{Kr} = 0,379 \, \text{l/h}$  ein, erhält man

$$\dot{N}_{Kr} = 43.930.449, 4^{1/h}.$$
 (4.28)

Dies lässt sich problemlos in die Anzahl der aufgefrorenen Atome pro Sekunde umrechnen. Man erhält schließlich eine Anzahl von 12.203 aufgefrorenen Kryptonatomen pro Sekunde auf dem Substrat. Dieses Ergenis wird dann für die Berechnung der Nachweiseffizienz - siehe Abschnitt 4.1.4 - herangezogen.

## 4.2 Vorbereitende Messungen

Für die verschiedenen Messungen zur Zählratenoptimierung wurden zwei vorbereitende Messungen benötigt. Zum einen musste das Datenaufnahmesystem kalibriert werden (Abschnitt 4.2.1) zum anderen musste die Zeit bestimmt werden, nach der der Kaltkopf die benötigte, tiefe Temperatur, um Krypton aufzufrieren, erreicht hat (Abschnitt 4.2.2).

## 4.2.1 Kalibration des Datenaufnahmesystems

Die Messungen in Münster führten wir mit einer Silizium-PIN-Diode von Hamamatsu (S3590-06) durch. Für die Datenerfassung verwendeten wir eine ADC-Karte mit dazugehöriger Software. Das nebenstehenden Foto 4.4 zeigt die Si-PIN-Diode, wie sie auf der CF-Durchführung angebracht ist.



Umschlossene ringförmige Primärquelle Biende 23mm

## Abb. 4.4: Silizium-PIN-Diode auf CF-Durchführung



Die ADC-Karte hat eine Auflösung von 8192 (2<sup>13</sup>) Kanälen. Um später Aussagen darüber machen zu können, welcher Kanal welcher Energie entspricht, nahmen wir mehrere Energieeichungen mit Hilfe einer Revolver-Prüfquelle vor. Abbildung 4.5 zeigt schematisch und stark vergrößert die verwendete Quelle. Die Funktionsweise ist relativ einfach: Die Primärquelle, hier <sup>241</sup>Am, ist im Deckel angebracht (vgl. Abb. 4.5) und emittiert  $\gamma$ -Quanten mit einer Energie von maximal 60 keV. Diese treffen auf das Target-Material, was seinerseits anfängt charakteristische Röntgenstrahlung zu emittieren. Da die Energien der charakteristischen Röntgenstrahlen bekannt sind, kann mit den gemessenen Spektren der verschiedenen Targets eine Energieeichung vorgenommen werden. In Abbildung 4.6 ist das Spektrum für jedes Targetmaterial zu sehen. Auf der Abszisse ist der interessierende Bereich in der Einheit "Kanal" aufgetragen.



Abb. 4.6: Gemessene Kalibrationsspektren

Da die Energien der verschiedenen Peaks bekannt sind, lässt sich eine Energiekalibration vornehmen. Das Ergebnis ist in der Abbildung 4.7 zu sehen.



Abb. 4.7: Geeichte Kalibrationsspektren

### 4.2.2 Verhalten der Kryptonquelle beim Abkühlen und Aufwärmen

Wie schon bereits in Abschnitt 3.4.1 erläutert, verwenden wir den Kryostaten um das Substrat auf die gewünschte Temperatur herunterzukühlen. Eine Frage war, nach welcher Zeit das Substrat die gewünschte Temperatur hat. Da für verschiedene Messungen auch Modifikationen am Kryosystem vorgenommen werden mussten, die nicht mit laufendem Kaltkopf und im Vakuum durchgeführt werden konnten, war es auch interessant die Aufwärmcharakteristik des Kaltkopfes zu kennen. Die beiden folgenden Graphen 4.8 und 4.9 zeigen das Abkühl- bzw. Aufwärmverhalten des Kaltkopfes.



Abb. 4.8: Abkühlverhalten der CKrS Gezeigt ist der zeitliche Verlauf der Temperatur des Kühlfingers gemessen am Substrat.

Wie in der Abbildung 4.8 zu sehen, ist die Temperatur des Kühlfingers nach ca. 3,6 Stunden stabil und hat ihren Endwert erreicht. Dann kann Krypton aufgefroren werden.



Abb. 4.9: Aufwärmverhalten der CKrS Gezeigt ist der zeitliche Verlauf der Temperatur des Kühlfingers gemessen am Substrat.

In Abbildung 4.9 ist die Temperaturkurve für den Aufwärmvorgang zu sehen. Raumtemperatur wurde erst nach fast vier Tagen wieder erreicht. Um den Aufwärmvorgang zu beschleunigen, "belüfteten" wir die Apparatur mit trockenem, reinen Stickstoff bei einem Druck von wenigen mbar. Dies hat zur Folge, dass zum einen eine bessere Wärmeleitung zwischen Außen und Innen und damit verbunden ein schnelleres Aufwärmen ermöglicht wurde. Zum anderen wurde so verhindert, dass Luftfeuchtigkeit in das System gelangte, wodurch ein erneutes Evakuieren erschwert worden wäre.

# 4.3 Messungen zur Zählratenoptimierung

Nachdem, wie in Kapitel 3 beschrieben, die für die in Münster geplanten Messungen notwendigen Vereinfachungen am Gaseinlasssystem durchgeführt wurden, begannen wir spezielle Modifikationen in der Substratregion vorzunehmen und führten die verschiedenen Messungen durch.

Für die Messungen verwendeten wir eine Silizium-PIN-Diode (S3590-06) der Firma Hamamatsu und als Vorverstärker einen CoolFET A250CF. Die BIAS-Spannung wurde durch ein Ortec-Hochspannung-Netzteil bereitgestellt (Ortec 459, Bias supply 0 - 5 kV). Als Hauptverstärker verwendeten wir  $\Sigma$  Silena Amplifier Mod. 7614.

Im folgenden wird zunächst immer der Aufbau der jeweiligen Messung erläutert und begründet bzw. die Änderung zur vorhergehenden Messung. Schließlich zeigt dann eine Graphik das von uns gemessene Spektrum. Dabei ist auf der Abszisse immer die Größe "Energie" in Einheiten von keV aufgetragen; auf der Ordinate die "Zählrate" in Einheiten von 1/min.

Im Abschnitt 4.5 werden schließlich noch einmal alle Messergebnisse tabellarisch zusammengefasst.

Abbildung 4.10 zeigt ein Foto des Aufbaus von der Substratregion, wie er für die Testmessungen am Mainzer Spektrometer verwendet wurde. Das äußere 40K-Schild und das innere 12K-Schild sind entfernt worden, um den Blick auf den Substrathalter und das Kapillarendstück freizugeben. In Hinblick auf spätere Messungen, bei denen untersucht werden sollte, ob das Volumen, das durch das 12K-Schild bedingt wird, einen Einfluss auf die Zählrate hat und um alle Messungen miteinander vergleichen zu können, wurde es notwendig, den in Abbildung 4.10 zu sehenden Edelstahlzylinder unter dem Substrathalter zu entfernen, sodass es später auch möglich sein würde kürzere 12K-Schilde zu adaptieren. Mit dieser Modifikation verbunden war auch eine Erneuerung des Kapillarendstücks. Die bis dahin verwendete Geometrie ohne den Edelstahlzylinder konnte nicht mehr verwendet werden, da sie nun zu lang war.

Die Bezeichnungen "12K-Schild" und "40K-Schild" rühren daher, dass ursprünglich eine Temperatur von 12 K für das 12K-Schild und 40 K für das 40K-Schild angestrebt waren, [Kat04]. Im Laufe der Doktorarbeit von [Ost08] hat sich jedoch gezeigt, dass diese tiefen Temperaturen der Kühlschilde nicht benötigt werden.



Abb. 4.10: Aufbau der Substratregion im Oktober 2007

Das Substrat sitzt in einer Vertiefung im Substrathalter, der auf einem Edelstahlzylinder sitzt. Im Substrathalter sitzen zwei TVO-Widerstände. Zum einen kann mit ihnen die Substrattemperatur präzise gemessen werden und zum anderen dienen sie als Substratheizung, um das Substrat zu reinigen.

Abbildung 4.11 zeigt das neue Kapillarendstück, Abbildung 4.3 die Substratregion wie sie in der ersten Messung verwendet wurde – im Foto ohne die beiden Kälteschilde. Der Abstand zwischen der Substratoberfläche und der Austrittsöffnung in der Düse ("nozzle") beträgt 14 mm. Die erste Messung in Münster sollte als Referenzmessung dienen. So wurde sie mit dem Mainzer 12K-Schild gemacht, wie es in [Ost08] verwendet wurde; siehe Abbildung 4.13.



