

Aufbau und Test
des Gaseinlasssystems für die
kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle
des KATRIN-Experimentes

von

Matthias Prall

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im

Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität

Bonn

im September 2005

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: Prof. Dr. Karl Maier

INHALTSVERZEICHNIS

1. <i>Das Neutrino</i>	11
1.1 Meilensteine der Neutrinophysik	11
1.2 Die absolute Neutrinomasse	17
2. <i>Das KATRIN-Experiment</i>	21
2.1 Der Tritium- β -Zerfall	21
2.2 Das Gesamtexperiment	22
2.3 Das Messprinzip	25
3. <i>Überwachung der Retardierungsspannung von KATRIN</i>	28
3.1 Das Prinzip	28
3.2 Die Kr-Kalibrationsquelle	33
4. <i>Gas-Festkörper-Wechselwirkungen</i>	39
4.1 Sorption und Desorption	39
4.2 Adsorptionsisothermen	40
5. <i>Das Gaseinlasssystem</i>	42
5.1 Die Problemstellung	42
5.2 Überblick über das Gaseinlasssystem	45
5.3 Die Gruckmessgeräte	49
5.4 Die Getterfalle	50
5.5 Die Kühlfalle	52
5.6 Das PXI-System	55
5.7 Der Massenfilter	56
5.8 Die Pumpen	60
5.9 Die Ausheizvorrichtung	62
6. <i>Aufbau und Test der Vakuumkomponenten</i>	64
6.1 Präparation und Zusammenbau	64
6.2 Die Ausgasrate	64
6.3 Das Restgasspektrum vor dem Ausheizen	68
6.4 Ausheizen der Apparatur	70
6.5 Das Restgasspektrum nach dem Ausheizen	72
7. <i>Messungen mit der Testkapillare</i>	75
7.1 Die Motivation für die Messung	75
7.2 Die dynamische Messung	75
7.3 Die statische Messung	81

7.4	Interpretation der dynamischen Messung	83
7.5	Interpretation der statischen Messung	84
7.6	Konsequenz für die Kr-Kalibrationsquelle	86
8.	<i>Die Ventilsteuerungen</i>	87
8.1	Die manuelle Ventilsteuerung	88
8.2	Die vollautomatische Ventilsteuerung	92
8.3	Die Handsteuerbox für die Ventile	92
8.4	Reproduzierbarkeit mit der automatischen Steuerung	94
9.	<i>Erste Auffrierversuche</i>	98
9.1	Überwachung der Filmdicken	98
9.2	Das Prinzip der Ellipsometrie	99
9.3	Ziel der Testmessungen	103
9.4	Die ersten Kryptonfilme	104
9.4.1	Die dicken Kryptonfilme	105
9.4.2	Die dünnen Kryptonfilme	107
10.	<i>Zusammenfassung und Ausblick</i>	111
 <i>Anhang</i>		115
A.	<i>Herleitung der Fehlerformel</i>	116
B.	<i>LabVIEW-Quellcodes</i>	117
B.1	Quellcode der manuellen Ventilsteuerung	118
B.2	Quellcode der automatischen Ventilsteuerung	122
B.3	Quellcode für den XY-Schreiber	128
B.4	Quellcode für das Ausheizprogramm	130

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

1.1	Spin- und Impulserhaltung beim C.S. Wu Experiment	12
1.2	Das solare Neutrinospektrum	14
1.3	Zenitwinkelabhängiges Defizit von ν_μ	16
1.4	Die Resultate von SNO und KamLAND	17
1.5	Die unbekannte Neutrinomasse	18
2.1	Der Einfluss der Neutrinomasse auf das β -Spektrum	21
2.2	Gesamtansicht von KATRIN	23
2.3	WGTS und die differentiellen Pumpstrecken	23
2.4	Die Transmissionsfunktion	24
2.5	Das Prinzip des MAC-E Filters	26
3.1	Elektroneneinfang: ^{83}Rb nach ^{83}Kr	28
3.2	Spannungsüberwachung mittels Monitorspektrometer	33
3.3	Verschiedene Filme	35
3.4	Das Substrat	37
3.5	Der Substratbereich schematisch	38
4.1	Sättigungsdampfdrücke im Bereich 1..400 K	41
5.1	Das Gaseinlasssystem schematisch	45
5.2	^{83m}Kr -Sammelzeiten	47
5.3	Ein Spezial-T-Stück	48
5.4	Die Gasartabhängigkeit des Druckmessgerätes PKR251	50
5.5	Die Getterfalle	51
5.6	Aktivierung und Pumpgeschwindigkeit von st707	52
5.7	Sättigungsdampfdrücke im Bereich 1..400 K	53
5.8	Innenleben der Kühlfalle	54
5.9	Stickstoffversorgung der Kühlfalle	54
5.10	Schema und Prinzip eines Quadrupol-Massenfilters	56
5.11	Das Massenfilterprogramm	59
5.12	Das Prinzip von Ionengetter- und Turbomolekularpumpe	61
5.13	Die Ausheizkontrolle	63
6.1	Eine Ausgaskurve	66
6.2	Massenspektrum ohne Ausheizen und ohne Getter	69
6.3	Temperaturen und Druck während des Ausheizens	70
6.4	Desorption aus der IGP	71
6.5	Druck im ausgeheizten Monitorvolumen	72
6.6	Massenspektrum nach dem Ausheizen	73

7.1	Der Aufbau zur Kapillarenmessung schematisch	76
7.2	Ein typischer Ausheizvorgang	77
7.3	Das Resultat der Kalibrierung	79
7.4	Die Testkapillare	79
7.5	Ein Photo des Testaufbaus	80
7.6	Temperaturabhängige Freisetzung von Krypton	82
7.7	Das Ergebnis der dynamischen Messung	83
7.8	Die Korrekturen für die statische Messung	85
7.9	Das Ergebnis der statischen Messung	85
8.1	Die grafische Benutzeroberfläche der manuellen Ventilsteuerung	89
8.2	Die grafische Oberfläche der vollautomatischen Ventilsteuerung	93
8.3	Die Handsteuerbox für die Ventile	94
8.4	Vollautomatische, zeitgesteuerte Einlassvorgänge	95
8.5	Druckbegrenzte Einlassvorgänge	97
9.1	Mehrfachreflektion an dünnen Filmen	99
9.2	Aufbau des Null-Ellipsometers	101
9.3	Alternativer Gaseinlass für die ersten Kryptonfilme	104
9.4	Eine grobe Ellipse	105
9.5	Die dünnen Filme in der Polarisator-Analysator Ebene	107
B.1	Manuelle Steuerung Schritt 1	118
B.2	Manuelle Steuerung Schritt 2	119
B.3	Manuelle Steuerung Schritt 3	120
B.4	Manuelle Steuerung Schritt 4	121
B.5	Automatische Steuerung Schritt 1	122
B.6	Automatische Steuerung Schritt 2	123
B.7	Automatische Steuerung Schritt 3	124
B.8	Automatische Steuerung Schritt 4	125
B.9	Automatische Steuerung Schritt 5	126
B.10	Automatische Steuerung Schritt 6	127
B.11	XY-Schreiber Schritt 1	128
B.12	XY-Schreiber Schritt 2	129
B.13	Quellcode des Ausheizprogramms	130

1. DAS NEUTRINO

1.1 Meilensteine der Neutrinophysik

Pauli postulierte 1930, dass sich beim β -Zerfall (1.1) unter den Endprodukten ein ungeladenes Teilchen mit Spin 1/2, das Neutrino befand [Pau61].

$$n \mapsto p + e^- + \bar{\nu}_e \quad (1.1)$$

Er postulierte dieses Teilchen, da man anders nicht erklären konnte, wieso das Spektrum der β -Elektronen kontinuierlich ist und wie ganzzahlige Unterschiede der Kernspins vor und nach dem Zerfall möglich sind, ohne die Energie-, die Impuls- und Drehimpulserhaltung zu verletzen. Das Neutrino reagiert mit anderen Teilchen ausschließlich über die schwache Wechselwirkung.

Erst über 20 Jahre nach Pauli's Postulat konnten Reines und Cowan [Rei56, Rei59] Neutrinos mit der Reaktion

$$\bar{\nu}_e + p \mapsto e^+ + n \quad (1.2)$$

am Savannah River Kernreaktor nachweisen. Die Spaltprodukte im Reaktor sind wegen ihres Neutronen-Überschusses β^- -Strahler. Der Detektor bestand im wesentlichen aus CdCl_2 in wässriger Lösung. Die Positronen annihilierten mit den Elektronen in der Lösung über $e^+e^- \rightarrow \gamma\gamma$ in zwei Photonen der Energie 0,511 MeV. Das Neutron wurde nach einer definierten Zeit von wenigen μsec von einem Cd-Kern eingefangen, der Tochterkern befand sich in einem angeregten Niveau und ging durch Emission eines γ in seinen Grundzustand über. Man detektierte also zwei um einige μsec verschobene Signale. Das Experiment ergab einen winzigen Wirkungsquerschnitt von $\sigma = (1.1 \pm 0.3) \cdot 10^{-43} \text{ cm}^2$. Bei diesen Energien beschreibt die Fermi-Kopplungskonstante $G_F = 10^{-5}/m_p^2$ die „Schwäche“ der schwachen Kopplung. Die Kopplungskonstante $g_e = 1/137$ der elektromagnetischen Wechselwirkung ist im Vergleich viel größer. Heute wissen wir allerdings, dass die eigentlichen schwachen Kopplungen in der selben Größenordnung, wie g_e , und sogar ein wenig größer sind¹. Die „Schwäche“ der schwachen Wechselwirkung bei niedrigen Energien ist dadurch bedingt, dass diese von massiven Bosonen vermittelt wird.

In der Neutrinophysik, wie sie im Folgenden vorgestellt wird, spielen hauptsächlich Neutrinos mit Energien von $E < 10 \text{ MeV} \ll m_{Z^0}$ eine Rolle. In diesem Bereich ist die schwache Wechselwirkung tatsächlich schwach.

In einem Experiment im Jahr 1957 entdeckten C.S. Wu und ihre Mitarbeiter, dass die Parität in der schwachen Wechselwirkung maximal verletzt ist. Man beobachtete den β -Zerfall von ^{60}Co -Kernen, welche in einem Magnetfeld ausgerichtet waren

$$^{60}\text{Co} \mapsto ^{60}\text{Ni}^* + e^- + \bar{\nu}_e. \quad (1.3)$$

¹ $g_W = \frac{g_e}{\sin \theta_W} \approx 2,1 \cdot g_e$ $g_Z = \frac{g_e}{\sin \theta_W \cos \theta_W} \approx 2,4 \cdot g_e$

Die Winkelverteilung der emittierten Elektronen ist nicht symmetrisch bzgl. des Kernspins von ^{60}Co . Damit ist der Endzustand nicht symmetrisch, die Parität also verletzt. In der unsymmetrischen Winkelverteilung der Elektronen manifestiert sich die V-A Kopplung der schwachen Wechselwirkung. In den Vertexfaktoren der schwachen Wechselwirkung steckt die Projektion auf den links(rechts)händigen Teil der (Anti)Leptonwellenfunktion $1/2(1 - \gamma_5)^2$. An der schwachen Wechselwirkung nehmen also nur linkshändige Leptonen und rechtshändige Antileptonen teil. ^{60}Co hat den Kernspin 5 und $^{60}\text{Ni}^*$ den Kernspin 4. Damit der Drehimpuls erhalten ist, müssen die Drehimpulse des Neutrinos und des Elektrons parallel zum Kernspin von ^{60}Co stehen. Die beteiligten Elektronen sind linkshändig. Man kann zeigen [Co98], dass bei linkshändigen Teilchen der Spin mit der Wahrscheinlichkeit $1/2(1-v/c)$ in Flugrichtung, und mit der Wahrscheinlichkeit $1/2(1+v/c)$ entgegen der Flugrichtung steht. Es werden also viel mehr Elektronen entgegen der Spinrichtung von ^{60}Co ausgesandt (Abb.1.1).

Im Standardmodell der Elementarteilchenphysik gibt es nur linkshändige Neutrinos. Die Neutrinos können im Standardmodell keine Masse besitzen, da im in diesem die Masse eines Teilchens nur definiert werden kann, wenn beide Händigkeiten existieren. Die Dirac-Massenterme \mathcal{L}_D (Gl.(1.4)) des Standardmodells können nur aus linkshändigen Wellenfunktionen Ψ_L und rechtshändigen Wellenfunktionen Ψ_R aufgebaut werden.

$$\mathcal{L}_D = -m\bar{\Psi}\Psi = -m(\bar{\Psi}_L\Psi_R + \bar{\Psi}_R\Psi_L) \quad (1.4)$$

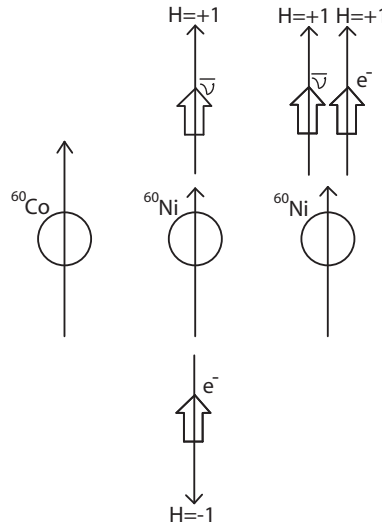


Abb. 1.1: Spin- und Impulserhaltung beim C.S. Wu Experiment. In der Abbildung sind die Helizitäten mit H bezeichnet.

² Der Vertexfaktor lautet vollständig $\frac{-ig_{\mu\nu}}{2\sqrt{2}}\gamma^\mu(1 - \gamma_5)$ [Griff]. Hierbei ist γ^μ mathematisch ein Vektor und $\gamma^\mu\gamma_5$ ein Axialvektor. Daher der Name V-A Theorie.

Bis zum Ende der fünfziger Jahre fragte man sich, ob das Neutrino, welches beim β -Zerfall (1.1) zusammen mit e^\pm und das Neutrino, welches z.B. beim Zerfall der geladenen Pionen (1.5) zusammen mit μ^\pm frei wird, verschiedene Teilchen sind.

$$\pi^\pm \rightarrow \mu^\pm + \overset{(-)}{\nu}_\mu \quad (1.5)$$

Dazu machten Lederman, Schwartz und Steinberger das folgende Experiment: Protonen wurden auf ein Target geschossen, wodurch Kaonen und Pionen entstanden, diese zerfielen im Flug hauptsächlich in Pionen und diese zerfielen wiederum in Muonen und Neutrinos. Die hadronische Komponente im Strahl wurde durch eine 13,5 m dicke Eisenabschirmung beseitigt, so dass ein Neutrinostrahl übrig blieb. Hinter dem Absorber wurde nun ν N-Streuung beobachtet. Bei diesen Streuungen fand man ausschließlich Endzustände mit Muonen und keinen Endzustand mit Elektronen. Die Neutrinos, welche vor dem Absorber zusammen mit Muonen gebildet wurden, konnten in den Reaktionen hinter dem Absorber also nur Muonen und keine Elektronen bilden, es gibt also ν_e welche zu den Elektronen gehören und ν_μ welche zu den Muonen gehören. Dies ist heutzutage in der Familienstruktur der Leptonen im Standardmodell der Elementarteilchenphysik formalisiert. Jeder der Familien ist eine Quantenzahl L_i mit $i = e, \mu, \tau$ zugeordnet, deren Erhaltung nur von der Neutrinooszillation und dem neutrinolosen Doppelbetazerfall verletzt wird, über dessen Existenz aber noch gestritten wird. Die Analyse der Breite der Z^0 -Resonanz lieferte $N_\nu = 2,984 \pm 0,008$ für die Anzahl der Neutrinos mit $m_\nu < m_{Z^0}/2$ [PDG04]. Es gibt auch eine Obergrenze für die Anzahl der leichten Neutrinos ($m_\nu < 1$ MeV) aus der Kosmologie [Kla97]: Während der ersten Sekunde nach dem Urknall befanden sich Neutronen und Protonen über die schwachen Prozesse

$$\bar{\nu}_e + p \leftrightarrow e^+ + n, \quad \nu_e + n \leftrightarrow e^- + p, \quad n \leftrightarrow p + e^- + \bar{\nu}_e \quad (1.6)$$

in einem thermischen Gleichgewicht. Das Neutron/Proton-Verhältnis war durch einen Boltzmann-Faktor gegeben. Als das Universum etwa eine Sekunde alt war, wurde die Baryonendichte durch die Expansion zu klein, die Reaktionen kamen zum Erliegen und das Neutron/Proton-Verhältnis verringerte sich durch den Zerfall der Neutronen weiter. Nach weiteren drei Minuten wurde dieses Verhältnis eingefroren, als sich Atomkerne bilden konnten. Die Expansionsrate des Universums war dabei proportional zur Anzahl der relativistischen Freiheitsgrade der vorhandenen Teilchen und damit auch der Neutrinos. Eine größere Anzahl von Neutrino flavours N_ν bewirkte also eine schnellere Expansion [Kla97]. Auf diese Weise bestimmt die Anzahl der Neutrino flavours, wann die Reaktion (1.6) zum Erliegen kam, und aus dem heutigen Neutron/Proton-Verhältnis kann auf die Anzahl der Neutron flavour zurückgeschlossen werden. Aus der Analyse der Messungen des ^4He -Anteils an der baryonischen Materie konnte man das heutige Verhältnis n_n/n_p bestimmen. Diese Messung liefert $N_\nu < 3,6$. N_ν beinhaltet hierbei auch Neutrinos, welche nicht am Zerfall des Z^0 teilnehmen.

Ab 1967 versuchten Ray Davis und seine Kollegen in der Homestake Mine in South Dakota/USA solare ν_e mit der Reaktion

$$\nu_e + {}^{37}\text{Cl} \mapsto e^- + {}^{37}\text{Ar} \quad (1.7)$$

nachzuweisen.

Mit diesem Experiment sollte zunächst das Modell der Energieerzeugung in der Sonne untersucht werden [Bah76]. Für die Reaktion (1.7) ist eine Neutrinoenergie von mindestens 0,81 MeV notwendig. Die Energie wird in der Sonne in einer mehrstufigen Reaktion, welche sich als

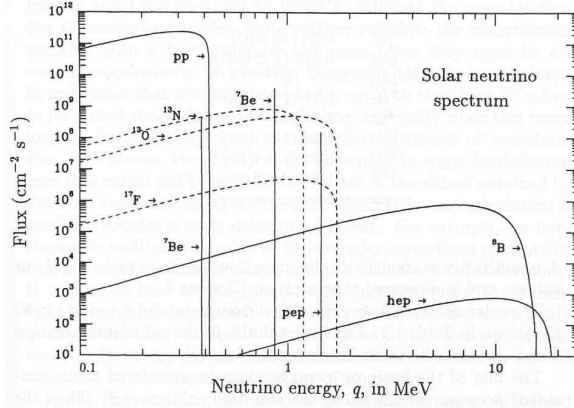


Abb. 1.2: Das solare Neutrinospektrum. Ray Davis konnte in seinem ${}^{37}\text{Cl}$ -Experiment nur Neutrinos mit $E > 0,8 \text{ MeV}$ detektieren.

über die Auger-Elektronen nach. Er fand allerdings immer nur etwa $1/3$ so viele ${}^{37}\text{Ar}$ -Atome, wie vom Standard-Sonnenmodell (SSM) vorhergesagt [Bah89]. Die Forschung versuchte über dreißig Jahre lang, dieses Problem zu lösen. Während dieser Periode zeichnete sich mehr und mehr ab, dass weder das SSM, noch die Experimente auf der Erde, welchen scheinbar zu wenig solare Neutrinos detektierten, fehlerhaft waren. Dennoch war das SSM auf keinen Fall mit den solaren Neutrinoströmen, welche auf der Erde gemessen wurden, verträglich. MC-Simulationen des SSM Anfang der neunziger Jahre [Bah93] zeigten zum Beispiel, dass es keinen Parametersatz für das SSM gibt, welcher den von den Experimenten Kamiokande, SAGE und GALLEX gemessenen Neutrinofluss erklären konnte. In der Veröffentlichung dieser Ergebnisse weisen die Autoren darauf hin, dass „Neue Physik“ jenseits des Standardmodells der Teilchenphysik notwendig sei, um die Diskrepanz zwischen den Experimenten und der Erwartung zu verstehen. Die Neutrinomasse wurde schon als solch „Neue Physik“ diskutiert. Es gab allerdings auch alternative Erklärungsversuche, wie z.B. WIMPs im Sonneninneren, welche die Produktionsrate der ${}^8\text{B}$ -Neutrinos verringern [Bah89], ein magnetisches Moment des Neutrinos [Cis70], der Zerfall von Neutrinos [Bah72][Ber87] oder die Verletzung des Äquivalenzprinzips [Gas88]. Diese Ansätze kommen ohne Neutrinomasse aus. Über die Zeit wurden immer kleinere Obergrenzen für die Neutrinomasse gefunden:

Am 23. Februar 1987 wurden Neutrinos von der Typ-II Supernova 1987A detektiert [Sch97]. Praktisch alle Neutrinos waren vom Typ $\bar{\nu}_e$. Vom Kamiokande-Detektor wurden 11 und vom IMB-Detektor 8 Neutrinos registriert. Aus den Messungen ergab sich eine zeitintegrierte Flussdichte von etwa $5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$. Die $1,5 \cdot 10^{15} \text{ km}$ entfernte Supernova hatte also insgesamt ca. $8 \cdot 10^{57}$ Neutrinos abgestrahlt. Die Zerfallszeit des etwa 10 s langen Neutrinopulses war 4 s . Aus den Messungen sind die Energien der Neutrinos bekannt. Da Teilchen gegebener Masse umso schneller fliegen, je energiereicher sie sind, erlaubten die Messungen eine Abschätzung der $\bar{\nu}_e$ -Masse. Nimmt man an, dass die Kamiokande-Neutrinos alle gleichzeitig emittiert wurden und die Flugzeitunterschiede der massiven Neutrinos durch die unterschiedlichen Energien zustande gekommen sind, so ergibt sich eine Obergrenze von

$$m(\bar{\nu}_e) < 5,7 \text{ eV} \quad [\text{PDG04}]. \quad (1.9)$$

³ Das Sonnenmodell sagt etwa ein ${}^{37}\text{Ar}$ -Atom pro Tag voraus!

zusammenfassen lässt, erzeugt. Diese Reaktion hat aber auch Seitenarme. In einem Seitenarm von (1.8) kann ${}^8\text{B}$ entstehen. Durch den β -Zerfall von ${}^8\text{B}$ wird ein ν_e ausgesandt, welches genug Energie besitzt, um die in Gleichung (1.7) genannte Reaktion zu erlauben.

Die Wirkungsquerschnitte für die Erzeugung der verschiedenen Zustände von ${}^{37}\text{Ar}$ sind energieabhängig. Daher wurden mit dem Experiment vor allem Neutrinos aus dem β -Zerfall von ${}^8\text{B}$ aus einem Seitenarm der pp-Kette im Sonneninneren detektiert (Abb. 1.2). Man spülte die ${}^{37}\text{Ar}$ -Atome mit Helium aus den 400.000 Litern C_2Cl_4 heraus³. ${}^{37}\text{Ar}$ zerfällt mit einer Halbwertszeit von 35 Tagen durch Elektroneneinfang. Ray Davis wies ${}^{37}\text{Ar}$ -Atome

Heute ist man sich sicher, dass die Defizite in Experimenten wie Ray Davis' Experiment nur mit der Oszillation massiver Neutrinos zu erklären sind. Diese funktioniert im Prinzip folgendermaßen:

Die Flavoureigenzustände ν_α stimmen nicht mit den Masseneigenzuständen ν_i überein, sondern stellen vielmehr eine unitäre Mischung derselben dar.

$$\langle \nu_\alpha | = \sum_i U_{\alpha i} \langle \nu_i | \quad (1.10)$$

Die Masseneigenzustände $\langle \nu_i |$ entwickeln sich im Vakuum mit der Zeitabhängigkeit

$$\langle \nu_i(t) | = \exp \left(i \sqrt{p_i^2 + m_i^2} t \right) \langle \nu_i | \approx \exp(ip_i t) \exp \left(i \frac{m_i^2}{2p_i} \right) \langle \nu_i | \approx \exp(iE_i t) \exp \left(i \frac{m_i^2}{2E_i} \right) \langle \nu_i |. \quad (1.11)$$

Wenn nun die Masseneigenwerte m_i nicht alle gleich sind, so kommt es im Laufe der Zeit zu Phasenverschiebungen zwischen den Masseneigenzuständen, was über (1.10) dazu führt, dass ein anfänglich reiner Flavoureigenzustand zu einer Mischung verschiedener Flavours wird. Über das Skalarprodukt im Flavourraum kann man nun die Übergangswahrscheinlichkeiten $P(\nu_\alpha \rightarrow \nu_\beta)$ zwischen den Flavours sowie Wahrscheinlichkeiten für die Erhaltung $P(\nu_\alpha \rightarrow \nu_\alpha)$ oder das Verschwinden eines Flavours $P(\nu_\alpha \nrightarrow \nu_\alpha)$ definieren:

$$\begin{aligned} P(\nu_\alpha \rightarrow \nu_\beta) &= \langle \nu_\alpha | \nu_\beta \rangle \\ P(\nu_\alpha \rightarrow \nu_\alpha) &= \langle \nu_\alpha | \nu_\alpha \rangle \\ P(\nu_\alpha \nrightarrow \nu_\alpha) &= 1 - \langle \nu_\alpha | \nu_\alpha \rangle \end{aligned} \quad (1.12)$$

Ist nur eine Neutrinomasse von Null verschieden, so ist die Leptonzahl also keine Erhaltungsgröße mehr. Nach einer gewissen Flugstrecke kann ein Flavour verschwinden oder auch auftauchen. Diese Oszillationen sind durch drei Mischungswinkel und eine CP-verletzenden Phase in der Mischungsmatrix⁴ (1.10), ähnlich der CKM-Matrix, und durch die Massenunterschiede der Masseneigenzustände bestimmt.

Im Falle einer Zwei-Neutrino Oszillation im Vakuum ist die Wahrscheinlichkeit für den Übergang vom Flavour α zum Flavour β bei den Masseneigenzuständen i und j [Sch97]:

$$P_{\alpha \rightarrow \beta} = \sin^2(2\theta_{ij}) \sin^2 \left(1,27 \Delta m_{ij}^2 (\text{eV}^2) \frac{L(\text{km})}{E_\nu(\text{GeV})} \right) \quad (1.13)$$

Dabei sind θ_{ij} der Mischungswinkel aus der Mischungsmatrix und Δm_{ij}^2 ist die Differenz der Massenquadrate $\Delta m_{ij}^2 = |m_i^2 - m_j^2|$, welche sich aus den verschiedenen Phasen, wie in Gl. (1.11) ergibt.

Ende der neunziger Jahre zeichnete sich ab, dass hinter der „Neuen Physik“, welche für das Verschwinden der Sonnenneutrinos auf ihrem Weg zur Erde verantwortlich ist, tatsächlich die gerade beschriebene Neutrinooszillation steckt.

Seit Mitte der neunziger Jahre detektiert der Superkamiokande-Detektor solare und atmosphärische Neutrinos. Der Detektor besteht aus 50 kt gereinigtem Wasser in einem großen Zylinder, an dessen Wänden sich Photomultiplier befinden.

Solare Neutrinos werden in Wasserdetektoren über elastische νe -Streuung und atmosphärische Neutrinos über CC-Reaktionen der Art $\nu_l + N \mapsto l + X$ detektiert. Aufgrund der erhaltenen Leptonenzahl kann man die auslaufenden Teilchen dem entsprechen Neutrino zuordnen. Mit dem

⁴ Die Mischungsmatrix der Neutrinos wird auch MNS-Matrix genannt. Man möchte damit an Maki, Nakagawa, und Sakata erinnern.

Cherenkov-Licht der Leptonen im Endzustand erhält man Informationen über Flavour, Energie, Richtung und Zeit.

Die atmosphärischen Neutrinos stammen hierbei hauptsächlich aus dem Zerfall von Pionen in der Höhenstrahlung $\pi^+ \mapsto \mu^+ + \bar{\nu}_\mu$ gefolgt vom Zerfall des Muonen $\mu^+ \mapsto e^+ + \bar{\nu}_e + \nu_\mu$ sowie den entsprechenden CP-gespiegelten Prozessen. Dies lässt ein Verhältnis des Flusses $\nu_\mu + \bar{\nu}_\mu$ zum Fluss $\nu_e + \bar{\nu}_e$ von etwa zwei erwarten. Das Experiment ergab ein zenitwinkelabhängiges Defizit von Muon(anti)neutrinos (Abb. 1.3).

Die Daten sind mit einer Zwei-Flavour Oszillation $\nu_\mu \leftrightarrow \nu_\tau$ wie in (1.13) konsistent. Der Oszillationseffekt tritt also nicht nur bei solaren Neutrinos auf. Nach 1489 Tagen Messdauer konnten die Parameter in (1.13) mit 90% C.L. auf $1,9 \cdot 10^{-3} < \Delta m_{23}^2 < 3 \cdot 10^{-3} \text{ eV}^2$ und $\sin^2(2\theta) > 0,9$ eingeschränkt werden [Ash04].

Das Sudbury Neutrino Observatory (SNO) hat solare Neutrinos über die Reaktionen

$$\begin{aligned} \nu_e + d &\mapsto p + p + e^- & (\text{CC}) \\ \nu_x + d &\mapsto p + n + \nu_x & (\text{NC}) \\ \nu_x + e^- &\mapsto \nu_x + e^- & (\text{ES}) \end{aligned} \quad (1.14)$$

in 1000 Tonnen schwerem Wasser nachgewiesen. Auf diese Weise konnte SNO alle drei Flavours detektieren. Die CC-Reaktion funktioniert nur mit ν_e , während die NC- und EC-Reaktionen auf alle drei Neutrinoarten sensitiv sind. Mit den drei Reaktionen können Neutrinos aus dem β -Zerfall von ^8B aus einer Seitenreaktion der pp-Kette in der Sonne detektiert werden.

Die Daten zeigen zum einen, dass der *gesamte* Fluss der ^8B -Neutrinos sehr gut mit der Vorhersage des SSM übereinstimmt ($\Psi_{\nu_e} \approx 1/3(\Psi_{\nu_e} + \Psi_{\nu_\mu} + \Psi_{\nu_\tau})$, vgl. Abb. 1.4) und dass Elektroneneutrinos in andere Flavours oszillieren können. Das SNO-Resultat wird als die Lösung des Rätsels der solaren Neutrinos angesehen. Die Neutrinos, welche von Ray Davis nicht detektiert wurden, waren präsent, sie hatten sich auf dem Weg zur Erde lediglich in Mu- oder Tauneutrinos verwandelt (Abb.1.4), und dies ist exakt das, was man unter Neutrinooszillation versteht.

Im Jahre 2002 wurde im KamLAND-Experiment das Verschwinden von $\bar{\nu}_e$ -Reaktorneutrinos untersucht. Die Reaktoren hatten typischerweise eine Distanz von 180 km zum Detektor, was mit der geringeren Energie der Neutrinos einem L/E wie bei solaren Neutrinos entsprach. Dieses Experiment ergibt eine $\bar{\nu}_e \leftrightarrow \bar{\nu}_\mu$ Oszillation mit der Wahrscheinlichkeit $P(\bar{\nu}_e \leftrightarrow \bar{\nu}_\mu) < 1$. Der beste Fit wurde mit den Parametern $\sin^2(2\theta) = 0,833$ und $\Delta m^2 = 5,5 \cdot 10^{-5} \text{ eV}^2$ erzielt [Egu03]. Bei den solaren Neutrinos spielt die verstärkte Oszillation von ν_e in andere Flavours eine Rolle (MSW-Effekt, siehe z.B. [Sch97]) eine Rolle. Mit KamLAND konnte die Hypothese der Vakuumoszillationen aufgrund der Massenunterschiede Δm_{ij}^2 bestätigt werden. Wegen der kurzen Distanz zwischen Quelle und Detektor scheiden alle alternativen Erklärungen aus.

Im K2K-Experiment wird ein 1,3 GeV Muonneutrinostrahl auf den Superkamiokande-Detektor gerichtet. Der Strahl wird hierbei im 250 km entfernten KEK-Beschleuniger erzeugt. Diese Experiment ist auf die L/E -Region der atmosphärischen Neutrinos sensitiv. Man beobachtet ein

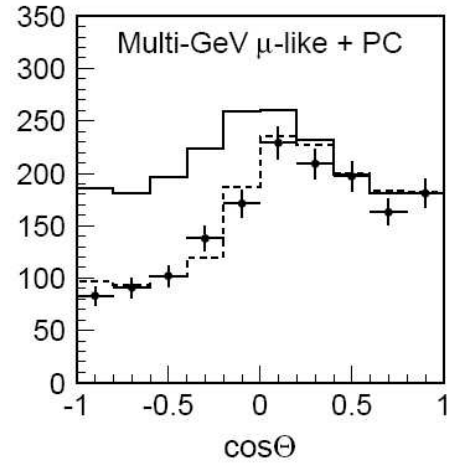


Abb. 1.3: Zenitwinkelabhängiges Defizit von ν_μ . [SK04] Die durchgezogene Linie ist die Erwartung ohne Oszillation und die gestrichelte Linie der Fit an die Daten. ν_μ , welche von unten kamen, sind einmal durch die Erde geflogen und konnten sich dabei in ν_τ umwandeln.

energieabhängiges Verschwinden von Muonneutrinos aus dem Strahl, genauso, wie man es aus der atmosphärischen Neutrinooszillation erwartet [Ali05].

Die Neutrinooszillation ist also mittlerweile so gut verstanden, dass sie sowohl im solaren, als auch im atmosphärischen Sektor „im Labor“ nachgewiesen werden kann.

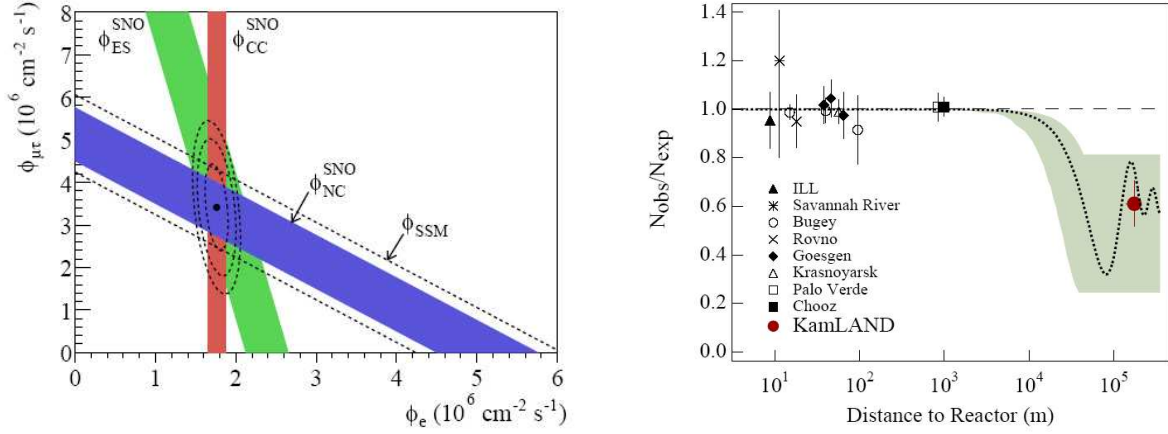


Abb. 1.4: Die Resultate von SNO und KamLAND. Links: Bei SNO stimmt der totale Neutrinofluss (Diagonale) sehr gut mit der Vorhersage des SSM überein. Der Fluss der Elektronneutrinos (\equiv CC) trägt mit etwa 1/3 zum Gesamtfluss bei [Ahm02]. Rechts: Die schattierte Region stellt die Vorhersage entsprechend der LMA (large mixing angle)-Lösung aus einer globalen Analyse der solaren Neutrinodaten dar. Die gepunktete Kurve, $\sin^2(2\theta) = 0,833$ und $\Delta m^2 = 5,5 \cdot 10^{-5}$ stellt den besten LMA-Fit dar. Die gestrichelte Kurve würde erwartet, wenn es keine Neutrinooszillationen gäbe [Egu03].