Abb. 4.11: Das neue Kapillarendstück, genannt "nozzle"

Mit der abgebildeten Düse wurden die ersten Messungen in Münster durchgeführt.



Abb. 4.12: Substrategion für die Referenzmessung

12K- und 40K-Schild wurden für dieses Foto demontiert, um den Einblick auf die Substratregion freizugeben.





Abb. 4.13: Mainz Aufbau Links der Mainzer Aufbau ohne 40K-Schild. Rechts mit 40K-Schild.

Das Mainzer 12K-Schild hat eine Innenlänge von 70 mm und einen Innendurchmesser von 28 mm. Die Blendenöffnung beträgt 11 mm im Durchmesser.

Abbildung 4.14 zeigt das Ergebnis dieser ersten Messung (Referenzmessung).





Bei der Referenzmessung waren die Öffnungen für die Laser und die Kapillare im 12K-Schild nicht verschlossen. Das 12K-Schild selbst hatte eine Temperatur von ca. 30 K und, da es sich um das Mainzer 12K-Schild handelt, ist es aus Kupfer. Der Abstand zwischen der Düsenaustrittsöffnung und dem Substrat beträgt 14 mm. Nachweiseffizienz: 9 %.

Mit dem Mainzer Aufbau erhalten wir eine Nachweiseffizienz NWE (siehe Abschnitt 4.1.4) von nur 9 %.

Wir vermuteten, dass das aus dem Kapillarendstück herausdiffundierende Krypton nicht beim ersten Kontakt mit der Substratoberfläche auf dieser kondensiert<sup>6</sup>, sondern sich ein Gas im 12K-Schild-Volumen bildet, jenes durch die verschiedenen Öffnungen entweicht und so die Kryptonatome für den Kondensationsprozess auf dem Substrat bzw. die Messung an sich verloren gehen. Um herauszufinden, ob das Krypton durch die Laser- und Kapillaröffnungen des 12K-Schildes entweicht, verschlossen wir diese mit Teflonband. Dies ist in der Abbildung 4.15 zu sehen.



Abb. 4.15: Aufbau für die Messung mit verschlossenen Öffnungen im Mainz 12K-Schild

Für diese Messung 2 wurden die Öffnungen des 12K-Schildes mit Teflonband verschlossen. Dies war der einzige Unterschied im Vergleich mit Messung 1. Auch hier wurde für die Aufnahme das 40K-Schild entfernt.

 $<sup>^6</sup>$  Dies wird durch den so genannten "sticking coefficient" c<br/> beschrieben. Für den Fall, dass die Kryptonatome direkt beim ersten Kontakt mit dem Substrat auf diesem festfrieren, wäre c = 1. Die Auffrierwahrscheinlichkeit beim ersten Kontakt wäre dann also 100 %.

In dieser Messung (Messung 2) erhielten wir eine NWE = 8 %. Sie ist also mit der NWE der ersten Messung praktisch identisch und die erste Hypothese ist widerlegt. Das Verschließen der Löcher scheint keinen Einfluss auf die NWE zu haben. Abbildung 4.16 zeigt das Ergebnis der Messung mit verschlossenen Öffnungen.



Abb. 4.16: Messergebnis mit verschlossenen Öffnungen im Mainz 12K-Schild Auch für diese Messung 2 wurde das Mainzer 12K-Schild verwendet. Es hatte wiederum eine Temperatur von ca. 30 K und der Abstand zwischen Düse und Substrat betrug 14 mm. Mit verschlossenen Öffnungen erhalten wir eine Nachweiseffizienz von 8 %.

Die vorherige Messung (Messung 2) zeigt, dass die Öffnungen des 12K-Schildes keinen signifikanten Einfluss auf die Nachweiseffizienz haben. Wir vermuteten weiterhin, dass die Kryptonatome, nachdem sie aus der Düse ausgetreten sind, nicht sofort beim ersten Kontakt mit dem Substrat auf ihm auffrieren, sondern zunächst ein Gas bilden, obwohl die erwähnten Öffnungen keinen großen Einfluss haben. Weiter: Falls sich ein Gas bilden sollte, sollte es möglichst lange in der Nähe des Substrates gehalten werden, um die Wahrscheinlichkeit des Auffrierens zu erhöhen. Daher ersetzten wir für die nächste Messung (Messung 3) das Mainzer 12K-Schild durch ein kleineres Kaltschild (siehe Abbildung 4.17).



Abb. 4.17: Messung 3: neues kleines 12K-Schild (Cu)

Das 12K-Schild (siehe Abbildung 4.17) hat eine Innenlänge (Innenlänge = Distanz zwischen Blendendeckel und Substrat) von 39 mm, sowie einen Durchmesser von 18 mm. Die Blendenöffnung misst 9,5 mm im Durchmesser. Dieses 12K-Schild besitzt nur noch die Blendenöffnung; selbst die Öffnung für die "nozzle" wurde wieder mit Teflonband verschlossen. Wie man in Abbildung 4.17 weiterhin sehen kann, liegt das 12K-Schild direkt an dem Substrathalter an, sodass es zu einem gutem Wärmekontakt kommt. Bei dieser Messung hat das 12K-Schild daher dieselbe Temperatur wie das Substrat. Die Nachweiseffizienz war nur
NWE = 7 % (vgl. Abbildung 4.18). Das durch das 12K-Schild bedingte Volumen scheint keine Auswirkung auf die Anzahl der aufgefrorenen Kryptonatome zu haben. Die etwas niedrigere NWE könnte durch eine zu geringe Blendenöffnung bzw. Alignment-Probleme bedingt sein.

Zum Alignment-Problem:

Substrat, Blende des 12K-Schildes und der Detektor müssen auf einer Achse liegen. Falls z.B. die Blende nicht in der richtigen Position ist, können einige Konversionselektronen nicht zum Detektor gelangen, wodurch die Zählrate vermindert wird.



Abb. 4.18: Messergebnis der Messung Nr. 3 mit neuem, kleinen 12K-Schild

Das kleine, kupferne 12K-Schild hat eine Temperatur von ca. 30 K, besitzt außer der Blende keine weiteren Öffnungen. Der Abstand zwischen Düsenöffnung und Substrate beträgt 14 mm. Als Nachweiseffizienz erhalten wir NWE = 7 %.

Wir vermuteten, dass neben einem möglichen Alignment-Problem, noch ein weiterer Effekt eine Rolle spielen musste, dass wir eine so geringe Nachweiseffizienz erhalten: Warum sollten die Kryptonatome nicht auch auf den Innenwänden des 12K-Schildes auffrieren? Für die nächste Messung (Messung 4) entfernten wir daher von unserem neuen 12K-Schild die Blende, ließen aber ansonsten alles wie zuvor. Das Entfernen der Blende hat den Effekt, dass der Detektor (Si-PIN-Diode) nicht nur das Substrat "sieht", sondern auch die Flächen um das Substrat herum sowie die Innenseite des 12K-Schildes. Sollte also auf der Innenseite des 12K-Schildes Krypton kondensiert sein, müssten wir es mit dem Aufbau ohne Blende nachweisen können. In Abbildung 4.19 ist das 12K-Schild ohne die Blende zu sehen.



Abb. 4.19: Aufbau Messung Nr. 4 – ohne Blende

Von dem 12K-Schild aus Messung Nr. 3 entfernten wir nur die Blende, um mögliche Alignment-Probleme auszuschließen und die Innenseite ebenfalls mit dem Detektor "sehen" zu können.

In Abbildung 4.20 ist das Ergebnis Messung Nr. 4 zu sehen. Wir erhalten eine Nachweiseffizienz von 50 %. Diese Messung zeigt sehr deutlich, dass das Krypton nicht nur auf dem Substrat aufkondensiert, sondern größtenteils auf den Innenwänden des 12K-Schildes.



Abb. 4.20: Messergebnis von Messung Nr. 4 – ohne Blende

Die Temperatur des kleinen, kupfernen 12K-Schildes lag bei 30 K. Der Abstand Düse–Substrat betrug 14 mm. Es wurde keine Blende verwendet.