1.2 Die absolute Neutrinomasse

Die Experimente mit solaren und atmosphärischen Neutrinos haben ergeben, dass die drei Masseneigenzustände nicht alle dieselbe Masse besitzen können (vgl. Formel (1.13)). Dagegen ist die absolute Massenskala der Neutrinos bis jetzt nicht sehr eng eingegrenzt. Eine Obergrenze ist z.B. $m_{\bar{\nu}_e} < 2,3 \text{ eV}$ aus der endgültigen Analyse des Mainzer Neutrinomassenexperiment⁵ [Kra05]. Das KATRIN-Experiment wird auf Neutrinomassen von $< 0,2 \text{ eV}$ sensitiv sein. Die Messgenauigkeit hängt allerdings stark von der richtigen Kalibration des Experimentes ab. In der vorliegenden Diplomarbeit wurde Hardware entwickelt, welche diese Kalibration möglich macht.

Nimmt man für den leichtesten Masseneigenzustand $m_1 = 0$ an, so kann man auch Untergrenzen für die beiden anderen Masseneigenzustände abschätzen. Mit der Differenz $\Delta m_{12} = 5,5 \cdot 10^{-5} \text{ eV}$ aus dem KamLAND-Experiment erhält man beispielsweise $m_2 > 7,4 \cdot 10^{-3} \text{ eV}$.

Die Himmelsdurchmusterungen SDSS, 2dFGRS und WMAP haben über die Rotverschiebungen von Galaxien (SDSS, 2dFGRS) und Fluktuationen in der kosmischen Hintergrundstrahlung (WMAP) die Strukturbildung im Universum untersucht. Demnach leben wir in einem flachen Universum⁶ mit $\Omega = \rho/\rho_{\text{krit}} = 1$. Dunkle Energie, dunkle Materie und sichtbare baryonische

⁵ Das Neutrinomassenexperiment in Troisk hat eine Grenze von $m_{\bar{\nu}_e} < 2,05 \text{ eV}$ ergeben. Die Daten enthalten jedoch ein unverständliche Anomalie, welche die Datenanalyse etwas unsicherer macht.

⁶ Unser Universum lässt im Rahmen der ART global durch die Robertson-Walker Metrik beschreiben. Die zeitliche

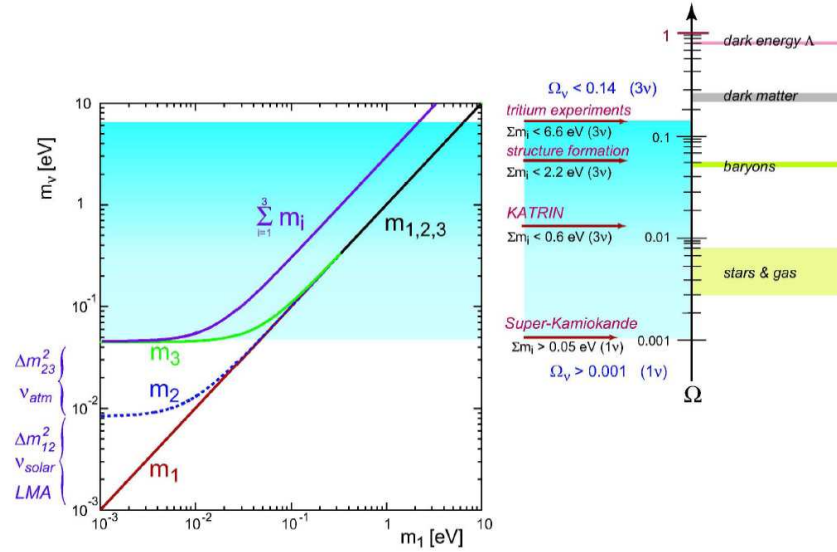


Abb. 1.5: Die unbekannte Neutrinomasse. Links: Ist die absolute Massenskala bei kleinen (großen) Absolutwerten angesiedelt, ergibt sich ein hierarchisches (degeneriertes) Massenspektrum.

Materie machen die Anteile $\Omega_\Lambda \approx 73\%$, $\Omega_m \approx 23\%$ und $\Omega_b \approx 4\%$ aus. Neutrinos sind mit einer Dichte von 112 cm^{-3} pro Flavour neben den Photonen die zweithäufigsten Teilchen im Universum ($n_\nu = 9/11 n_\gamma$) und damit viel häufiger, als Baryonen ($n_\nu/n_b \approx 10^9$). Durch den Effekt der Neutrinomasse auf das Wachstum von Strukturen im Universum sind die eben genannten kosmologischen Beobachtungen sensitiv auf die Neutrinomasse. Die nur schwach wechselwirkenden Neutrinos konnten praktisch ungehindert aus diesen Fluktuationen entkommen und auf diese Weise die Bildung von kleinskaligen Strukturen unterdrücken. Zur Zeit ist der Anteil der Neutrinos an Ω lediglich auf das Intervall $0,001 < \Omega_\nu < 0,15$ eingegrenzt (Abb. 1.5). Aus den kosmologischen Daten alleine wird nicht klar, wie schwer die Neutrinos wirklich sind. Aus einer kombinierten Analyse der WMAP, 2dFGRS und weiteren Daten erhielt eine Forschergruppe eine obere Grenze von $0,23 \text{ eV}$ pro Neutrino-Flavour [Spe03]. Eine andere Gruppe hat einen Wert von $\sum m_i = 0,56 \text{ eV}$ gefunden [All03]. In beiden Fällen wurde zum einen ein entartetes Massenspektrum der Neutrinos vorausgesetzt, zum anderen wird ein ΛCDM -Universum vorausgesetzt. Somit sind diese Ergebnisse modellabhängig.

Eine weitere Methode, um Informationen über die Neutrinomasse zu erhalten ist der neutrinolose Doppelbetazerfall ($0\nu\beta\beta$). Der $0\nu\beta\beta$ verletzt die Leptonenzahl um $\Delta L = 2$. Dieser Prozess ist nur dann möglich, wenn das Neutrino ein Majorana-Teilchen ist und eine Masse besitzt. Die Heidelberg-Moskau Kollaboration hat im Zeitraum von 1990 bis 2003 mit Detektoren aus 11 kg angereichertem ^{76}Ge nach einem solchen Zerfall gesucht. Ein Teil der Kollaboration berichtet von einer erhöhten Zählrate an der Position der $0\nu\beta\beta$ -Linie. Die Signifikanz beträgt $4,2\sigma$ [Kla04]. Der 3σ -Bereich für die effektive Neutrinomasse wird mit $0,24\text{--}0,58 \text{ eV}$ angegeben. Diese effektive Neutrinomasse hängt allerdings vom Kernmatrixelement ab, hier mussten Annahmen gemacht werden. Auf diese Weise ist die Bestimmung der Neutrinomasse mit dem $0\nu\beta\beta$ -Zerfall genauso, wie die Bestimmung über astronomische Messungen (2dGRS, SDSS, WMAP, SN1987A, ...) modellabhängig.

Entwicklung dieser ist durch die Friedmann-Gleichung gegeben. In dieser gibt es eine kritische Dichte, für welche sich eine Robertson-Walker Metrik mit Krümmung Null ergibt.

Eine modellunabhängige Methode, Neutrinomassen zu bestimmen, ist der gewöhnliche β -Zerfall. Dieser Ansatz wird, wie schon in vielen Neutrinomassenexperimenten von unserem Experiment KATRIN⁷ verfolgt. KATRIN wird allerdings das β -Spektrum von Tritium mit einer bislang unerreichten Sensitivität von 0,2 eV vermessen (Abb. 1.5).

Die effektive Neutrinomasse aus dem $0\nu\beta\beta$ -Zerfall ist durch

$$m_{ee} = \left| \sum_{i=1}^3 |U_{ei}^2| \cdot e^{i\alpha_i} \cdot m_i \right| \quad [\text{KDR04}] \quad (1.15)$$

gegeben. Die Majorana-Phasen α_i sind allerdings noch nicht bekannt, was zu partiellen Auslöschungen in der Summe (1.15) führen kann. In der Analyse des β -Spektrums bei KATRIN wird $m_{\bar{\nu}_e}^2$ der Fitparameter sein, dieser lässt sich als gewichteter Mittelwert der Masseneigenzustände schreiben.

$$m_{\bar{\nu}_e}^2 = \sum_{i=1}^3 |U_{ei}|^2 \cdot m_i^2 \quad [\text{KDR04}] \quad (1.16)$$

In dieser Summe treten keine Auslöschungen auf. Wenn man bedenkt, dass die Massendifferenzen Δm^2 sehr klein sind, lässt sich also die absolute Massenskala der Neutrinos mit dem KATRIN-Experiment bestimmen [KDR04]. Mit dieser Information ist es möglich, zu entscheiden, ob das Massenspektrum der Neutrinos entartet, oder hierarchisch ist. Entsprechend gibt es verschiedene Modelle, welche versuchen, die Neutrinomasse zu erklären. Modelle vom Typ Seesaw I erklären die Neutrinomasse mit einer Lagrangedichte, welche für Neutrinos neben einem Dirac-Massenterm noch einen Majorana-Massenterm für ein hypothetisches, rechtshändiges Neutrino mit einer Masse im GUT-Bereich beinhaltet [Sch97]. Ein solcher Massenterm entspricht nach der feldtheoretischen Interpretation dem Übergang $l \leftrightarrow \bar{l}$ und ist daher für geladene Fermionen verboten und verletzt die Leptonenzahl um $\Delta L = 2$. Die Diagonalisierung der zugehörigen Massenmatrix liefert für jede Generation ein sehr leichtes, und ein superschweres Neutrino mit $m \approx m_{GUT}$. Die Eigenzustände haben die Eigenschaft $\nu = \bar{\nu}$ [Kay03]. Seesaw I Modelle sagen ein hierarchisches Massenspektrum voraus. Andere Modelle, wie Seesaw II-Modelle sagen ein entartetes Massenspektrum voraus. Die größte Neutrinomasse beträgt in hierarchischen Modellen etwa $\sqrt{\Delta m_{atm}^2} \approx 0,05$ eV [Alt03].

⁷ Karlsruhe Tritium Neutrino Experiment

Die Gliederung dieser Arbeit

Die vorliegende Arbeit ist wie folgt gegliedert:

Kapitel 2: Hier wird das KATRIN-Experiment vorgestellt. Die physikalische Grundlage sowie das Messprinzip werden erläutert. Mit diesem Kapitel soll ein Überblick über das Gesamtexperiment geschaffen werden.

Kapitel 3: Die Notwendigkeit und die Möglichkeiten zur Kalibration des KATRIN-Experimentes werden in Kapitel 3 vorgestellt. Hier wird auch die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle vorgestellt. Der Leser erfährt in diesem Kapitel, welche Rolle das im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaute Gaseinlasssystem für die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle spielt.

Kapitel 4: Weil das im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaute Gaseinlasssystem eine Ultrahochvakuumanlage ist, werden in diesem Kapitel einige Begriffe und physikalische Phänomene zum besseren Verständnis dieser Diplomarbeit erläutert.

Kapitel 5: In diesem Kapitel wird das Gaseinlasssystem ausführlich erklärt. Man erfährt, wie die einzelnen Komponenten aufgebaut sind, bzw. wie diese funktionieren. Das Gaseinlasssystem kann in verschiedenen Modi betrieben werden. Diese werden hier begründet und erklärt.

Kapitel 6: In diesem Kapitel findet man ein Protokoll über den Zusammenbau und die Tests mit dem Gaseinlasssystem. Es wird gezeigt, dass mit dieser Ultrahochvakuumapparatur ein sehr hohes Maß an Sauberkeit erzielt werden kann.

Kapitel 7: Am Mainzer Neutrinomassenexperiment wurden bereits Experimente mit K-Konversionselektronen gemacht. Dabei wurden kleine Mengen ^{83m}Kr -Atome durch eine Kapillare geleitet. Man vermutete, dass bei Temperaturen unterhalb von etwa 130 K Krypton in dieser adsorbierte. Dieses Phänomen wurde im Rahmen dieser Diplomarbeit mit einem Testaufbau untersucht. Diese Messungen werden in Kapitel 7 vorgestellt.

Kapitel 8: Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde das Gaseinlasssystem mit einer Computersteuerung versehen. Diese wird in Kapitel 8 vorgestellt.

Kapitel 9: Gegen Ende der Diplomarbeit konnten die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle testen, indem wir mit dieser die ersten Kryptonfilme kondensiert haben. In diesem Kapitel wird erklärt, wie die Schichtdickenmessung (Ellipsometrie) dieser Filme funktioniert und die Messungen für zwei Messreihen werden vorgestellt.

Kapitel 10: Schließlich enthält das zehnte Kapitel eine Zusammenfassung der Arbeit und einen Ausblick auf die Experimente, welche im Anschluss an diese Diplomarbeit mit der kondensierten ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle durchgeführt werden sollen.

2. DAS KATRIN-EXPERIMENT

2.1 Der Tritium- β -Zerfall

KATRIN wird die Neutrinomasse als Nachfolger vieler Neutrinomassenexperimente über den β -Zerfall von Tritium (2.1) untersuchen. Das ${}^3\text{H}$ ($\equiv \text{T}$) ist dabei in einem T_2 -Molekül in der Gasphase gebunden. Eine von Null verschiedene Neutrinomasse verschiebt den Endpunkt des β -Spektrums und verändert dessen Form im Endpunktsbereich (siehe Abb. 2.1).

KATRIN wird eine Masse von 0,35 eV nach drei Jahren Messzeit mit einer Signifikanz von 5σ nachweisen können. Für eine Masse von 0,3 eV beträgt das Entdeckungspotential 3σ . Für kleine Neutrinomassen wird KATRIN eine obere Grenze von 0,2 eV mit 95% C.L. setzen können. Dies würde die Obergrenze aus dem Mainzer Neutrinomassenexperiment (Kap. 1.2) um eine Größenordnung verbessern.

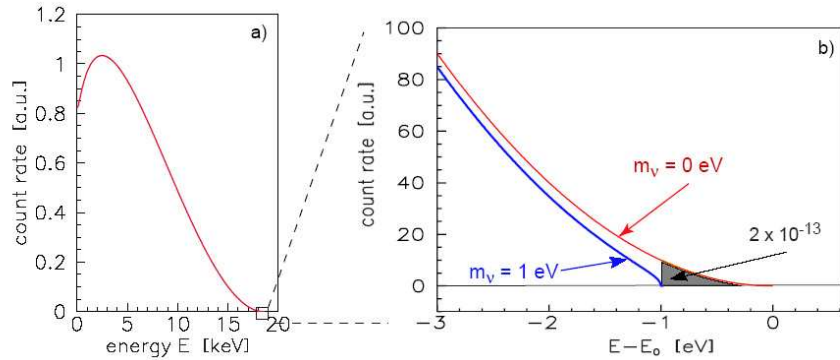


Abb. 2.1: Der Einfluss der Neutrinomasse auf das β -Spektrum. Die rechte Abbildung zeigt den Endpunkt E_0 des β -Spektrums für eine Neutrinomasse von 0 eV und 1 eV. Bei einer Neutrinomasse von 0 eV würde sich ein Anteil von nur $2 \cdot 10^{-13}$ der Elektronen im Bereich 1 eV unterhalb des Endpunktes befinden [KDR04].

Das β -Spektrum ist dabei wie folgt gegeben [Kra05]:

$$\begin{aligned} \frac{dN}{dE} &= \frac{G_F^2}{2\pi^3} \cos^2(\theta_C) |M|^2 F(E, Z+1) p(E + m_e) \\ &\times \sum_{ij} P_i(E_0 - V_i - E) |U_{ej}|^2 \sqrt{(E_0 - V_i - E)^2 - m^2(\nu_j)} \end{aligned} \quad (2.2)$$

Dabei sind G_F die Fermi-Kopplungskonstante, θ_C der Cabibbo-Winkel, M das Matrixelement für den Zerfall ($|M|^2 \approx 5,55$ [Rob88]). E ist die kinetische Energie der Elektronen, E_0 ist der Q-Wert abzüglich der Rückstoßenergie und F die Fermi-Funktion zur Berücksichtigung der Anziehung

zwischen dem geladenen Atomrumpf und dem Elektron im Endzustand. Die kleine Anzahl von Elektronen im Endzustand ${}^3\text{HeT}^+$ macht es einfach, das Anregungsspektrum (P_i, V_i) im β -Zerfall zu berechnen. Dabei ist P_i die Wahrscheinlichkeit, einen Zustand mit der Energie V_i anzuregen.

Bei KATRIN werden Anregungen mit kleinen Anregungsenergien eine Rolle spielen, weil diese sich in der Nähe des Endpunktes bemerkbar machen. Dies sind Rotationen oder Vibrationen. Elektronische Anregungen erfordern mindestens 27 eV und wirken sich so nicht auf den Bereich des Spektrums aus, der für die Bestimmung der Neutrinomasse eine Rolle spielt [KDR04].

Ist die effektive Masse (1.16) des Elektronantineutrinos von Null verschieden, so verschiebt sich der Endpunkt des Spektrums (2.2) entsprechend zu kleineren Energien und ändert seine Form in der Endpunktsregion. Dieser Effekt ist allerdings sehr klein (Abb. 2.1).

Tritium eignet sich aus verschiedenen Gründen besonders gut für die Bestimmung der Neutrinomasse über den β -Zerfall. 1) Der Zerfall (2.1) ist übererlaubt, d.h. das Spektrum ist vollständig durch das Phasenraumelement bestimmt. 2) Das β -Spektrum von Tritium besitzt mit 18,6 keV den zweitniedrigsten Endpunkt in der Natur. Der Anteil des Spektrums nahe dem Endpunkt ist proportional zu $(1/E_0)^3$. Auf diese Weise kann man mit Tritium in der Endpunktsregion die höchsten Zählraten aller β -Strahler erzielen. Nur das β -Spektrum von ${}^{187}\text{Re}$ hat eine kleinere Endpunktsenergie, bei ${}^{187}\text{Re}$ beträgt die Halbwertszeit jedoch $5 \cdot 10^{10}$ Jahre gegenüber 12,3 Jahren bei Tritium. 3) Die Endzustände sind wegen des kleinen Z leicht zu berechnen. 4) Bei einem kleinen Z spielen inelastische Streuprozesse in der Quelle nicht so eine große Rolle, wie bei einem großen Z .

2.2 Das Gesamtexperiment

In Abbildung 2.1 erkennt man, dass sich bei einer Neutrinomasse von Null nur der Anteil $2 \cdot 10^{-13}$ aller β -Elektronen im Bereich 1 eV unterhalb des Endpunktes befinden würden. Nur in diesem Bereich hat die Neutrinomasse einen Einfluss auf das Spektrum. Daher ist für das KATRIN-Experiment eine Quelle mit hoher Aktivität notwendig.

Die Standard-Quelle von KATRIN wird die Fensterlose Gasförmige Tritiumquelle (WGTS)¹ (Abb. 2.3) am Anfang des Gesamtaufbaus (Abb. 2.2) sein. Die β -Elektronen werden durch Magnetfelder von der WGTS durch zwei hintereinander geschaltete Spektrometer, das Vorspektrometer und das Hauptspektrometer, zum Detektor geleitet. Die Funktionsweise der beiden Spektrometer soll erst im nächsten Kapitel erklärt werden. Hier sei nur erwähnt, dass die Spektrometer alle β -Elektronen oberhalb einer bestimmten, festen Energieschwelle durchlassen. Diese Energieschwelle ist beim Vorspektrometer so gewählt, dass nur die β -Elektronen der letzten 300 eV aus dem Spektrum transmittiert werden. Auf diese Weise reduziert man den Fluss von Elektronen in das Hauptspektrometer. Dies ist notwendig, weil die Elektronen im Hauptspektrometer Sekundärelektronen und damit Untergrund erzeugen können. Das β -Spektrum wird vermessen, indem entweder das Startpotential der Elektronen in der WGTS, oder die Energieschwelle des Hauptspektrometers variiert wird. Welche Methode tatsächlich genutzt wird, ist noch zu klären.

Hinter dem Hauptspektrometer befindet sich der Detektor für die transmittierten Elektronen.

Die WGTS ist ein 10 m langes zylindrisches Rohr mit einem Durchmesser von 90 mm, in welchem sich gasförmiges T_2 als Quelle für die β -Elektronen befindet (Abb. 2.3). Dieses Rohr wird bei einer Temperatur von 27 K gehalten. Die niedrige Temperatur bewirkt u.a. eine Erhöhung der Tritiumdichte bei gegebenem Druck. Das Tritium mit einer Isotopenreinheit von konstant über 95% wird in der Mitte der WGTS durch 250 Löcher mit je 2 mm Durchmesser bei einem Druck

¹ windowless gaseous tritium source

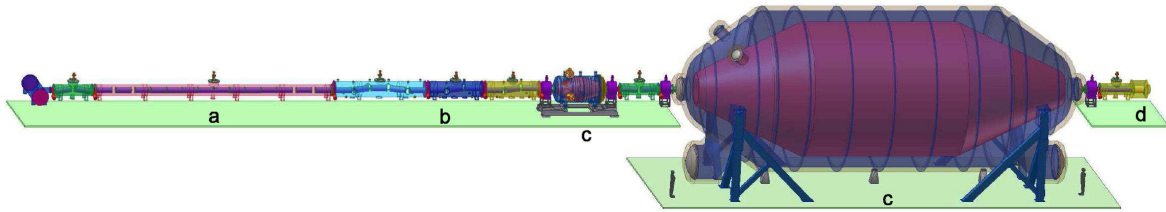


Abb. 2.2: Gesamtansicht von KATRIN. a) Fensterlose Gasförmige Tritiumquelle (WGTS) b) Differentielle Pumpstrecke (DPS) und Kryopumpstrecke (CPS) c) Vorspektrometer und Hauptspektrometer d) Detektor. Der gesamte Aufbau wird etwa 70 m lang sein.

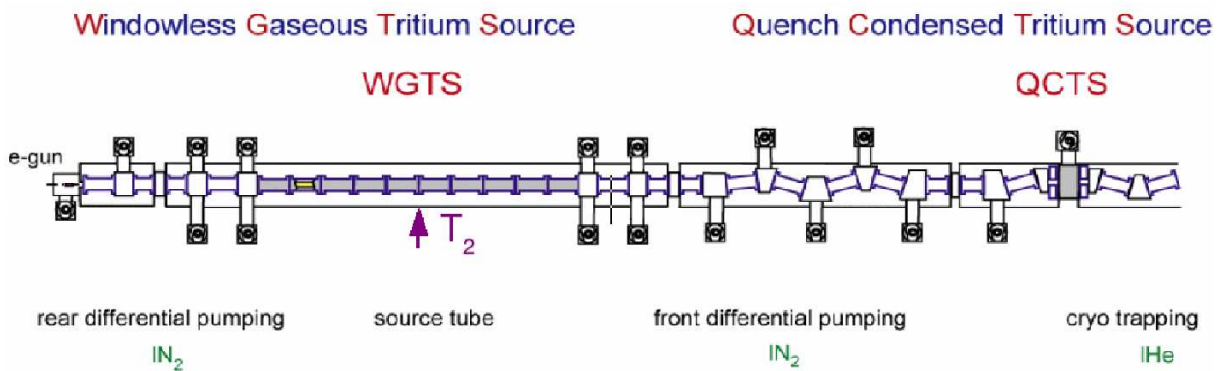


Abb. 2.3: WGTS und die differentiellen Pumfstrecken. Das Tritium wird in der Mitte der WGTS mit einem Druck von $3,35 \cdot 10^{-3}$ mbar eingelassen und an den Enden wieder abgepumpt (DPS1-R, DPS1-F). Der gesamte Aufbau, welcher in der Abbildung dargestellt ist, befindet sich in supraleitenden Solenoiden, welche Führungsfelder für die β -Elektronen erzeugen. In der WGTS leitet ein 3,6 T starkes Magnetfeld die β -Elektronen zu den Enden. Im Transport System übernimmt ein 5,6 T starkes Magnetfeld die Führung. Hier wird Tritium in einer differentiellen Pumpstrecke (DPS2-F) und Kryopumpstrecke (CPS1-F, CPS2-F) abgepumpt. Das Rear System beinhaltet Elektronenkanonen, mit denen systematische Effekte in der WGTS und die Transmissionsfunktion des Hauptspektrometers studiert werden sollen. Mit QCTS ist die Position einer alternativen Quelle für β -Elektronen bezeichnet. Diese Quelle würde aus schockgefrorenem Tritiumgas bestehen.

von $3,35 \cdot 10^{-3}$ mbar eingelassen, bis zu den Enden der WGTS wird dieser Druck bis auf etwa $4 \cdot 10^{-5}$ mbar reduziert. Die Aktivität des Tritiums in der WGTS wird um die 10^{11} Bq liegen.

Die differentiellen Pumpstrecken haben die Aufgabe, den Fluss von Tritium in das Vorspektrometer auf ca. 10^{-14} mbar·l/s zu reduzieren. Dies ist wichtig, weil T_2 , welches erst im Hauptspektrometer zerfiel, dazu führen würde, dass die Form des gemessenen β -Spektrum verfälscht würde. Der Tritium-Partialdruck soll im Hauptspektrometer unter 10^{-20} mbar liegen. Die Reduktion des T_2 -Druckes um 17 Größenordnungen, ohne eine Wand o.ä. ist neben der Konstruktion der Spektrometer eine der größten Herausforderungen für die KATRIN-Kollaboration.

Die WGTS und die differentielle Pumpstrecke werden sich vollständig in supraleitenden Solenoiden befinden, welche Führungsfelder für die β -Elektronen erzeugen und diese aus der WGTS durch die differentielle Pumpstrecke in Richtung Spektrometer leiten.

Die erste differentielle Pumpstrecke außerhalb der WGTS, die DPS2-F wird den Tritium-Fluss um einen Faktor 10^5 reduzieren (Abb. 2.3). Die Pumpen sitzen dabei in Winkeln. Die β -Elektronen werden vom Magnetfeld durch die Biegungen geleitet, das elektrisch neutrale Tritium trifft mit einer relativ hohen Wahrscheinlichkeit auf eine der Pumpen in den Winkeln. Die Rohre der anschließenden Kryopumpstrecke werden bei 4,5 K gehalten und sind innen mit einer dünnen Schicht aus Argon-Schnee bedeckt. Dadurch erhöht sich die effektive Oberfläche und damit auch die Pumpleistung und Kapazität. In diesem Teil wird in einem 60 Tage dauernden Messzyklus 1Ci adsorbiert.

Am hinteren Ende der WGTS (links in Abb. 2.3) befinden sich ein Detektor zur Überwachung der Aktivität in der WGTS, sowie Elektronenkanonen, mit denen systematische Effekte in der WGTS und die Transmissionsfunktion des Hauptspektrometers studiert werden sollen.

Nach den differentiellen Pumpstrecken gelangen die β -Elektronen in das Vorspektrometer. Das Vorspektrometer besitzt eine Energieauflösung von 100 eV. Mit Auflösung ist hierbei die Breite der Stufe zwischen „Sperrbereich“ und „Durchlassbereich“ gemeint (Abb. 2.4).

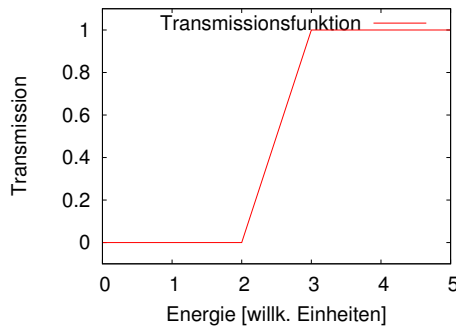


Abb. 2.4: Die Transmissionsfunktion. β -Elektronen oberhalb der Stufe werden durchgelassen. Die Auflösung ist durch die Breite der Stufe gegeben.

Das Ende des „Durchlassbereiches“ liegt beim Vorspektrometer bei 300 eV ($E=2$ in Abb. 2.4). Die letzten 200 eV des Spektrums werden unverändert durchgelassen. Dadurch reduziert sich der Fluss von β -Elektronen in das Hauptspektrometer um den Faktor 10^6 .

Nun treten die β -Elektronen in das Hauptspektrometer ein. Dieses besitzt eine Energieauflösung von 0,93 eV. Ist die Energie des β -Elektrons groß genug, so kann es das Hauptspektrometer passieren.

Nach den beiden Spektrometern werden die β -Elektronen zum Detektor geleitet. Der Detektor wird sich in einem 3T starken Magnetfeld befinden. Damit der Detektor die Elektronen aus dem gesamten magnetischen Flussschlauch detektieren kann, wird dieser einen Durchmesser von etwa 9 cm besitzen. Die Besonderheit unseres Detektors wird seine Segmentierung sein. Der Detektor wird in mehrere hundert Segmente mit einer Fläche von jeweils $10 - 20 \text{ mm}^2$ unterteilt sein. Kennt man die Position eines β -Elektrons in der Detektorebene, so ist es möglich, dessen Weg durch den gesamten Aufbau vom Detektor, durch die Spektrometer bis zur Quelle zurückzuverfolgen. Auf diese Weise können verschiedene systematische Effekte in die Analyse einbezogen werden. Mit den Elektronen aus der Elektronenkanone wird man zum einen Inhomogenitäten in der Analysierebene des Hauptspektrometers untersuchen können. Zum anderen wird es möglich sein, die radiale Homogenität des Potential

in der WGTS während der Tritium-Messungen zu studieren. Sollten die Elektronenbahnen am Rande des magnetischen Flussschlauches im Spektrometer einen zu großen Untergrund aufweisen, so kann man die entsprechenden Segmente aus der Analyse herausnehmen. Die Elektronen werden zum Detektor hin nachbeschleunigt, damit sie bei einer Energie detektiert werden, bei welcher der Untergrund kleiner ist [KDR04].

2.3 Das Messprinzip

Bei KATRIN wird, wie bei den Neutrinomassenexperimenten in Mainz und Troitsk ein sogenannter MAC-E Filter² (Abb. 2.5) benutzt. Dieser Spektrometertyp wurde in [Bea80] erstmals vorgeschlagen und später für die Neutrinomassenexperimenten in Mainz und Troitsk unabhängig entwickelt und eingesetzt [Pic90][Lob85a][Lob85b][Pic90].

Dieser Spektrometertyp hat gegenüber magnetischen Spektrometern den Vorteil einer sehr guten Auflösung bei maximaler Akzeptanz von nahezu 2π (Abb. 2.5).

Ein MAC-E Filter besteht aus einem in etwa zylindrischen Vakuumtank, an dessen beiden Stirnseiten jeweils ein Solenoid platziert ist (Abb. 2.5). Im Tank weitet sich der magnetische Flussschlauch auf, das Magnetfeld wird schwächer. Das elektrische Feld im Spektrometer ist so geformt, dass die Kraft, welche auf die Elektronen wirkt, möglichst parallel zu den Magnetfeldlinien ist. Bis zur Symmetrieebene (\equiv Analysierebene) werden die Elektronen abgebremst. Haben die Elektronen genug Energie, um die Analysierebene zu passieren, so werden sie aus dem Spektrometer heraus wieder auf ihre Ursprungsenergie beschleunigt.

Ein Elektron, welches in das Spektrometer eintritt, gyriert um die Magnetfeldlinien, bzw. seine mittlere Flugrichtung. Nun kann man die kinetische Energie E in eine Komponente E_{\parallel} , welche von der Bewegung parallel zu den Magnetfeldlinien, und in eine Komponente E_{\perp} , welche von der Gyration um die Magnetfeldlinien stammt, aufspalten.

$$E_{\parallel} = E \cdot \sin^2(\theta) \quad E_{\perp} = E \cdot \cos^2(\theta) \quad \text{wobei} \quad \cos^2(\theta) = \frac{\vec{B} \cdot \vec{v}}{|\vec{B}||\vec{v}|} \quad (2.3)$$

Mit diesen Definitionen kann man das magnetische Moment, welches von der Gyration um die Magnetfeldlinien stammt, als

$$\mu = \frac{E_{\perp}}{B} = \text{const.} \quad (2.4)$$

schreiben. Dieses ist erhalten³. Wird das Magnetfeld schwächer, so muss auch E_{\perp} kleiner werden. Zur Mitte des Spektrometers hin fliegen die Elektronen nahezu parallel zu den magnetischen Feldlinien. In der Analysierebene ist das Potential für die Elektronen am größten. Damit ein Elektron die Analysierebene passieren kann, muss es die Bedingung

$$E_0 - E_{\perp} = E_{\parallel} > e(U_q - U_0) \quad (2.5)$$

erfüllen. Dabei sind U_q und U_0 das Potential in der Elektronenquelle bzw. Analysierebene, E_0 ist die kinetische Energie, welches das Elektron in der Quelle hat, und E_{\parallel} ist die Komponente der kinetischen Energie entlang der Magnetfeldlinien.

² magnetic adiabatic collimation combined with an electrostatic filter

³ Genauer ist für relativistische Teilchen $(\gamma + 1) \cdot E_{\perp} / B$ die adiabatische Invariante.

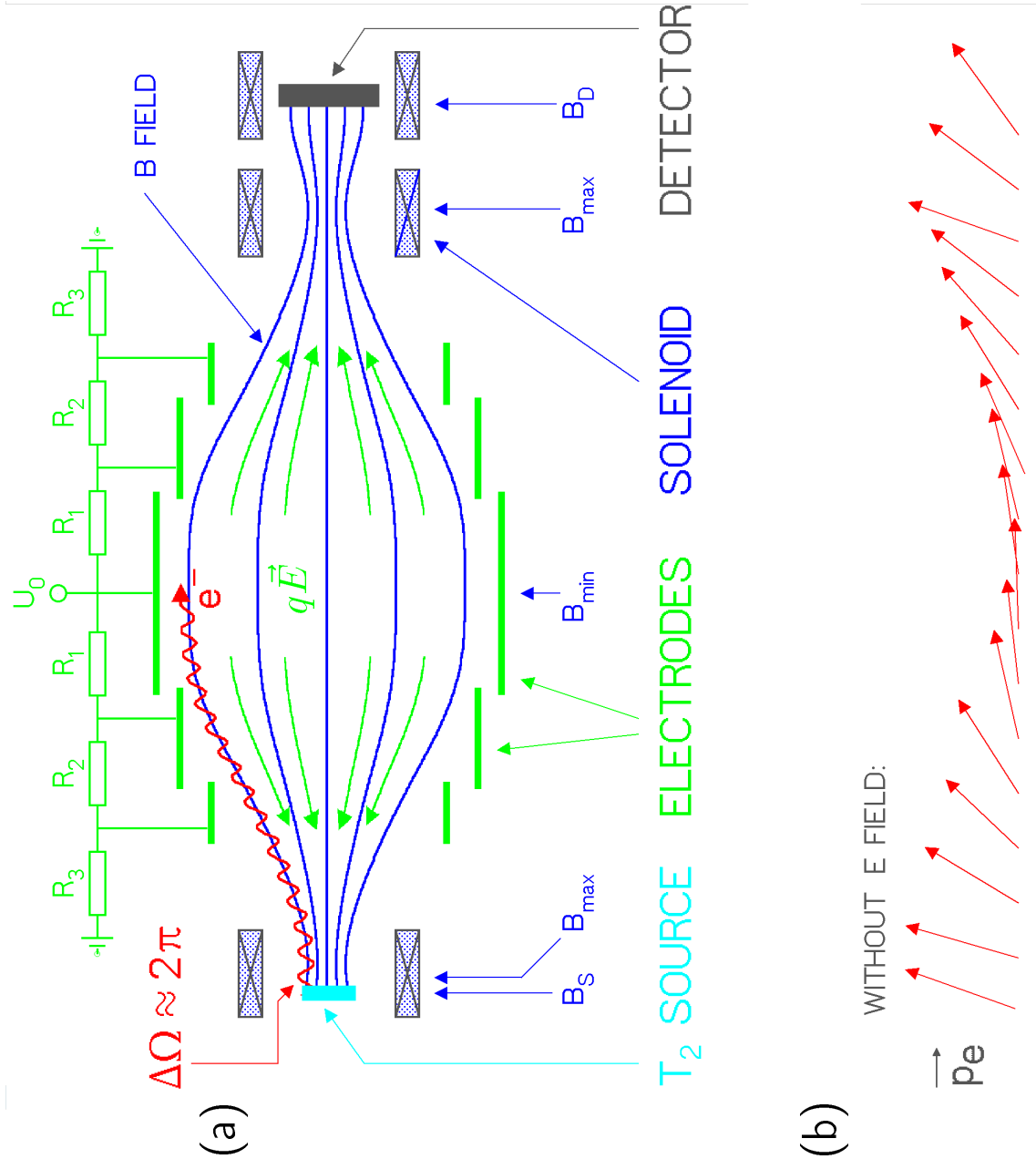


Abb. 2.5: Das Prinzip des MAC-E Filters. a) Es werden β -Elektronen aus einem Raumwinkel von nahezu 2π akzeptiert. Im Spektrometer weitet sich der magnetische Flussschlauch auf, das Magnetfeld wird zur Mitte des Spektrometers hin schwächer. Dadurch nimmt nach (2.4) die Komponente E_{\perp} ab. **b)** Der Impuls der Elektronen steht mit wachsender Nähe zur Analysierebene zunehmend parallel zu den elektrischen Feldlinien. Dadurch kann ein Maximum an E_{\parallel} in potentielle Energie umgewandelt werden. Quelle: [KDR04]

Die Auflösung des Spektrometers ist durch die Energie E_{\perp} begrenzt, welche in der Analysierebene durch das elektrische Feld nicht in potentielle Energie umgewandelt werden konnte. So ergibt sich aus (2.4) für ein MAC-E Spektrometer eine Auflösung von

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{B_{\text{A-Ebene}}}{B_{\text{max}}}. \quad (2.6)$$

Damit die rechte Seite von (2.6) klein ist, muss sich der magnetische Flussschlauch im Spektrometer stark ausweiten können. Daher muss ein MAC-E Filter mit hoher Auflösung groß sein. Die minimale Magnetfeldstärke sollte allerdings größer, als das Erdmagnetfeld sein. Das Hauptspektrometer des KATRIN-Experimentes mit einer Auflösung von 0,93 eV bei 18,6 keV wird von Flansch zu Flansch 23,3 m lang sein und wird einen Innendurchmesser von 9,8 m haben.