Bei dem Wert der NWE = 50 % ist zu beachten, dass in die Nachweiseffizienz die Anzahl wirklich detektierter Kryptonatome mit einfließt. Wie in Abschnitt 4.1.5 beschrieben, handelt es sich bei der Anzahl der gemessenen Atome ebenfalls teilweise um eine Rechengröße, in die eine Raumwinkelbetrachtung integriert ist. Hierbei haben wir die Annahme gemacht, dass es sich bei unserem Substrat bzw. die Fläche, auf der die Kryptonatome auffrieren, um eine punktförmige Quelle handelt. Diese Annahme ist für den Fall "ohne Blende" nicht mehr gegeben, da man die Substratfläche und die Innenflächen des 12K-Schildes zusammen nun nicht mehr als Punktquelle betrachten kann. Die Nachweiseffizienz müsste also etwas geringer sein! Die Messung (Messung 4) hat gezeigt, dass eine große Anzahl von Krypton auf den Innenseiten des 12K-Schildes auffriert. Um dies zu verhindern – weil das Krypton auf dem Substrat kondensieren soll – mussten wir das 12K-Schild weiter modifizieren, so dass wir es mit Hilfe eines Heizdrahtes über die Gefriertemperatur von Krypton heizen konnten.

In Abbildung 4.21 ist das um den Heizdraht erweiterte 12K-Schild zu sehen. Da das 12K-Schild direkt in thermischem Kontakt mit dem Substrathalter (siehe Foto 4.21) stand, war es uns nicht möglich das 12K-Schild mit Hilfe des Heizdrahtes auf eine geeignet hohe Temperartur zu regeln.



Abb. 4.21: Aufbau Messung Nr. 5 – mit Heizdraht Um das 12K-Schild auf eine Temperatur regeln zu können, installierten wir einen Heizdraht.

Um eine Isolationsschicht zwischen dem 12K-Schild und dem Substrathalter anbringen zu können, mussten wir ein neues 12K-Schild bauen, da das bisherige so passgenau auf dem Substrathalter saß, dass es nicht möglich war eine Temperaturisolationsschicht anzubringen. Also fertigten wir ein weiteres 12K-Schild an, was einen etwas größeren Innendurchmesser hatte (Innendurchmesser = 20 mm). Des Weiteren verwendeten wir nun kein Kupfer, sondern Edelstahl, da dieser schlechtere Wärmeleiteigenschaften als Kupfer besitzt. Als Isolator verwendeten wir eine Schicht aus Teflonband, welches zwischen Substrathalter und dem 12K-Schild gewickelt wurde. In Abbildung 4.22 ist das Ergebnis der verschiedenen Modifikationen und somit der für die folgende Messung (Messung 6) verwendete Aufbau zu sehen.



Abb. 4.22: Aufbau Messung Nr. 6 – Edelstahl 12K-Schild

Zwischen 12K-Schild und Substrathalter ist eine Schicht aus Teflonband zur Isolation angebracht. Des Weiteren verwendeten wir nun Edelstahl, was schlechtere Wärmeleiteigenschaften als Kupfer hat. Außerdem wurde keine Blende mehr montiert. Diese wurde auch nicht mehr benötigt, da auf den Innenwänden des 12K-Schildes auf Grund der warmen Temperatur (ca. 140 K) kein Krypton mehr auffrieren konnte.

Wie in der Abbildung zu sehen, verwendeten wir in diesem Aufbau auch keine Blende mehr. Dies war zunächst auch nicht mehr nötig, da die Blende dafür zu sorgen hatte, dass auf dem Detektor nur die vom Substrat ausgehenden Konversionselektronen abgebildet werden und nicht zusätzlich die, die vom Krypton auf den Innenflächen des 12K-Schildes emittiert werden. Da dort nun, auf Grund der erhöhten Temperatur kein Krypton mehr auffrieren konnte, war es weitestgehend unproblematisch die Blende wegzulassen. Das Weglassen der Blende führt zu einem geringen Messfehler, da auf den kleinen Kupferflächen rings um das Substrat herum ebenfalls Krypton auffriert.

Die von uns gemessene Nachweiseffizienz von NWE = 27 % (sic!) wird dadurch ein wenig zu hoch liegen. Wie groß der "geringe" Messfehler ist, zeigt sich in Messung Nr. 9.

Das Edelstahl-12K-Schild hatte einen Durchmesser von 20 mm, die Länge betrug 39 mm.



Abb. 4.23: Messergebnis von Messung Nr. 6 – beheiztes Edelstahl 12K-Schild

Beheiztes, langes Edelstahl 12K-Schild ohne Blende. Der Abstand zwischen Düse und Substrat betrug 14 mm. Mit diesem Aufbau erhielten wir eine NWE = 27 %.

In den Messungen bisher betrug der Abstand zwischen Düse und Substrat 14 mm. Wir vermuteten, dass ein kürzerer Abstand eine höhere Zählrate mit sich bringen könnte, da durch einen kürzeren Abstand mehr Kryptonatome auf das Substrat treffen könnten. Um dies zu messen, musste ein neues Kapillarendstück gefertigt werden. Damit erreichten wir eine Halbierung der Distanz auf 7 mm. In Abbildung 4.25 ist das Ergebnis zu sehen. Der Übersichtlichkeit wegen sind für dieses Foto die Kaltschilde demontiert worden.



Abb. 4.24: Aufbau Messung Nr. 7 – 14 mm  $\rightarrow$  7 mm

Wir reduzierten den Abstand zwischen Düse und Substrat von 14 mm auf nur noch 7 mm; verwendeten aber sonst das Edelstahl-12K-Schild aus Messung Nr. 6.

Wie in Abbildung 4.25 zu sehen, erreichten wir mit diesem modifizierten Aufbau eine NWE von 34 %, was einen Absolutzuwachs von 7 % bei der Nachweiseffizienz im Vergleich mit Messung Nr. 5 bedeutet.



Abb. 4.25: Messergebnis von Messung Nr. 7 – 14 mm  $\rightarrow$  7 mm

Langes, warmes Edelstahl-12K-Schild. Nur 7 mm Düsenabstand. Nachweiseffizienz von NWE = 34 %.

Für die nächste Messung fertigten wir ein weiteres 12K-Schild, was noch kürzer war als das bisher verwendete, um herauszufinden, ob ein extrem kleines 12K-Schild-Volumen vielleicht Auswirkungen auf die Zählrate hätte. Außerdem verschlossen wir das 12K-Schild mit einer Blende (siehe Abbildung 4.26). Das hat zur Folge, das auf dem Detektor fast nur die Substratfläche abgebildet wird und nicht auch die kleinen Kupferflächen neben dem Substrat.



Abb. 4.26: Aufbau Messung Nr. 8 – sehr kurzes Edelstahl-12K-Schild

Das sehr kurze, warme Edelstahl-12K-Schild ist noch mit einer Blende versehen. So werden die Kupferflächen rings um das Substrat für den Detektor ausgeblendet. Die Distanz zwischen Düse und Substrat betrug 7 mm.

Mit dem in Abbildung 4.26 gezeigten Aufbau erhalten wir eine NWE = 30 %. Das dazugehörige Spektrum ist in Abbildung 4.27 zu sehen. Die Länge dieses sehr kurzen Edelstahl-12K-Schildes beträgt gerade noch 13 mm, der Durchmesser beträgt unverändert 20 mm. Die Blende hat einen Durchmesser von 9 mm.



Abb. 4.27: Messergebnis von Messung Nr. 8 – sehr kurzes Edelstahl-12K-Schild Kurzes, warmes Edelstahl-12K-Schild. Nur 7 mm Düsenabstand. Nachweiseffizienz von NWE = 30 %.

Im Weiteren interessierte uns, wie viele Kryptonatome auf den kleinen Kupferflächen rings um das Substrat auffrieren. Hierzu verwendeten wir den gleichen Aufbau wie in der vorherigen Messung (Messung Nr. 8), nur entfernten wir die Blende, so dass der Detektor auch diese Flächen "sehen" konnte. Abbildung 4.28 zeigt den Aufbau.



Abb. 4.28: Aufbau Messung Nr. 9 – ohne Blende

Das sehr kurze, warme Edelstahl-12K-Schild ist nun nicht mehr mit einer Blende versehen. So sind die Kupferflächen rings um das Substrat für den Detektor sichtbar. Die Distanz zwischen Düse und Substrat betrug 7 mm.



Abb. 4.29: Messergebnis von Messung Nr. 9 Kurzes, warmes Edelstahl-12K-Schild ohne Blende. Nur 7 mm Düsenabstand. NWE = 59 %.

Das Substrat hat eine Fläche von 9 mm × 9 mm = 81 mm<sup>2</sup>. Der Substrathalter hat einen Radius von ebenfalls 9 mm, was zu einer Fläche von ~ 254,5 mm<sup>2</sup> führt. Zieht man nun die Fläche des Substrats von der des Substrathalters ab, erhält man für die Fläche, die die Kupferareale rings um das Substrat ausmachen, einen Wert von 173,5 mm<sup>2</sup>. Die Kupferflächen sind also etwa doppelt so groß wie das Substrat. Vergleicht man nun die Ergebnisse der Messungen Nr. 8 (NWE = 30,41 %) und Nr. 9 (NWE = 59 %), kann man sagen, dass auf dem Substrat genau so viel Krypton auffriert, wie auf den etwa doppelt so großen Kupferflächen, die das Substrat umgeben, d. h. der <sup>83m</sup>Kr-Strahl ist gerichtet bzw. der "sticking coefficient" von HOPG ist größer als der von Kupfer.