Elektronen, welche erst im Spektrometer freigesetzt werden, verfälschen das β -Spektrum. Diese können entweder die Analysierebene überwinden, wenn sie in deren Nähe entstehen, oder werden sofort in Richtung Detektor beschleunigt, wenn die in der Hälfte des MAC-E Filters entstehen, welche dem Detektor zugewandt ist. Solche Elektronen können z.B. durch Höhenstrahlung in den Edelstahlwänden des MAC-E Filters, durch natürliche Radioaktivität, durch Ionisation des Restgases oder durch Zerfall von Tritium im MAC-E Filter entstehen. Zur Abschirmung der Elektronen aus den Wänden werden sich nahe den Wänden zwei Schichten von Elektroden aus feinen Drähten auf etwa -100 V und -200 V gegenüber den Spektrometerwänden befinden. Mit diesen Elektroden kann auch das Potential im Spektrometer feinreguliert werden. Alle Materialien werden aufgrund ihrer magnetischen und radioaktiven Eigenschaften, sowie deren Vakuumtauglichkeit ausgewählt. Spezielle Pumpstrecken sorgen dafür, dass kein Tritium in das Spektrometer gelangt. Im Spektrometer wird ein Druck von etwa 10^{-12} mbar herrschen und alle β -Elektronen, bis auf die aus den letzten 300 eV des Spektrums werden vom Vorspektrometer (Abb. 2.2c)) herausgefiltert. Der Fluss von β -Elektronen ins Hauptspektrometer wird etwa 10^4 s^{-1} betragen. Die Drahtelektrode hat noch eine weitere Aufgabe: Das Spektrometer kann für positiv geladene Teilchen als Penningfalle wirken. Es wird sich nicht ganz vermeiden lassen, dass es entlang der Magnetfeldlinien Potentialminima und Maxima geben wird. Dieses stellen ebenfalls Penningfallen für Teilchen im Spektrometer dar. Die in den Penningfallen gefangenen Teilchen könnten eine lange Wegstrecke im Spektrometer zurücklegen, viele Teilchen ionisieren und so den Untergrund erhöhen. Die Drahtelektrode soll von Zeit zu Zeit als elektrischer Dipol betrieben werden. Dadurch werden die in den Penningfallen gefangenen Ionen aus dem Flussschlauchbereich entfernt.

3. ÜBERWACHUNG DER RETARDIERUNGSSPANNUNG VON KATRIN

3.1 Das Prinzip

Für jede Messung des β -Spektrums muss ein präziser Wert der Retardierungsspannung des KATRIN-Hauptspektrometers bekannt sein. Eine Fluktuation der Retardierungsspannung mit einer Standardabweichung von σ führt über die Beziehung

$$\Delta m_\nu^2 = -2\sigma^2 \quad (3.1)$$

zu einer systematischen Verschiebung des Neutrinomassenquadrates zu kleineren Werten führen [Rob88] (Anhang A). Misst man die Retardierungsspannung jedoch genau und detektiert die Fluktuationen, so kann man in der Analyse des β -Spektrums berücksichtigen, welche Werte die Retardierungsspannung tatsächlich hatte. Auf diese Weise kann man die Verfälschung des Parameters $m_{\bar{\nu}_e}$ durch die Beziehung (3.1) unterdrücken.

Um die Ungenauigkeit von $m_{\bar{\nu}_e}^2$ durch die Spannungsschwankungen kleiner als $0,005 \text{ eV}^2$ zu halten, dürfen über die drei Jahre Messzeit keine Schwankungen der Retardierungsspannung von mehr, als 50 mV unerkannt bleiben [KDR04]. Dies entspricht einer Genauigkeit von 3ppm. Simulationen haben gezeigt, dass eine zeitlich konstante Abweichung der Retardierungsspannung dagegen keinen signifikanten Effekt auf die gemessene Neutrinomasse hat [Kas03].

Für die Vermessung des β -Spektrums wird entweder das Retardierungspotential des Spektrometers konstant gehalten und das Potential der WGTS in der Größenordnung 100 eV variiert. Oder das Retardierungspotential des Spektrometers wird bei konstanter Quellspannung variiert. Für die Spannung der WGTS, im Bereich von bis zu 100 V, sind auf dem Markt Messgeräte mit hinreichender Genauigkeit und Langzeitstabilität erhältlich.

Möchte man Spannungen im 20 kV-Bereich, wie die des Hauptspektrometers, mit hoher Genauigkeit messen, so muss man diese zunächst mit einem Spannungsteiler herunterteilen. Es existiert jedoch kein kommerzieller Spannungsteiler für den Bereich von 18,6 keV mit einer Langzeitstabilität im ppm-Bereich. Zu diesem Zweck wurde in Zusammenarbeit mit der PTB Braunschweig ein

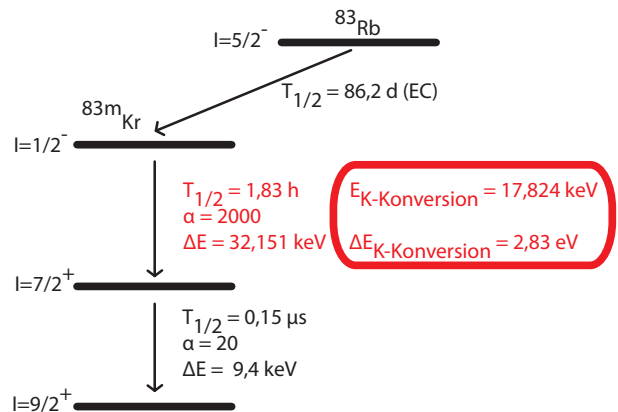


Abb. 3.1: Elektroneneinfang: ^{83}Rb nach ^{83}Kr . Beim Übergang in das Niveau bei 9,4 keV werden 32151,05 keV frei. Der Konversionsfaktor für K-Konversionselektronen ist 2000. Beim Zerfall von Rb entsteht in 75% $^{83\text{m}}\text{Kr}$. Die übrigen Niveaus sind hier nicht dargestellt.

neuer Spannungsteiler entwickelt, welcher Spannungen bis zu 35 kV auf unter 10 V herunterteilen kann. Dieser Spannungsteiler soll eine Langzeitstabilität von wenigen ppm aufweisen [Thu06]. Der Spannungsteiler wird an der PTB Braunschweig zunächst absolut geeicht werden. Für das KATRIN-Experiment muss aus den oben genannten Gründen aber sichergestellt werden, dass das Teilungsverhältnis des Spannungsteilers bis auf den ppm-Bereich zeitlich konstant ist. Hierzu, und zur redundanten Überwachung der Retardierungsspannung des Hauptspektrometers ist ein natürlicher Standard nötig.

In der KATRIN-Kollaboration gibt es verschiedene Ansätze, einen solchen natürlichen Standard zu realisieren [KDR04]:

Die Am/Co-Quelle: Diese Kalibrationsquelle der Prager KATRIN-Gruppe wurde bereits getestet, die Resultate sind allerdings noch nicht veröffentlicht. Bei dieser Kalibrationsquelle schlagen Photonen mit der Energie $26344,6 \pm 0,2$ eV aus einem Kernübergang von ^{241}Am Elektronen aus der K-Schale von Kobalt. Das ^{241}Am hat eine Halbwertszeit von 432 Jahren. Die Elektronen sind in der K-Schale mit einer Energie von $7708,78 \pm 0,02$ eV gebunden. Die Photoelektronen werden mit einer Energie von 18635,8 eV emittiert, was 60 eV oberhalb Ende des Endpunktes des Tritium-Spektrums liegt. Die Linienbreite $\Gamma = 1.3$ eV ist durch die Lebensdauer des K-Lochs bestimmt. Diese Quelle hat den Nachteil einer mit ≈ 2 Hz sehr geringen Zählrate bei gleichzeitig signifikantem Untergrund (von der höheren γ -Linie von ^{241}Am mit $E_\gamma = 59,537$ eV stammend).

Möchte man Fluktuationen der Retardierungsspannung des Spektrometers auf einem Niveau von < 50 mV detektieren, so sollte die Genauigkeit der Bestimmung der Linienlage der Kalibrationslinie kleiner als dieser Wert sein, da noch andere Unsicherheiten, wie z.B. die des Hochspannungssystems, hinzukommen. Wenn man bei der Messung der Kalibrationslinie vereinfacht von einer lorentzförmigen Linie mit Standardabweichung σ ausgeht, dann ist die Genauigkeit ΔE der Lage der Linie bestimmt durch die Anzahl der Ereignisse N :

$$\Delta E = \frac{\sigma}{\sqrt{N}} \quad (3.2)$$

Fordert man z.B. eine Genauigkeit der Bestimmung der Lage der Kalibrationslinie von $\Delta E = 20$ meV, so würde mit $\sigma = 2$ eV (Lorentzbreite der Am/Co-Linie und Energieauflösung des Monitorspektrometers) und einer Zählrate von $\dot{N} = 2$ Hz eine Messzeit von 5000 s nötig sein. Berücksichtigt man noch, dass bei der Messung mit einem MAC-E-Filter die Linie mit variabler Analysierenergie abgefahren werden muss (nicht immer volle Zählrate) und dass die Linie auf einem mindestens ebenso hohen Untergrund sitzt, so kann man grob von 10 Stunden Messzeit, die für eine Kalibration nötig ist, ausgehen. Dies erscheint ausreichend, um den Hochspannungsteiler von Zeit zu Zeit zu überprüfen, läßt aber keine Kontrolle von Kurzzeitfluktuationen der Energiekalibration zu.

Auger-Elektronen von ^{109}Cd : Diese Kalibrationsquelle ist bis zu diesem Zeitpunkt gänzlich ungetestet. Nach dem Elektroneneinfang von ^{109}Cd , wobei ^{109}Ag entsteht, werden in 9% aller Fälle $\text{KL}_2\text{L}_3(^1\text{D}_2)$ Auger-Elektronen mit einer Energie von 18,511 keV frei. Die Breite der Auger-Linie ist mit 11,2 eV um ein Vielfaches größer, als die Schwankungen, welche man detektieren möchte. Man erwartet, dass eine dünne, metallische ^{109}Cd -Quelle mit einer Aktivität von 200 kBq produziert werden kann. Mit einer solchen Quelle kann man die Rate R der Auger-Elektronen abschätzen [Kaw87]:

$$R = A \cdot \eta_s \cdot I(\text{KLL}) \cdot I(\text{KL}_2\text{L}_3(^1\text{D}_2)) \quad (3.3)$$

Dabei sind A die Aktivität der Quelle, η_s die Effizienz des Monitorspektrometers, $I(\text{KLL})$ ist die gesamte Intensität der KLL Auger-Elektronen und $I(\text{KL}_2\text{L}_3(^1\text{D}_2))$ der Bruchteil der $^1\text{D}_2$ -Feinstruktur Komponente. Fordert man, wie bei der

Am/Co-Quelle, dass die Lage der Kalibrationslinie mit einer Unsicherheit von 20 meV gemessen wird, so müssen $3,1 \cdot 10^5$ Auger-Elektronen detektiert werden. Dies kann mit einer ^{109}Cd -Quelle einer Aktivität von mehreren Hundert kBq in wenigen Minuten geschehen. Es bleibt aber fraglich, ob man sich auf eine Kalibration verlassen möchte, bei der die natürliche Linienbreite einen Faktor 500 der erforderlichen Genauigkeit beträgt. Es ist auch noch ungeklärt, ob diese Kalibrationsquelle chemisch über einen längeren Zeitraum stabil bleibt.

Die ^{83}Rb -Quelle: Bei der ^{83}Rb -Quelle soll ^{83}Rb auf eine Metallfolie aufgebracht werden, in dieser ^{83}Rb -Schicht wird permanent ^{83m}Kr nachproduziert (Abb. 3.1). Die Konversionselektronen des ^{83m}Kr können nun zur Kalibrierung herangezogen werden. Erste Tests einer solchen Quelle wurden am Mainzer Spektrometer von der Prager KATRIN-Gruppe kürzlich erfolgreich durchgeführt, die leider aufgrund einer geringen Zählrate zeigen, dass ein Großteil des bei dem ^{83}Rb entstehenden ^{83m}Kr nicht in der ^{83}Rb -Matrix verbleibt, sondern ins Vakuum übertritt. Wie bei der Augerelektronenquelle kann noch nicht ausgeschlossen werden, dass sich die Bindungsenergie der K-Elektronen in der Rb-Matrix im Laufe der Zeit ändert (die Halbwertszeit von ^{83}Rb beträgt 86 Tage). Wie die Augerelektronenquelle kann diese Quelle nicht am Hauptspektrometer zu Tests eingesetzt werden, da die Gefahr besteht, dass langlebiges ^{83}Rb in das Hauptspektrometer gelangt.

Die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle: Eine solche Quelle wurde bereits am Mainzer Neutrinomassenexperiment erfolgreich eingesetzt [Pic92]. Diese Quelle wird die *einzig*e schmalbandige und isotrop abstrahlende Elektronenquelle mit einer *hohen Aktivität* von 0,1 - 1 MBq sein. Ausserdem birgt sie keine Gefahr, dass langlebige Radioisotope emittiert werden. Deshalb kann sie beim KATRIN-Experiment nicht nur zu Kalibrationszwecken am Monitorspektrometer eingesetzt werden, sondern auch zu Bestimmung der Transmissionsfunktion des Hauptspektrometers. Dadurch ist es die einzige radioaktive Quelle, die vor der Fertigstellung der fensterlosen gasförmigen Tritiumquelle (WGTS) die übrigen Teile des KATRIN-Experiments (Teile des Transportsystems, Vor- und Hauptspektrometer, Detektor) testen kann. Zu diesem Zweck soll die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle auch innerhalb der Kryopumstrecke in einem sogenannten „Splitcoil“-Magneten installiert werden. Ob das mit der gleichen Apparatur geschehen kann, oder ob später zwei unabhängige Apparaturen benötigt werden, ist noch zu klären.

Bei dieser Kalibrationsquelle wird ^{83m}Kr auf ein HOPG(**h**ighly **o**riented **p**yrolytic **g**raphite)-Substrat aufgefroren. Dies muss in regelmäßigen Intervallen geschehen, weil ^{83m}Kr eine Halbwertszeit von nur 1,83 Stunden besitzt. Die Breite der K-Konversionslinie (Abb. 3.1) bei 17,824 keV beträgt 2,83 eV. Mit der hohen Aktivität wird es möglich sein, in wenigen Minuten eine Referenzlinie mit einer Genauigkeit der Linienlage von 20 meV für die Überwachung der Retardierungsspannung des KATRIN-Hauptspektrometers zur Verfügung zu stellen. Daher ist die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle bislang die einzige Kalibrationsquelle, welche es erlauben wird, Fluktuationen auf kurzen Zeitskalen zu detektieren.

^{83m}Kr eignet sich aus verschiedenen Gründen besonders gut als Standard. Daher kommt ^{83m}Kr auch in der kondensierten Kr-Kalibrationsquelle, für welche im Rahmen dieser Diplomarbeit das Gaseinlasssystem aufgebaut und getestet wurde, zum Einsatz:

- Die Halbwertszeit von ^{83m}Kr ist mit 1,83 Stunden kurz, zudem ist der Übergang stark konvertiert. So ist es möglich, mit dünnen Filme hohe Zählraten zu erreichen. Die Filme müssen dünn sein, damit es nicht zu inelastischen Streuprozessen im Film kommen kann. Es ist geplant, mit der kondensierten Kr-Kalibrationsquelle ^{83m}Kr -Filme mit Aktivitäten von bis zu 1 MBq/cm^2 zu produzieren. Dazu sind etwa 10^{10} ^{83m}Kr -Atome notwendig, was auf dem etwa 1 cm^2 großen Substrat dem Bruchteil 10^{-5} einer Monolage entspricht.
- Die Breite der K-Konversionslinie beträgt nur $\Gamma = 2,83 \text{ eV}$. Dies ermöglicht, in Kombination mit der hohen Aktivität von 0,1 - 1 MBq eine scharfe Kalibrationslinie.
- Die K-Konversionslinie von ^{83m}Kr besitzt eine Energie von 17,824 keV (Abb. 3.1). Man kann mit dieser Linie die Retardierungsspannung am Endpunkt des β -Spektrums überwachen, indem man die Linie durch Anheben des Potentials am Entstehungsort des ^{83m}Kr um die fehlenden $\approx 800 \text{ eV}$ verschiebt. Zu diesem Zweck existieren kommerzielle Spannungsquellen mit hinreichender Stabilität und absoluter Genauigkeit.

In der kondensierten Kr-Kalibrationsquelle wird ^{83m}Kr auf ein Graphitsubstrat, bzw. auf eine Unterlage von weniger, als etwa 5 Monolagen Edelgas aufgefroren, wobei die Filme wegen der Halbwertszeit des ^{83m}Kr von 1,83 Stunden in gewissen Zeitintervallen erneuert werden müssen. Hierbei können verschiedene systematische Unsicherheiten die Reproduzierbarkeit der ^{83m}Kr -Kalibrationslinie stören. Es wurde schon erwähnt, dass man sich erhofft, mit der kondensierten ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle Kontrolle über die systematischen Effekte zu erlangen. Daher soll dem Leser an dieser Stelle ein Überblick über die systematischen Effekte und die Gegenmaßnahmen, welche in der kondensierten ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle implementiert sind, gegeben werden:

Ungleichmäßige Kondensation: Damit die Gase gleichmäßig auf dem Substrat auffrieren, wird ein sogenanntes HOPG-Substrat (**h**ighly **o**riented **p**yrolytic **g**raphite) verwendet. Dies ist lokal atomar flach. Damit ist die Wahrscheinlichkeit minimiert, dass Gas z.B. an Stufen bevorzugt adsorbiert, bzw. ungleichmäßig stark gebunden wird. Ebenso wird durch ein lokal atomar flaches Substrat eines Materials mit kleiner Kernladungszahl Z die Rückstreuung von Elektronen minimiert.

Kondensation von Restgas: Verunreinigungen auf dem Substrat könnten Kondensationskeime darstellen, oder die elektrische Struktur lokal verändern. Daher soll das Substrat vor jedem Auffriervorgang mit einem Ablationslaser gereinigt werden. Das Substrat wird dazu mit einem kurzen Puls aus einem Nd:Yag-Laser mit einer Leistung von 1 W *lokal* auf eine hohe Temperatur erhitzt. Die Verunreinigungen desorbieren und werden von einem 4-12 K kalten Schild aufgefangen, so dass sie nicht auf dem Substrat readsorbieren können (Abb. 3.5). Der Laserstrahl soll hierbei durch einen Homogenisator präpariert werden, so dass das gesamte Substrat gleichmäßig erhitzt werden kann.

Die Gase, welche man auf das Substrat kondensiert, werden zunächst im Gaseinlasssystem gereinigt, so dass diese keine Verunreinigungen mehr enthalten.

Spiegelladungen: Damit sich das ^{83m}Kr durch den Zerfall nicht elektrisch auflädt, wird ein leitendes Substrat verwendet. Mit einem leitenden Substrat ist es auch möglich, das Startpotential der K-Konversionselektronen kontrolliert zu verschieben. In einem solchen Substrat können sich jedoch Spiegelladungen bilden, welche die Kr-Konversionslinie unkontrolliert verschieben (Kap. 3.2). Dieses Phänomen soll in der ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle kontrolliert werden, indem zwischen das Substrat und den ^{83m}Kr -Film wenige Monolagen Edelgas als Isolator kondensiert werden. Diese

Schicht muss dünn sein, damit noch genügend Tunnelstrom fließen kann, damit sich der ^{83m}Kr -Film nicht auflädt. Außerdem sollten dünne Edelgasfilme von wenigen Monolagen Dicke mit einer höheren Wahrscheinlichkeit benetzend, als dicke Filme. Man erhofft sich, dass durch diese Eigenschaft sehr gleichmäßige Filme herstellbar sind, wenn die Filmdicke auf wenige Monolagen begrenzt wird.

Die Reproduzierbarkeit der K-Konversionslinie hängt kritisch von den Filmdicken und der Sauberkeit der verwendeten Gase ab. Da der ^{83m}Kr -Film immer wieder erneuert wird, hat die Reproduzierbarkeit oberste Priorität. Dies macht eine Überwachung aller Parameter, wie Druck, Temperatur, Gaszusammensetzung, Dicke der Filme auf dem Substrat etc. notwendig. Die Dicken der aufgefrorenen Filme sollen mit einer relativen Präzision von weniger, als einem Å gemessen werden (Kap. 9). Die sog. Ellipsometrie, mit welcher die Filmdicken vermessen werden erlaubt es auch, den Brechungsindex des Substrates zu bestimmen und damit dessen Zustand zu überwachen.

Damit die Reinheit der verwendeten Gase gewährleistet werden kann, dürfen ausschließlich UHV-kompatible Komponenten verwendet werden.

Die Qualitäten und Dicken der Filme hängen kritisch von der Bereitstellung und Aufbereitung der entsprechenden Gase ab. Zu diesem Zweck wurde im Rahmen der vorliegenden Diplomarbeit ein Gaseinlasssystem für die kondensierten Kr-Kalibrationsquelle aufgebaut und getestet, welches die oben genannten Anforderungen Reproduzierbarkeit, UHV-Kompatibilität und Überwachung erfüllt.

Zur Überwachung der Retardierungsspannung des Hauptspektrometers wird die Kr-Konversionsquelle an das sogenannte Monitorspektrometer angebaut (Abb. 3.2). Das Monitorspektrometer ist ein weiterer MAC-E Filter, welcher elektrisch mit dem Hauptspektrometer verbunden ist, und so genau dieselbe Retardierungsspannung, wie das Hauptspektrometer besitzt.

Zu diesem Zweck wird man das Spektrometer aus dem Mainzer Neutrinomassenexperiment umbauen, so dass sich seine Auflösung von 4,8 eV auf 1 eV verbessert.

Auf diese Weise kann man die Retardierungsspannung zeitgleich zu den Messungen mit Tritium überwachen, ohne die eigentliche Messung zu beeinflussen. Im Idealfall kann man auf diese Weise die Retardierungsspannung kontinuierlich überwachen.

Zum Studium von systematischen Effekten kann die Kr-Kalibrationsquelle an der Position der möglichen kondensierten Tritiumquelle, oder am Rear-System an KATRIN angebracht werden (Abb. 2.3).

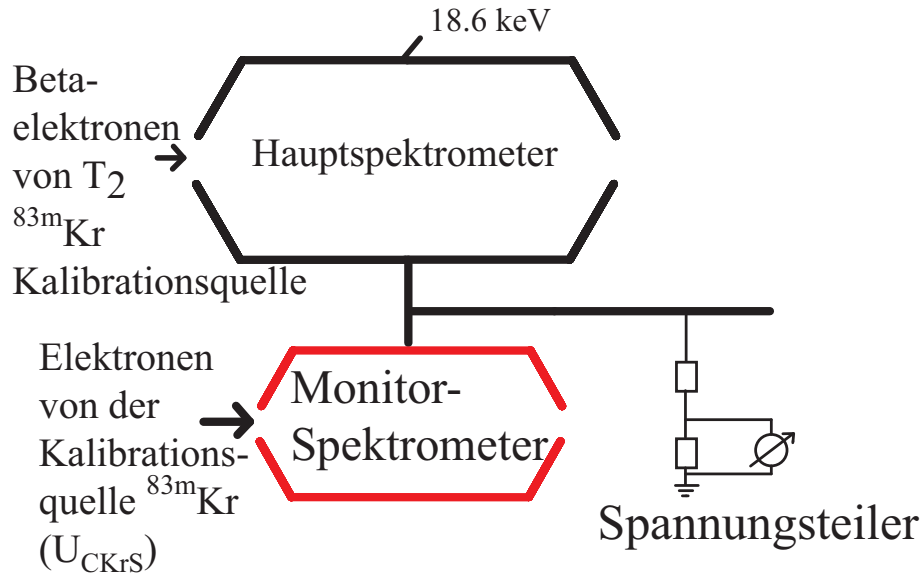


Abb. 3.2: Spannungsüberwachung mittels Monitorspektrometer. Die K-Kalibrationsquelle muss auf eine Spannung $U_{CKrS} \approx -800$ V gesetzt werden, damit die K-Konversionslinie (17,824 keV) in den Bereich von 18,6 keV angehoben wird, in welchem das Tritium-Spektrum vermessen wird. Die Option mit dem Monitorspektrometer erlaubt es, die Spannung während der Tritium-Messungen mit der K-Konversionslinie zu überwachen.

3.2 Die Kr-Kalibrationsquelle

Im Mainzer Vorgängerexperiment wurde ^{83m}Kr zusammen mit inertem Krypton auf ein HOPG-Substrat aufgefroren. Der Anteil des ^{83m}Kr machte dabei weit weniger, als eine Monolage aus. Das ^{83m}Kr entstammte ^{83}Rb in einer Kaptonfolie. Das Krypton wurde auf das Substrat aufgefroren, auf welchem auch das Tritium für die Bestimmung der Neutrinomasse aufgefroren wurde. Daher war die Temperatur des Kryptonfilms auf 2-4 Kelvin beschränkt. Die Dicke des Films wurde mit Ellipsometrie untersucht. Daher weiß man, dass stets etwa 2-3 Monolagen eines Fremdgases mit aufgefroren wurde¹. Bei einer festgelegten Temperatur von 2-4 K hatte man keine Möglichkeit, zwischen den Gasen zu selektieren und z.B. Wasserstoff auszuschließen (Abb. 5.7). Daher wird die Temperatur des Substrates in unserer Kr-Kalibrationsquelle höher liegen. Die Position der K-Konversionslinie schwankte in Mainz von Film zu Film um 0,2 eV und um 0,6 eV über alle Messungen. Unsere Kr-Kalibrationsquelle hat die Aufgabe, eine K-Konverisonslinie mit einer Reproduzierbarkeit von besser als 20 meV für die Spannungsüberwachung bereitzustellen. Aus diesem Grund wurde von uns eine neue Kr-Kalibrationsquelle im Rahmen einer Doktorarbeit [Ost07] aufgebaut, das im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaute Gaseinlasssystem ist ein Teil der Kr-Kalibrationsquelle.

Man erwartet von der Kr-Kalibrationsquelle eine besserer Reproduzierbarkeit der ^{83m}Kr -Linie, als beim Mainzer Experiment, weil die folgenden Punkte verbessert worden sind:

- In Mainz beobachtete man, dass stets 2-3 Monolagen Fremdgas mit auf das Substrat aufgefroren sind. Dies soll durch die Reinigung der Gase im Gaseinlasssystem, den Ablationslaser

¹ Bei der Bestimmung der Schichtdicke mittels Ellipsometrie wurde der Brechungsindex von Krypton verwendet, daher ist dies lediglich als Größenordnung anzusehen. Die Ellipsometrie wird in Kap. 9.2 erklärt.

und das 4-12 K-Schild verhindert werden.

- Das HOPG-Substrat garantiert bei der kondensierten ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle in Verbindung mit dem Ablationslaser gleichbleibende Ausgangsbedingungen für die zu kondensierenden Filme.
- Man wird bei der Kr-Kalibrationsquelle über eine stabilere Hochspannungsversorgung, als in Mainz verfügen. Es ist durchaus möglich, dass die Schwankung der K-Konversionslinie gar nicht durch die Filme, sondern durch eine Schwankung der Hochspannungsversorgung zustande kam.
- Im Mainzer Experiment wurde lediglich ^{83m}Kr auf ein Substrat kondensiert. Im Falle der Kr-Kalibrationsquelle werden verschiedene Filmvarianten ausprobiert.

Der größte Effekt, welcher die Reproduzierbarkeit der Konversionslinie stören könnte, sind Spiegelladungen im elektrisch leitenden Substrat [Pic92]. Diese verschieben auf einem Aluminiumsubstrat die Konversionslinie um

$$\Delta E = \frac{-e^2}{16\pi\epsilon_0(D-d)} = 2,4 \pm 0,2 \text{ eV} \quad (D, d \text{ in } \text{\AA}). \quad (3.4)$$

Hierbei sind D der Abstand des Atoms und d der Abstand der Spiegelebene zum Substrat. Bei der Kr-Konversionslinie wird das Substrat Graphit sein, es ist aber ein ähnlicher Effekt zu erwarten. Wenn nun der Abstand D von Film zu Film im Mittel unterschiedlich ist, wird auch die Lage der Konversionslinie schwanken. Man kann diesen Effekt auf ein Minimum reduzieren, indem man mehrere Monolagen Edelgas unter den Kryptonfilm kondensiert (Abb. 3.3 c), d)).

In Abb. 3.3 sind die vier Filme dargestellt, welche mit der Kr-Kalibrationsquelle ausprobiert werden sollen. Man erhofft sich, das mindestens eine Konfiguration zu einer reproduzierbaren K-Konversionslinie führen wird. Die Überlegungen, welche hinter diesen Konfigurationen stecken, sollen nun vorgestellt werden:

Möglichkeit a) hat den Vorteil, dass die positiven Ladungen, welche durch den Zerfall von ^{83m}Kr entstehen, schnell durch Elektronen aus dem Leiter Graphit neutralisiert werden können. Es ist auch ausgeschlossen, dass die ^{83m}Kr -Atome in ihre Unterlage diffundieren und die Konversionslinie so zeitabhängig verschiebt. Mit dieser Möglichkeit kann man die ^{83m}Kr -Atome über das leitende Substrat kontrolliert auf ein definiertes Potential setzen. Dies ist notwendig, weil die K-Konversionslinie etwa 800 eV von dem zu überwachenden Retardierungspotential von 18,6 keV entfernt ist.

Bei diesem Film kann der Einfluss von Spiegelladungen jedoch nicht vermieden werden.

Weil die etwa 10^{10} ^{83m}Kr -Atome nur den Bruchteil 10^{-5} einer Monolage ausmachen, spielt in dieser Konfiguration die Reinigung durch den Ablationslaser eine besonders große Rolle. Weil die Anzahl von ^{83m}Kr -Atomen so klein ist, können sich Verunreinigungen z.B. durch Ausgasung aus den Wänden besonders leicht bemerkbar machen.

Möglichkeit b) könnte zu einer reproduzierbaren Konversionslinie führen, weil mit einem Gemisch von ^{83m}Kr und inertem Kr sichergestellt werden kann, dass bei hinreichender Filmdicke die ^{83m}Kr -Atome immer auf dieselbe Art und Weise in die Edelgas-Matrix eingebaut werden, da der geringe Anteil der ^{83m}Kr der untersten und obersten Lage vernachlässigt werden kann. Bei dieser Variante spielt die Diffusion des ^{83m}Kr keine Rolle, weil es bereits gleichmäßig verteilt ist. Befindet

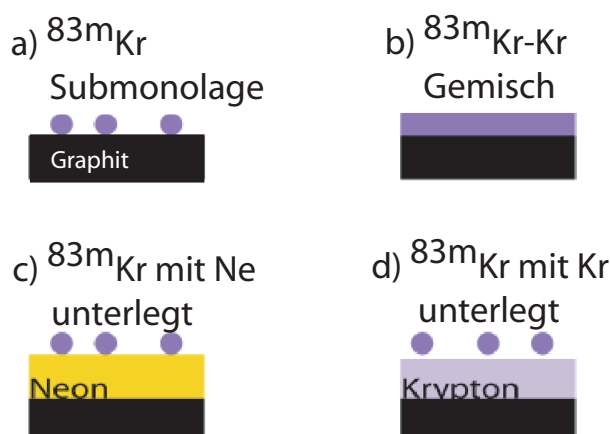


Abb. 3.3: Verschiedene Filme. Die Realisierbarkeit von Alternative a) hängt von der Reinheit unserer Gase und den Temperaturen des Substrates ab. Mit den Alternativen c) und d) möchten wir den Einfluss der Spiegelladungen unterdrücken. Die Krypton bzw. Neonschicht soll etwa 5 Monolagen dick werden. Ansatz b) hat den Vorteil, dass ^{83m}Kr hauptsächlich Bindungen mit Kr eingeht.

sich der ^{83m}Kr -Film, wie bei den Möglichkeiten b) und c) auf der Edelgasunterlage, so könnte die ^{83m}Kr -Atome in diese eindiffundieren und die K-Konversionslinie könnte sich verschieben. Es ist zu klären, ob ein solcher Effekt die Lage der K-Konversionslinie verschiebt.

Möglichkeit c) dient der Unterdrückung bzw. Kontrolle der Spiegelladungen. Bei dieser Variante werden bis zu fünf Monolagen Neon unter das ^{83m}Kr kondensiert. Da Neon erst bei niedrigen Temperaturen ($\approx 6\text{ K}$) kondensiert kann die Kapillare zwischen Gaseinlasssystem und Substrat sehr kalt werden. Die minimale Temperatur der Kapillare beträgt 40 K . Bei dieser Temperatur können Verunreinigungen, wie H_2O , CO_2 , SO_2 , NH_3 , Cl_2 oder Xe vollständig abgeschieden werden. H_2 könnte nicht auf dem Substrat kondensieren. Da sich im ausgeheizten Gaseinlasssystem kein O_2 und nur etwa $1 \cdot 10^{-10}\text{ mbar}$ N_2 und CO befinden, würden die Verunreinigungen bei diesem Film aus maximal 30 ppb CO und N_2 bestehen, weil das Neon im Gaseinlasssystem mit einem Druck von 1 mbar zwischengelagert wird, und der Druck durch Ausgasung während dieser Zeit nicht über etwa $3 \cdot 10^{-8}\text{ mbar}$ steigt.

Diese Filmvariante bringt auch den Vorteil mit sich, dass Verunreinigungen aus dem Substratbereich bei gleicher Temperatur auf den Edelgasschichten schwächer gebunden sind, als auf dem Graphit.

Möglichkeit d) dient ebenfalls der Unterdrückung bzw. Kontrolle der Spiegelladungen. Bei dieser Variante wird die Temperatur des Substrates auf etwa 35 K angehoben. Dadurch können CO und N_2 nicht so gut auf dem Substrat kondensieren. Allerdings kann das Krypton auch nicht so effektiv von Verunreinigungen gereinigt werden. Experimente (Kap. 7) haben ergeben, dass die

Temperatur der Kapillare im Fall von Krypton nicht wesentlich unter 130 K heruntergeregelt werden kann, weil sonst Krypton in dieser adsorbiert. Dadurch werden im Falle von Krypton alle Verunreinigungen, bis auf H_2O vom Gaseinlasssystem zum Substrat geleitet und die Sauberkeit des Gaseinlasssystems spielt eine besonders große Rolle. Das im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaute Gaseinlasssystem ist daher als UHV-Apparatur mit Gasreinigung ausgelegt.

Für alle vier Varianten ist es wichtig, dass die Kapillare, welche das $^{83\text{m}}\text{Kr}$ zum Substrat leitet, so kalt wie möglich ist ($\approx 130\text{ K}$). Dadurch minimiert man die Ausgasung und die Kapillare kann für Verunreinigungen als Kühlfalle wirken. Das Gaseinlasssystem muss für diesen Film ebenfalls sehr sauber sein.

Der Gaseinlass muss es ermöglichen, gezielt einige Monolagen Gas aufzufrieren. Ein Film aus 100 Monolagen würde auch Spiegelladungen unterdrücken, aber die Ladungen, welche an der Oberfläche durch den Zerfall des $^{83\text{m}}\text{Kr}$ entstehen, können nicht durch Diffusion in das Substrat abtransportiert werden. Dazu kommt, dass die ersten Lagen des Edelgasfilms benetzend sind, während diese Eigenschaft von Monolage zu Monolage zunehmend verschwindet.

Das ^{83}Rb für die kondensierte Kr-Kalibrationsquelle wird am Bonner Zyklotron über die Reaktion $^{81}\text{Br}(\alpha, 2n)^{83}\text{Rb}$ hergestellt. Das Rubidium befindet sich danach als Rb-Br auf der Innenwand eines Glasröhrchens. Die Herausforderung besteht zum einen darin, etwa 10^{10} $^{83\text{m}}\text{Kr}$ -Atome von der Quelle auf das Substrat zu leiten, und zum anderen die inerten Gase in reproduzierbaren Mengen und mit hoher Reinheit auf das Substrat aufzufrieren. Aus diesem Grund muss zum einen das Substrat sehr sauber sein. Daher wird die Region um das Substrat herum von einer Turbomolekularpumpe gepumpt. Zur Unterstützung dieser Pumpe befindet sich um das Substrat herum ein Kälteschild mit einer Temperatur von 4-12 K (Abb. 3.5). Das Substrat wird mit einem Nd:Yag Laser vor jedem Auffriervorgang aufgeheizt. Das hierbei freigesetzte Gas soll vom 4-12 K Kälteschild aufgefangen werden, damit es nicht auf dem Substrat readsorbieren kann.

Bei Verwendung einer gewöhnlichen Heizung würde sich auch das 4-12 K-Schild aufwärmen. Daher ist der Ablationslaser notwendig. Mit ihm kann man das Substrat lokal und kurzzeitig erhitzen.

Die Filmdicken werden, wie in Mainz, mit Ellipsometrie² gemessen. Diese Filmdicken sollen vom Auffriervorgang zu Auffriervorgang reproduziert werden. Zu diesem Zweck benötigt die Kr-Kalibrationsquelle ein Gaseinlasssystem, welches gleichzeitig mehrere Forderungen erfüllen muss, wenn man die vier Filme reproduzierbar herstellen möchte.

Auf diese Forderungen, und die entsprechenden Lösungsansätze, welche im Gaseinlasssystem realisiert sind, wird in Kapitel 5.1 näher eingegangen. Hier sei aber schon einmal eine knappe Liste der zu erfüllenden Forderungen gegeben:

- Bereitstellung von etwa 10^{10} $^{83\text{m}}\text{Kr}$ -Atomen ohne Verunreinigungen
- Kontrollierte Bereitstellung von Krypton und Neon für die wenigen Monolagen ($\approx 10^{15}$ Atome pro Monolage)
- Reinigung und Reinhaltung der Gase, dazu ist eine Ultrahochvakuum-Apparatur notwendig
- Eine Möglichkeit, die Verunreinigungen zu messen

² Ellipsometrie ist ein Messverfahren, mit welchem man u.a. die Dicken dünner Filme messen kann. Dieses Verfahren beruht auf der Änderung der Polarisierung durch Reflexion, bzw. Vielstrahlinterferenz an dem Schichtsystem Substrat-Film-Vakuum und wird in Kapitel 9.2 erklärt.

- Nachvollziehbarkeit und Automatisierung, dies macht eine Computersteuerung nötig

Vom Gaseinlasssystem werden die Gase durch eine 1,2 m lange Kapillare mit einem Innendurchmesser von 3 mm zum Substrat geleitet (Abb. 3.4 rechts). Diese Kapillare soll bei einer Temperatur von 100-150 K gehalten werden, damit in ihr kein Krypton adsorbieren kann (Kap. 7). Mit dieser Temperatur soll zu einen die Ausgasung der Kapillare minimiert werden. Zum anderen wirkt die kalte Kapillare als Kühlfalle und trägt damit zur Reinigung der Gase bei. Die Kapillare ist 1,2 m lang, weil es für das Substrat zwei Positionen geben wird: In der „Aufrierposition“ befindet sich das Substrat in einer Vakuumkammer mit Fenstern für den Ablations- und Ellipsometrielaser. Für die Spannungsüberwachung wird das Substrat mit dem Kühlfinger in den ersten Magneten des Monitorspektrometers geschoben.

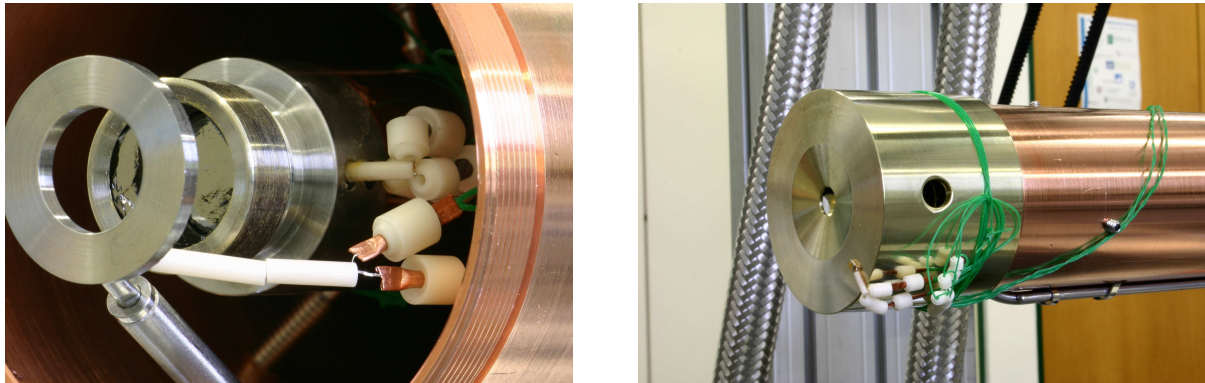


Abb. 3.4: Das Substrat. Links: Die Kapillare kommt von unten in das Bild und endet in einem „Duschkopf“, der an seiner Unterseite offen ist. Das Substrat selber ist in der Mitte als schimmernde Folie zu erkennen. Das Substrat sitzt auf einem 1,2 m langen Kühlfinger. Die Temperaturen des Substrathalters und der Kapillare werden von Sensoren gemessen. Das 4-12 K-Schild ist hier nicht montiert. **Rechts:** Der Kühlfinger befindet sich in einem langen Kupferrohr, welches eine Temperatur von etwa 40 K besitzt. Dieses Kupferrohr ist mit einer Kappe abgeschlossen, welche als Kälteschild dient. Die Kapillare wird außen, am Kupferrohr vom Gaseinlasssystem zum Substrat geleitet.

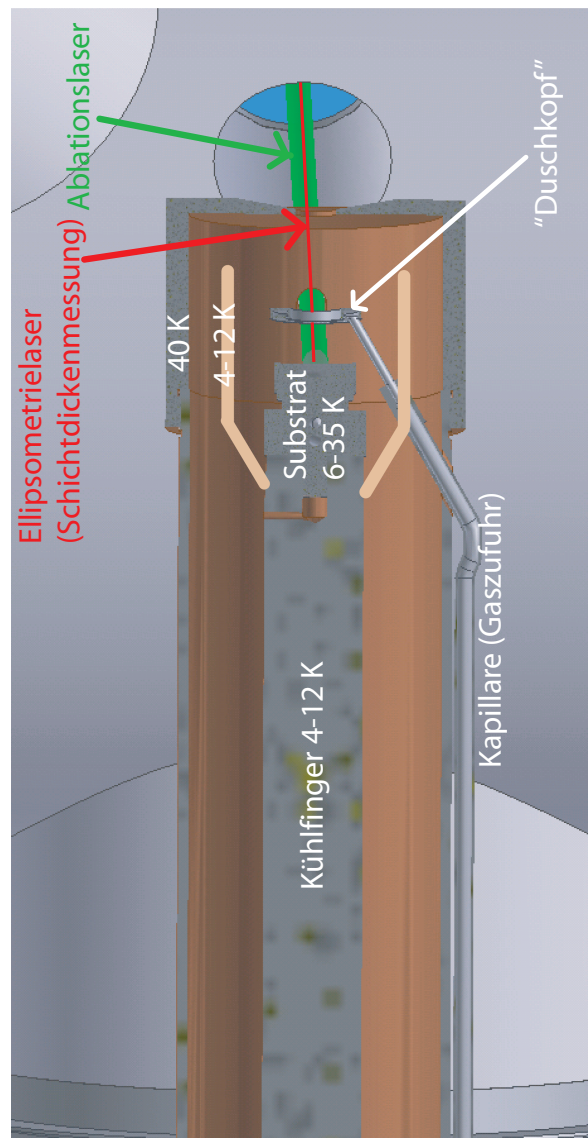


Abb. 3.5: Der Substratbereich schematisch. Wird das Substrat mit dem Ablationslaser lokal und kurzzeitig auf etwa eine hohe Temperatur erhitzt, so desorbieren die Verunreinigungen und werden von der 4-12 K Stufe aufgefangen, so dass sie nicht auf dem Substrat readsorbieren können. Die Schichtdicken werden mit Ellipsometrie (Kap. 9.2) vermessen.

4. GAS-FESTKÖRPER-WECHSELWIRKUNGEN

Da in den folgenden Kapiteln Begriffe aus der Vakuumtechnik benutzt werden, sollen hier ein paar dieser Begriffe zum besseren Verständnis dieser Diplomarbeit erläutert werden [Wtz04].

4.1 Sorption und Desorption

Die Gasteilchen treffen in einer Vakuumapparatur regelmäßig auf die Wände der Apparatur und können dort mit einer Wahrscheinlichkeit s haften bleiben. Die Teilchen, welche festgehalten werden, nennt man *Adteilchen* bzw. die Gesamtheit der haftenden Teilchen *Adsorbat*. Der Körper, auf welchem die Teilchen haften wird *Adsorbens* genannt. Man unterscheidet grob zwei Klassen von Bindung, zum einen spricht man von *Physiosorption*, wenn die Adteilchen durch Dipolkräfte oder Van der Waals-Bindungen nur schwach mit etwa 0,4 eV/Teilchen (40 kJ/mol)¹ festgehalten werden und zum anderen spricht man von *Chemisorption*, wenn die Teilchen kovalent gebunden werden und die Bindungsenergien im Bereich von 0,8 eV/Teilchen (80 kJ/mol) bis 8 eV/Teilchen (800 kJ/mol) liegen. Es ist auch möglich, dass sich ein mehratomiges Gas an der Oberfläche des Festkörpers erst aufspalten muss, bevor es adsorbiert wird. In diesem Falle muss zunächst eine Energieschwelle überwunden werden. Dies ist bei H₂, O₂ und N₂, nicht aber bei CO und CO₂ der Fall.

Diffundieren die Adteilchen in den Festkörper ein, so spricht man von *Absorbtion*². Die adsorbierten Teilchen sind auf der Oberfläche oft in einer Schicht dicht gepackt, ein Teilchen mit dem Radius r nimmt hierbei die Fläche $A = 2\sqrt{3}r^2$ ein. Mit einem typischen Radius von $1,6 \cdot 10^{-10}$ m ergibt sich der Bedeckungsgrad einer *Monolage* $n_{ad} = 10^{15} \text{cm}^{-2}$.

Die Adteilchen schwingen mit einer Frequenz der Größenordnung $\nu_0 \approx 10^{13} \text{s}^{-1}$. Zur Desorption benötigt ein Mol die Energie E_{des} , um vom „Adniveau“ in das „Vakuumniveau“ zu gelangen. Damit ergibt sich nach Boltzmann bei n_{ab} Adteilchen pro Fläche und der Temperatur T die *Desorptionsstromdichte*

$$j_{\text{des}} = (n_{ad})^n \cdot \nu_0 \cdot e^{-\frac{E_{\text{des}}}{RT}}. \quad (4.1)$$

Der Exponent n berücksichtigt, dass sich u.U. n Teilchen zusammenschließen müssen, um als Molekül zu desorbieren. Wäre Readsorption vollständig unterdrückt, so könnte man mit (4.1) die zeitliche Entwicklung des Bedeckungsgrades durch

$$\dot{n} = -n \cdot \exp\left(-\frac{E_{\text{des}}}{RT}\right) \quad (4.2)$$

beschreiben (dies gilt nur für $n = 1$). Nach der Zeit

$$t = \frac{1}{\nu_0} \exp\left(\frac{E_{\text{des}}}{RT}\right) \ln\left(\frac{n_0}{n}\right) \quad (4.3)$$

¹ 1eV = 96,2kJ/mol

² Man beachte, dass in der Vakuumtechnik zwischen Adsorption und Absorbtion unterschieden wird.

wäre der Bedeckungsgrad auf den Bruchteil n/n_0 zurückgegangen. In Wirklichkeit ist t viel länger, weil die Teilchen auf dem Weg zur Pumpe wieder readsorbieren können.

Adteilchen mit $E_{des} < 71$ kJ/mol verschwinden in der Regel bei Raumtemperatur innerhalb von 30 min aus der Vakuumkammer. Adteilchen mit $E_{des} > 105$ kJ/mol desorbieren so langsam, dass sie den Druck kaum erhöhen. Adteilchen aus dem Zwischenbereich, wie z.B. H_2O mit $E_{des} \approx 96$ kJ/mol tragen dauerhaft zum Druck in der Vakuumkammer bei (Abb. 6.2). Erhöht man jedoch die Temperatur, so desorbieren diese Teilchen stärker, und können abgepumpt werden. Nachdem die Kammer wieder auf Raumtemperatur abgekühlt ist, sind sie aus dem Restgasspektrum verschwunden. Mit (4.3) ergeben sich für die Reduktion auf 1% für H_2O z.B. für 300 K 6,6 h, für 450 K 0,07 s und für 500 K 5 ms. Aufgrund dieser Tatsache müssen Vakuumsysteme ausgeheizt werden, möchte man möglichst geringe Drücke erreichen.

4.2 Adsorptionsisothermen

Der Gasstrom j auf eine Oberfläche im Vakuum ist durch

$$j = \frac{p}{\sqrt{2\pi mkT}} \quad (4.4)$$

gegeben. Mit der Haftwahrscheinlichkeit s und der Desorptionsstromdichte (4.1) gilt im Gleichgewicht

$$j \cdot s = (n_{ad})^n \nu_0 \exp\left(-\frac{E_{des}}{RT}\right). \quad (4.5)$$

Auf diese Weise erhält man den Bedeckungsgrad im Gleichgewicht

$$n = p^{1/n} \left(\frac{\exp(E_{des}/RT)}{\nu_0 \sqrt{2\pi mkT}} \right)^{1/n} = f(T) \cdot p. \quad (4.6)$$

Mit der Annahme $n = 1$ erhält man die *Henry-Isotherme*, der Bedeckungsgrad ist proportional zum Druck. Oft kann nur ein Adteilchen an einer Stelle adsorbiert werden. Dies kann man modellieren, indem man s durch $s_0(1 - n/n_0)$ ersetzt. Man erhält so die *Langmuir-Isotherme*, welche für hohe Drücke gegen n_0 strebt

$$n = n_0 \frac{g(T)p}{1 + g(T)p}. \quad (4.7)$$

Die Langmuir-Isotherme beschreibt vor allem Systeme mit Chemisorption, für Systeme mit Physisorption liefert sie keine gute Beschreibung [VST98].

Die Adsorption von Krypton kann durch die *Brunauer-Emmett-Teller Isotherme* (BET-Isotherme) beschrieben werden. Hierfür wird angenommen, dass man die Oberfläche in Regionen unterteilen kann, die mit keiner, einer, zwei, usw... Monolagen bedeckt sind. Der Anteil mit einer bestimmten Bedeckung bleibt zeitlich konstant. Bezeichnet man mit Θ_i den Anteil, der mit i Monolagen bedeckt ist, und mit n_i die Anzahl der Gasteilchen pro Fläche, welche für i Monolagen notwendig ist, so beträgt die gesamte adsorbierte Gasmenge pro Fläche

$$n = n_1\Theta_1 + n_2\Theta_2 + n_3\Theta_3 + \dots \quad (4.8)$$

Die BET-Isotherme soll hier nicht hergeleitet werden. Wichtig ist, dass es in der BET-Isotherme einen Parameter p_0 gibt, der mit dem Sättigungsdampfdruck assoziiert wird, wobei die Adsorption

schon bei viel kleineren Drücken einsetzt. Das Krypton, welches wir in unserem Experiment einsetzen, kann daher schon bei kleineren Drücken und höheren Temperaturen adsorbieren, als Abb. 4.1 vermuten lässt. Die Temperatur ist hierbei ein Parameter, welcher eine Schar von BET-Isothermen definiert.

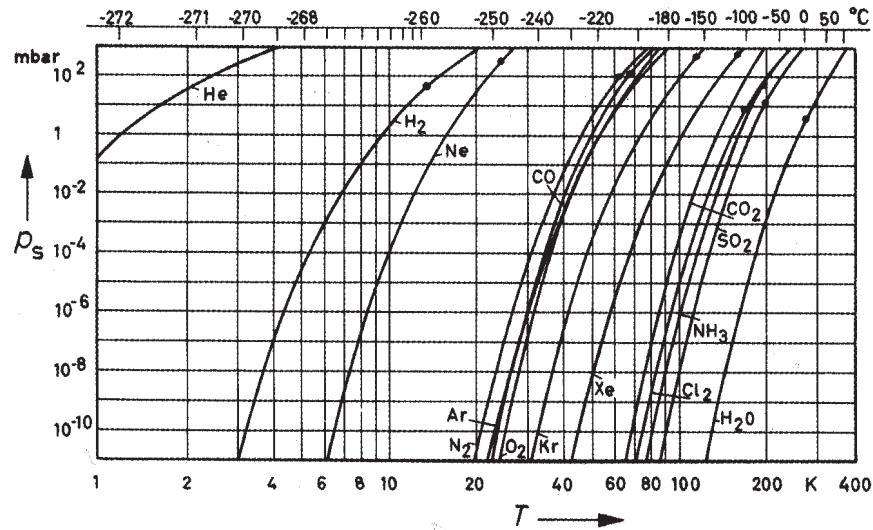


Abb. 4.1: Sättigungsdampfdrücke im Bereich 1..400 K. Quelle [Wtz04]

5. DAS GASEINLASSSYSTEM

In diesem Kapitel werden zunächst die Anforderungen an das Gaseinlasssystem vorgestellt. Das nachfolgende Unterkapitel 5.2 erklärt das Gaseinlasssystem an Hand von dessen wichtigsten Betriebsarten. In den Unterkapiteln 5.3 bis 5.9 wird detailliert auf die Funktionsweise und Bedeutung der einzelnen Komponenten eingegangen.

5.1 Die Problemstellung

Das Gaseinlasssystem stellt die Gase, welche die vier Filme aus Kap. 3.2 bilden sollen, für die kondensierte Kr-Kalibrationsquelle bereit. Ziel ist es, die vier verschiedenen Filme möglichst reproduzierbar auf dem Substrat aufzufrieren, weil es nur so möglich sein wird, die K-Konversionslinie zu reproduzieren. Daher spielt das Gaseinlasssystem eine zentrale Rolle für die Überwachung der Retardierungsspannung und damit nach Gl. (3.1) für die Bestimmung der Neutrinomasse.

Hierbei gib es verschiedene Aspekte, welche beachtet werden müssen, um mit dem Gaseinlasssystem das Ziel reproduzierbarer Filme zu erreichen. Diese Aspekte und deren Lösungsansätze sollen zunächst vorgestellt werden, bevor die tatsächliche Funktionsweise des Gaseinlasssystems in Kapitel 5.2 mit Hilfe von Abbildung 5.1 erklärt wird.

Problem 1: Kontrollierte Bereitstellung von Krypton und Neon: Das Gaseinlasssystem muss es ermöglichen, kontrolliert eine Menge Gas bereitzustellen, so dass, entsprechend bis maximal fünf Monolagen, bis zu $5 \cdot 10^{15}$ Atome auf dem ungefähr 1 cm^2 großen Substrat kondensieren. Aus diesem Grund ist das Gaseinlasssystem mit rechnergesteuerten Regulierventilen ausgestattet, welche es ermöglichen, fest definierte Gasmengen von den Gasflaschen, aus welchen die Gase entnommen werden, durch das Gaseinlasssystem bis zum Substrat zu transportieren.

In einer Gasflasche herrscht üblicherweise ein Druck von 10 bis 200 bar. Dagegen darf der Maximaldruck von Krypton oder Neon über dem Substrat nur wenige 10^{-9} mbar betragen, während die etwa fünf Monolagen aufgefroren werden sollen. Eine Reduktion des Druckes um diese 13 bis 14 Größenordnungen kann man nicht mit einem einzigen Ventil kontrollieren. Das Gaseinlasssystem ist daher so konzipiert, dass in diesem zunächst über ein Regulierventil computergesteuert ein etwa 1l großes Volumen mit einem Druck in der Größenordnung von 1 mbar aus den Gasflaschen gefüllt wird. Weil hier der Druck und die Zusammensetzung der Gase gemessen werden können, wird es im folgenden als Monitorvolumen bezeichnet. Aus dem Monitorvolumen lässt man in einem zweiten Schritt computergestützt mit einem Regulierventil eine kleine Gasmenge kontrolliert zum Substrat strömen.

Soll die Zeit, in welcher die kleinen Mengen Gas vom Monitorvolumen zum Substrat strömen, kurz sein, so muss der Druck im Monitorvolumen etwa 1 mbar betragen. Da nur sehr kleine Mengen Gas vom Monitorvolumen zum Substrat gelassen werden, kann man diese Mengen nicht durch einen Druckabfall im Monitorvolumen bestimmen. Der Druck im Monitorvolumen bestimmt über das

Gesetz

$$\dot{Q} = L \cdot \Delta p \quad (5.1)$$

bei einem Druckunterschied Δp und Leitwert L der Verbindung zwischen Substrat und Monitorvolumen den Gasfluss \dot{Q} zum Substrat. Der Partialdruck des jeweiligen Gases am Substrat wird lokal unter 10^{-12} mbar betragen, weil es dort kondensiert wird (s. Dampfdruckkurven Abb. 4.1). Daher bestimmt der Druck im Monitorvolumen (≈ 1 mbar) den Gasfluss und muss reproduzierbar sein. Der Leitwert L kann über ein Regelventil variiert werden. Ist der Druck im Monitorvolumen stets derselbe, so kann L ebenfalls immer auf den selben Wert reguliert werden, wenn Gas aufgefroren werden soll.

Möchte man den Gasfluss zum Substrat reproduzierbar halten, so muss auch der Druck im Monitorvolumen genau einstellbar sein. Zu diesem Zweck wird der Druck im Monitorvolumen im Bereich von 1 mbar über ein spezielles, gasartunabhängiges Druckmessgerät mit einer sehr hohen Genauigkeit, einem Baratron, bestimmt. Mit dem verwendeten Baratron kann man allerdings keine Drücke unterhalb von 10^{-2} mbar messen¹. Für den Bereich von $5 \cdot 10^{-9}$ mbar bis 10^{-2} mbar ist ein zweites Druckmessgerät, ein PKR251 von Pfeiffer Vakuum, zuständig.

Problem 2: Reinheit der Gase: Die Filme, welche aufgefroren werden sollen, dürfen keine Verunreinigungen enthalten, weil diese die Reproduzierbarkeit der Kr-Konveriosnlinie unmöglich machen würden. Daher darf das Gaseinlasssystem selber die Gase nicht kontaminieren und muss in der Lage sein, Verunreinigungen aus den Gasen herauszufiltern. Das System verfügt über zwei unabhängige Reinigungsmechanismen für Helium, Neon und Krypton. Der erste Reinigungsmechanismus ist die Getterfalle (von engl. getter \approx Auffänger, Attraktor). Hier adsorbieren H_2 , H_2O , CO und CO_2 auf einem Granulat, während die Adsorptionswahrscheinlichkeit für die Edelgase Helium, Neon und Krypton vernachlässigbar ist. Dadurch werden die eingesetzten Edelgase Helium, Neon und Krypton von H_2 , H_2O , CO und CO_2 befreit. Der zweite Reinigungsmechanismus ist eine Kühlfalle, welche sich bei einer Temperatur von etwa 100 K befindet. Hier kann man z.B. H_2O oder Br, welches aus der Rb-Quelle stammen könnte, abscheiden. Bei einer Temperatur von 100 K in der Kühlfalle werden H_2O und Brom bis auf weit unter 10^{-10} mbar abgeschieden (Kap. 5.5).

Wenn Gas mit einem Druck von etwa 1 mbar im Monitorvolumen gespeichert wird, wird dieses durch die Ausgasung aus den Wänden der Vakuumkammer nach und nach verunreinigt. Aus diesem Grund muss das System als Ultrahochvakuum(UHV)-Apparatur ausgelegt sein. Dafür dürfen die einzelnen Komponenten allerdings ausschließlich aus Edelstahl bestehen und müssen vor dem Einbau sorgfältig gereinigt werden. Das System darf dazu über keinen Lecks verfügen und muss ausgeheizt sein. Die verwendeten Pumpen dürfen keine Öldichtungen besitzen, da das Dichtungsöl durch die Pumpe in die UHV-Apparatur gelangen, und diese kontaminieren könnte. Mit dem Gaseinlasssystem, welches im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaut wurde, können die Verunreinigungen auf dem Niveau von 30 ppb gehalten werden (Kap. 6.5).

Transport kleiner Mengen von ^{83m}Kr -Gas: Das ^{83m}Kr wird aus einer etwa 1 mCi starken ^{83}Rb -Quelle entnommen. Mit dieser ist es möglich, einige 10^{10} ^{83m}Kr -Atome für den radioaktiven ^{83m}Kr -Film zu erzeugen (Rechnung folgt in Kap. 5.2). Dies entspricht in einem Volumen von etwa 1l Größe, wie im Monitorvolumen des Gaseinlasssystems, einem Druck von $3,7 \cdot 10^{-10}$ mbar. Selbst

¹ Der Hersteller gibt eine Untergrenze von 10^{-3} Torr an. Unterhalb von etwa 10^{-2} mbar wird die Spannung welche das Baratron als Signal ausgibt allerdings so klein, dass das Signal von Störungen überlagert wird.

eine UHV-kompatible Apparatur verunreinigt eine solch kleine Menge schnell. Mit einer möglichst sauberen Apparatur kann man diese Verunreinigung jedoch minimieren.

Mit solch einem kleinen Druck von $3,7 \cdot 10^{-10}$ mbar kann man das ^{83m}Kr nicht vom etwa 11 großen Monitorvolumen durch die Kapillare zum Substrat transportieren. Denn das Substrat und das Monitorvolumen sind über eine Kapillare mit einem Leitwert in der Größenordnung von 10^{-4} l/s verbunden. Nach Gl. (5.1) würde sich mit einem Druckunterschied Δp von $\approx 4 \cdot 10^{-10}$ mbar ein Gasfluss \dot{Q} von $4 \cdot 10^{-14}$ mbar \cdot l/s ergeben. Die Zeit, in welcher man einen ^{83m}Kr auffriert muss kurz gegenüber der Halbwertszeit von 1,83 Stunden sein. Angenommen, das ^{83m}Kr flösse 1000 s lang zum Substrat und jedes Teilchen würde kondensieren. Dann befänden sich etwa $3 \cdot 10^6$ ^{83m}Kr -Atome auf dem Substrat. Dies entspricht einer Aktivität von 300 Bq, was viel zu gering ist. Mit der Kr-Kalibrationsquelle wird eine Aktivität von 0,1 - 1 MBq angestrebt.

Das Gaseinlasssystem ermöglicht es daher, das ^{83m}Kr mit Helium, von der Rb-Quelle durch die Kapillare zum Substrat zu spülen (Kap. 5.2). Das Helium selber muss dabei ebenfalls die Gasreinigung durchlaufen. Es ist auch ein alternativer Weg für das ^{83m}Kr vorhergesehen, auf welchem es selbständig aus einem *kleinen* Volumen zum Substrat fließen kann (Kap. 5.2). Dies ist möglich, weil die Zeitkonstante mit dem Volumen wächst.

Problem 3: Analyse der Verunreinigungen Das Gaseinlasssystem, welches im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaut wurde, dient nicht nur der kontrollierten Herstellung dünner Filme, sondern auch als Testexperiment für die Reinigungsmechanismen, die Reinheit, welche sich mit einer solchen Apparatur erreichen lässt, und die Reinheit der Gase Krypton, Helium, Neon sowie ^{83m}Kr . Aus diesem Grund ist das System mit einer Messeinrichtung ausgestattet, welche es ermöglicht die Zusammensetzung von Gasen zu analysieren. In den folgenden Kapiteln wird dieses Gerät als „Massenfilter“ bezeichnet. Die Arbeitsweise dieses Gerätes wird in Kap. 5.7 erklärt.

Problem 4: Nachvollziehbarkeit und Automatisierung Es ist nicht von Anfang an klar, auf welche Weise man die verschiedenen Filmvarianten herstellen kann. Weil die Gase im Gaseinlasssystem aufbereitet und von diesem durch die Kapillare zum Substrat geschickt werden, bestimmt die Bedienung des Gaseinlasssystems die Filmdicken, die Reinheit der Filme und damit auch die Lage der Konverisionslinie.

In der ersten Phase, in welcher man herausfinden möchte, wie die Filme herzustellen sind, muss es möglich sein, nachzuvollziehen, mit welchen Drücken und welchen Ventilstellungen man gearbeitet hat. Später muss es möglich sein, die Erkenntnisse aus der ersten Phase wiederzuverwenden. Wenn das Gaseinlasssystem letztendlich im KATRIN-Experiment die Kr-Kalibrationsquelle betreibt, muss dieses die Filme vollautomatisch reproduzieren können.

Aus diesen Gründen wurde das Gaseinlasssystem mit einer Computersteuerung versehen. Mit dieser können die Drücke, die Zustände der Ventile etc. in einer Protokolldatei festgehalten werden. Eine solche Protokolldatei kann auch als Steuerdatei für das Gaseinlasssystem verwendet werden.

5.2 Überblick über das Gaseinlasssystem

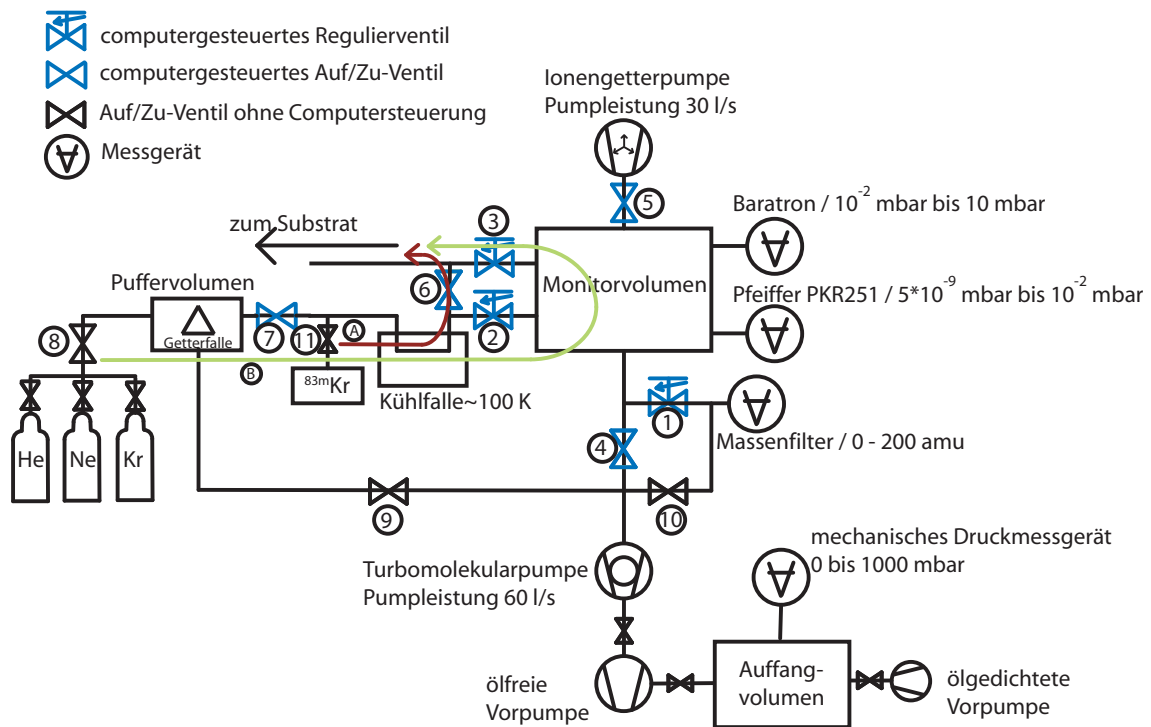


Abb. 5.1: Das Gaseinlasssystem schematisch. Ventile 1 bis 7 (blau) können elektronisch gesteuert werden. Ventile 8 bis 11 (schwarz) sind nur von Hand zu bedienen. Die Ventile 1 bis 3 sind Regelventile, alle anderen Ventile kennen nur die Zustände „offen“ und „geschlossen“.

Das Gaseinlasssystem ist in Abbildung 5.1 dargestellt. Man erkennt das Monitorvolumen, von welchem im vorhergehenden Kapitel die Rede war, im rechten Teil der Abbildung. Dieses Volumen wird von der Ionengetterpumpe durch Ventil 5 und von der Turbomolekularpumpe über Ventil 5 bis auf einen Druck $< 5 \cdot 10^{-9}$ mbar evakuiert. Soll im Monitorvolumen Gas zwischengespeichert werden, so müssen die Ventile 1, 4, 3 und 5 geschlossen sein. Der Druck kann im Monitorvolumen im Bereich 10^{-2} mbar bis 10 mbar mit dem Baratron und bei niedrigeren Drücken mit dem PKR251 von Pfeiffer gemessen werden. Soll die Gaszusammensetzung im Monitorvolumen gemessen werden, wird Ventil Nummer 4 geschlossen, Ventil 10 ist offen und Ventil 1 leicht geöffnet. Auf diese Weise reduziert man den Druck am Massenfilter von 1 mbar im Monitorvolumen auf unter 10^{-7} mbar am Massenfilter. Dies ist notwendig, weil der Massenfilter bei höheren Drücken zerstört würde².

Die Prozessgase Helium, Neon und Krypton gelangen von den Gasflaschen durch die beiden Reinigungsstufen Getter- und Kühlfalle in das Monitorvolumen, wo sie mit einem Druck von etwa 1 mbar zwischengespeichert und mit dem Massenfilter analysiert werden.

Die Getterfalle beinhaltet das Gettermaterial zur Reinigung der Prozessgase. Die Getterfalle ist

² In der Gebrauchsanweisung [Q100] wird ein maximaler Druck von $1 \cdot 10^{-5}$ mbar angegeben. Es hat sich in der Praxis allerdings gezeigt, dass der Massenfilter schon bei Totaldrücken von $\approx 10^{-7}$ mbar in Sättigung geht, was diesem auf Dauer schadet. Man kann den entsprechenden Strom am Photomultiplier reduzieren, indem man die Versorgungsspannung desselben herunterregelt. Da der Strom aber nicht linear von der Versorgungsspannung abhängt, lässt die der Strom auf diese Weise nur schwer regeln.

ein etwa 1,5 l großes Volumen, dieses muss auf einen möglichst kleinen Druck evakuiert sein, bevor man ein Gas einlassen kann. Denn es sollen sich so wenig Verunreinigungen durch Fremdgase in den Prozessgasen befinden.