Des Weitern interessierte uns, welchen Effekt das 12K-Schild überhaupt auf die Zählrate bzw. Nachweiseffizienz hat. Daher machten wir auch eine Messung (Messung Nr. 10) völlig ohne 12K-Schild, mit dem Aufbau, wie er in Abbildung 4.30 zu sehen ist.



Abb. 4.30: Aufbau Messung Nr. 10 – ohne 12K-Schild Der Abstand der Düse zum Substrat betrug bei dieser Messung ebenfalls 7 mm.

Bei dieser Messung erhalten wir eine NWE = 45 %. Dies scheint zunächst relativ viel. Man muss hier jedoch bedenken, dass das Krypton auch auf dem Kühlfinger (Region um den Substrathalter) auffriert, wo es von dem Detektor "gesehen" werden kann und so zu der relativ hohen Nachweiseffizienz beiträgt.



Abb. 4.31: Messergenis Messung Nr. 10 – ohne 12K-Schild Messung ohne 12K-Schild. NWE = 45 %.

### 4.4 Mittlere Verweildauer

Da das  $^{83m}$ Kr nur eine recht kurze Halbwertszeit mit  $T_{1/2} = 1,83$  h hat, muss einmal berechnet werden, wie hoch die Verluste bei der Zählrate sind, die durch die endliche Zeitspanne, die ein Kryptonatom im Gas- bzw. Kryosystem verbringt, entstehen. Wird das Ventil am Quellvolumen für z.B. eine Messung geöffnet, beginnen die Kryptonatome aus dem Quellvolumen herauszudiffundieren. Für die Strecke bis zum Substrat benötigen sie eine gewisse Zeit.



Abb. 4.32: Messung der Diffusionszeit

Zum Zeitpunkt T = 6 min. wurde das Ventil am Rubdium-Volumen geöffnet. Währenddessen nahmen wir alle 10 Sekunden ein Spektrum auf. Die schwarze Kurve zeigt den Verlauf der Zählrate im Bereich der 30 keV-Linien. Die rote Kurve ist wiederum eine Glättungskurve (25 Punkte, adjacent averaging).

Wie in der Graphik 4.32 zu sehen, dauert es, bis eine stabile Zählrate erreicht ist,  $\sim 6$  Minuten. Mit Hilfe der Gleichung für den radioaktiven Zerfall

$$N(t) = N_{t_0} \cdot e^{-\lambda \cdot t} \tag{4.29}$$

und den entsprechenden Zahlenwerten  $(\lambda = 0,0063 \cdot \frac{1}{\min}, t = 6 \min, N_{t_0} := 1)$  erhält man für N(t = 6 min) einen Wert von ca. 0,96. Dies entspricht also einem Verlust von 4 % für die erwartete Zählrate.

## 4.5 Zusammenfassung der Messergebnisse

An dieser Stelle werden die verschiedenen Messergebnisse tabellarisch zusammengefasst. Dabei zeigt die Tabelle 4.1 die Verluste, die auf der Strecke Quellvolumen–Kapillarendstück entstehen. Die Tabelle 4.2 fasst die Ergebnisse der Zählratenmessungen zusammen.

Ort des Verlustes	Beschreibung	Verlust in %		
<sup>83</sup> Rb	Zerfall von <sup>83</sup> Rb in <sup>83m</sup> Kr	24		
Quellvolumen	<sup>83m</sup> Kr verbleibt im Quellvolumen	80		
Transportstrecke	Diffusions- und Halbwertszeit von $^{83m}$ Kr	4		

Zusammengefasst kann man sagen, das nur  $\approx 15$  % des produzierten <sup>83m</sup>Kr bis zur Austrittsöffnung im Kapillarendstück gelangen. Bei einer Aktivität von 12 MBq des Mutterisotops <sup>83</sup>Rb gelangen also ~ 1,8 Millionen Kryptonatome bis zum Kapillarendstück.

Die Messergebnisse unserer Messungen von Oktober 2007 bis April 2008 in Münster zeigen eindeutig, warum bei den Messungen in Mainz nur eine so geringe Zählrate gemessen wurde: Der Großteil (ca. 95 %) der Kryptonatome friert nicht auf dem Substrat auf, sondern auf den Innenwänden des 12K-Schildes bzw. auf den Kupferflächen, die das Substrat umgeben. Dieses Problem kann man lösen, indem man das 12K-Schild beheizt und eine sehr kurze Geometrie für das 12K-Schild wählt (siehe Messung 9). Das hat jedoch auch den Nachteil, dass sich das Vakuum lokal am Substrat verschlechtert, wodurch mögliche Restgase auf dem Substrat auffrieren könnten, was wiederum zu einer Instabilität der Linienposition führen könnte.

Des Weiteren spielt auch der Abstand zwischen Düse und Substrat eine wichtige Rolle. Die Messungen haben gezeigt, dass mehr Kryptonatome auf dem Substrat auffrieren, je dichter die Düse am Substrat ist.

Hier sei auch noch kurz auf die Messunsicherheiten eingegangen. Wie im Abschnitt 4.1.5 bereits erwähnt, erhalten wir durch die Auswertung mit Hilfe der Methode der Halbwertsbreite eine Unsicherheit von ca. 10 % in den Messergebnissen. Die Unsicherheit, die durch Justier-Ungenauigkeiten und Alignment-Probleme hervorgerufen werden, schätzen wir grob ebenfalls zu ca. 10 % ab. Damit erhalten wir einen Gesamtfehler von ca. 20 %. Obwohl dies zunächst relativ groß erscheint, zeigen die Messergebnisse eindeutig, dass der Großteil der Kryptonatome nicht auf dem Substrat auffriert.

Tabelle 4.2 zeigt die Ergebnisse der verschiedenen Messungen zur Zählratenoptimierung. Zum Verständnis sind noch einmal die verschiedenen Begrifflichkeiten erläutert:

1. warm und kalt

"warm" bedeutet, dass das 12K-Schild so warm ist, dass es ausgeschlossen werden kann, dass Krypton darauf auffrieren kann (T ~ 140 K - 160 K). Dementsprechend bedeutet "kalt", dass die Temperatur des 12K-Schildes so niedrig ist, dass auf jeden Fall Krypton darauf auffrieren kann (T ~ 30 K).

 $2. \ nozzle-Abstand$ 

Der "nozzle-Abstand" gibt die Entfernung zwischen dem Substrat und der Austrittsöffnung für das Krypton im Kapillarendstück an.

3. 12K-Schild-Länge

In unseren Messungen kamen 12K-Schilde verschiedener Geometrie und Länge zum Einsatz. Hierbei bedeutet "Mainz", dass dasselbe 12K-Schild verwendet wurde, das auch in [Ost08] benutzt wurde. "kurz" steht für das von uns selbst gefertigte 12K-Schild, das eine Länge von 39 mm und einen Durchmesser von 20 mm hat. "sehr kurz" steht für ein sehr kurzes 12K-Schild mit einer Länge von nur 13 mm und einem Durchmesser von 20 mm.

Name	12K-Schild Temperatur	nozzle-Abstand	12K-Schild Material	12K-Schild-Länge	Öffnungen	Blende	Nachweiseffizienz
Messung08112007_16b	kalt	14mm	Kupfer	Mainz	offen	ja	9~%
Mess25112007_1b	kalt	14mm	Kupfer	Mainz	zu	ja	8 %
Mess02122007_2	kalt	14mm	Kupfer	kurz	-	ja	7~%
Mess09122007_1	kalt	14mm	Kupfer	kurz	-	nein	50~%
Mess18012008_1	warm	$7\mathrm{mm}$	Edelstahl	kurz	-	nein	34 %
Mess21122007_9	warm	14mm	Edelstahl	kurz	-	nein	27 %
Mess28012008_1	-	$7\mathrm{mm}$	-	ohne	-	-	45 %
Mess21022008_1	warm	$7\mathrm{mm}$	Edelstahl	sehr kurz	-	ja	30~%
Mess05032008_1	warm	$7\mathrm{mm}$	Edelstahl	sehr kurz	-	ohne	59~%

#### Tab. 4.2: Zusammenfassung der Messergebnisse zur Zählratenoptimierung

## 4.6 Hochspannung an der kondensierten Kryptonquelle

Wie schon im Kapitel 3 und dem Abschnitt 2.2.7 erwähnt, soll die kondensierte Kryptonquelle u.a. zur Überwachung der Retardierungsspannung am Hauptspektrometer eingesetzt werden. Die Retardierungsspannung beträgt 18.650 V ( $\triangleq$  Energie des Endpunkts des  $\beta$ -Spetrums von Tritium), die Energie der K32-Konversionselektronen beträgt hingegen nur ca. 17.680 eV. Um die beiden Energien zu vergleichen, müssen die Konversionselektronen also noch eine Potenzialdifferenz von knapp 800 V durchlaufen, wodurch sie beschleunigt werden. Dies scheint zunächst relativ simpel. In der Umsetzung ergeben sich jedoch einige technische Herausforderungen.