Weil die Verbindungsstecke zwischen Getterfalle und Monitorvolumen aber aus dünnen Röhren besteht, durch welche die Getterfalle schlecht über das Monitorvolumen leergepumpt werden könnte, ist diese über das Ventil 9 direkt mit der Turbomolekularpumpe verbunden. Möchte man Gas in die Getterfalle einlassen, so muss dieses Ventil geschlossen werden. Die Prozessgase werden zunächst über das Ventil 8 von den Gasflaschen in das Volumen der Getterfalle geleitet, wobei Ventil 7 geschlossen ist. Befinden sich etwa 100 mbar Gas in der Getterfalle, so werden die Gasflaschen mit Ventil 8 wieder abgetrennt. Das Gas ist nun in der Getterfalle zwischengespeichert. Auf diese Weise können kleine Lecks an den Druckminderern der Gasflaschen oder in den nachfolgenden Kapillaren die Gase nicht permanent verunreinigen. Ist ein Druckminderer geschlossen, so lässt dieser immer noch ein wenig Gas aus der Gasflasche austreten. Lässt man Gas in einer kurzen Zeit (< 1 min) in die Getterfalle und schließt Ventil 8 wieder, so ist diese Art der Verunreinigung unterdrückt.

Die Gase sind in der Getterfalle zwischengespeichert, welche Verunreinigungen aus den Gasen herausfiltert. Die Getterfalle ist das Reservoir, aus welchem das Gaseinlasssystem das Gas bezieht.

Das Gaseinlasssystem kann in zwei Moden betrieben werden, je nachdem, ob die mit bis zu $5 \cdot 10^{15}$ Atomen relativ großen Mengen Neon oder Krypton zum Substrat geleitet werden sollen, oder ob man die sehr kleine Menge von etwa 10^{10} ^{83m}Kr -Atomen aus der 1 mCi ($1 \text{ Ci} = 3,7 \cdot 10^{10} \text{ Bq}$) starken Rb-Quelle zum Substrat transportieren möchte. Anhand dieser beiden Moden soll die Funktionsweise des Gaseinlasssystems nun nachvollzogen werden:

Modus A / kleine Mengen von ^{83m}Kr : (Brauner Pfeil „A“ in Abb. 5.1) In diesem Modus soll die kleine Menge von ^{83m}Kr -Atomen selbstständig von dem Ort im Gaseinlasssystem, an welchem diese durch den Zerfall von ^{83}Rb (Kasten mit der Aufschrift ^{83m}Kr) entsteht, durch die Kühlfalle und das Ventil 6 zum Substrat strömen.

Wir möchten diese Option testen, weil das Volumen, aus welchem das ^{83m}Kr in diesem Modus herausströmen muss, kleiner als das Monitorvolumen ist ($\approx 50 \text{ cm}^3$ vs. 1000 cm^3). Das ^{83m}Kr muss nicht erst in das Monitorvolumen gelangen, wobei ein Teil des ^{83m}Kr aufgrund einer nicht-maximalen Sammeleffizienz für die Kr-Kalibrations verloren gehen würde.

Dieser Modus wurde noch nicht getestet, da das Substrat während der Erstellung dieser Diplomarbeit noch nicht mit einem Detektor für die Radioaktivität des ^{83m}Kr ausgestattet war. Das „Kochrezept“ für diesen Modus könnte folgendermaßen aussehen (vgl. Abb. 5.1):

Die Apparatur wurde evakuiert, alle Ventile werden geschlossen / ^{83m}Kr in dem Behälter, welcher in Abb. 5.1 mit ^{83m}Kr markiert ist, für mindestens 10 min sammeln (entsteht dort aus dem Zerfall von ^{83}Rb) / Ventil 11 öffnen / das ^{83m}Kr befindet sich nun im Bereich zwischen Ventil 7, 6 und 2 ($V \approx 50 \text{ cm}^3$) / Ventil 6 öffnen, das ^{83m}Kr strömt nun selbstständig zum Substrat.

Für die Kalibration mit ^{83m}Kr wird eine Rb-Quelle mit einer Aktivität von 1 mCi zur Verfügung stehen. Diese Rb-Quelle befindet sich in einem Glasröhrchen in einem Edelstahlzylinder ($V \approx 5 \text{ cm}^3$) Dieser ist in Abbildung 5.1 durch den Kasten mit der Aufschrift ^{83m}Kr symbolisiert. Solange Ventil 11 geschlossen ist, sammelt sich das ^{83m}Kr in diesem Zylinder. Da das ^{83m}Kr selber wieder in inertes Krypton zerfällt, ergibt sich die Anzahl der radioaktiven Kr-Atome aus

$$N_{83m\text{Kr}}(t) = 0,75 \cdot N_{\text{Rb},0} \frac{\lambda_1}{\lambda_2 - \lambda_1} \left\{ e^{-\lambda_1 t} - e^{-\lambda_2 t} \right\} . \quad [\text{Kuc92}] \quad (5.2)$$

wobei

$$\lambda_1 = \frac{\ln 2}{86,2d} = 9,3 \times 10^{-8} \frac{1}{s} \quad (5.3)$$

$$\lambda_2 = \frac{\ln 2}{1,83h} = 1,05 \times 10^{-4} \frac{1}{s} \quad (5.4)$$

Der Faktor 0,75 kommt daher, dass im Zerfall des Rb nur in 75% aller Fälle ^{83m}Kr entsteht [Nu21]. Je nachdem, wie lange man das ^{83m}Kr sammelt, ergeben sich verschiedene Aktivitäten. Sammelt man ^{83m}Kr für 10 min, so erhält man $1,6 \cdot 10^{10}$ ^{83m}Kr Atome, was einer Aktivität von 1,7 MBq entspricht. Sammelt man dagegen 5 Stunden erhält man $2,3 \cdot 10^{11}$ ^{83m}Kr Atome mit einer Aktivität von 24 MBq (Abb. 5.2).

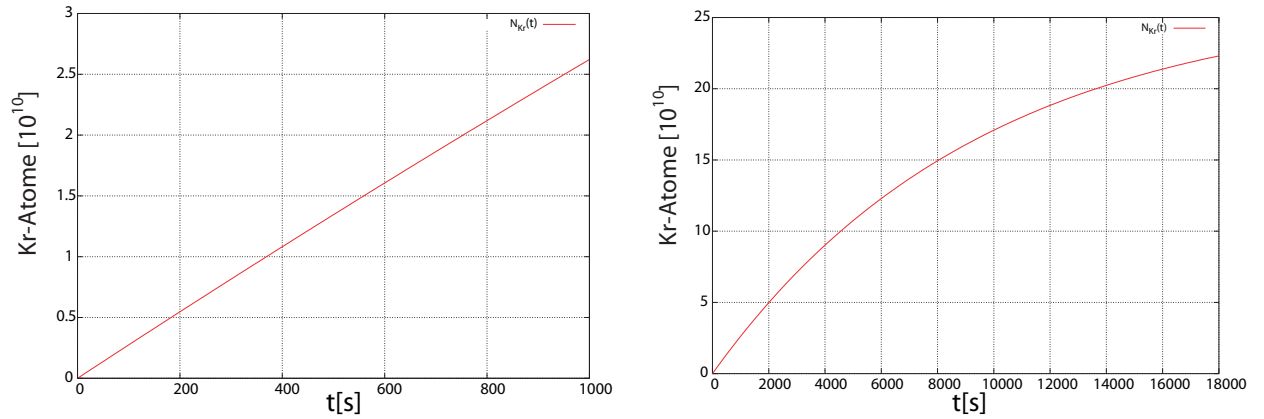


Abb. 5.2: ^{83m}Kr -Sammelzeiten. Dargestellt ist die Menge an ^{83m}Kr -Atomen über ^{83}Rb mit einer Aktivität von 1mCi. Nach 10000 Sekunden macht sich der Zerfall von ^{83m}Kr bemerkbar. Die Anzahl der ^{83m}Kr -Atome beginnt langsamer anzusteigen.

Man möchte man die Zeitspanne, in der man ausreichend viel ^{83m}Kr zum Substrat strömen lassen kann, möglichst kurz im Vergleich zur Halbwertszeit des ^{83m}Kr (1,83 Stunden) halten, damit die Aktivität des ^{83m}Kr auf dem Substrat so hoch wie möglich ist, und die Retardierungsspannung mit einer maximalen Rate von K-Konversionselektronen überwacht werden kann.

Da die Menge an ^{83m}Kr auf jeden Fall klein ist, darf das Volumen, in welchem das ^{83m}Kr zunächst gesammelt wird nicht zu groß sein. Befindet sich nämlich ein Gas in einem Volumen V_a , welches über ein Rohr, eine Kapillare o.Ä. mit dem Leitwert L mit einem Volumen V_b mit vernachlässigbaren Druck verbunden ist, so nimmt die Menge der Gasteilchen in V_a nach dem Gesetz

$$N(t) = N_0 e^{-\frac{L}{V_a} t} \quad (5.5)$$

ab. Die Zeit, welche das Gas braucht, um V_a zu verlassen wächst also exponentiell mit V_a an. Im Falle des Gaseinlasssystems sind $L \approx 10^{-4}$ l/s und $V_a \approx 0,06$ l, womit sich eine Zeitkonstante von 600 s verlässt den Behälter, in welchem es zunächst gesammelt wurde, so befindet es sich in dem Volumen, welches von Ventil 7, 11 6, der Kühlfalle und den Leitungen dazwischen gebildet wird. Dieses Volumen muss es nun verlassen und durch die Kapillare zum Substrat strömen. Aus

diesem Grund bestehen die Verbindungen zwischen den Ventilen 2, 3, 6, der Kühlfalle sowie den Ventilen 7 und 11 nicht aus handelsüblichen T-Stücken.

In der mechanischen Werkstatt wurden für diese Stellen spezielle T-Stücke mit minimalem Totvolumen hergestellt. Diese bestehen einfach aus Edelstahlröhrchen mit 4 mm Innendurchmesser, welche auf 16CF-Flansche aufgeschweisst sind (Abb. 5.3).

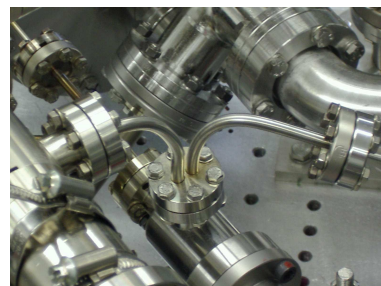


Abb. 5.3: Ein Spezial-T-Stück.

Die Kühlfalle, durch welche das ^{83m}Kr hindurchfließen muss, hat die Aufgabe, alle Verunreinigungen, wie H_2O , oder Br, welche neben ^{83m}Kr aus dem Sammelbehälter entweichen können, aufzuhalten. Das Mutterisotop Rubidium wird durch Beschuss von Brom mit α -Teilchen hergestellt. In der Planungsphase gab es Befürchtungen, dass Brom zusammen mit dem ^{83m}Kr entweichen könnte. Es hat sich allerdings gezeigt, dass dies nicht der Fall ist (Kap. 6.3).

Modus B / Inerte Gase / ^{83m}Kr mit He vermischt: (grüner Pfeil „B“ in Abb. 5.1) Dieser Modus dient zwei verschiedenen Zwecken:

Transport von ^{83m}Kr mit He. Hierbei soll das ^{83m}Kr mit Helium durch das Monitorvolumen zum Substrat gespült werden, nur das ^{83m}Kr kondensiert, weil das Substrat zu warm ist, um Helium zu adsorbieren.

Dieser Modus wurde ebenfalls noch nicht ausprobiert, weil der Elektronendetektor am Substrat noch nicht installiert war. Das „Kochrezept“ für diesen Vorgang sollte wie folgt aussehen (vgl. Abb. 5.1):

Das Monitorvolumen ist evakuiert, es befinden sich < 100 mbar Helium in der Getterfalle / alle Ventile sind geschlossen / ^{83m}Kr wird für mindestens 10 min im Behälter „ ^{83m}Kr “ gesammelt / Ventil 11 wird geöffnet / das ^{83m}Kr befindet sich im Bereich zwischen den Ventilen 7, 6 und 2 / Ventil 7 wird geöffnet, das ^{83m}Kr wird mit Helium vermischt / von diesem Gemisch werden etwa 10 mbar durch Ventil 2 in das Monitorvolumen gelassen / im Monitorvolumen kann die Zusammensetzung ggf. mit dem Massenfilter analysiert werden / über Ventil 3 lässt man kontrolliert einen Teil des ^{83m}Kr -He Gemisches zum Substrat strömen

In diesem Modus können die kleinen Mengen an ^{83m}Kr im Bereich um die Kühlfalle mit < 100 mbar Helium vermischt werden, von diesem Gemisch werden nun ca. 10 mbar durch das Regelventil 2 in das Monitorvolumen gelassen. Höhere Drücke können wir mit dem Baratron im Monitorvolumen nicht messen. Die Messwerte des Baratons weichen laut Datenblatt jedoch höchstens um 0,15% vom wahren Wert ab, so dass der Gaseinlass in das Monitorvolumen sehr genau gestaltet werden kann. Das Monitorvolumen erlaubt es nun, die Zusammensetzung des Gemisches mit dem Massenfilter zu untersuchen.

Vom Monitorvolumen aus kann das ^{83m}Kr -He Gemisch nun über das Regelventil 3 kontrolliert zum Substrat gelassen werden. Zu diesem Zeitpunkt kann sich schon ein Neon- oder Kryptonfilm auf dem Substrat befinden. Die Temperatur des Substrates wird in allen Fällen mit einer Heizung soweit über die Temperatur des Kühlfingers, auf welchem das Substrat montiert ist, hochgeregelt, dass Neon oder Krypton gerade noch kondensieren, aber so wenige

Restgaskomponenten, wie möglich. Wasserstoff, aus dem Restgas um das Substrat soll beispielsweise nicht kondensieren. Im Falle von Neon beträgt die Temperatur daher 6-7 K und im Falle von Krypton sind es etwa 35 K. Sollte das Trägergas Helium kondensieren, müsste die Temperatur unter 4 K liegen. Aus dem ^{83m}Kr -He Gemisch wird sich also in jedem Fall nur das ^{83m}Kr auf dem Substrat absetzen.

Herstellung der inerten Filme. Modus B dient ebenfalls der Herstellung der inerten Filme. Dieser Modus wurde im Rahmen der vorliegenden Diplomarbeit bereits getestet (Kap. 9), daher ist das folgende „Kochrezept“ schon recht genau (vgl. Abb. 5.1):

Das aufzufrierende Gas befindet sich mit einem Druck von etwa 100 mbar in der Getterfalle / das Monitorvolumen ist evakuiert / alle Ventile sind geschlossen / Ventil 7 wird für 2 s geöffnet, Gas strömt in die Kühlfalle / durch Ventil 2 wird in „Stellung 7,5“ langsam etwa 1 mbar des Gases in das Monitorvolumen gelassen, dies dauert etwa 1 min / das Gas kann nun im Monitorvolumen auf Verunreinigungen untersucht werden / Ventil 3 wird in „Stellung 7“ gefahren, bleibt dort für 3 Sekunden und wird wieder geschlossen / auf dem Substrat befinden sich nun wenige Monolages des zu kondensierenden Gases

Bevor man überhaupt mit hochreinen Gasen arbeiten kann, muss das Gaseinlasssystem evakuiert werden. Dies geschieht mit der Turbomolekularpumpe (60 l/s Pumpleistung) und der Ionengetterpumpe (30 l/s Pumpleistung). Das Puffervolumen ist über die Ventile sieben, zwei und die Kühlfalle mit dem Monitorvolumen verbunden. Das Puffervolumen könnte über das Monitorvolumen nur schlecht gepumpt werden, da diese Verbindungen alle einen geringen Querschnitt und damit einen kleinen Leitwert haben. Aus diesem Grund ist das Puffervolumen über das Ventil Nummer neun und 40CF Rohre mit der Turbomolekularpumpe verbunden (Abb. 5.1). Möchte man Gas im Puffervolumen „speichern“, so muss Ventil Nummer neun von Hand geschlossen werden.

Rechts unten in Abbildung 5.1 erkennt man den Massenfilter.

Im Auffangvolumen wird das radioaktive Gas aufgefangen, welches die Vorpumpe verlässt. Das Auffangvolumen verfügt über zwei Ventile, eine ölgedichtete Pumpe und ein mechanisches Druckmessgerät. Die Pumpe und das Druckmessgerät sind notwendig, weil am Ausgang der Vorpumpe nicht mehr als 1050 mbar herrschen dürfen. Mit der Pumpe evakuiert man mindestens alle drei Tage das Auffangvolumen auf 100 mbar. Dazu wird das Ventil zur Vorpumpe geschlossen und das Ventil zu der ölgedichteten Pumpe geöffnet. Dadurch wird sichergestellt, dass kein Öl in das Gaseinlasssystem diffundieren kann.

5.3 Die Druckmessgeräte

Am Monitorvolumen befinden sich zwei verschiedene Druckmessgeräte. Eines dieser Geräte ist in der Lage, über die Ionisation der Gasteilchen sehr kleine Drücke bis hinunter zu $5 \cdot 10^{-9}$ mbar zu messen (Messröhre PKR251 von Pfeiffer Vakuum). Oberhalb von etwa 10^{-2} mbar geht dieses Gerät dazu über, den Druck mittels der Temperaturleitung des Gases zu messen (Pirani-Modus). Die Messwerte dieses Gerätes sind in allen Druckbereichen gasartabhängig. Das Gerät ist auf N_2 geeicht, und liefert im mbar-Bereich für Neon, Helium und Krypton im Pirani-Modus zum Teil um Größenordnungen falsche Ergebnisse (Abb. 5.4). Aus diesem Grund wird der Druck im Bereich von 10^{-2} mbar bis etwa 10 mbar mit einem zweiten Messgerät bestimmt. Dieses besteht aus einer

kleinen Metallmembrane, welche mit einem zweiten Stück Metall einen Kondensator bildet. Über die Verformung der Membrane durch den Druck ändert sich die Kapazität des Kondensators, was letztendlich zur Bestimmung des Druckes genutzt wird. Daher stammt auch der Name „Baratron“ für diese Art von Druckmessgerät. Das Prinzip des Baratrons eignet sich nur für Drücke oberhalb von 10^{-5} mbar, weil die Kräfte sonst zu klein werden (10^{-7} N/cm² bei 10^{-5} mbar). Dieses Messprinzip ist gasartunabhängig und sehr genau. Im Datenblatt des von uns verwendeten Baratrons (CTR91 von Leybold) wird eine Abweichung von $< 0,15\%$ zum „wahren Druck“ angegeben.

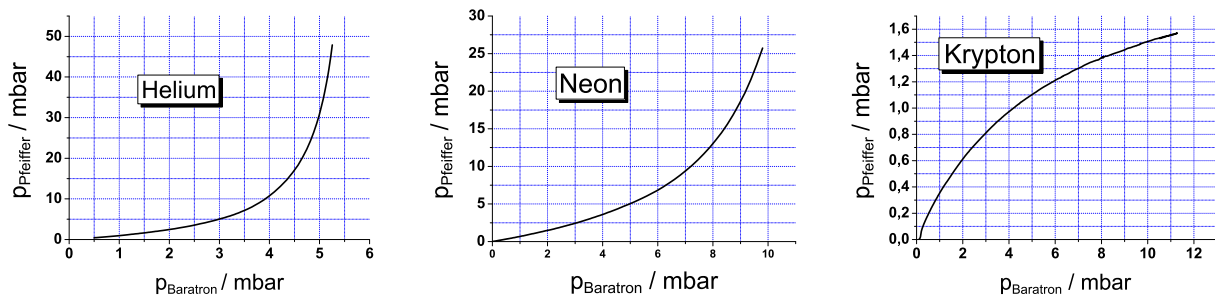


Abb. 5.4: Die Gasartabhängigkeit des Druckmessgerätes PKR251. Hier ist der Druck, welcher mit der Messröhre PKR251 (p_{Pfeiffer}) gemessen wird gegen den Druck, welcher mit dem Baratron (p_{Baratron}) bestimmt wird, aufgetragen. Der Messwert des Baratrons weicht um höchstens $0,15\%$ vom „wahren Druck“ ab.

5.4 Die Getterfalle

Wie schon erwähnt, sollen die Edelgase Helium, Neon und Krypton mit einer Getterfalle gereinigt, bzw. rein gehalten werden. In diesem Kapitel soll die Funktionsweise von Gettern und insbesondere unserer Getterfalle erklärt werden.

Der von uns eingesetzte Getter st707 der Firma [SAES] ist eine Legierung der Zusammensetzung Zr 70%, V 24,6% und Fe 5,4%. Diese Legierung ist als feines Granulat von beiden Seiten auf einen drei Zentimeter breiten Edelmetallstreifen beidseitig aufgebracht (Abb 5.5). In der Getterfalle sind 100 cm Getterstreifen verbaut, so dass die mit Granulat bedeckte Oberfläche 600 cm^2 beträgt.

Nach dem Einbau des Getters in das Vakuum muss dieser zunächst von der passivierenden Oxid/Nitridhaut an seiner Oberfläche befreit werden. Dies geschieht durch Erwärmung des Gettermaterials. Die Oxid- und Nitridionen wandern, dem Konzentrationsgefälle folgend in das Innere des Gettermaterials. Bei unserer Getterfalle wird der Getter mit Wolframdrähten geheizt, welche zwischen den Getterstreifen gespannt sind. Über die Thermospannung eines Crom/Alumel-Thermoelementes, welches auf einen der Getterstreifen aufgeschweisst ist, kann man die Temperatur überwachen.

Getter binden die im auftretenden Restgase, wie CO, CO₂, N₂, O₂, H₂O, und H₂. Dabei sind zwei verschiedene Sorptionsmechanismen zu unterscheiden [Wtz04].

Adsorption an der Oberfläche CO, CO₂, N₂, O₂, H₂O dissoziieren an der Oberfläche des Getters.

Dieser Prozess läuft bei Raumtemperatur ab, erst bei höheren Temperaturen diffundieren die entsprechenden Ionen in das Gettermaterial. Man kann den Getter bei einer Temperatur von ca. 200°C halten und die Ionen permanent in den Getter diffundieren lassen. Dieser Prozess ist irreversibel. Irgendwann wird der Getter erschöpft sein, und muss ersetzt werden.

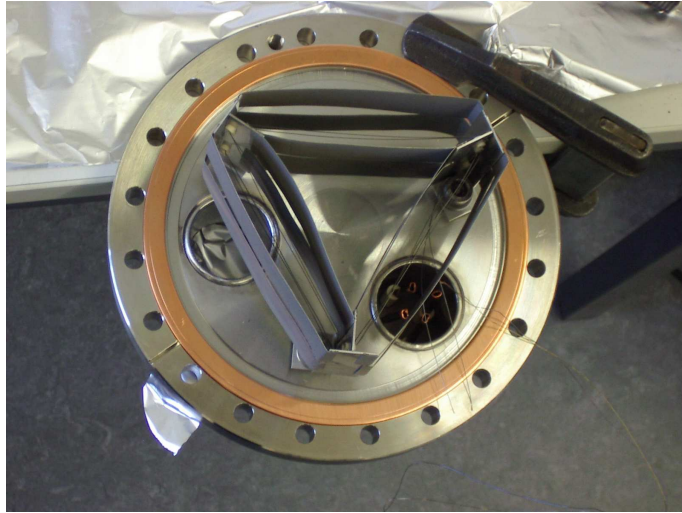


Abb. 5.5: Die Getterfalle. Die Getterstreifen sind in einem Dreieck gespannt. Zwischen den Getterstreifen befinden sich die Wolframdrähte zur Heizung. Die Wolframdrähte und die Drähte eines Crom/Alumel-Thermoelementes werden über vier Pins einer UHV-Durchführung (rechts unten) versorgt bzw. ausgelesen. Über den linken Flansch wird die Getterfalle gepumpt (vgl. Abb. 5.1).

Absorption in das Material Wasserstoff diffundiert schon bei Raumtemperatur in das Gettermaterial hinein. Die Menge an Wasserstoff im Getter steht mit dem Wasserstoffpartialdruck in einem temperaturabhängigen Gleichgewicht. Die Bindung ist reversibel.

Mit dem Labornetzteil (170W 38 Volt/4,5 Ampère), welches uns zur Verfügung steht, können wir den Getter bis auf 310°C erhitzen. Um den Getter vollständig zu aktivieren muss man ihn ungefähr fünf Stunden bei dieser Temperatur halten (Abb. 5.6). Es empfiehlt sich, den Druck während des Ausheizens nicht über 10^{-4} mbar steigen zu lassen. Andernfalls würde zu viel Gas auf dem Getter readsorbieren. Kurz nach dem Einbau gaste die Getterfalle schon bei einer Erwärmung auf 70°C so stark aus, dass der Druck im Gaseinlasssystem auf 10^{-5} mbar stieg. Aus diesem Grunde musste sie zunächst behutsam erwärmt werden. Später wurde die Getterfalle für sechs Tage bei 310°C gehalten, während das Gaseinlasssystem ausgeheizt wurde.

Aus Abb. 5.6 kann man abschätzen, wie lange der Getter Gas pumpt. Dabei ist die Gasart zu betrachten, für welche der Getter als erstes sättigt. N_2 ist im System nicht vorhanden und die Pumpgeschwindigkeit für H_2 praktisch konstant. Für die Abschätzung betrachte man also die Kurve für CO. Den Rückgang der pro Zeit gepumpten Gasmenge $\dot{Q} = p \cdot S$, wobei S die Pumpleistung in cm^3/s ist, kann man mit einer linearen Funktion modellieren:

$$\dot{Q} = a - bQ. \quad (5.6)$$

Der Faktor a , die Gasaufnahme zur Zeit $t = 0$, ist hierbei die Pumpgeschwindigkeit aus dem Diagramm mal dem Druck. Der Faktor b ergibt sich über Gleichung (5.6) aus a .

Die Differentialgleichung (5.6) wird durch die Funktion

$$Q(t) = \frac{a}{b}(1 - e^{-bt}) \quad (5.7)$$

gelöst. Die Gasaufnahme \dot{Q} ist durch

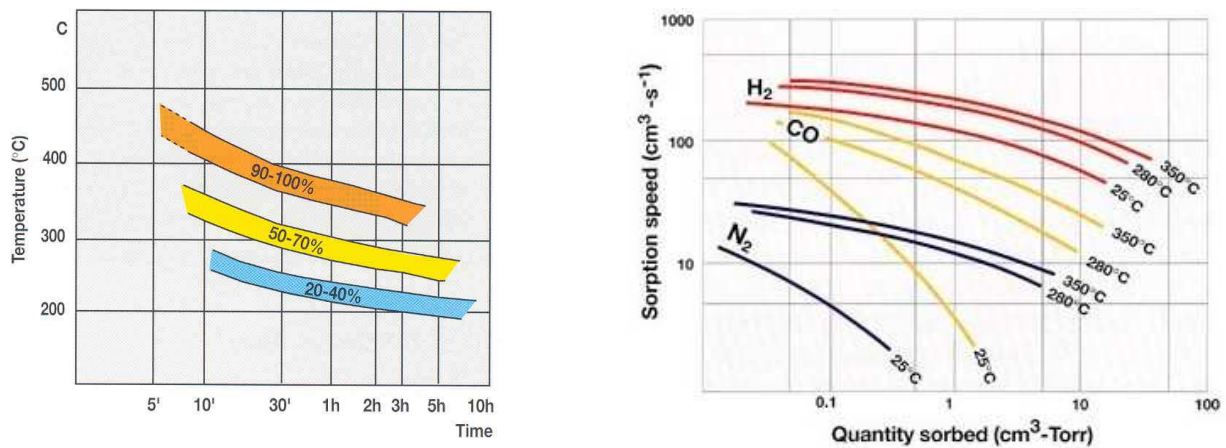


Abb. 5.6: Aktivierung und Pumpgeschwindigkeit von st707. Links ist der Zusammenhang zwischen Aktivierungsdauer- und Temperatur dargestellt. Rechts erkennt man, wie der Getter sättigt. Der Hersteller SAES konnte zum rechten Diagramm keine Aussage über die Fläche des Getterstreifens machen, mit welchem das Diagramm erstellt wurde. Nach der Lektüre des ASTM Standards F 798-82 ist aufgrund des dort abgebildeten Beispiels anzunehmen, dass die Fläche des Getterstreifens hier etwa 500 cm^2 beträgt. Daher entspricht die dargestellte Pumpleistung in etwa der Pumpleistung der Getterfalle.

$$\dot{Q}(t) = ae^{-bt} \quad (5.8)$$

gegeben und nach $1/b$ Sekunden auf $1/e$ abgefallen. Weil sich b aus a ergibt, ist b druckabhängig.

Angenommen, der Partialdruck von CO beträgt 10^{-9} mbar, dann ergibt sich so eine Lebenszeit von 115 Tagen.³ Wenn die Gaslast durchweg auf diesem Niveau bleibt, sollte der Getter also etwa alle drei bis vier Monate reaktiviert werden.

In der Literatur [Wtz04] wird erwähnt, dass man den Getter auch bei einer Temperatur von etwa 280°C betreiben kann. Dadurch wird der Diffusionsprozess in Gang gehalten, der Getter wird permanent aktiviert und die Kapazität erhöht sich. Die erhöhte Temperatur erleichtert auch die Dissoziation der Gasmoleküle an der Oberfläche des Getters und erhöht damit die Pumpgeschwindigkeit leicht.

5.5 Die Kühlfalle

In Abbildung 5.1 erkennt man, dass die Kühlfalle ein Teil des Volumens ist, aus welchem das ^{83m}Kr in Modus A (Kap. 5) herausfließen muss. Wie schon erwähnt muss dieses Volumen so klein wie möglich sein. Zu diesem Zweck wurde eine Kühlfalle entwickelt, welche diese Anforderung erfüllt.

Die Kühlfalle hat u.A. die Aufgabe, die inerten Gase von Verschmutzungen zu reinigen, welche nicht vom Getter herausgefiltert werden können. Die minimale Temperatur, welche im Test mit der Kühlfalle erreicht wurde ist 80K . Das von uns eingesetzte Gas besitzt mindestens die Qualität 4.0, der Partialdruck der Verunreinigungen liegt 4 Größenordnungen unter dem Druck dem Druck von He, Ne oder Kr. Die meisten Sättigungsdampfdruckkurven (Abb.5.7) haben die gleiche Steigung.

³ Hierbei wurden als Gasaufnahmezeiten $a = 100 \text{ cm}^3/\text{s} \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ zum Zeitpunkt Null und $a = 10 \text{ cm}^3/\text{s} \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$, nachdem $1 \text{ cm}^3 \cdot \text{Torr}$ gepumpt sind, angenommen (Abb. 5.6).

Ein Temperaturunterschied von 20 K entspricht so 4 Größenordnungen im Druck. Man kann also alle Verunreinigungen reduzieren, deren Sättigungsdampfdruckkurve gegenüber dem zu reinigenden Gas um etwa 20 K zu höheren Temperaturen verschoben ist.

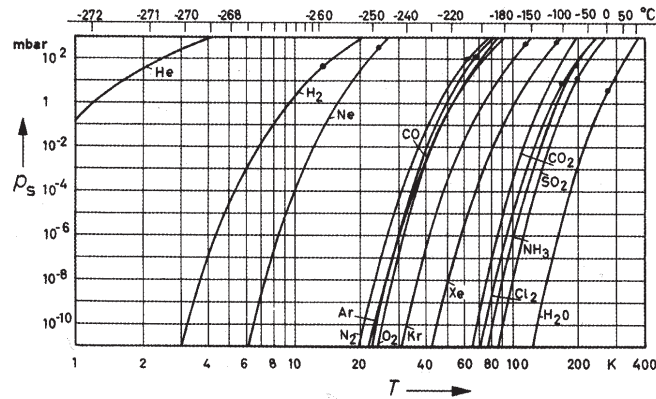


Abb. 5.7: Sättigungsdampfdrücke im Bereich 1..400 K. Quelle [Wtz04] Die Theorie besagt, dass die Sättigungsdampfdruckkurven in einer logarithmischen Skala alle parallel verlaufen. Durch Ein Paar (p_{sat} , T) ist die Sättigungsdampfdruckkurve also der Theorie zufolge festgelegt. Für Brom ist dieses Paar (58 mbar, 280 K). Die Kurve für Brom verläuft also leicht links von der Kurve für H_2O und der Sättigungsdampfdruck liegt bei 100 K unter 10^{-10} mbar. Daher ist eine Kühlfalle mit einer Temperatur von 100 K in der Lage, den Partialdruck von Brom unter diesen Wert zu reduzieren.

Wir konnten nicht feststellen, dass Brom aus der ^{83m}Kr -Quelle entweicht. Sollten sich dennoch Spuren von Brom in der ^{83m}Kr -Quelle befinden, so kann die Kühlfalle dieses Brom sehr gut von ^{83m}Kr -Quelle trennen.

Flüssiges Brom hat bei 280 K einen Sättigungsdampfdruck von 58 mbar. Der Sättigungsdampfdruck von Wasser beträgt bei dieser Temperatur lediglich 10 mbar. Die Verdampfungswärme von Brom ist mit 15,4 kJ/mol ebenfalls kleiner, als die Verdampfungswärme von ≈ 96 kJ/mol von Wasser. Nach den Beispielen in Kapitel 4.1 erwartet man also nicht, elementares Brom in einer ausgeheizten Vakuumapparatur zu finden. Sollte sich Brom in der ausgeheizten Vakuumapparatur befinden, so muss dieses von Rb-Br stammen, wobei das Rubidium zu Krypton zerfallen ist.

In Abbildung 5.8 ist die Kühlfalle schematisch dargestellt. Das Gas tritt an der Stelle, welche in der Zeichnung mit „CF16 T-Stück“ gekennzeichnet ist, in die Kühlfalle ein. Die 3mm Kapillare endet in dem 11mm Rohr in Höhe der Kupferklammer, welche mit flüssigem Stickstoff gekühlt wird. Das Gas muss aus dem 16CF T-Stück in diesem Bereich fließen und kann diesen Bereich und die Kühlfalle durch die 3mm Kapillare verlassen.

Das „Innenleben“ der Kühlfalle (Abb. 5.8) befindet sich in einem Vakuumbehälter, in welchem ein Druck von weniger, als 10^{-1} mbar. Unterhalb dieses Druckes wird die Wärmeleitung durch Gas im Vergleich zum Wärmeübertrag durch Strahlung bei Raumtemperatur bedeutungslos [Wtz04]. Auf diese Weise ist der Energieübertrag auf die Kühlfalle minimiert.

In dem Kupferblock um die Kühlfalle (Abb. 5.9) befinden sich Bohrungen für Heizelemente und einen PT100-Widerstand zur Messung der Temperatur. Der PT100-Widerstand bildet zusammen mit einem 27Ω -Widerstand einen temperaturabhängigen Spannungsteiler. Der 27Ω -Widerstand befindet sich außerhalb der Kühlfalle, damit sich sein Widerstand nicht mit der Temperatur der

Kühlfalle ändern kann. Aus dem Spannungsabfall über dem 27Ω -Widerstand und der Messung der Versorgungsspannung wird mit der R-T-Kennlinie des PT100 in LabVIEW die Temperatur berechnet und dargestellt (siehe Kap. 8.1 und 8.2). Die Spannung von 0,5 V für den Spannungsteiler wird vom PXI-System bereitgestellt. Mit der Versorgungsspannung von 0,5 V ergibt sich bei einem Widerstand des PT100 von grob 40Ω bei 120K eine Wärmelast von $2 \cdot 10^{-3}\text{W}$ im PT100. Dies ist klein genug, um die Kühlfalle nicht unnötig zu belasten. Die gesamte Wärmelast der Kühlfalle, bzw. des Kupferblockes wurde mit einem kleinen Experiment bestimmt: Die Kühlfalle wurde auf knapp unter 100K abgekühlt und brauchte anschließend etwa 1800 Sekunden, um sich von 100K auf 200K zu erwärmen. In diesem Temperaturbereich liegt die Wärmekapazität von Kupfer um die $0,32\text{ J/gK}$ [CaP83]. Die Masse des Kupferblockes beträgt etwa 670g. Somit ergibt sich eine Wärmelast von ungefähr 12W. Der flüssige Stickstoff, welcher durch die Kühlfalle fließt, befindet sich knapp unter seinem Siedepunkt. Mit einer Verdampfungswärme von $199,1\text{ kJ/kg}$ und einer Dichte von $0,8\text{ kg/l}$ ergibt sich, dass die Kühlfalle $0,3\text{ l/h}$ Stickstoff verbraucht. In diese Rechnung ist der Verlust in der Leitung zur Kühlfalle nicht mit eingegangen. Wenn diese Leitung schlecht isoliert ist, wird der Stickstoffverbrauch höher liegen.