Abb. 4.33: Gesamtaufbau der CKrS für die Messungen in Münster

Nur die türkis markierten Teile befinden sich auf Erdpotenzial. Hochspannungs- und Erdpotenzialkomponenten sind durch die gelb markierten Isolatoren voneinander getrennt.

Prinzipiell muss also die benötigte Potenzialdifferenz zwischen dem Substrat und dem Detektor anliegen. Die scheinbar einfachste Möglichkeit besteht darin, nur das Substrat auf eine Hochspannung zu legen. Das würde jedoch bedeuten, dass zwischen dem Substrathalter und dem Kühlfinger, auf dem das Substrat sitzt, ein elektrischer Isolator sein müsste. Nun gibt es aber praktisch keinen elektrischen Isolator, der zugleich ein hervoragender (mit Kupfer vergleichbarer) thermischer Leiter ist, was benötigt würde, um das Substrat auf die erforderliche tiefe Temperatur zu bringen. Deshalb wurde der Aufbau der kondensierten Kryptonquelle so gewählt, dass ganze Teilsysteme auf Hochspannung gelegt werden können. In Abbildung 4.33 ist der Bereich, der sich auf Erdpotenzial befinden soll türkis markiert. Im Wesentlichen handelt es sich um eine Stützkontruktion für den fahrbaren Wagen. Der Wagen, der auf Hochspannung liegt, und die Stützkonstruktion, die sich auf Erdpotenzial befindet, sind durch Isolatoren voneinander getrennt (markiert durch gelbe Rechtecke).



Abb. 4.34: Hochspannungsschrank für die CKrS

Das Innenleben des Hochspannungsschranks kann auf eine Spannung von bis zu 10.000 V gelegt werden. Die Ansteuerung der innenliegenden Geräte erfolgt via Ethernet. Elektrisch getrennt ist diese Leitung über ein Glasfaserkabel. Der Schrank verfügt über eine Lüftungsautomatik sowie Not-Abschaltsysteme.

Da das Monitor-Spektrometer selbst ebenfalls auch nicht auf Hochspannung liegt, muss auch hier wieder ein Isolator verwendet werden. Dieser befindet sich zwischen dem Kryosystem und dem Membranbalg. Das hat zur Folge, dass schon der Ellitopf auf Erdpotenzial liegt. Ebenfalls müssen der Kaltkopf und die versorgende Kompressoreinheit elektrisch voneinander getrennt sein. Zusätzlich befinden sich das Gassystem mit allen daran verwendeten Druckmessröhren, Pumpen und Steuergeräten, die Vorpumpe und die Turbopumpe mit dazugehörigen Steuergeräten, der Kaltkopf sowie alle Temperatursensoren auf Hochspannung. Die Herausforderung bestand nun darin, die gesamte Apparatur soweit zu modifizieren, dass eine Hochspannung von 10.000 V angelegt werden kann und dabei trotzdem der gesamte Messbetrieb möglich ist. Das bedeutete, dass eine "hochgelegte" Versorgungsspannung für die diversen Pumpen, Steuergeräte, Sensoren, Messröhren und den Kaltkopf bereitgestellt und mehrere Isolatoren installiert werden mussten. Im Rahmen dieser Diplomarbeit entstand daher ein Hoch-

spannungsschrank (siehe Abbildung 4.34) der eine "hochgelegte" Versorgungsspannung bereitstellen kann und die Auslese der ebenfalls auf Hochspannung liegenden Temperatursensoren und Druckmessröhren ermöglicht. Das Interieur des Schrankes wird mittels externem Gerät (Heinziger, Typ HNC 10.000 - 1, Ausgang 10 kV, 1 mA) auf eine Hochspannung von bis zu 10.000 V gelegt. Die elektrische Trennung der beiden Potenziale (Erdpotenzial und 10.000 V) geschieht mit Hilfe zweier Trenntransformatoren. Der eine Trenntransformator ist für die Versorgungsspannung der Pumpen, Steuergeräte und Spannungsversorgungen für die Druckmessröhren, der andere – ein Drehstrom-Trenntransformator – für die Versorgung des Kaltkopfes zuständig. Des Weiteren befindet sich im HV-Schrank ein NIM-Überrahmen für diverse Geräte zur Temperatursensorenauslese, ein Steuergerät für die verschiedenen Ventile des Gassystems, sowie ein PXI-System, das die Software-gestützte Steuerung der Ventile und die Auslese der diversen Sensoren übernimmt. Die Daten werden vom PXI-System zunächst über eine Glasfaserleitung - um auch hier die Potenzialtrennung zu gewährleisten - und schließlich zu einer Ethernet-Schnittstelle geführt, wo dann ein externer Computer angedockt werden kann.

Die Bedienungsanleitung für den Hochspannungsschrank und die Schaltpläne befinden sich im Anhang, Anlage A.

#### 4. Untersuchung des Zählratenproblems

#### 4.6.1 Messung mit Hochspannung

Um zu testen, ob der Hochspannungsschrank nicht nur theoretisch, sondern auch praktisch funktioniert, machten wir hierzu mehrere Messungen. Der dabei verwendete Aufbau der Substratregion entspricht dem der Messung Nr. 10 (siehe Abbildung 4.30). Eine Schwierigkeit bei den Messungen mit Hochspannung bestand darin, dass natürlich der Hochspannungsteil der CKrS nicht direkt geerdet werden konnte. Somit erhielten wir ein sehr starkes Rauschsignal, sodass keine Messung der Zählrate möglich war. Ein Versuch, den wir zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses unternahmen, war die Installation eines Abschirmschildes um die PIN-Diode, wie in Abbildung 4.36 zu sehen.



Abb. 4.35: Abschirmung der PIN-Diode

Durch Installation einer Abschirmung um die PIN-Diode versuchten wir das Rauschen während der Messung zu unterdrücken. Dies funktionierte jedoch nicht in gewünschtem Maße.

Bei einer ersten Testmessung mit dem Abschirmschild – noch ohne angelegte Hochspannung, aber mit geerdetem Hochspannungsteil der CKrS – zeigte sich ein geringeres Rauschen. Legten wir – nach Entfernung der Erdung der Hochspannungskomponenten – nun eine Hochspannung an, wurde das Rauschen so stark, dass kein Krypton-Signal mehr zu erkennen war. Die Lösung des Problems bestand zum einen darin, den Hochspannungsteil des Aufbaus nicht direkt zu erden, sondern über eine Kapazität (C = 150 nF). Daraus resultierte schon ein verbessertes Signal-Rausch-Verhältnis (auch mit angelegter Hochspannung). Zum anderen fügten wir in die Signalleitung, zwischen Vor- und Hauptverstärker, einen Schwingkreis als Bandsperre ein, der die größte Komponente des Rauschens (50 Hz) vollständig unterdrückte. Somit konnten wir schließlich folgende Messergebnisse erzielen:



measurements with high voltage applied

Abb. 4.36: Messung mit Hochspannung an der CKrS

Die schwarze Kurve ist die Messung ohne angelegte Hochspannung. Die blaue Kurve wurde mit einer angelegten Hochspannung von 3 keV aufgenommen, die grüne bei 5 keV und die rote bei 7 keV.

In Abbildung 4.36 ist sehr gut zu sehen, dass der  $Peak^7$  jeweils um die angelegte Potenzialdifferenz im Spektrum verschoben ist.

 $<sup>^7</sup>$  Der Peak, der von der Summe der L/M/N32-Linien gebildet wird.

Des Weiteren ist bei den Messungen gut zu erkennen, dass – wie zu erwarten – nur die Elektronenlinien durch die angelegte Hochspannung verschoben werden und nicht auch die Röntgen-Linien, wie in Abbildung 4.37 zu sehen.



Abb. 4.37: Röntgen-Linen werden durch die Hochspannung nicht verschoben

Die schwarze Kurve ist die Messung ohne angelegte Hochspannung. Deutlich sind hier drei unterschiedliche Peaks zu sehen. Die rote Kurve ist eine Messung mit einer Hochspannung von 3 kV. Hierbei sind nun vier Peaks zu sehen. Die L9.1-Linie wurde aus dem Rauschen "herausgeschoben".

## 5. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Die Messungen in Münster (Oktober 2007 - April 2008), die im Rahmen dieser Diplomarbeit durchgeführt wurden, zeigen sehr deutlich, dass nur ein sehr geringer Anteil an Kryptonatomen auf dem Substrat auffriert (~ 4,4 %). Trotzdem ist damit z.B. die Bestimmung der Transmissionsfunktion des Hauptspektrometers möglich, da dazu gerade einmal eine Zählrate von ca. 2,5 kHz benötigt wird. Für eine Zählrate von 2,5 kHz wäre prinzipiell eine Rubidiumquellstärke von ~ 57 kBq und der Aufbau von Messung Nr. 8 (siehe Abbildung 4.26) nötig. Eine Quellstärke von 57 kBq wäre ausreichend, wenn alle vom Substrat emittierten Konversionselektronen zum Detektor gelangen würden. Es müsste je nach Aufbau noch ein entsprechender Raumwinkel mit eingerechnet werden, der dann die benötigte Quellaktivität vergrößert. Der Großteil der Kryptonatome friert auf den Innenflächen des 12K-Schildes auf (Mainz 12K) bzw. auf den Kupferflächen rings um das Substrat. Des Weiteren tauchen noch einige Herausforderungen auf:

- 1. <sup>83</sup>Rb hat eine Halbwertszeit von 86,2 Tagen. Das KATRIN-Experiment soll aber voraussichtlich über fünf Jahre laufen. Das bedeutet, dass man entweder anfangs eine sehr starke Quelle installieren müsste, damit sie auch noch am Ende der Messzeit eine Stärke von > 57 kBq hat, oder zwischendurch die Quellen austauschen müsste.
- 2. Die beste Nachweiseffizienz auf dem Substrat wurde mit dem sehr kurzen, warmen Edelstahl-12K-Schild und einem Düse-Substrat-Abstand von 7 mm erreicht (NWE = 30 %). Bedingt durch dieses relativ warme (~ 150 K) und sehr dicht am Substrat befindliche 12K-Schild, kann es lokal zu einer Verschlechterung des Vakuums kommen. Hiermit verbunden könnte eine etwaige Kondensation von Restgasatomen auf dem Substrat sein, was zu einer instabilen Linienposition führen könnte.
- 3. Die Verluste bedingt durch die Diffusionszeit des Kryptons könnten größer werden, für den Fall, dass ein komplexeres Gassystem verwendet wird.

Der größte Verlustmechanismus steckt im Quellvolumen (ca. 80 %), wo ein Ansatzpunkt zur Optimierung wäre. Darüber hinaus sollte die Stabilität der Linienlage bei einem sehr kleinen 12K-Schild gemessen werden, um zu überprüfen, ob durch das möglicherweise lokal schlechtere Vakuum eine Instabilität der Linie folgt. Schließlich wäre es hilfreich zu klären, in wie weit das Material des 12K-Schildes einen Einfluss auf das Auffrierverhalten des Kryptons hat<sup>1</sup>. Sollte z.B. Krypton auf Aluminium schlechter als auf Kupfer auffrieren, wäre es sinnvoller ein Aluminium-12K-Schild zu verwenden.

 $<sup>^1</sup>$  Stichwort "sticking coefficient"

ANHANG

## A. BEDIENUGNSANLEITUNG UND SCHALTPLÄNE HV-SCHRANK

Die Bedienung des Hochspannungsschranks für die CKrS ist relativ simpel und soll in den folgenden Abschnitten erläutert werden.



Abb. A.1: Bezeichnungen beim Hochspannungsschrank

Bevor der Hochspannungsschrank eingeschaltet wird, sollten alle benötigten Kabel in die Kabelbuchsen gesteckt werden. Dabei ist darauf zu achten, dass sich der Hauptschalter in der "Aus-Position" befindet.

Grundsätzlich kann die Versorgungsspannung für das Interieur sowie die Hochspannung (0 - 10 kV) nur angeschaltet werden, wenn die Türen geschlossen sind. Diese sollte auch beim Anschalten des Hochspannungsschranks der Fall sein.

Der Hochspannungsschrank kann sich in mehreren Zuständen befinden:

Nachdem mit dem Haupschalter der Hochspannungsschrank eingeschaltet wurde, befindet er sich im Grundzustand (Zustand 0). Der im Schaltschrank befindliche Steuerungscomputer (SPS) bootet sich, was einige Sekunden (ca. 6 s) beansprucht. Ist die SPS vollständig gestartet, leuchtet die grüne Signalleuchte 3 auf (Türen zu) bzw. die rote Signalleuchte 3 (Türen offen). Werden im Zustand 0 die Türen geöffnet, schalten

sich automatisch die innenliegenden Leuchtstoffröhren (Innenbeleuchtung) ein und die rote Signalleuchte 3 leuchtet. Die Innenbeleuchtung wird automatisch ausgeschaltet, wenn die Türen wieder geschlossen werden. Zustand 1 (Anschalten der Versorgungsspannung):

Um die Versorgungsspannung für die innenliegenden Geräte einzuschalten, müssen die Türen des Hochspannungsschranks geschlossen sein (wird durch Leuchten der grünen Signalleuchte 3 angezeigt). Durch Betätigen des "Einschalter Versorgungsspannung" wird die Versorgungsspannung bereitgestellt. Die grüne Signalleuchte 3 erlischt. Bei Betätigen des "Ausschalter Versorgungsspannung" wird die Versorgungsspannung wieder ausgeschaltet und die grüne Signalleuchte 3 leuchtet wieder.



Abb. A.2: Schaltschrank links



Abb. A.3: Schaltschrank innen

Zustand 2 (Einschalten der Hochspannung):

Um die Hochspannung einzuschalten, müssen die Türen des Schaltschranks geschlossen sein und es ist zu prüfen, ob das Steuerspannungsgerät innerhalb des Schaltschranks ausgeschaltet und der Drehknopf bis zum Anschlag nach links gedreht ist. Auf der linken Seite des Schaltschranks befinden sich die "Ein-/Ausschalter Hochspannung". Durch Betätigen des Einschalters werden das Steuerspannungsgerät im Schaltschrank und die Signalleuchte 2 (blauer Lichtschlauch am Boden des Hochspannungsschranks) eingeschaltet. Nun kann das Steuerspannungsgerät durch Betätigen des "Ein-/Ausschalters" am Steuerspannungsgerät eingeschaltet werden. Die LED-Anzeige leuchtet auf und zeigt den Wert "0.00" an. Mit Hilfe des Drehkopfes kann nun die Steuerspannung respektive die Hochspannung eingestellt werden. Hierbei ist zu beachten, dass der Zahlenwert auf der LED-Anzeige zum einen der Wert der Steuerspannung in Volt ist und zum anderen gleichzeitig die angelegte Hochspannung in Kilovolt. Zum Ausschalten der Hochspannung ist das Steuerspannungsgerät auszuschalten, der Drehknopf bis zum Anschlag nach links zu drehen und der "Auschalter Hochspannung" zu betätigen. In Folge dessen erlischt auch wieder die Signalleuchte 2.

Bemerkungen: a) Die Hochspannung kann auch eingeschaltet werden, wenn die Versorgungsspannung ausgeschaltet ist. D.h., um die Hochspannung einzuschalten, kann sich der Hochspannungsschrank im Zustand 0 oder im Zustand 1 befinden. b) Die Zustände 1 und 2 sind unabhängig voneinander.

Zustand 3 (Versorgungsspannung und Hochspannung einschalten): Hierzu führt man die Zustände 1 und 2 nacheinander aus.

Notabschaltung:

Eine Notabschaltung ist jederzeit durch Drücken des Not-Aus-Schalters möglich. Wird der Not-Aus-Schalter wieder herausgezogen, befindet sich der Hochspannungsschrank im Zustand 0 (, falls der Hauptschalter nicht auf "Aus" gestellt wurde).

Sicherungsautomatik:

Im Hochspannungsschrank sind mehrere Sicherheitsmechanismen installiert.