Es hat sich herausgestellt, dass Temperaturen unter 130K nur erreicht werden können, wenn die Pumpe für das Stützvakuum ausgeschaltet ist. Wir vermuten, dass dies ein elektrisches Problem ist.

Die Pumpe ist ölgedichtet. Damit das Öl nicht in das Vakuum entweichen kann, befindet sich an der Kühlfalle ein Ventil. Man kann die Kühlfalle evakuieren, das Ventil schliessen und die Pumpe abnehmen. Dadurch können wir den Einfluss der Pumpe auf die Messung ausschalten. Das Stützvakuum bleibt auch bestehen, wenn die Pumpe nicht permanent pumpt.

Im Test wurde der flüssige Stickstoff aus einer Stickstoffkanne in die Kühlfalle gedrückt. Am Ausgang der Kühlfalle stand ein Dewar, in welchem der Stickstoff aufgefangen wurde. Zum Test wurde die Kühlfalle in etwa 15 min von 300K auf 105K abgekühlt und diese Temperatur für 30 min gehalten. Im Dewar befand sich anschließend etwa 1l flüssiger Stickstoff, der zum größten Teil vom Abkühlvorgang stammt. Der meiste Stickstoff hat die Kühlfalle gasförmig verlassen, während die Kühlfalle bei 105 K gehalten wurde.

5.6 Das PXI-System

Das Ziel dieser Diplomarbeit war es u.a. das Gaseinlasssystem zu automatisieren. Zu diesem Zweck steht ein PXI-System⁴ der Firma National Instruments zur Verfügung. PXI ist eine Adaption des PCI-Bussystems, wie man es in gewöhnlichen PCs findet, auf die Mess- Steuer- und Regelungstechnik. Solch ein PXI-System, besteht aus einem Controller, einen speziellen Rahmen und einer Reihe von Karten. Unser PXI-System besitzt einem Microcontroller mit 266 MHz (NI-PXI 8146 RT) und drei Karten von National Instruments⁵. Der Controller arbeitet unter dem Betriebssystem „RT“ der Firma National Instruments.

Über die Karten werden zum einen Spannungssignale erzeugt, mit welchen die Ventile in der Apparatur gesteuert werden. Zum anderen lesen wir über die Karten unsere Druckmessgeräte und die Statusmeldungen der Ventile aus. Die Karten sind in einem PXI-Einschub (PXI-1000B) untergebracht. Der Einschub verfügt über Batterien, so dass die Programme bei einem kurzen Stromausfall nicht unterbrochen werden.

⁴ PCI eXtensions for Instrumentation

⁵ NI PXI-6704 für analoge Ausgaben, NI PXI-6220, eine Multifunktionskarte, und NI PXI-8420 zur seriellen Kommunikation

Die Programme werden auf einem PC, welcher über eine Netzwerkverbindung mit dem PXI-System verbunden ist erstellt. Man startet das entsprechende Programm auf dem PC, dies wird nun automatisch auf das PXI-System hochgeladen und läuft nun auf diesem ab. Die Benutzeroberfläche der LabVIEW-Programme wird simultan auf dem PC dargestellt, so dass man die Programme von diesem aus bedienen kann. Alle Log- oder Konfigurationsdateien müssen sich auf der Festplatte d: des PXI-Systems befinden. Diese Dateien erreicht man vom PC aus per FTP, z.B. mit einem Webbrowser. Das PXI-System bringt den Vorteil mit sich, dass nur eine einzige Verbindung zwischen der Kr-Kalibrationsquelle, welche sich auf -800 V befindet, und dem Benutzer benötigt wird. Das Netzkabel ist die einzige Verbindung, welche elektrisch isoliert werden muss.

Die Dokumentation der LabVIEW Programme haben wir in die Benutzeroberflächen integriert. Klickt man mit der rechten Maustaste auf ein Element der Benutzeroberfläche, so erscheint ein Menü. In diesem Menü wählt man nun „Description and Tip“ und man bekommt eine Erklärung zum jeweiligen Element angezeigt. Auf diese Weise kann man über die Benutzeroberfläche auch die Pinbelegungen auf dem PXI-System abfragen, wenn man auf die Steuerelemente klickt. Der Benutzer muss nicht in den Quellcode⁶ sehen.

5.7 Der Massenfilter

Zur Analyse des Restgases und der Prozessgase wird von uns ein Quadrupol-Massenspektrometer (QM) eingesetzt (Abb. 5.10). Im QM werden die Gasteilchen zunächst ionisiert. Danach durchlaufen sie ein hochfrequentes elektrisches Quadrupolfeld, in welchem nur Ionen mit einem bestimmten m/e durchgelassen werden. Im letzten Schritt treffen die durchgelassenen Ionen auf die Kathode eines Sekundärelektronenvervielfachers, lösen dort Elektronen aus, die nun vervielfacht werden. Aus dem so erzeugten Strom kann man auf den Partialdruck des Gases, aus welchem die Ionen entstanden sind, zurückschließen.

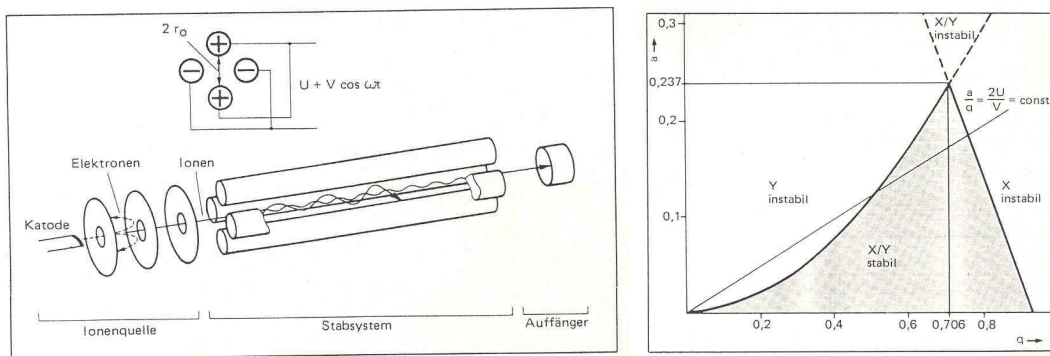


Abb. 5.10: Schema und Prinzip eines Quadrupol-Massenfilters. [Bal] Links: Schema des QM, in unserem Fall ist der Auffänger ein Sekundärelektronenvervielfacher. Rechts: Stabilitätsdiagramm für die Trajektorien im Stabelektrodensystem. Über das Verhältnis U/V (entsprechend V_-/V_+ aus dem Text) lässt sich die Auflösung des Massenfilters einstellen.

Der Durchlassbereich für die Ionen ergibt sich wie folgt: Die vier Stabelektroden werden mit

⁶ LabVIEW basiert auf der graphischen Programmiersprache G, daher ist der Begriff Quellcode hier u.U. irreführend; Die Pinbelegungen kann zum Teil sogar ohne Dokumentation der Karten im Quellcode erkennen. Guter Programmierpraxis folgend wurde Wert auf die Dokumentation des Interfaces gelegt, der Benutzer sollte niemals in den Quellcode sehen müssen.

Spannung versorgt, so dass sich ein Quadrupolfeld⁷ ergibt. Die konstante Spannung V_- zwischen zwei gegenüberliegenden Elektroden wird mit einer Wechselspannung $V_\sim \cos(\omega t)$ überlagert (Abb. 5.10). Auf diese Weise liegt zwischen zwei gegenüberliegenden Elektroden die Spannung

$$U(t) = V_- + V_\sim \cos(\omega t) \quad (5.9)$$

an. Dabei liegt ω üblicherweise im 100kHz-Bereich. Die Bewegungsgleichungen für die Bewegung der Ionen senkrecht zu den Stabelektroden lauten in der Richtung x_i :

$$\frac{d^2 x_i}{dt^2} + \left\{ \frac{2qV_-}{mr^2} + \frac{2qV_\sim}{mr^2} \cos \omega t \right\} x_i = 0 \quad (5.10)$$

Dabei ist $2r$ der Abstand zweier gegenüberliegender Stabelektroden. Die Gleichungen (5.10) lassen sich durch zwei linear unabhängige Lösungen $x_{i,1}$ und $x_{i,2}$ mit den Eigenschaften

$$x_{i,1}(t+T) = e^{+\mu_i} x_{i,1}(t) \quad x_{i,2}(t+T) = e^{-\mu_i} x_{i,2}(t) \quad (5.11)$$

lösen. Die allgemeine Lösung ist eine Linearkombination dieser beiden Funktionen. Ist der Parameter μ_i reell, so wächst die Schwingungsamplitude einer der Linearfaktoren immer weiter an, bis das Teilchen schließlich auf eine Stabelektrode stößt, es erreicht des Sekundärelektronenvervielfacher nicht. In diesem Fall spricht man von den „instabilen“ Lösungen. Ist μ_i rein imaginär, so bleibt die Schwingungsamplitude konstant und die Teilchen werden bis zum Sekundärelektronenvervielfacher transmittiert. Dies sind die „stabilen“ Lösungen.

Man kann die Stabilität der Lösungen mit Hilfe der zwei Parameter

$$q = \frac{2eV_\sim}{mr_0^2\omega^2} \quad a = \frac{4eV_-}{mr_0^2\omega^2}. \quad (5.12)$$

in einem Diagramm darstellen (Abb. 5.10, rechts). Mit $2 \cdot r_0$ ist hier der Abstand der Stabelektroden gemeint. Der dunkle Bereich entspricht stabilen Trajektorien. Hält man das Verhältnis a/q bei einem konstanten Wert, so dass die Arbeitsgerade aus Abb. 5.10 den stabilen Bereich gerade noch an der Spitze berührt, so gilt für Ionen der Masse m_0 mit stabilen Trajektorien

$$V_\sim = 14,4 \cdot m_0 \cdot \nu^2 \cdot r_0^2, \quad (5.13)$$

wobei ν die Frequenz der Wechselspannung V_\sim ist. In Wirklichkeit lässt man die Arbeitsgerade den stabilen Bereich ein wenig unterhalb der Spitze schneiden, indem man den Gleichspannungsanteil ein wenig „zu klein“ wählt. Dann wird ein kleiner Bereich um die Masse m_0 stabil. Über V_-/V_\sim kann man also die bestimmen, mit welcher Auflösung um die Masse m_0 herum gemessen wird. Dabei wählt man m_0 über V_\sim aus. Mit Hilfe von Gl. (5.12) und Abb. 5.10 erkennt man, dass für eine hohe Auflösung das Verhältnis V_-/V_\sim knapp unterhalb von 0,1678 gehalten werden muss.

Der Massenfilter würde bei Drücken oberhalb von $5 \cdot 10^{-4}$ zerstört. Die Ventile Nummer eins und zehn (Abb. 5.1) haben die Aufgabe, den Druck des Monitorvolumens für den Massenfilter zu reduzieren. Die funktioniert folgendermaßen: Die Leitwerte der Ventile seien L_1 und L_{10} und das Volumen um den Massenfilter V_1 . Ventil 4 sei geschlossen, und es befinde sich Gas mit dem Druck p_0 im Monitorvolumen, der Druck beim Massenfilter sei p_1 und um mehrere Größenordnungen kleiner, als der Druck im Monitorvolumen. Der Druck am Massenfilter selber sei wiederum um ein bis zwei Größenordnungen größer, als der Druck über der Turbomolekularpumpe (Abb. 5.1).

⁷ Eigentlich müssten die Staboberflächen dazu hyperbolisch sein.

Tab. 5.1: Syntax des Massenspektrums. Die erste Zeile hat eine Sonderstellung, hier steht in allen drei Spalten die Anzahl der folgenden Zeilen.

Spalte 1	Spalte 2	Spalte 3
Masse / amu	ungefiltertes Signal / Volt	gefiltertes Signal / Volt

Der Gasfluss $\dot{Q} = \frac{d}{dt}(pV)$ durch ein Ventil mit dem Leitwert L ist durch

$$\dot{Q} = L \cdot \Delta p \quad (5.14)$$

gegeben. Wenn nun der Druck auf einer Seite des Ventils viel kleiner ist, als auf der anderen, so kann man dies auch als

$$\dot{Q} = \frac{d}{dt}(p \cdot V) = L \cdot p \quad (5.15)$$

schreiben, wobei p der höhere Druck ist. Dabei steht das Produkt $p \cdot V$ für eine Gasmenge⁸.

Den Gasfluss durch das Volumen V_1 am Massenfilter beschreibt nun die folgende Differentialgleichung

$$V_1 \cdot \dot{p}_1 = p_0 \cdot L_1 - p_1 \cdot L_{10}. \quad (5.16)$$

Dabei ist $p_0 \cdot L_1$ der Fluss in, und $p_1 \cdot L_{10}$ der Fluss aus dem Volumen V_1 . Denn, wenn eine Pumpe, wie in Abbildung 5.1 durch ein Ventil (hier Ventil 10) pumpt, so ist die effektive Pumpleistung gleich dem Leitwert des Ventils [Wtz04]. Im Gleichgewicht mit $\dot{p}_1 = 0$ gilt

$$p_1 = p_0 \frac{L_1}{L_{10}}. \quad (5.17)$$

Dieses Prinzip nennt man auch Druckuntersetzung. So kann man z.B. die Zusammensetzung des Gases mit einem Druck von etwa 1 mbar im Monitorvolumen untersuchen, ohne den Massenfilter zu beschädigen.

Der Massenfilter am Gaseinlasssystem wurde mit den Steuerungen Q100 bzw. Q200 von Leybold betrieben. Bei diesen kann man über einen externen Eingang mit einer Steuerspannung von 1-10 V stufenlos eine Masse zwischen 0 und 100 amu im Fall des Q100 und 0 bis 200 amu im Falle des Q200 auswählen. An einem Ausgang liegt eine Spannung zwischen 0 und 10 V an, aus welcher der Partialdruck errechnet werden kann. Um die Spektren aufnehmen zu können, wurde ein spezieller XY-Schreiber programmiert (Abb. 5.11). Mit diesem Programm erzeugt das PXI-System eine Spannungstreppe zur Massensteuerung. Das Partialdrucksignal wird eingelesen und am Bildschirm dargestellt.

Der XY-Schreiber kann die Messung in eine Datei auf dem PXI-System schreiben. Die Syntax dieser Datei ist in Tabelle 5.1 dargestellt. Diese ASCII-Datei kann man mit einem beliebigen Datenanalyseprogramm einlesen.

Die qualitative Analyse der Massenspektren stellt in unserem Fall kein größeres Problem dar, da die Massenspektren aus nur wenigen Komponenten zusammengesetzt sind. Hat man dagegen

⁸ $p \cdot V$ hat die Einheit mbar · l, betrachtet man die ideale Gasgleichung, so wird klar, das man hiermit eine Gasmenge bezeichnen kann. Die Einheit des Leitwertes L ist l · s. Auf diese Weise ist $L \cdot p$ ein Gasfluss mit der Einheit mbar · l/s

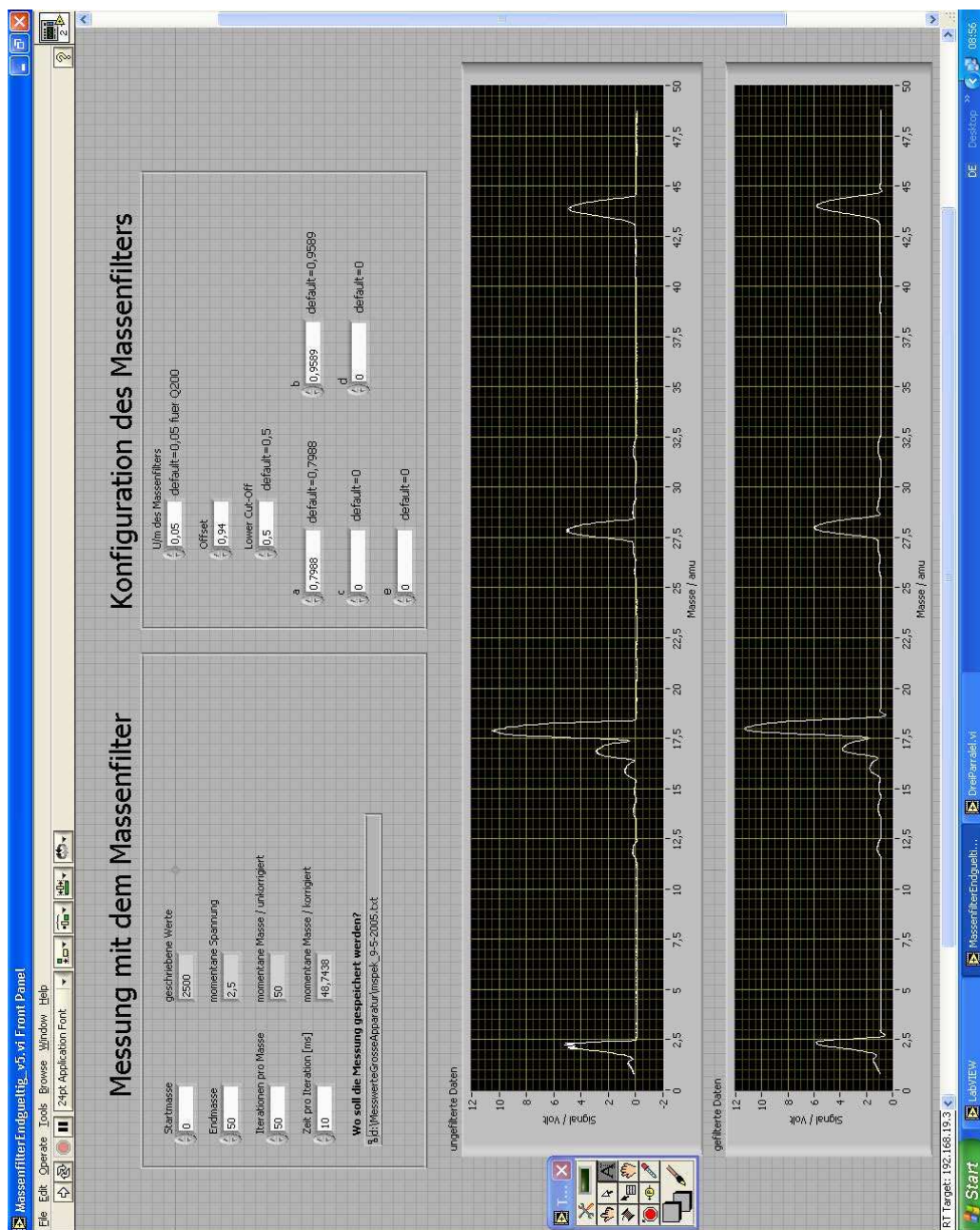


Abb. 5.11: Das Massenfilterprogramm. Auf der linken Seite kann unter „Messung mit dem Massenfilter“ bestimmt werden, in welchem Massenbereich, mit wievielen „Spannungsstufen“ pro Masse und mit welcher Geschwindigkeit gemessen, sowie, an welchem Ort die Messung auf dem PXI-System gespeichert wird. Auf der rechten Seite wird das Programm für den Massenfilter konfiguriert. U/m bestimmt die Steigung der Spannungstreppe ($10 \text{ V}/200 \text{ amu} = 0,05$ für Q200). Bei einem Partialdruck von Null liegt in der Regel eine endliche Spannung am Ausgang des Massenfilters an, mit „Offset“ kann man das Spektrum um diesen Fehler korrigieren. „Lower Cut Off“ bestimmt, die Abschneidefrequenz eines Tiefpasses, mit welchen die Daten gefiltert werden, bevor sie im unteren Diagramm dargestellt werden. Das obere Diagramm enthält die ungefilterten, u.U. verrauschten Daten. Mit den Parametern a bis e kann man die Linien auf ihre Sollpositionen (z.B. 18 für H_2O) mittels eines Polynoms verschieben ($a=\text{konst.}$, $b=\text{linear.}$). Auf diese Weise kann man die Positionen der Linien genau anpassen. In der Praxis hat sich gezeigt, dass die Linien ansonsten leicht ($\approx 0,5 \text{ amu}$) von ihren Sollpositionen abweichen. Es sind in der Regel aber immer genügend Linien vorhanden, mit welchen man die Koeffizienten für das „Korrekturpolynom“ bestimmen kann. Die korrigierte Masse wird unter „Messung mit dem Massenfilter“ angezeigt.

komplizierte Gasmischungen, so kann es passieren, dass zwei, oder mehr verschiedene Gase zu einer Linie beitragen. In den Spektren, welche in Gaseinlasssystem gemessen wurden, konnte es vorkommen, dass sich Bruchstücke mit den Linien bestimmter Restgaskomponenten überlagern. So zerfällt z.B. H_2O bei der Ionisation im Massenfilter typischerweise in Bruchstücke mit den Massen 18, 17, 16, 2 und 1. Das Bruchstück mit der Masse 2 überlagert sich dann mit der H_2 -Linie. Von der H_2 -Linie muss in diesem Fall zunächst der Teil der Spannung subtrahiert werden, welcher vom H_2O -Bruchstück stammt. Betrachtet man die „Hauptlinien“, so besteht im Falle des Gaseinlasssystems lediglich eine Mehrdeutigkeit bei der Masse 28 amu. Sowohl N_2 , als auch CO haben diese Masse. Solange eine Vakuumkammer nicht ausgeheizt ist, sollten N_2 und O_2 etwa im Verhältnis 4:1 von Luft vorkommen [Bal]. Die Luft kann dabei entweder Gas sein, welches noch nicht abgepumpt ist, oder durch ein Leck in die Apparatur gelangt ist (Abb. 6.2). Ist die Apparatur ausgeheizt, so gilt diese Regel nicht mehr, weil sich für N_2 und O_2 dann in verschiedenem Maße auf den Wänden sorbiert werden und man muss die Bruchstückverteilungen zu Hilfe ziehen, um diese Mehrdeutigkeit aufzulösen.

Möchte man das Restgasspektum quantitativ auswerten, so muss man die Partialdrücke aus den Linienhöhen (in Volt) ausrechnen. Dies geschieht über die Formel

$$p = U \cdot s \cdot \frac{b_{\text{N}_2}}{b \cdot W_{\text{ion}} \cdot n \cdot t \cdot e} \quad (5.18)$$

Dabei haben die Terme in (5.18) die folgende Bedeutung:

U	Signalspannung in Volt (proportional zum Ionenstrom am Sekundärelektronenvervielfacher)
s	Sensitivität, kann man am Q100 und Q200 auswählen
b_{N_2}	Bruchstückfaktor für N_2 , weil alles auf N_2 normiert ist
b	Bruchstückfaktor für die Restgaskomponente
W_{ion}	Ionisierungswahrscheinlichkeit relativ zu N_2
n	Nachweiswahrscheinlichkeit = $\frac{28}{m(\text{amu})}$
t	Transmissionsfaktor
e	Empfindlichkeit

Es gelten $b_{\text{N}_2} = 0,9$, sowie $t = 1$ bei konstanter Empfindlichkeit und $t = 28/M(\text{amu})$ bei konstanter Auflösung. Die Empfindlichkeit e ist eine Kenngröße des verwendeten Messenfilters. Sie bezeichnet den Zusammenhang zwischen dem Partialdruck eines Gases und dem Elektronenstrom am Ende des Sekundärelektronenvervielfachers. In diesem Fall gilt $e = 100 \text{ A/mbar}$.

Mit Gl. (5.18) kann man die Partialdrücke allerdings nur mit Unsicherheiten von über 20% bestimmen, für eine höhere Genauigkeit müsste man den Massenfilter mit einem Prüfgas bekannter Zusammensetzung eichen [Q100].

Hat man mit dem Massenfilterprogramm die Signalspannungen bestimmt, so kann man mit den Werten für b und W_{ion} die Partialdrücke bestimmen. Diese Werte findet man in Tabellen, so z.B. in [Q100].

5.8 Die Pumpen

Das Gaseinlasssystem wird von zwei Pumpen evakuiert, von einer Turbomolekularpumpe (TMP) und einer Ionengeretterpumpe (IGP) (Abb. 5.1). TMPs arbeiten nur im Bereich molekularer Strömung.

Man spricht von molekularer Strömung, wenn der Druck und damit auch die Dichte eines Gases in einer Vakuumapparatur so gering ist, dass die Gasteilchen eher mit den Wänden der Apparatur, als untereinander wechselwirken. D.h. die mittlere freie Weglänge ist größer, als die Apparaturdimensionen. Aus diesem Grunde muss das Gas, welches von der TMP

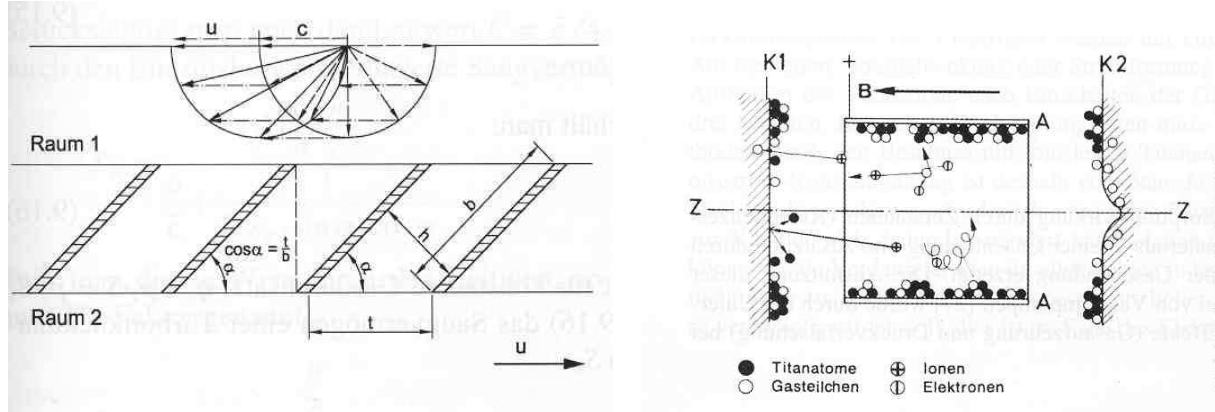


Abb. 5.12: Das Prinzip von Ionengetter- und Turbomolekularpumpe.

aus dem System abgepumpt wird, schnell genug aus der TMP entfernt werden, damit dort die molekulare Strömung aufrecht gehalten werden kann. Dies ist die Aufgabe der Vorpumpe der TMP.

Eine TMP besteht im Wesentlichen aus einer kleinen Turbine, welche das Gas aus dem Vakuumbehälter zum Gasauslass der TMP schaufelt. Die Gasteilchen adsorbieren für eine kurze Zeit auf den Schaufeln der Turbine. Im Koordinatensystem der Schaufel werden die Gasteilchen isotrop mit Geschwindigkeiten \vec{c} reemittiert (Abb. 5.12). Für einen Beobachter, der sich nicht mit der Schaufel mitbewegt, addiert sich zur thermischen Geschwindigkeit \vec{c} der Teilchen die Geschwindigkeit der Schaufel \vec{u} . Die Geschwindigkeiten \vec{c} mitteln sich zu Null. Die Gasteilchen können nun mit der Geschwindigkeit \vec{u} in die gewünschte Richtung bewegt werden.

Die von uns eingesetzte TMP hat eine Pumpleistung von 60 l/s für N_2 . Laut Datenblatt kann mit der ausgeheizten TMP ein Enddruck von $< 5 \cdot 10^{-10}$ mbar erreicht werden.

IGPs sind in der Regel aus vielen gleichartigen Zellen aufgebaut. Jede dieser Zellen besteht aus einer zylindrischen Anode, welche sich zwischen zwei Kathodenplatten befindet (Abb. 5.12). Entlang der Symmetrieachse liegt ein Magnetfeld an. In der Anode werden die Gasteilchen ionisiert und werden durch die Hochspannung auf die Kathode hin beschleunigt. Die Kathoden bestehen in der Regel aus dem Getter Titan. Die Ionen dringen aufgrund ihrer großen Energie in das Gettermaterial ein und bleiben dort begraben. Bei diesem Vorgang wird Titan von den Kathoden gelöst, welches sich z.B. auf der Anode absetzt. Auf diese Weise wird in der IGP permanent ein frischer Getterfilm gebildet. Die Pumpwirkung der IGP kommt sowohl durch die Adsorption am Getterfilm, als auch durch die Implantation der Ionen in die Kathoden zustande. In der Nähe des Einschusskraters können z.B. Edelgase physisorbieren. Wird die Pumpe eingeschaltet, erhitzt sich die Region um den Krater und diese Gase desorbieren wieder. Dieses Phänomen kann zu einem kurzfristigen Druckanstieg führen. Aus diesem Grund sollte man vermeiden, dass Gas auf dem Titan der IGP physisorbieren kann.

Laut Datenblatt kann man mit unserer IGP einen Enddruck von $< 10^{-11}$ mbar erreichen.

In unserem Gaseinlasssystem werden die Pumpen ihre theoretischen Enddrücke nicht erreichen, weil sie mit dem Monitorvolumen über Eckventile verbunden sind. Dadurch ist die Wahrscheinlichkeit, dass Gasteilchen aus dem Monitorvolumen zur Pumpe gelangen, reduziert. Die Pumpleistung

S einer Pumpe, welche eine Vakuumapparatur durch ein Bauteil mit dem Leitwert L pumpt reduziert sich über die Beziehung

$$\frac{1}{S_{eff}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{L} \quad (5.19)$$

auf die effektive Pumpleistung. Ist L viel kleiner, als S , so gilt

$$S_{eff} \approx L \ll S. \quad (5.20)$$

5.9 Die Ausheizvorrichtung

Ein Vakuumsystem kann umso besser ausgeheizt werden, je höher die Temperaturen sind (Kap. 4.1). In unserem System ist die Ausheiztemperatur jedoch an mehreren Stellen begrenzt. Den Datenblättern des Baratron und des PKR251 entnimmt man, dass an den Flanschen dieser Geräte höchstens 90°C (Baratron) bzw. 130°C (PKR251) herrschen dürfen.

Das Gaseinlasssystem ist auch sehr verwinkelt, was es schwierig macht, es mit Heizbändern zu umwickeln, ohne Heizbänder zu überkreuzen. An diesen Stellen könnte die Isolation der Heizbänder schmelzen, was zu einem Kurzschluss führen würde. Man würde auch viele Heizbänder brauchen, um das gesamte System zu heizen. Mit einer hohen Zahl von Heizbändern würde man leicht den Überblick darüber verlieren, wie man die Temperatur in welcher Region regulieren kann.

Für ein erfolgreiches Ausheizen ist aus mehreren Gründen eine gleichmäßige Temperatur notwendig: Hat man während des Ausheizens kalte Stellen in der Apparatur, so adsorbiert an diesen das Gas, welches an den heißen Stellen desorbiert ist. Hier wäre die Ausgasrate nach dem Ausheizen erhöht. Sind die Temperaturgradienten entlang der Flansche zu hoch, so können diese undicht werden. Beide Phänomene würden zu Verunreinigungen unserer Prozessgase führen. Aus diesem Grund haben wir uns dazu entschieden, das System mit einem Heizzelt auszuheizen. Die Komponenten, welche nicht heiß werden dürfen, schauen aus dem Zelt heraus. Im Zelt sind das Puffer- und Monitorvolumen mit Heizbändern umwickelt. Außerdem muss sichergestellt werden, dass die Temperatur der Ionengetterpumpe während des Ausheizvorganges nicht zu weit unter der Temperatur der übrigen Komponenten liegt. Ansonsten würde das Gas, welches im Gaseinlasssystem desorbiert, im Gettermaterial der Ionengetterpumpe sorbiert. Beim Einschaltvorgang könnte die Ionengetterpumpe auf diese Weise sehr stark ausgasen und die ausgeheizten Oberflächen im System wieder verunreinigen. Um sicherzustellen, dass die Temperatur der Ionengetterpumpe während des Ausheizens zu den höchsten Temperaturen gehört, wird diese mit einem Heizband und zusätzlich mit Alufolie umwickelt. Auf diese Weise steigt hier die Temperatur bis auf etwa 230°C. Die Kühlfalle wurde ebenfalls mit einem separaten Heizband geheizt.

Außerhalb des Zeltes wird mit einem Heizband der Massenfilter geheizt. Ein Ventilator wälzt die Luft im Heizzelt um. Dies soll eine gleichmäßig hohe Temperatur über das gesamte Gaseinlasssystem garantieren. An den Stellen, an welchen die Temperatur nicht zu hoch steigen darf und an einigen Stellen im Heizzelt wird die Temperatur mit PT100-Temperaturwiderständen gemessen.

Unser PXI-System kann Widerstände nicht direkt messen. Diese müssen in Spannungen umgewandelt werden, welche dann eingelesen werden können. In der Elektronikwerkstatt wurde zu diesem Zweck ein kleiner Einschub aufgebaut (Abb. 5.13). Der Einschub gibt für den Widerstand bei 0°C eine Spannung von 0 V und für den Widerstand bei 300°C eine Spannung von 5 V aus. Der Widerstand kann so bis auf einen Fehler von 1,5Ω bestimmt werden. Für die Temperatur ergibt sich damit ein Fehler von ≈5 K.

Die Messwerte der neun Sensoren, sowie der Druck im Gaseinlasssystem werden von einem Programm dargestellt (Abb. 5.13), sowie in eine Datei geschrieben. Mit diesem Protokoll kann man den Ausheizvorgang quantitativ nachvollziehen.

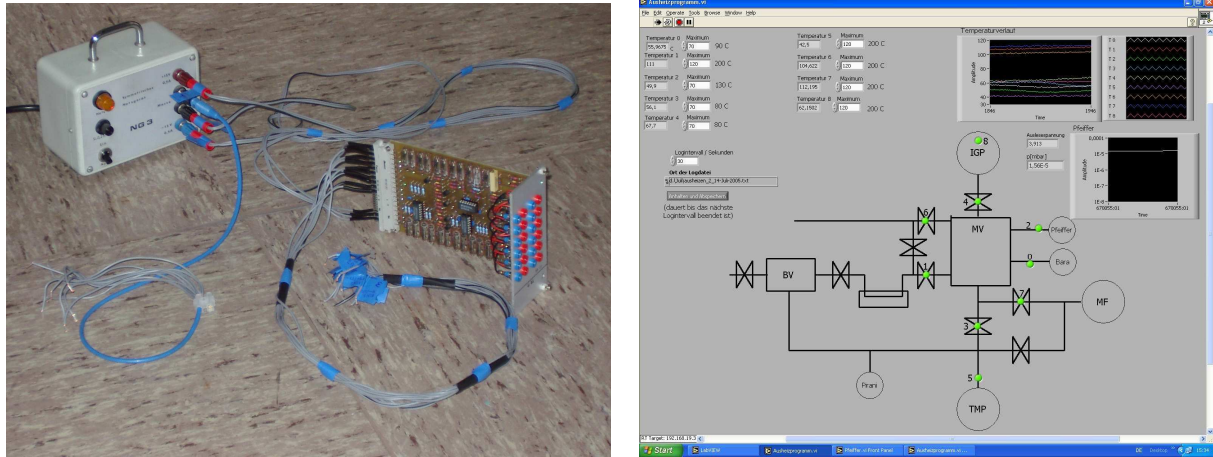


Abb. 5.13: Die Ausheizkontrolle. An der Frontplatte des Elektronikbauteils (links) werden die PT100-Widerstände angeschlossen. An der Rückseite gibt die Elektronik für jeden einzelnen PT100 ein Spannungssignal zwischen 0V (0°C) und 5V (300°C) aus. Dieses wird über die grauen Kabel vom LabVIEW/PXI-System ausgelesen. Die Temperaturen und der Druck werden von einem Programm (rechts) überwacht und mitgeschrieben. Jedem Temperatursensor ist ein LED und eine Maximaltemperatur zugeordnet. Wird diese überschritten, so wechselt das LED von grün nach rot. Die Fehler der Messungen betragen ≈ 5 K.