1. Die Trenntransformatoren und auch die anderen Geräte im Hochspannungsschrank verursachen im Betrieb Wärme. Damit sich im Schrank kein Wärmestau bildet, sind zwei Lüfter installiert. Sie springen bei einer Temperatur von ca. 30° C an und sorgen für die nötige Wärmeabfuhr. Fällt die Innentemperatur wieder unter ca. 25° C schalten die Lüfter wieder ab. Um diese automatische Steuerung zu gewährleisten, wurde an der Decke im Hochspannungsschrank ein Temperatursensor installiert, der über die SPS ausgelesen wird. Hierbei ist es wichtig, dass die Lüfterautomatik eingeschaltet ist. Dazu beim Gerät "Lüftersteuerung" den linken Kippschalter auf "Auto" stellen.

Zusätzlich zur Automatiksteuerung können die Lüfter auch manuell eingeschaltet werden. Dazu den linken Kippschalter auf "Man." stellen. Mit dem rechten Kippschalter können die Lüfter dann ein- bzw. ausgeschaltet werden.

Bemerkung: Die Schalterstellung des rechten Kippschalters hat keinen Einfluss auf den linken Kippschalter.

- 2. An allen Hochspannungsschranktüren sind Mikrotaster angebracht. Sie sorgen zum einen dafür, dass sowohl die Hochspannung als auch die Versorgungsspannung nur bei geschlossenen Türen eingeschaltet werden kann, um Unfälle zu vermeiden, und zum anderen inizialisieren sie die automatiche Notabschaltung.
- 3. Ist die Versorgungsspannung eingeschaltet und werden die Türen geöffnet, ertönt ein dreimaliges Alarmsignal, die rote Signalleuchte 3 fängt an zu blinken und die Innenbeleuchtung schaltet sich ein. Die Versorgungsspannung bleibt jedoch eingeschaltet. Es ist dann also besondere Vorsicht geboten! Werden die Türen wieder geschlossen, gelangt man in den Zustand 1.

4. Ist die Hochspannung eingeschaltet (Signalleuchte 2 ein) und werden die Türen geöffnet, ertönt ein dreimaliges Alarmsignal, die rote Signalleuchte 3 fängt an zu blinken und die Innenbeleuchtung schaltet sich ein. Die Versorgungsspannung bleibt eingeschaltet. Die Hochspannung fährt jedoch augenblicklich herunter und wird über ein Hochspannungsrelais und einen Widerstand entladen. Werden die Türen wieder geschlossen, gelangt man wieder in den Zustand 1. Die Hochspannung bleibt also aus!

Bemerkung: Das gerade angesprochene Hochspannungsrelais, das für die automatische Abschaltung der Hochspannung benötigt wird, unterliegt einem gewissen Verschleiß-Effekt. Das bedeutet, dass nach zehn automatischen Abschaltungen der Hochspannung, die Hochspannung nicht mehr eingeschaltet werden kann! Dies wird durch abwechselndes Blinken der roten und grünen Signalleuchte 3 angezeigt. In diesem Fall ist ein Austausch des Hochspannungsrelais notwendig und unumgänglich, da ansonsten ein sicherer Hochspannungsbetrieb nicht gewährleistet werden kann. Nach dieser Wartung kann der Zähler im Schaltschrank wieder auf "Null" gesetzt werden und erneut Hochspannung angelegt werden.

Auf den folgenden Seiten sind die Schaltpläne sowie für den Schaltschrank als auch den Hochspannungsschrank abgebildet.



Abb. A.4: Verdrahtungsplan Hochspannungsschrank

# HVS1-High\_Voltage\_Control\_Unit



Abb. A.5: Verdrahtungsplan Steuerspannungsgerät



Abb. A.6: Verdrahtungsplan Temperatursteuerung





Abb. A.7: Verdrahtungsplan Steuerspannungsgerät
B. TRANSPORTSCHEIN RB-QUELLE

4/1	07:	2007 09:26	004961313935	533 Beför	r d e Radi	UNISTRA rung: oaktive Si	HLENSCHUTZ S. 01/01 Spapier Empfänger toffe		
rad. Stoffe	a Stoffe	Verlader (im Sinne der GGVS/ADR): 10.10.2007 GOGA Datum Unterschrift				Empfänger ( <b>Manne</b> in Stine der GOVS ADR): Name: //(2415://kithler.///fie/h6/ket Institution: //empleses/k/.//au///fie/h6/ket Str/Post: //i.i.A/(Cart //Ken/W2+Srt.R) PLZ OI: //S.1/4.5.//Sister Telefon: CDSTA//S.3.39.04.7			
9.00	altoar	Nuklid	Aktivität	Datum	An-	Form	Materialbeschreibung		
	8	<u>R6 83m</u>	[Bq] Ο, <u>89 Μ</u> βη	10.10.07	<u>zahl</u>	II./fest/bes.	phys. 7 chem, Beschantennen		
	-	·······	···· ··· · · · · · · · · · · · · · · ·						
		· · · · · · · · · ·	· · · · ·	··· ·····	<b>-</b>	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	••••		
F	Oberflächenaktivität des Versand- o stücks			α : < 0,04 β : < 0,4	< 0,04 : < 0,4	Bq/cm² Bq/cm²	KLASSE 7 RADIOAKTIVE STOFFE		
	Dosisleistung an der Außenseite des Versandstücks0,09Dosisleistung in 1 m Abstand von der Außenseite des Versandstücks0,02				7	μSv / h μSv / h	<u>~ 2910; Radioaktiver Stoff, freigestelltes</u> <u>Versandstück, begrenzte Stoffmenge, 7.</u> <u>Blatt 1, ADR</u>		
	Γ	тк <u>г</u> 0,0	Kategorie	Anzahl o Versan stücke	der d-	1	Die Beschaffenheit des Gutes und der Verpackung entsprechen den Vorschriften der ADR / GGVS / GGVE		
		i e f ö f d e r e Iames Istitution dr. / Postfs 12 Ort elefon: gangsgenehmig	r m Sinne der Go Rains - Le CAL Reinchigsik, L Sidhrehms - Ra Stang Rainsi DS 1833 - S Jung:	ny ADR Ortide III Mula III Mula III Mula IIII Mula IIIII IIIII IIIII IIIII IIIII IIIII IIII		Transportw von <u>44</u> Pahrzeugty Der Unterz des Versan informiert ernalten na 44 40	reg: Enterning (km) <u>2//22</u> p: <u>F-pS(&amp;F-log</u> ) <sup>CK12-Kennz: <u>KA-F-LX - SS</u> elchnende bestätigt, daß er über Art und inhalt dstucks sowie eine mögliche Gefahrdung warde und das erforderliche Unfallmerkblatt t M-</sup>		

Abb. B.1: Transportschein Rubidiumquelle

## LITERATURVERZEICHNIS

- [Ah01] Q.R.Ahmad et al.: Phys.Rev.Lett. 87 (2001) 071301
- [AzBa] R. M. A. Azzam und N. M. Bashara Ellipsometry an polarized Light, Elsevier Science, 1987
- [Da75] E. H. Darlington, Backscattering of 10.100 keV electrons from thick targets, J. Physic, Vol 8, 1975, Seite 85 93
- [Fin54] W. Finkelnburg, Einführung in die Atomphysik, Springer 1954
- [Fla04] Dissertation Björn Flatt, Johannes-Guttemberg-Universität Mainz 2004
- [Fu01] S. Fukuda et al.: Phys. Lett. 86 (2001) 5651; Phys. Rev. Lett. 81 (1998) 1562
- [Hil07] Björn Hillen, Diplomarbeit, WWU Münster (2007)
- [Jac02] J. D. Jackson, Klassische Elektrodynamik, 3. Auflage, de Gruyter, 2002
- [Kas08] Dissertion J. Kaspar, Universität Bonn (2008)
- [Kat04] KATRIN Design Report 2004 **FZKA 7090** (2005)
- [Kun91] W. Kündig et al.: in [Win91], p. 144
- [May84] Mayer-Kuckuk, **Kernphysik**, 4.Auflage, Teubner 1984
- [Mul02] Beatrix Müller, Diplomarbeit, Johannes-Guttemberg-Universität Mainz 2002
- [Nudat2] http://www.nndc.bnl.gov/nudat2/, Datenbank National Nuclear Data Center und Brookhaven National Laboratory
- [Ost08] Bea Ostrick, Dissertation, Johannes-Guttemberg-Universität Mainz (vorraussichtlich) 2008
- [Pau61] W. Pauli, in : Aufsätze und Vorträge über Physik und Erkenntnistheorie, p. 156, Hersg. W. Westphal, Vieweg & Sohn, Braunschweig, 1961
- [Pic92] A.Picard et. al.: Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B63 (1992) 345-358 North Holland
- [Pra05] Matthias Prall, Diplomarbeit, WWU Münster (2005)