6. AUFBAU UND TEST DER VAKUUMKOMPONENTEN

6.1 Präparation und Zusammenbau

Viele Bauteile sind extra für dieses Experiment angefertigt worden. Diese kamen ölig aus der Werkstatt und mussten vor dem Einbau zunächst von ihrem Ölfilm befreit werden. Andere Bauteile waren mit der Hand angefasst worden und daher mit Fett und Hautrückständen kontaminiert. Diese Verunreinigungen können nicht durch Ausheizen entfernt werden. Daher musste sichergestellt sein, dass diese vor dem Einbau vollständig entfernt waren.

Dazu haben wir ein Ultraschallbad benutzt. Jede Komponente wurde zunächst in deionisierten Wasser mit 5% Seife (Tickopur R 33) gereinigt. Die Bauteile legten wir in das noch kalte Bad und schalteten die Ultraschallversorgung an. Nach 20 min hatte die Temperatur im Ultraschallbad 80°C erreicht, nach weiteren 20 min wurde die Komponente aus dem Bad herausgenommen. Um die Seifenrückstände zu entfernen, wurde das Bauteil nun in deionisierten Wasser geschwenkt und die Ultraschallbehandlung wurde mit deionisiertem Wasser wiederholt. Von nun an wurden die Bauteile nur noch mit Gummihandschuhen angefasst.

Der Druck in einer Vakuumkammer, bzw. die Menge der Verunreinigungen in unseren Gasen kann sich nicht nur durch Ausgasung, sondern auch durch Lecks erhöhen. Daher wurden sowohl die einzelnen Komponenten, vor dem Einbau, als auch das Gaseinlasssystem nach dem Einbau auf Lecks hin untersucht. Dazu ersetzten wir die Vorpumpe (Abb. 5.1) durch einen Lecktester. Ein Lecktester ist, vereinfacht formuliert, eine Pumpe mit eingebautem Massenfilter für Helium. Sprüht man ein Leck mit Helium an, so diffundiert dieses durch das Leck zum Lecktester.

Helium eignet sich besonders gut als Lecktestgas. Es ist leicht, klein und bleibt nicht lange auf Oberflächen haften (Physisorption, siehe Kapitel 4.1). Dadurch gelangt es schnell vom Leck zum Lecktester. Weil sein Anteil an der Luft mit ungefähr 5ppm sehr gering ist, tritt kein Untergrund auf, und man ist in der Lage die Lecks zu lokalisieren. Darüber hinaus ist Helium vergleichsweise günstig in der Anschaffung.

Mit dem Lecktester wurden viele undichte Flanschverbindungen oder Schweißnähte lokalisiert. Die Bauteile wurden neu zusammengesetzt, in die Werkstatt zurückgegeben und in einem Fall wurde ein Bauteil zur Firma zurückgeschickt. Mit dem Lecktester können im gesamten Gaseinlasssystem keine Lecks mehr gefunden werden, d.h. es gibt keine Lecks¹ mit $L > 10^{-10}$ mbar · l/s.

6.2 Die Ausgasrate

Für unser Experiment ist es notwendig, die Ausgasrate der Apparatur zu kennen. Ist die Apparatur mit Gas (z.B. 1 mbar) gefüllt und die Ventile zu den Pumpen sind geschlossen, so bestimmt die

¹ Der Lecktester zeigt permanent etwa $5 \cdot 10^{-10}$ mbar · l/s an, unabhängig davon, ob Helium in die Apparatur gelangen konnte. Da dieser Wert sich bei den, als dicht klassifizierten Komponenten auch auf der ersten Nachkommastelle nicht änderte, kann man $L < 10^{-10}$ mbar · l/s annehmen.

Ausgasrate die Reinheit der Gase.

Die Ausgasrate einer Vakuumapparatur bestimmt man üblicherweise mit der Druckanstiegs-methode. Dazu trennt man die Pumpen vom System ab, und misst bis über 20 Stunden lang den Druckanstieg, bis der Druck bei einem bestimmten Wert sättigt. Im Folgenden wird beschrieben, wie man diesen Druckanstieg mathematisch beschreiben kann [Ris04], wobei der Einfachheit halber nicht zwischen den einzelnen Komponenten, welche aus den Wänden ausgasen (H_2 , CO , CO_2 , H_2O , ..) unterschieden wird.

In der Vakuumtechnik bezeichnet man aufgrund der Beziehung $p \cdot V = N \cdot k \cdot T$ das Produkt $p \cdot V$ als Gasmenge. Die übliche Einheit für eine Gasmenge ist daher mbar \cdot l. Behält man dies im Hinterkopf, so wird klar, dass man den Anstieg des Druckes aufgrund einer Ausgasrate I (Einheit= mbar \cdot l/s), also der Menge der Teilchen, welche pro Zeit in die Vakuumapparatur ausgasen als

$$\frac{d}{dt}(pV) = I \quad (6.1)$$

schreiben kann. Wird der Druck p durch Sorption verringert, so kann man die Stärke der Sorption durch die Pumpleistung S mit der Einheit l/s modellieren. $S \cdot p$ ist dann die pro Zeit abgepumpte Menge. Die Anzahl der Teilchen, welche pro Zeit aus dem Vakuum adsorbieren, folgt dann dem Zusammenhang

$$\frac{d}{dt}(p \cdot V) = -p \cdot S. \quad (6.2)$$

In Wirklichkeit finden Ad- und Desorption gleichzeitig statt. Daher muss man Gl. (6.1) und Gl. (6.2) kombinieren, und erhält mit $V = \text{cst.}$

$$\dot{p} = \frac{I}{V} - \frac{S}{V}p. \quad (6.3)$$

Diese einfache Differentialgleichung wird durch die Funktion

$$p(t) = c_0 + c_1(1 - e^{-c_2 t}) \quad (6.4)$$

gelöst (vgl. Abb 6.1). Aus den Konstanten c_0 , c_1 und c_2 kann man nun die Ausgasrate j pro Fläche berechnen. Dazu setzt man den Ansatz

$$p(t) = c_0 + c_1 \cdot (1 - e^{-c_2 \cdot t}). \quad (6.5)$$

Setzt man diesen in Gl. (6.3) ein, so ergibt sich

$$\left(c_1 \cdot c_2 - \frac{S}{V} \cdot c_1 \right) e^{-c_2 t} = \frac{I}{V} - \frac{S}{V} (c_0 + c_1). \quad (6.6)$$

In Gl. (6.6) ist die linke Seite zeitabhängig, während die rechte Seite nicht von der Zeit abhängt. Daher müssen die rechte Seite, und der Klammerausdruck auf der linken Seite gleich Null sein:

$$0 = c_1 \cdot c_2 - \frac{S}{V} \cdot c_1 \quad (6.7)$$

$$0 = \frac{I}{V} - \frac{S}{V} (c_0 + c_1) \quad (6.8)$$

Nun kann man aus Gl. (6.7) und Gl. (6.8) einen Ausdruck für die Ausgasrate bestimmen

$$j = \frac{I}{A} = \frac{V}{A}(c_0 + c_1) \cdot c_2. \quad (6.9)$$

Man kann nun die Funktion aus Gl. (6.4) an die Messwerte anpassen und mit den so gewonnenen Parametern die Ausgasrate bestimmen.

Andererseits könnte man die Ausgasrate aber auch aus der Steigung der Druckkurve während der ersten Stunden, wenn sich die Sättigung durch die Sorption S noch nicht bemerkbar macht, bestimmen. Solange $S \cdot p$ in Gleichung 6.3 klein gegenüber I ist, vereinfacht sich diese Gleichung zu

$$\dot{p} = \frac{I}{V}, \quad (6.10)$$

mit der Lösung

$$p(t) = a_0 + a_1 \cdot t. \quad (6.11)$$

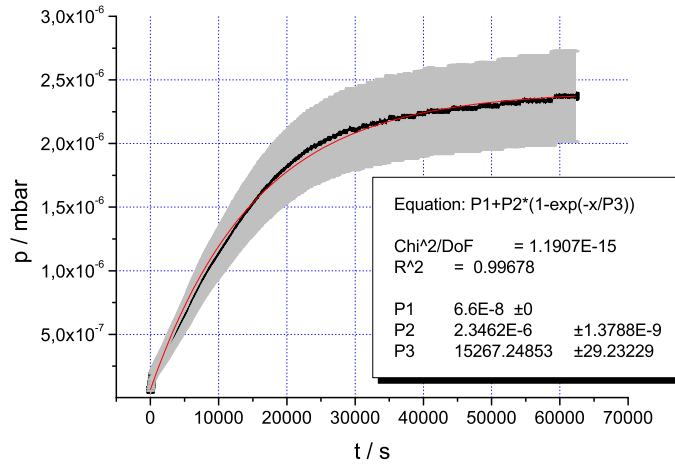


Abb. 6.1: Eine Ausgaskurve. Gemessen wurde der Druckanstieg im Monitorvolumen. Das Gaseinlasssystem war zum Zeitpunkt der Messung noch nicht ausgeheizt.

Die totale Ausgasrate I ist nun durch $I = a_1 V$ gegeben.

Setzt man die Fitparameter aus Abb. 6.1 in Formel (6.9) ein, so erhält man eine Ausgasrate von $1,4 \cdot 10^{-13} \frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{cm}^2 \cdot \text{s}}$. Solch niedrige Ausgasraten wurden zum Vergleich beim KATRIN-Vorspektrometer erst erreicht, nachdem dieses bis auf 225°C ausgeheizt, auf 10^{-10} mbar abgepumpt und auf -14°C heruntergekühlt worden war [Pro04]. Die Messung ergibt also einen unrealistischen Wert. Es ist bekannt, dass Druckmessgeräte je nach Messprinzip selbst als Pumpe wirken können. Der Druck im Monitorvolumen wird zum einen mit dem Baratron gemessen, dieses kann sicher kein Gas pumpen. Das zweite Messgerät ist die Pfeiffer-Röhre PKR251 (vgl. Abb. 5.1). Kaltkathoden-Messröhren, wie die Pfeiffer-Röhre PKR251 sind kleine Ionen-Pumpen. Bei einem Druck von etwa 10^{-6} mbar, also in dem Druckbereich, in welchem der Druck in der nichtausgeheizten Apparatur sättigt liegt die Pumpgeschwindigkeit bei 0,1 bis 0,35 l/s [Pfe05]. Mit dieser Information kann man die Ausgasrate in der unausgeheizten Apparatur abschätzen.

Bezeichnet L die Pumpleistung in l/s und I die Gaslast in mbar · l/s, so stellt sich langfristig ein Gleichgewichtsdruck p_{gg} ein

$$p_{gg} = \frac{I}{L}. \quad (6.12)$$

Die Ausgasrate j pro Fläche A kann man nun durch

$$j = \frac{I}{A} = \frac{p_{gg} \cdot L}{A} \quad (6.13)$$

abschätzen. Dabei wurde davon ausgegangen, dass L über die Sorption auf den Wänden der Vakuumapparatur dominiert.

Mit den relativ ungenau gegebenen Termen ($p_{gg} = 2,3 \cdot 10^{-6} \pm 6,9 \cdot 10^{-7}$ mbar, $L = 0,2 \pm 0,1$ l/s, $A = 10^3 \pm 10^2$ cm²) ergibt sich eine Ausgasrate von $4,6 \cdot 10^{-10} \pm 2,7 \cdot 10^{-11} \frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{cm}^2 \cdot \text{s}}$ im unausgeheizten System, was für eine unausgeheizte Apparatur als realistisch anzusehen ist.

Tab. 6.1: Massenspektrum ohne Ausheizen und Getter.

Komponente	Massenzahl	Bruchstückfaktor b	p [mbar]	Prozent
H ₂ O	2	0,05	$5,8 \cdot 10^{-9}$	
H ₂ O	17	0,161	$9,3 \cdot 10^{-9}$	
H ₂ O	18	0,6	$9,6 \cdot 10^{-9}$	43 (aus m=17,18)
H ₂ O			$9,45 \cdot 10^{-9}$ (aus m=17,18)	
CO	28	0,913	$4,7 \cdot 10^{-9}$ ($1,2 \cdot 10^{-9}$)	21 (5)
N ₂	28	0,863	($3,84 \cdot 10^{-9}$)	(17)
O ₂	32	0,842	$9,6 \cdot 10^{-10}$	4
CO ₂	44	0,727	$7 \cdot 10^{-9}$	31

6.3 Das Restgasspektrum vor dem Ausheizen

Abbildung 6.2 zeigt das Restgasspektrum, nachdem für etwa zwei Wochen mit der TMP und der IGP gepumpt wurde. Während dieser Zeit wurde die Apparatur für Messungen in regelmäßigen Abständen mit bis zu 10^{-2} mbar Krypton befüllt (Kap. 7). Für diese Messungen war die Region um das Monitorvolumen modifiziert (Abb. 7.1) und die Getterfalle war noch nicht eingebaut. Für die Messung wurden alle Ventile vollständig geöffnet. Die Messung wurde mit dem Q200 vorgenommen: Die Einstellungen des Q200 waren E=konst. (konstante Transmission), I=2mA (Strom zur Ionisierung), $s=10^{-7}$ (Empfindlichkeit), $U_{\text{multiplier}} = 4$ kV (Versorgungsspannung für den Sekundärelektronenvervielfacher). Die Messung mit dem xy-Schreiber ist in Abb. 6.2 dargestellt. In Tabelle 6.1 ist das Ergebnis der Auswertung zusammengefasst. Die Werte ohne Klammer wurden mittels Gl. (5.18) direkt aus der Signalspannung ausgerechnet. Man erkennt, dass H₂O die dominierende Restgaskomponente ist. Aus den Linien bei den Massenzahlen 17 und 18 ergeben sich vergleichbare Werte für den H₂O-Partialdruck. Daher ist es sinnvoll, den Mittelwert dieser beiden Partialdrücke als besten Annäherung an den „wahren Wert“ anzusehen.

Bei der Auswertung des Massenspektrums (Tab. 6.1) kann man sich auf die Hypothese stützen, dass N₂ und O₂, in einer unausgeheizten Apparatur wie in der Raumluft in einem Verhältnis von 4:1 vorkommen sollten [Bal]. Der Partialdruck von N₂ ist dann viermal der Partialdruck von O₂ und das Signal von N₂ muss von der Linie für CO bei der Massenzahl 28 subtrahiert werden. Die Werte, welche man mit dieser Hypothese erhält, sind in Klammern angegeben.

Bei den übrigen Komponenten wurde lediglich die Linie mit dem größten Bruchstückfaktor benutzt, weil die Bruchstückfaktoren der übrigen Linien im einstelligen Prozentbereich liegen und so eine Diskriminierung zwischen Mehrdeutigkeiten, wie im Falle von CO und N₂ unsicher machen. Im Monitorvolumen wurde zur selben Zeit $p = 2,5 \cdot 10^{-8}$ mbar gemessen. Die Summe der Partialdrücke beträgt $p = 2,2 \cdot 10^{-8}$ mbar. Die Differenz lässt sich einerseits durch einen Druckgradienten in der Apparatur und andererseits durch die Messfehler erklären (Ungenauigkeit Massenfilter > 20% und Ungenauigkeit Druckmessung Monitorvolumen $\approx 15\%$).

Die Analyse zeigt also, dass der Großteil des Restgases im Gaseinlasssystem aus Wasserdampf besteht. In Kapitel 4.1 wurde vorgerechnet, wie H₂O durch Ausheizen aus einer Vakuumapparatur entfernt wird. Im folgenden Kapitel wird erklärt, wie dieses Prinzip angewendet wurde, um das Gaseinlasssystem zu reinigen.

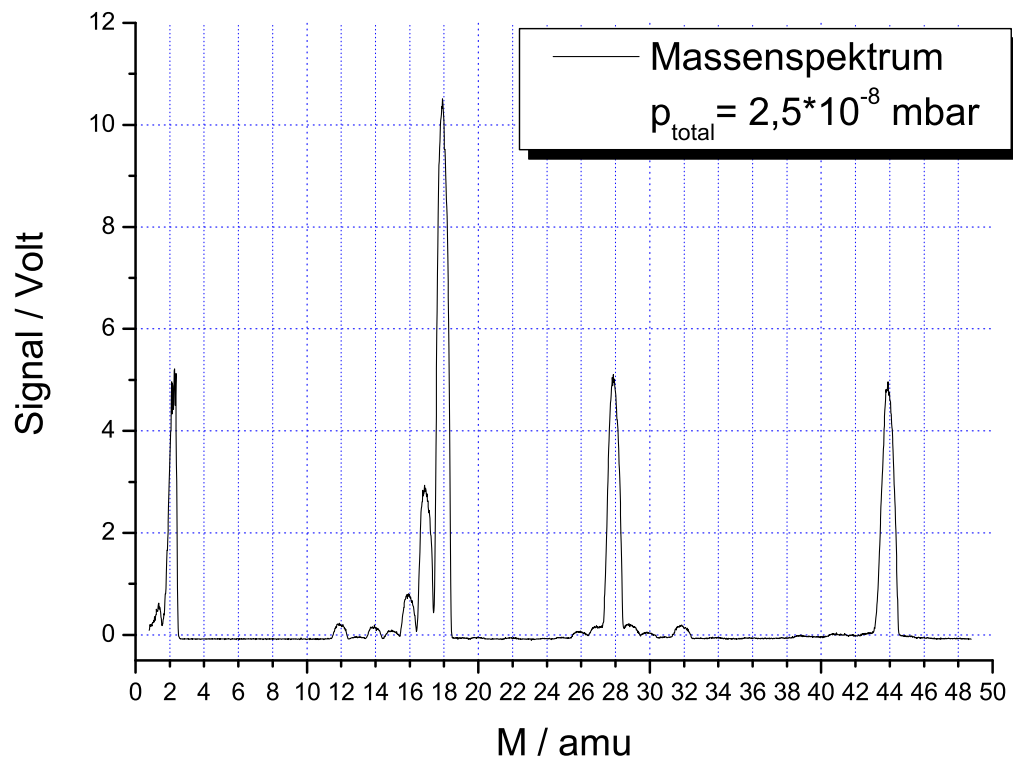


Abb. 6.2: Massenspektrum ohne Ausheizen und ohne Getter. Zu sehen ist ein Massenspektrum, das nach etwa zwei Wochen Pumpzeit (IGP+TMP) an der Apparatur gemessen wurde. Die Linienhöhen entsprechen hier nicht direkt den Partialdrücken (Formel 5.18). Die dominierenden Restgaskomponenten sind: 18(H_2O), 28(CO/N_2), 32(O_2) und 44(CO_2). Die Linie bei der Massenzahl 2 würde mit Gl. (5.18) einem H_2 -Partialdruck von $3,6 \cdot 10^{-11} \text{ mbar}$ entsprechen. Allerdings ergibt sich aus der Bruchstückverteilung von H_2O bei der Massenzahl 2 schon eine Signalspannung von $\approx 8 \text{ V}$, wenn man von $p_{\text{H}_2\text{O}} \approx 9,4 \cdot 10^{-9} \text{ mbar}$ ausgeht. Daher ist davon auszugehen, dass die Apparatur im Vergleich zu H_2O nur unwesentlich viel H_2 enthält.

6.4 Ausheizen der Apparatur

Das Gaseinlasssystem wurde für 140 Stunden ausgeheizt (Abb. 6.3 links). Das System war zu diesem Zeitpunkt noch nicht an den Rest der Kr-Kalibrationsquelle angeflanscht, da an dieser gearbeitet wurde.

Während der ersten fünf Stunden haben wir die Temperaturen langsam erhöht, so dass sich keine Komponente schneller, als mit etwa 60°C pro Stunde aufwärmen konnte. Ganz zu Anfang der Messung wurde die Heizung der Getterfalle schrittweise hochgedreht. Der Druck stieg hierdurch kurzfristig auf $2 \cdot 10^{-4}$ mbar und fiel jedes mal, nachdem die Temperatur der Getterfalle erhöht wurde nach einiger Zeit ein wenig weiter ab (Abb. 6.3 rechts). Nach 36 Stunden hatte der Druck in der Apparatur $1 \cdot 10^{-10}$ mbar erreicht und änderte sich bis zum Ende des Ausheizvorganges nicht mehr.

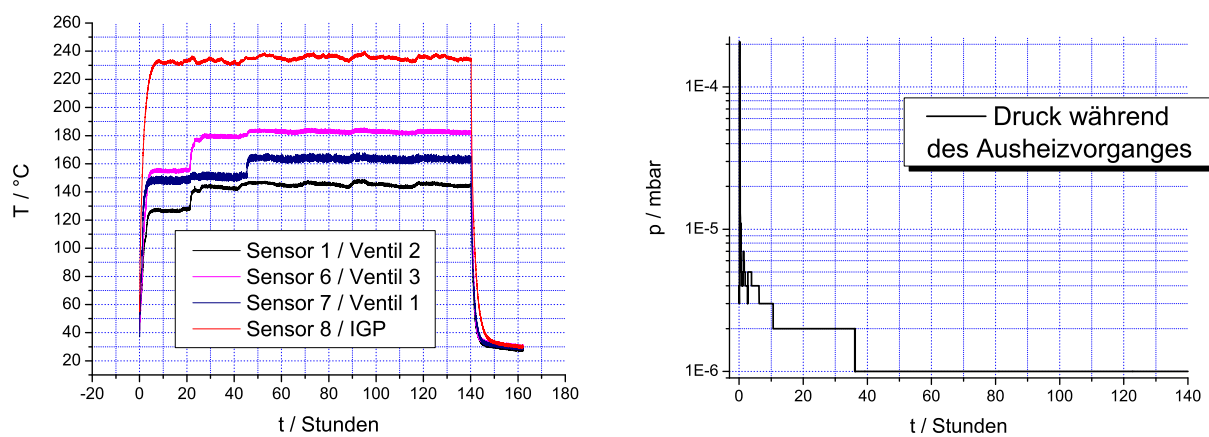


Abb. 6.3: Temperaturen und Druck während des Ausheizens. Links: Die IGP hatte die höchste Temperatur im gesamten Gaseinlasssystem. Die Temperaturen der Komponenten im Ausheizzelt wurden während der ersten zwei Tage schrittweise erhöht. Rechts: Wenn die Temperaturen erhöht wurden, stieg der Druck kurz an, um dann unter den Ausgangswert abzufallen. Das Logintervall für den Druck war mit 60 Sekunden länger, als der kurzfristige Anstieg. Daher ist der Anstieg im Plot nicht zu erkennen. Die Fehler der Druckmessung betragen $\approx 15\%$. Die Fehler der Temperaturmessungen entstehen zum einen durch die Elektronik (Kap. 5.9, $\approx 5\text{K}$), zum anderen können Messfehler durch schlechte Ankopplungen der PT100-Sensoren an die Vakuumbauteile entstehen.

Wir haben in einem vorhergegangenen, missglückten Ausheizversuch die Erfahrung gemacht, dass die Ionengetterpumpe (IGP) während des Ausheizens heißer, als der Rest der Apparatur sein sollte. Ist dies nicht der Fall, so können die Gase, welche in anderen Teilen der Apparatur desorbieren, in der IGP adsorbieren, da diese aus Gettermaterial besteht.

Schaltet man nun die IGP ein, so desorbieren diese Gase und der Druck in der Apparatur kann sich durch den Einschaltvorgang auf über 10^{-5} mbar erhöhen (Abb. 6.4). Es dauert dann einige Minuten, bis sich der Druck wieder bei niedrigen Drücken stabilisiert. Auf diese Weise kontaminiert man das Vakuumsystem bei jedem Einschaltvorgang.

Die IGP darf bei Temperaturen von bis zu 250° betrieben werden. Während des Ausheizens haben wir an der IGP ein wenig mehr, als 230°C (Abb. 6.3) gemessen. Wir haben die IGP jedoch ausgeschaltet gelassen, um sicherzugehen, dass wir aufgrund einer nicht ganz genauen Messung die IGP zerstören.

Nach Beendigung des Ausheizvorganges haben wir die IGP eingeschaltet, sobald für sie eine Temperatur von 210°C angezeigt wurde. Der Druck in der Apparatur stieg nun für etwa eine Minute an, um dann wieder unter das Ausgangsniveau abzusinken. Mit dieser Strategie konnten wir erreichen, dass die IGP zu späteren Zeitpunkten ohne jegliche Ausgasung eingeschaltet werden kann. Der Druck in der Apparatur beginnt sofort zu sinken, nachdem die IGP eingeschaltet wird und zeigt keinen messbaren Anstieg.

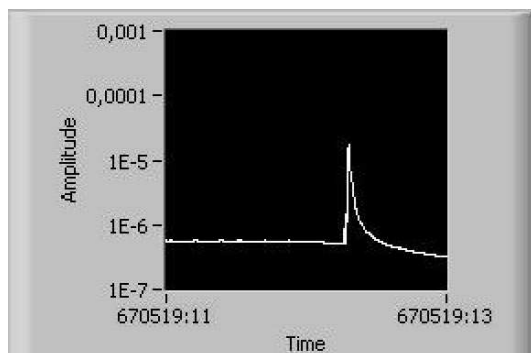


Abb. 6.4: Desorption aus der IGP. „Amplitude“ steht hier für den Druck in mbar.

schen den $2,7 \cdot 10^{-10}$ mbar entsprechen würde. Wir können uns daher sicher sein, dass der Druck in der Apparatur unter $5 \cdot 10^{-9}$ mbar lag.

Wenn wir mit den Gaseinlasssystem inertes Krypton, Neon oder Helium zum Substrat leiten wollen, so sollen diese zunächst im Monitorvolumen zwischengespeichert werden, bevor sie über das Schrittmotorventil 3 (Abb. 5.1) zu Substrat gelassen werden.

Der Druck der inerten Gase im Monitorvolumen sollte dabei in der Größenordnung von 1 mbar liegen. Dazu müssen die TMP und die IGP vom Monitorvolumen abgetrennt sein. Die Reinheit der Prozessgase im Monitorvolumen ist durch zwei Faktoren begrenzt: Durch den Restdruck welcher erreicht werden kann, bevor die Prozessgase in das Monitorvolumen gelassen werden und durch die Ausgasung während sich die Gase im Monitorvolumen befinden. Solange das Gaseinlasssystem noch nicht ausgeheizt war, stieg der Druck, kurz nachdem die Ventile zu den Pumpen geschlossen wurden, im Monitorvolumen zunächst auf etwa $3 \cdot 10^{-7}$ mbar. Anschließend erhöhte sich der Druck mit einer Geschwindigkeit von $10^{-10} \pm 2 \cdot 10^{-11}$ mbar/s. Durch den Ausheizvorgang konnte der Beitrag durch das Restgas um eine Größenordnung reduziert werden (Abb 6.5).

Im ausgeheizten Monitorvolumen steigt der Druck nicht über $3,4 \cdot 10^{-8} \pm 5 \cdot 10^{-9}$ mbar, auch wenn die Ventile zu den Pumpen geschlossen werden (Abb.6.5). Dies bedeutet, dass die Prozessgase Helium, Neon und Krypton im Monitorvolumen lediglich auf dem 10 ppb-Niveau kontaminiert werden, wenn diese mit einem Druck von etwa 1 mbar im Monitorvolumen zwischengespeichert werden.

Einen Tag, nachdem der Ausheizvorgang beendet war, zeigte das PKR251 einen Druck von $2,7 \cdot 10^{-10}$ mbar an. Allerdings endet der Messbereich, in welchem dieses Gerät reproduzierbar messen kann bei $5 \cdot 10^{-9}$ mbar. Das PKR251 gibt uns eine Spannung aus, welche wir mit dem PXI-System einlesen und nach

$$p(\text{mbar}) = 10^{1,667 \cdot U(\text{V}) - 11,33} \quad (6.14)$$

in einen Druck umrechnen. Den $5 \cdot 10^{-9}$ mbar entspricht eine Spannung von 1,82 V. Wir haben aber 1,06 V eingelesen, was mit (6.14) theoreti-

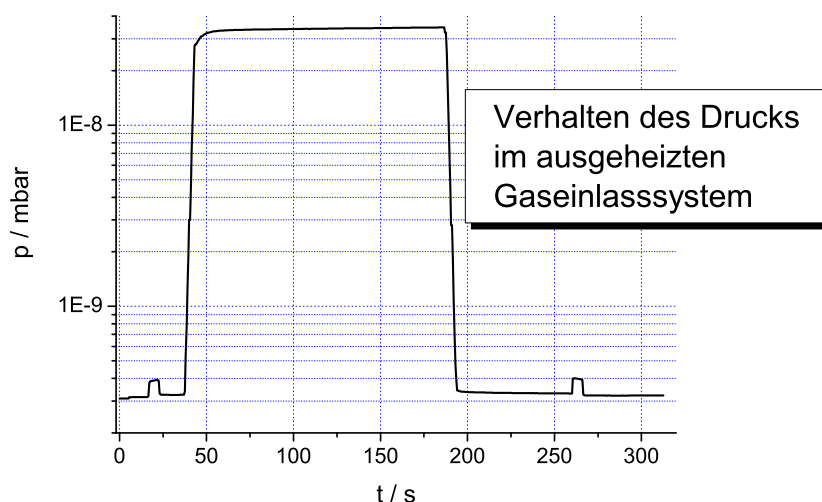


Abb. 6.5: Druck im ausgeheizten Monitorvolumen. Zunächst waren die Ventile zwischen dem Monitorvolumen und beiden Pumpen offen. Nach 15 Sekunden wurde das Ventil zur TMP geschlossen. Als nach 36 Sekunden die IGP vom MV getrennt wurde, stieg der Druck in diesem auf $3,4 \cdot 10^{-8} \pm 5 \cdot 10^{-9}$ mbar. Die Druckspitzen beim Öffnen und Schließen des Ventils zur TMP stammen von Gas, welches aus dem Ventil freigesetzt und von der IGP wieder abgepumpt wird (absoluter Fehler $\approx 15\%$ oberhalb von $5 \cdot 10^{-9}$ mbar).

6.5 Das Restgasspektrum nach dem Ausheizen

Im vorhergegangenen Kapitel wurde gezeigt, dass es prinzipiell möglich sein wird, die Verunreinigungen der Gase im Monitorvolumen auf dem Niveau einiger ppm zu halten. In diesem Kapitel wird das Spektrum des Restgases im Gaseinlasssystem ausgewertet, nachdem dieses ausgeheizt wurde. Mit dem Ergebnis aus dieser Analyse kann spezifiziert werden, um welche Verunreinigungen es sich dabei handelt.

Betrachtet man das Spannungsspektrum, welches mit dem xy-Schreiber aufgenommen wurde (Abb. 6.6), so erkennt man sofort, dass im Vergleich zum Massenspektrum vor dem Ausheizen der Partialdruck des Wasserdampfes, welcher vorher etwa 43% des Restgases ausmachte, deutlich reduziert werden konnte. O_2 ist vollständig aus dem Spektrum verschwunden (Tab. 6.2 und Abb. 6.6).

Bei der Auswertung des Spektrums musste das Spannungssignal für die Masse 2 zunächst nach unten korrigiert, weil H_2O dort auch ein Bruchstück besitzt ($b = 0,05$). Die Linie bei der Massenzahl 28 muss wegen eines CO_2 -Bruchstückes nach unten korrigiert werden ($b = 0,083$). Diese Korrektur ist jedoch sehr klein. Bei der Massenzahl 28 könnte ein Signal sowohl von CO , als auch von N_2 stammen. Hier besitzen beide Komponenten vergleichbar große Bruchstückfaktoren. Um diese Doppeldeutigkeit aufzulösen, wurde das Signal bei der Massenzahl 14 herangezogen. Hier besitzen zwar auch CO und N_2 Bruchstücke, aber der Bruchstückfaktor für N_2 ist mehr, als zehn mal größer, als der von CO . Auf diese Weise wurde das Signal bei der Massenzahl 28 ein wenig nach unten korrigiert.

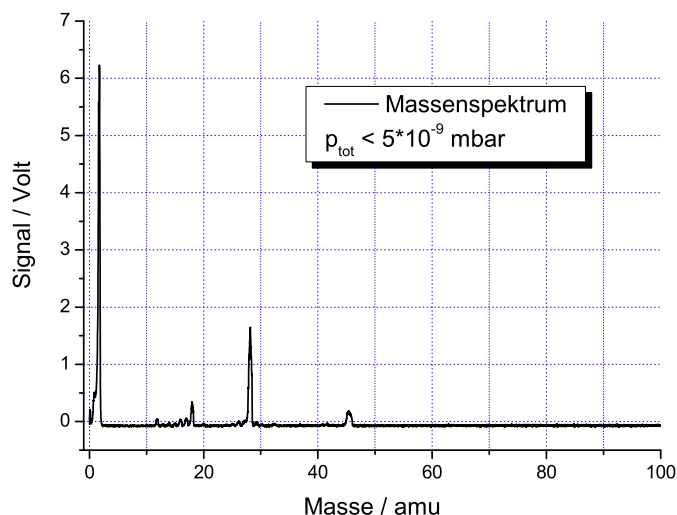


Abb. 6.6: Massenspektrum nach dem Ausheizen. Die dominierenden Restgaskomponenten befinden sich bei den Massenzahlen 2(H_2), 18(H_2O), 28(CO) und 44(CO_2). Dabei stammt in dieser Abbildung fast die Hälfte der Spannung bei der Massenzahl 2 von einem Bruchstück von H_2O .

Tab. 6.2: Anteile der Restgaskomponenten nach dem Ausheizen. (vgl. Abb. 6.6) Die Summe der Partialdrücke beträgt $2,2 \cdot 10^{-9}$ mbar. Im Monitorvolumen wurde zur selben Zeit ein Druck von $< 5 \cdot 10^{-9}$ mbar gemessen (Fehler der Partialdrücke $> 20\%$). Bei der Analyse wurde der Anteil durch Bruchstücke „fremder Massen“ von den Spannungssignalen subtrahiert (siehe Text).

Komponente	Massenzahl	Bruchstückfaktor b	p [mbar]	Prozent
H_2	2	1	$2,2 \cdot 10^{-10}$	9,9
H_2O	18	0,6	$2,9 \cdot 10^{-10}$	13,1
N_2	14	0,128	$2,8 \cdot 10^{-10}$	12,6
CO	28	0,913	$1,15 \cdot 10^{-9}$	51,8
CO_2	44	0,727	$2,8 \cdot 10^{-10}$	12,6

Der Druck von $2,22 \cdot 10^{-9}$ mbar, welcher sich aus den Partialdrücken der Restgaskomponenten ergibt, ist mit dem Druck von, welcher im Monitorvolumen gemessen wurde, verträglich. Von diesem können wir mit Sicherheit behaupten, dass er unter $5 \cdot 10^{-9}$ mbar liegt (Kap. 6.4). Wie schon erläutert, können wir aus den Messwerten des PKR251 lediglich folgern, dass der Druck im Monitorvolumen zum Zeitpunkt der Messung unter $5 \cdot 10^{-9}$ mbar lag. Es ist aber auch möglich, dass der Druck am Massenfilter tatsächlich höher, als im Monitorvolumen war, denn während einer Messung gast der Massenfilter verstärkt aus. Zum Zeitpunkt der Messung war der Massenfilter schon etwa eine Stunde im Betrieb. Durch diese Vorlaufzeit sollte verhindert werden, dass der Massenfilter die Messung durch verstärkte Ausgasung übermäßig verfälscht.

Die Kapillare, durch welche die Gase zum Substrat geleitet werden, kann bis auf ≈ 40 K her-

untergekühlt werden. Soll Neon zum Substrat geleitet werden, so kann man die Temperatur der Kapillare bei ihrem Minimalwert halten und auf diese Weise CO_2 und H_2O abtrennen (vgl. Abb. 5.7). Sollen Krypton-Filme aufgefroren werden, kann man lediglich H_2O abscheiden. Zur Reduktion des Anteils von CO , H_2 und H_2O könnte man versuchen, Gettermaterial im Monitorvolumen unterzubringen. Dies müsste hier zur Aktivierung ebenfalls ausgeheizt werden. Dies ist nur bedingt möglich, da die Druckmessgeräte, welche am Monitorvolumen angebracht sind die Temperatur begrenzen (Kap. 6.4).