114	Literaturverzeichnis
[Rei56]	F. Reines, C. L. Cowan: Nature <b>178</b> (1956) 446; 523 (erratum); C. L. Cowan et al.: Science <b>124</b> (1956) 103
[Rei59]	F. Reines, C. L. Cowan: Phys. Rev. <b>113</b> (1959) 273; F. Boehm: Proc. 13th Intern. Conference on Neutrino Physics and Astrophysics, Boston, USA, 1988, p. 490, eds. J. Schneps et al., World Scientific, Singapore, 1989; R. Reines: Rev. Mod. Phys. <b>68</b> (1996) 317
[Rob88]	R. G. H. Robertson, D. A. Knapp, Ann. Rev. Nucl. Part. Sci. <b>38</b> (1988) 185
[Sch97]	Norbert Schmitz, <b>Neutrinophysik</b> , Teubner 1997
[Ste07]	http://fuzzy.fzk.de/bscw/bscw.cgi/362395, M. Steidl 2007
[TbPh00]	Taschenbuch der Physik, 4.Auflage
[Thu07]	Dissertation Thomas Thümmler, WWU Münster (2008)
[TuK04]	Povh, Rith, Scholz, Zetsche, <b>Teilchen und Kerne</b> , 6.Auflage, Springer 2004
[Win91]	K. Winter (Ed.): Neutrino Physics, Cambridge University Press, Cambridge etc., 1991
[Wu04]	Wutz Handbuch Vakuumtechnik, 8. Auflage, Vieweg Verlag

## ABBILDUNGSVERZEICHNIS

$1.1 \\ 1.2 \\ 1.3$	Nebelkammeraufnahme von $\alpha$ -Zerfällen $\ldots \ldots \beta$ -Zerfallsspektrum von Tritium, [Kun91] $\ldots \ldots \ldots$	10 10 11
<ol> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>2.3</li> <li>2.4</li> <li>2.5</li> <li>2.6</li> <li>2.7</li> <li>2.8</li> <li>2.9</li> </ol>	Schematisch: Zerfall eines Tritiumatoms $\beta$ -Zerfallsspektrum von Tritium $\beta$ -Zerfallsspektrum von Tritium $\beta$ -Zerfallsspektrum von TritiumSchematischer Aufbau des KATRIN-Experiments $\beta$ -ZerfallsspektrumSchematisch: MAC-E-Filter, [Pic92] $\beta$ -ZerfallsspektrumSchematisch: windowless gaseous tritium source $\beta$ -ZerfallsspektrumSchematisch: Transportsektion $\beta$ -ZerfallsspektrumSchematisch: das Vorspektrum $\beta$ -ZerfallsspektrumFoto: das Vorspektrum $\beta$ -ZerfallsspektrumHauptspektrum $\beta$ -ZerfallsspektrumHauptspektrum $\beta$ -ZerfallsspektrumKonspektrum $\beta$ -ZerfallsspektrumHauptspektrum $\beta$ -ZerfallsspektrumKonspektrum $\beta$ -ZerfallsspektrumHauptspektrum $\beta$ -ZerfallsspectrumHauptspektrum $\beta$ -ZerfallsspectrumHauptspectrum $\beta$ -Zerfallsspectru	15 16 17 18 20 21 22 22
2.10 2.11 2.12 2.13	schungszentrums Karlsruhe	23 24 24 25 27
3.1 3.2 3.3 3.4 3.5 3.6 3.7 3.8 3.9 3.10 3.11	Einsatzort der CKrS bei KATRIN	$\begin{array}{c} 31 \\ 33 \\ 35 \\ 36 \\ 36 \\ 39 \\ 40 \\ 41 \\ 41 \\ 42 \\ 43 \end{array}$
$\begin{array}{c} 4.1 \\ 4.2 \\ 4.3 \\ 4.4 \\ 4.5 \\ 4.6 \end{array}$	Schema: Vom Quellvolumen bis zum Substrat	49 53 56 60 60 61

4.7	Geeichte Kalibrationsspektren	62
4.8	Abkühlverhalten der CKrS	63
4.9	Aufwärmverhalten der CKrS	64
4.10	Aufbau der Substratregion im Oktober 2007	67
4.11	Das neue Kapillarendstück, genannt "nozzle"	68
4.12	Substratregion für die Referenzmessung	68
4.13	Mainz Aufbau	68
4.14	Messergebnis mit dem Referenzaufbau	69
4.15	Aufbau für die Messung mit verschlossenen Öffnungen im Mainz 12K-Schild	70
4.16	Messergebnis mit verschlossenen Öffnungen im Mainz 12K-Schild	71
4.17	Messung 3: neues kleines 12K-Schild (Cu)	72
4.18	Messergebnis der Messung Nr. 3 mit neuem, kleinen 12K-Schild	73
4.19	Aufbau Messung Nr. 4 – ohne Blende	74
4.20	Messergebnis von Messung Nr. 4 – ohne Blende	75
4.21	Aufbau Messung Nr. 5 – mit Heizdraht	77
4.22	Aufbau Messung Nr. 6 – Edelstahl 12K-Schild	78
4.23	Messergebnis von Messung Nr. 6 – beheiztes Edelstahl 12K-Schild	79
4.24	Aufbau Messung Nr. 7 – 14 mm $\rightarrow$ 7 mm	80
4.25	Messergebnis von Messung Nr. 7 – 14 mm $\rightarrow$ 7 mm $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	81
4.26	Aufbau Messung Nr. 8 – sehr kurzes Edelstahl-12K-Schild	82
4.27	Messergebnis von Messung Nr. 8 – sehr kurzes Edelstahl-12K-Schild	83
4.28	Aufbau Messung Nr. 9 – ohne Blende	84
4.29	Messergebnis von Messung Nr. 9	85
4.30	Aufbau Messung Nr. 10 – ohne 12K-Schild	86
4.31	Messergenis Messung Nr. 10 – ohne 12K-Schild	87
4.32	Messung der Diffusionszeit	88
4.33	Gesamtaufbau der CKrS für die Messungen in Münster	91
4.34	Hochspannungsschrank für die CKrS	92
4.35	Abschirmung der PIN-Diode	94
4.36	Messung mit Hochspannung an der CKrS	95
4.37	Röntgen-Linen werden durch die Hochspannung nicht verschoben	96
A.1	Bezeichnungen beim Hochspannungsschrank	101
A.2	Schaltschrank links	102
A.3	Schaltschrank innen	102
A.4	Verdrahtungsplan Hochspannungsschrank	105
A.5	Verdrahtungsplan Steuerspannungsgerät	106
A.6	Verdrahtungsplan Temperatursteuerung	107
A.7	Verdrahtungsplan Steuerspannungsgerät	108
B.1	Transportschein Rubidiumquelle	111

## TABELLENVERZEICHNIS

2.1	Systematische Fehlerquellen im KATRIN-Experiment, [Kat04]	26
3.1	Elektronenengien von $^{83}$ Rb	37
3.2	$\gamma$ -Energien von <sup>83</sup> Rb	37
3.3	Elektronenengien von ${}^{83m}$ Kr	38
3.4	$\gamma$ -Energien von <sup>83m</sup> Kr	38
4.1	Kryptonverluste vom Quellvolumen bis zum Kapillarendstück	89
4.2	Zusammenfassung der Messergebnisse zur Zählratenoptimierung	90

## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich nun allen danken, die dazubeigetragen haben, dass diese Diplomarbeit so geworden ist, wie sie ist.

Allen voran natürlich meiner Familie und meiner Freundin Anne Huppertz. Ohne eure Unterstützung und euren Ansporn, wäre einiges nicht so glatt gelaufen.

Vielen Dank auch an Dr. Marcus Beck und Miroslav Zboril, die mich während der Diplomarbeit betreut, begleitet und unterstützt haben sowie an den Chef vom Ganzen, Prof. Dr. Christian Weinheimer, der viele Sachen erst ermöglicht hat und mir das interessante Thema der Diplomarbeit zum Bearbeiten gegeben hat.

Vielen Dank auch an Kathrin Valerius, die, neben Dr. Marcus Beck, den Lektorendienst übernommen hat, sowie alle anderen Mitglieder der Arbeitsgruppe, die mir immer mit Rat und Tat zur Seite gestanden haben.

Ein ganz besonders herzliches Dankeschön auch an Bernd Stärk und Gerrit Reglitz, die von Anfang des Studiums an mit dabei waren. Ohne euch wäre es die ganzen Jahre mit Sicherheit schwieriger und nicht so lustig geworden.

Ein Dankeschön auch an Hans-Werner Ortjohann, Helmut Baumeister sowie die mechanische und elektrische Werkstatt – speziell Christoph Ising und Wladimir Buglak – für die technische und ingenieursmäßige Unterstützung.