7. MESSUNGEN MIT DER TESTKAPILLARE

7.1 Die Motivation für die Messung

Ist das Gaseinlasssystem in die Kr-Kalibrationsquelle eingebaut, so werden das ^{83m}Kr , sowie Krypton, Helium und Neon durch eine über einen Meter lange Kapillare zum Substrat geleitet. Für eine maximale Reinheit der Gase im Substratvolumen ist eine tiefe Temperatur der Kapillare aus zwei Gründen erforderlich: Zum einen soll die Kapillare bei einer möglichst geringen Temperatur gehalten werden um die Ausgasung aus den Kapillarenwänden zu minimieren. Zum anderen wirkt eine kalte Kapillare für alle Gase, welche bei gegebenem Partialdruck bei Temperaturen oberhalb der Kapillarentemperatur kondensieren als Kühlfalle, d.h. diese Gase werden nicht bis zum Substrat weitergeleitet. Hier könnte evtl. die Gefahr bestehen, dass die Kapillare mit diesen Gasen zufriert. Diese Gefahr wird durch die Kühlfalle minimiert, indem solche Gase schon vorher herausgefiltert werden.

Bei der Kr-Kalibrationsquelle des Mainzer Neutrinomassenexperimentes hatte es sich gezeigt, dass bei Temperaturen unterhalb von etwa 130 K kein ^{83m}Kr mehr durch die Kapillare gelangen konnte [Bor05]. Hierbei handelte es sich um ^{83m}Kr , welches ohne Trägergas durch die Kapillare geleitet werden sollte.

In Kapitel 4.2 wurde schon erwähnt, dass die Adsorption von Krypton einer BET-Isotherme folgen sollte. Den Sättigungsdampfdruck des Kryptons von etwa 100 mbar bei 130 K (Abb. 5.7) hat man in Mainz auf keine Fall mit ^{83m}Kr aus einer ^{83}Rb -Quelle erreicht.¹ Es möglich, dass die Ausläufer der BET-Adsorptionskurve dazu führten, dass die kleinen Kryptonmengen bei Temperaturen um 130 K in der Kapillare festgehalten wurden.

Im Folgenden werden zwei unterschiedliche Experimente vorgestellt. In dem ersten Experiment, der „dynamischen Messung“, sollte genauer die Temperaturabhängigkeit der Transmission von Krypton durch eine Kapillare mit 3mm Innendurchmesser untersucht werden. Im zweiten Experiment, der „statischen Messung“ wurde die Adsorption von Krypton auf den Wänden einer solchen Kapillare genauer studiert.

7.2 Die dynamische Messung

Für die „dynamische Messung“ wurde der Teil des Gaseinlasssystems, welcher bis zu diesem Zeitpunkt aufgebaut war, modifiziert. Der Teil des Gesamtaufbaus, mit welchem das Experiment durchgeführt wurde, ist in Abbildung 7.1 dargestellt.

Über den Eingang des Monitorvolumens, welcher in der Zeichnung mit „Gaseinlass“ bezeichnet ist, konnte man dosiert Krypton in die Apparatur lassen.

Das Gas strömte durch die Testkapillare vom Testvolumen in das Monitorvolumen. Die Testkapillare war auf einem Kupferblock aufgewickelt und angelötet (Abb. 7.4) . Dieser hatte über eine

¹ Die Grenze für das Labor in Mainz war 1mCi. Mit den ^{83}Kr -Atomen aus einer solchen ^{83}Rb -Quelle ist ein solcher Druck unmöglich zu erreichen (vgl. Abb. 5.2).

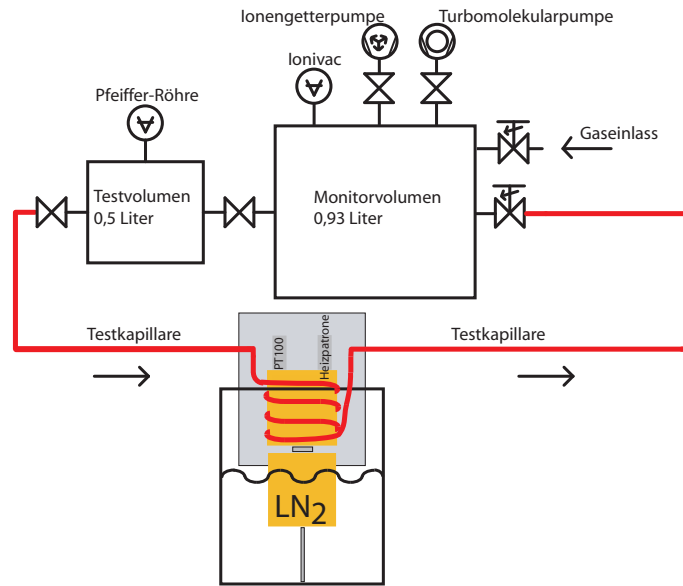


Abb. 7.1: Der Aufbau zur Kapillarenmessung schematisch. Dargestellt ist der Teil der Gesamtparatur, mit dem die Messung mit der Testkapillare durchgeführt wurde (Testkapillare in rot, vgl. Abb. 7.4). Alle weiteren Komponenten des Gesamtaufbaus wurden zwecks einer besseren Übersicht nicht dargestellt. Die Drücke wurden hier mit zwei unterschiedlichen Druckmessgeräten gemessen, mit dem PKR251 von Pfeiffer Vakuum und mit dem Ionivac ITR90 von Leybold. Dies machte eine gegenseitige Kalibrierung notwendig.

Edelstahlmutter Kontakt mit einem zweiten Kupferblock, der in flüssigen Stickstoff getaucht war. Die Edelstahlmutter war zwischen die Kupferblöcke geschraubt, um sicherzustellen, dass der größte Temperaturabfall in der Edelstahlmutter und nicht innerhalb des Kupfers stattfand, denn Edelstahl hat einen viel kleineren Temperaturleitwert als Kupfer. Hiermit war der Temperaturgradient entlang des oberen Kupferblockes und damit entlang der Kapillare minimiert. Die Kupferblöcke mit der empfindlichen Kapillare waren zur Unterstützung auf einer langen Gewindestange aufgeschraubt. So wurde verhindert, dass die Kapillare unter dem Gewicht der Kupferblöcke einknicken konnte. Die Temperatur wurde über den Stand des flüssigen Stickstoffes sowie den elektrischen Strom durch die Heizpatrone eingestellt. Mit einem PT100-Widerstand wurde die Temperatur gemessen. Der Teil mit der aufgewickelten Kapillare befand sich in Isolationsschaum.

Ziel des Experimentes war es, die Adsorption von Krypton in der Kapillare bei molekularem Fluss für verschiedene Temperaturen zu messen. Molekularer Fluss liegt vor, wenn die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen größer als der halbe Rohrdurchmesser d ist, wenn also Wechselwirkungen zwischen den Gasteilchen und den Wänden gegenüber den Wechselwirkungen der Gasteilchen untereinander dominieren. Nach [GdV04] lässt sich der Druck, der hierfür nicht überschritten werden darf, über eine Faustformel abschätzen

$$p \cdot d < 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{cm}. \quad (7.1)$$

In unserem Fall hat die Kapillare einen Innendurchmesser von 0,3 cm, die Obergrenze für den Druck beträgt also

$$p < 4,3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}. \quad (7.2)$$

In den Messungen wurde am Ende der Kapillare mit dem höheren Druck niemals $1,2 \cdot 10^{-2}$ mbar überschritten. Wir können also sicher sein, dass es sich bei dem Fluss durch die Kapillare tatsächlich um molekularen Fluss handelte.

Um vergleichbare Messergebnisse zu garantieren wurde darauf geachtet, während und auch zwischen den Messungen ein gleichbleibendes Protokoll einzuhalten, welches im Folgenden vorgestellt werden soll:

Ausheizen und Auspumpen Vor bzw. nach jeder Messung wurde der aufgewickelte Teil der Testkapillare mit der Heizpatrone bis auf eine Temperatur von etwa 410 K aufgeheizt (Abb. 7.2). Hierdurch sollten das Krypton und die Verunreinigungen, welche sich nach einer vorhergehenden Messung noch auf den Wänden der Kapillare befanden, entfernt werden.

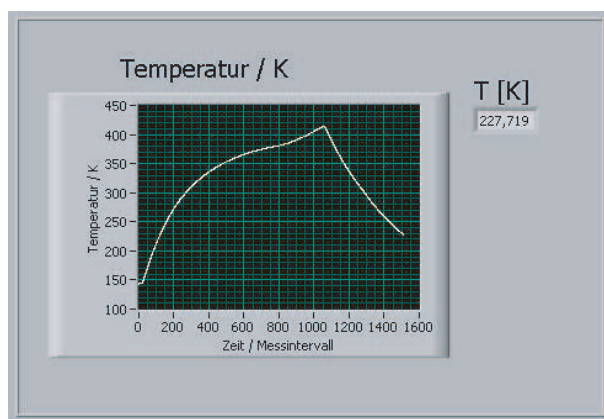


Abb. 7.2: Ein typischer Ausheizvorgang, „Messintervall“ ist in diesem Fall eine Sekunde.

$5 \cdot 10^{-8}$ mbar.

Ohne Ausheizen wäre in einer nachfolgenden Messung bei vergleichbarem Druck selbst bei einer tieferen Temperatur der Kapillare u.U. weniger Krypton aus dem strömenden Gas absorbiert worden. Denn es hätte sich Gas auf der Wand befunden, und bis zum Gleichgewicht zwischen adsorbierter und gasförmiger Phase hätte weniger Gas adsorbiert werden müssen. Während dieser Ausheizphase liefen beide Pumpen mit, so dass alle Verunreinigungen, die sich zuvor in der Kapillare befunden hatten, abgepumpt wurden. Nachdem die Kapillare wieder abgekühlt war, betrug der Druck in Test- und Monitorvolumen weniger als

Befüllen des Testvolumens: Das Testvolumen wurde zusammen mit dem Monitorvolumen durch das Dosierventil welches in Abbildung 7.1 mit „Gaseinlass“ bezeichnet ist befüllt. Währenddessen war die Testkapillare über die Ventile von Monitor- und Testvolumen getrennt, so dass sie nicht mit dem Krypton in Berührung kommen konnte. Sobald der Druck im Testvolumen etwa 10^{-2} mbar betrug, wurde das Ventil, welches Test- und Monitorvolumen verbindet geschlossen, so dass der Kr-Druck im Testvolumen nun konstant blieb. Jetzt konnte das Krypton aus dem Monitorvolumen abgepumpt werden. Das Dosierventil zwischen Testkapillare und Monitorvolumen wurde erst wieder geöffnet, als der Druck im Monitorvolumen auf weniger als 10^{-7} mbar abgesunken war.

Stabilisierung der Temperatur: Parallel zum Füllvorgang kühlte die Testkapillare ab. Je nach Zieltemperatur wurde zusätzlicher flüssiger Stickstoff in den Dewar gegeben. Deshalb war es wichtig, dass man das Ventil zum Monitorvolumen erst dann öffnete, nachdem der Druck auf ein niedriges Niveau ($< 10^{-7}$ mbar) gefallen war. Die kalte Kapillare hätte sonst als Kühlfalle die Gaspartikel aus dem Monitorvolumen adsorbiert und wie schon beschrieben hätte die Oberfläche der Kapillare vor Beginn der Messung bereits gesättigt gewesen sein können.

Messvorgang: Nachdem der Druck im Monitorvolumen auf unter $5 \cdot 10^{-8}$ mbar abgefallen war, wurden die Pumpen abgetrennt und durch die Umverteilung der Gase und Ausgasung aus den

Wänden stieg der Druck wieder an. Während der ersten Minute war der Anstieg relativ schnell, aber ab einem Druck von rund 10^{-6} mbar betrug der Anstieg 10^{-10} mbar/s, was gegenüber dem Anstieg von etwa 10^{-6} mbar auf über 10^{-3} mbar in 200 Sekunden, entsprechend $5 \cdot 10^{-6}$ mbar/s während der Messung einen vernachlässigbaren Untergrund darstellt. Sobald der Druck im Monitorvolumen auf etwa 10^{-6} mbar gestiegen war, und der Druckanstieg durch Ausgasung sich bei 10^{-10} mbar/s stabilisiert hatte, das Ventil zwischen der Testkapillare und dem Monitorvolumen geöffnet. Sofort darauf, wurde das Ventil zwischen der Testkapillare und dem Testvolumen geöffnet, was die Messung einleitete. Um die Messbedingungen gleich zu halten, wurde jede Messung nach 200 Sekunden beendet.

Die Temperatur wurde kontrolliert, indem mit einem Stelltrafo die an der Heizpatrone anliegende Spannung nachgeregelt wurde.

Während jeder Messung wurden der Druck im Monitorvolumen, der Druck im Testvolumen sowie die Temperatur der Testkapillare mit dem LabVIEW/PXI-System gemessen und jede Sekunde in eine Logdatei geschrieben. Die Temperaturmessung erfolgte hierbei nicht bei allen Messungen auf dieselbe Art und Weise. Bei einem Teil der Messungen stand ein Digitalmultimeter zur Verfügung, welches den Widerstand des PT100 messen und über eine serielle Schnittstelle direkt als Temperatur ausgeben konnte, auf diese Weise war es möglich, die Temperatur bis auf weit unter 1K stabil zu halten. Nach einiger Zeit musste das Digitalmultimeter leider an ein anderes Experiment abgegeben werden und der Widerstand des PT100 musste auf eine andere Methode gemessen werden. Da das PXI-System nur Spannungen, aber keine Widerstände messen kann, wurde aus dem PT100 und einem 27Ω -Widerstand ein Spannungsteiler mit temperaturabhängigem Teilungsverhältnis aufgebaut. Die Gesamtspannung, welche an diesem Spannungsteiler anlag, wurde vom PXI-System zur Verfügung gestellt und zur Erhöhung der Messgenauigkeit zusammen mit der geteilten Spannung gemessen. Auf diese Weise war der Widerstand des PT100 stets bekannt und konnte in LabVIEW in eine Temperatur umgerechnet werden. Durch elektronisches Rauschen schwankte das so erzeugte Temperatursignal auch nachdem alle Drähte auf die kleinstmögliche Länge gekürzt und verdrillt waren um etwa $\pm 0,5$ K. Zusammen mit der Ungenauigkeit der Widerstandsmessung durch den Spannungsteiler und möglichen Temperaturgradienten schätzen wir den Gesamtfehler auf 5 K ab.

Ein großer Nachteil der dynamischen Messmethode ist, dass Drücke mit zwei unterschiedlichen Messgeräten gemessen werden müssen. In den Datenblättern der Geräte wird angegeben, dass die Pfeiffer-Röhre PKR251 einen Messfehler von 30% und das Ionivac einen Messfehler von 15% hat. Da der gemessene Druck innerhalb dieser Grenzen um den wahren Druck herum schwanken kann, ist es möglich, dass sich die Messfehler der beiden Geräte summieren, wenn eines beispielsweise nach oben und das andere nach unten abweicht. Die Reproduzierbarkeit der gemessenen Werte soll laut Datenblatt jeweils 5% betragen. Wir sehen, dass es für die Messung notwendig war, die Druckmessgeräte gegeneinander zu kalibrieren.

Hierfür wurde zunächst langsam Krypton in die Apparatur gelassen. Die beiden Druckmessgeräte waren während dieser Zeit auf einem gemeinsamen T-Stück montiert, um Druckgradienten zwischen den Messgeräten während der Kalibrierung zu vermeiden. Mit dem LabVIEW/PXI-System wurden die Messwerte beider Geräte simultan mitgeschrieben. Es wurde über etwa 6 Minuten Krypton in die Apparatur gelassen. Während dieser Zeit stiegen die angezeigten Drücke von $\approx 7 \cdot 10^{-7}$ mbar bis auf $\approx 1,6 \cdot 10^{-2}$ mbar. Das Resultat dieser Messung ist in Abbildung 7.3 dargestellt.

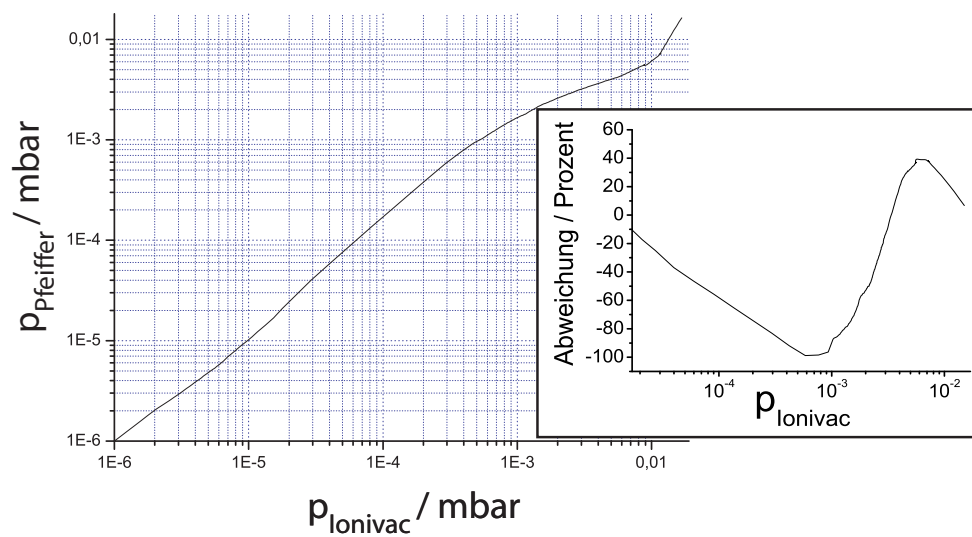


Abb. 7.3: Das Resultat der Kalibrierung. Bei dieser Messung waren das Durchmessgerät PKR215 von Pfeiffer und das Druckmessgerät Ionivac ITR 90 von Leybold auf einem gemeinsamen T-Stück montiert und maßen so den selben Druck. Die Messwerte lagen bei der dynamischen Kapillarenmessung im Bereich von $4 \cdot 10^{-3}$ mbar bis $1,1 \cdot 10^{-2}$ mbar. Der Einschub verdeutlicht, dass die Pfeiffer-Röhre PKR251 in diesem Bereich bzgl. dem Ionivac bis zu 40% höhere Drücke anzeigt.

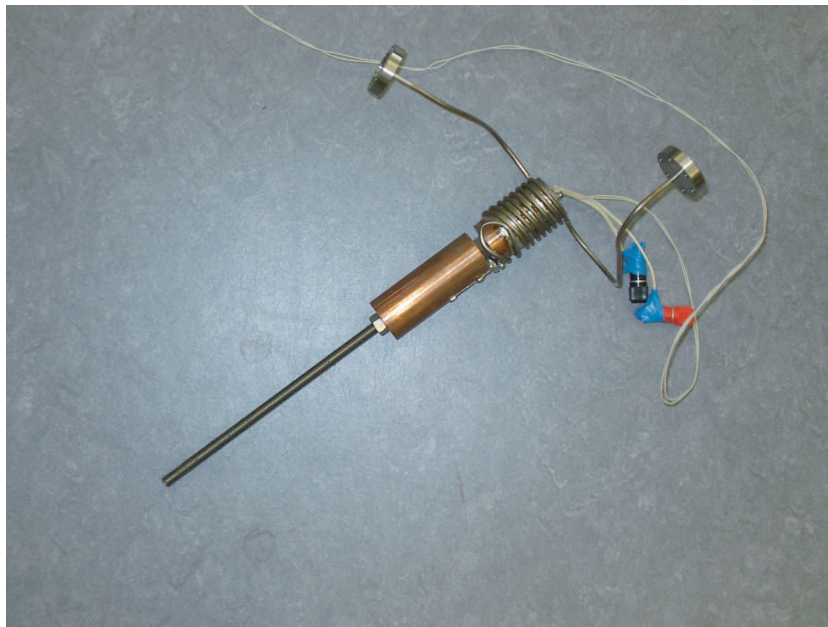


Abb. 7.4: Die Testkapillare. Die Kapillare ist auf dem oberen Kuperblock aufgewickelt, der unter Kuperblock stellte den Kontakt zum flüssigen Stickstoff her. Zwischen den beiden Kuperblöcken ist die Edelstahlmutter zu erkennen. Diese hatte die Aufgabe, den Hauptteil des Temperaturgradienten zwischen dem Stickstoff und der Kapillare aufzunehmen, so dass der Gradient entlang der Kapillare minimiert war.

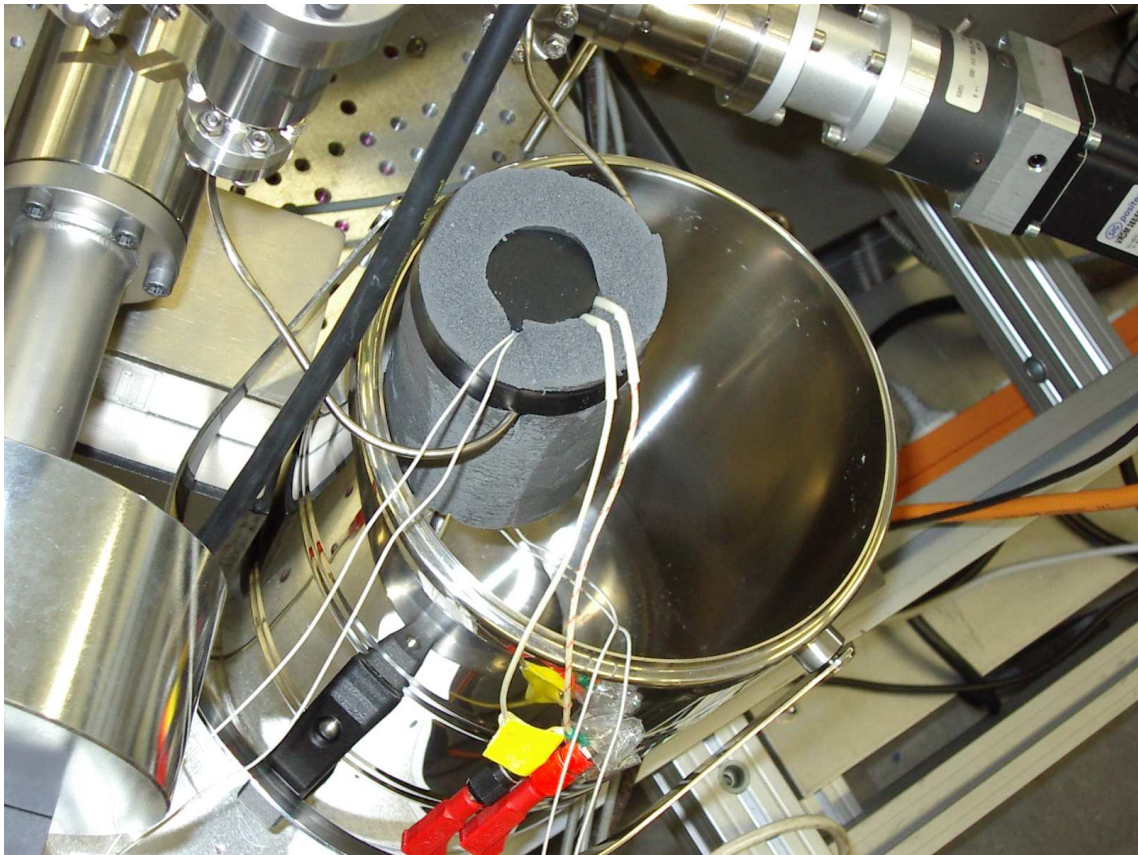


Abb. 7.5: Ein Photo des Testaufbaus. Die aufgewickelte Kapillare ist in Isolationsschaum eingepackt. Die beiden weißen Kabel auf der rechten Seite gehören zur Heizpatrone, die beiden weißen Kabel auf der linken Seite zum PT100-Temperaturwiderstand. Das untere Kupferstück (hier nicht zu sehen) ragt etwa 2 cm aus der Isolation heraus. Stickstoff wurde je nach Temperatur bis zum unteren Rand des unteren Kupferblockes oder bis zum Rand des Dewars aufgefüllt.

7.3 Die statische Messung

Die dynamische Messung, bei welcher Krypton durch die Kapillare strömte hat den Nachteil, dass viele Faktoren in die Messung eingehen, welche die Unsicherheit der Messung erhöhen. Es musste mit zwei unterschiedlichen Druckmessgeräten gearbeitet werden, die Größen von Test- und Monitorvolumen waren nicht exakt bekannt. In Kapitel 7.4 wird gezeigt, dass die Ergebnisse um einen systematischen Fehler korrigiert werden müssen.

Daher wurde die temperaturabhängige Adsorption von Krypton in der Testkapillare mit einer zweiten, unabhängigen Messmethode überprüft. In diesem Falle strömte das Krypton nicht vom Testvolumen durch die Testkapillare in das Monitorvolumen, sondern die Testkapillare und das Testvolumen wurden, sobald Krypton eingefüllt war, gemeinsam vom Rest der Apparatur getrennt. Das Ventil zwischen Testkapillare und Testvolumen blieb geöffnet, so dass Gas in der Testkapillare adsorbiert und die Adsorption im Testvolumen als Druckabfall gemessen werden konnte. Die Testkapillare wurde gekühlt und der Druckabfall im Testvolumen parallel zum Temperaturabfall der Testkapillare protokolliert. Das Protokoll für diese Messung soll nun vorgestellt werden:

Auspumpen und Ausheizen: Die Kapillare wurde von Adsorbaten gereinigt, indem alle Ventile, bis auf das zum Gaseinlass (Abb. 7.1) geöffnet wurden, die beiden Pumpen das System bis auf einen Druck von etwa $5 \cdot 10^{-8}$ mbar evakuierten und die Testkapillare wie in Abbildung 7.2 ausgeheizt wurde. Wie bei der „dynamischen Messung“ sollte dieser Schritt garantieren, dass die Wechselwirkung zwischen Edelstahl und Krypton und nicht zwischen Krypton und einer evtl. schon vorhandenen Monolage gemessen wurde.

Testvolumen und Testkapillare füllen: Nun wurde als erstes das Schrittmotorventil zwischen Testkapillare und Monitorvolumen geschlossen und über das Monitorvolumen Krypton in Testkapillare und Testvolumen eingelassen. War laut Anzeige ein Druck von $1 \cdot 10^{-3}$ bis $3 \cdot 10^{-3}$ mbar im Testvolumen erreicht², so wurde das Pressluftventil zwischen Monitor- und Testvolumen geschlossen. Das Monitorvolumen konnte nun schon evakuiert werden.

Kapillare abkühlen und Druck messen: Ziel des Experimentes war es, den Zusammenhang zwischen Temperatur und Adsorption von Krypton zu bestimmen. Dazu wurde nun langsam der Stand des flüssigen Stickstoffes im Dewar erhöht und dadurch das Kupferstück, auf dem die Kapillare aufgewickelt war, abgekühlt. Die Abkühlung musste wieder langsam vonstatten gehen, um zu vermeiden, dass sich entlang der Kapillare ein Temperaturgradient bilden konnte. Bei den ersten Messungen zeigte sich oft ein Knick in der Temperaturkurve bei etwa 120 K. Dieser Knick trat jeweils auf, kurz nachdem flüssiger Stickstoff in den Dewar gegeben wurde. Die Ursache war wahrscheinlich, dass der Stand des Stickstoffes durch das Nachgießen so hoch wurde, dass der Stickstoff Kontakt mit dem oberen Kupferblock (siehe Abb. 7.4) und damit auch mit der Kapillare hatte. Um dies zu vermeiden, wurde dem System mehr Zeit gegeben, um sich abzukühlen. Auf diese Weise gelang es, den Knick bis auf 100 K herauszuzögern. Nun dauerte es etwa 3000 Sekunden, die Temperatur von 300 K bis auf 82 K abzusenken. Während dieser Zeit konnten die Wände des Testvolumens ausgasen, der Druckanstieg durch die Ausgasung musste von den Messwerten für den Druck subtrahiert werden, um die Adsorption von Krypton zu erhalten.

Tiefere Temperaturen als etwa 100 K konnten nur erreicht werden, in dem der Dewar randvoll gefüllt wurde.

² mit dem Kalibrationsfaktor von 0,5 für Krypton entspricht dies $5 \cdot 10^{-4}$ bis $1,5 \cdot 10^{-3}$ mbar

Kapillare wieder warm werden lassen: Nun wurde gegen die Kühlung mit dem flüssigen Stickstoff geheizt, die Temperatur der Kapillare auf diese Weise langsam wieder erhöht und das in der Kapillare adsorbierte Krypton wieder freigesetzt. Der Druck im Testvolumen stieg wieder an.

Abpumpen und Ausheizen: Zum Schluss der Messung wurde der Gesamtaufbau wieder von der Turbo- und Ionengetterpumpe evakuiert. Gleichzeitig wurde die Temperatur der Kapillare wieder erhöht. Um herauszufinden, bei welchen Temperaturen das adsorbierte Gas wieder freigesetzt wird, wurden der Druck und die Temperatur im Testvolumen mitgeschrieben. Abbildung 7.6 zeigt die entsprechende Auspumpkurve. Man erkennt, dass die Adsorbate nicht gleichmäßig, sondern bevorzugt bei verschiedenen Temperaturen freigesetzt werden. Druckanstiege, wie in Abb. 7.6 wurden nur beobachtet, wenn die Kapillare zuvor Gas adsorbieren konnte. Die Druckspitzen können daher nur von Gas, welches aus der Kapillare desorbiert, stammen.

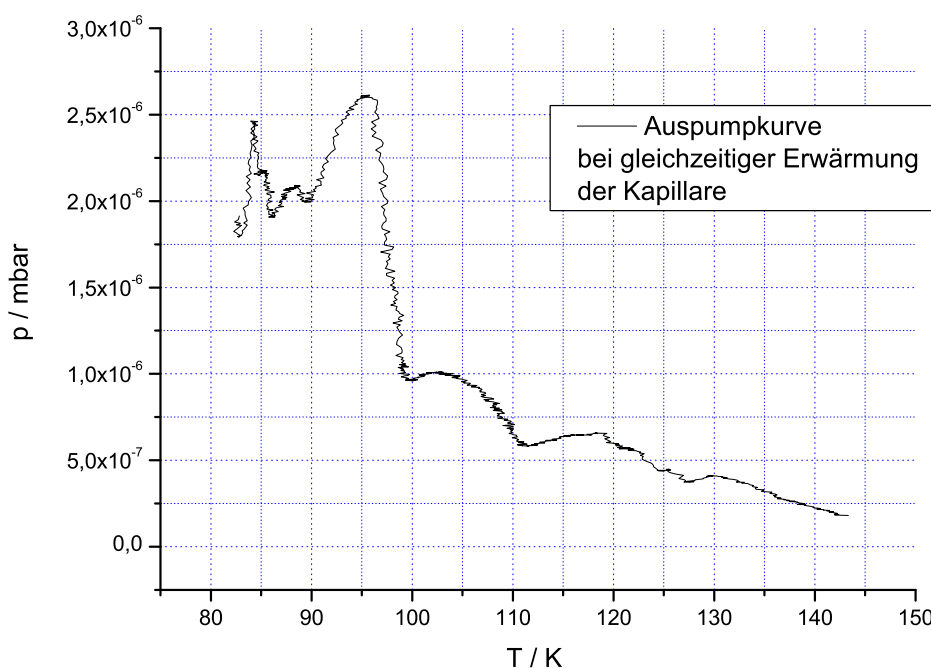


Abb. 7.6: Temperaturabhängige Freisetzung von Krypton. Aus dem Log der Zeit, der Temperatur der Kapillare und dem Druck im Testvolumen wurden Temperatur und Druck gegeneinander aufgetragen, die gleichmäßige Erwärmung bis auf etwa 150 K benötigte 800 Sekunden. Die Fehler betragen weniger als 5% . Diese Beobachtung impliziert, dass es verschieden stark gebundene Adsorbate gab.

7.4 Interpretation der dynamischen Messung

In der dynamischen Messung sollte für verschiedene Temperaturen untersucht werden, wieviel Gas in der Kapillare adsorbiert wird. Die Menge an adsorbiertem Gas A ist über die Formel

$$A = (p_{\text{start}}^{\text{test}} - p_{\text{stop}}^{\text{test}}) \cdot V_{\text{test}} - (p_{\text{stop}}^{\text{monitor}} - p_{\text{stop}}^{\text{monitor}}) \cdot V_{\text{monitor}} \quad (7.3)$$

berechnet worden. Dabei sind p_{start}^x und p_{stop}^x die Drücke in Monitor- und Testvolumen zu Beginn und Ende der Messung. Die Drücke, welche im Testvolumen mit dem PKR251 gemessen wurden, sind für die Auswertung auf das Ionivac korrigiert worden (Abb. 7.3). Stellt man die mit Gl. (7.3) gewonnenen Werte direkt in einem Diagramm darstellt, so liegen die Werte für A bei Temperaturen von höher als 170 K bei negativen Werten. Dies würde bedeuten, dass mehr Gas die Kapillare verlassen hat, als hereingeströmt ist. Es ist auch möglich, dass das Druckgerät im Monitorvolumen (Abb. 7.1) einen zu hohen Enddruck gemessen hat, weil das Gas gegen den Messkopf geströmt ist. Da wir aber daran interessiert sind, wieviel Gas adsorbiert wurde, sind alle Werte von A oberhalb von 170 K um einen systematischen Fehler von $7,32 \cdot 10^{-4}$ mbar·l nach oben korrigiert worden. Dieser Korrektur ist der Durchschnitt der fünf Messpunkte oberhalb von 170 K in den unverschobenen Daten. Das Ergebnis der statischen Messung (Abb. 7.9) zeigt, dass in diesem Temperaturbereich kein Gas adsorbiert wird. Daher erscheint diese Nullpunktverschiebung hier sinnvoll.

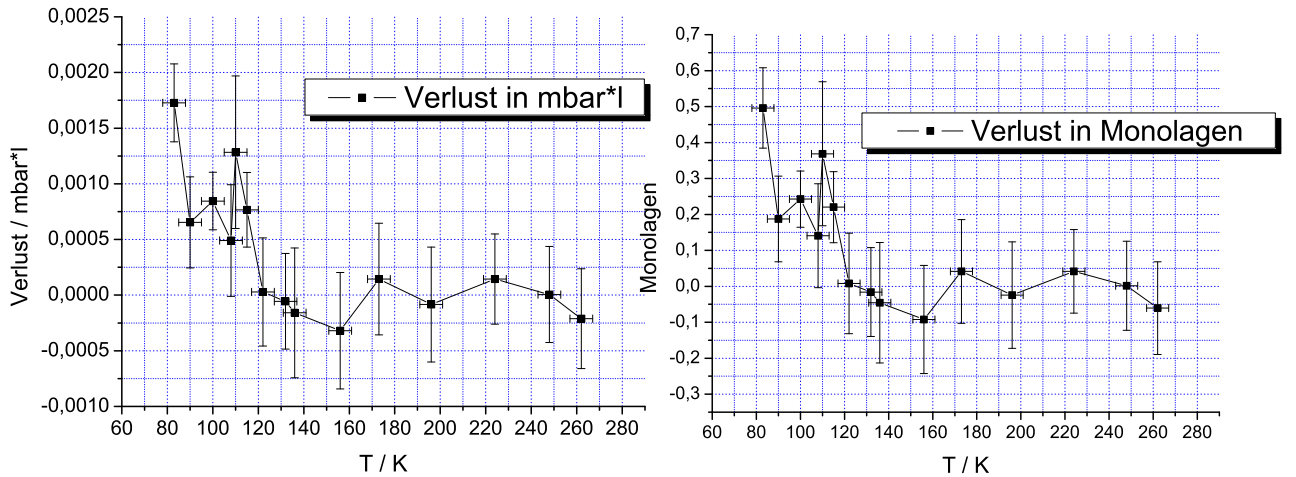


Abb. 7.7: Das Ergebnis der dynamischen Messung. Es ist zu erkennen, dass sich die Adsorption in der Kapillare unterhalb von etwa 120 K bemerkbar macht. Die Verluste in mbar·l (links) wurden um einen systematischen Fehler von $7,32 \cdot 10^{-4}$ mbar·l nach oben korrigiert, so dass sich für Temperaturen oberhalb von 170 K eine Adsorption von Null ergibt. Auf diese Weise sind die Daten mit der statischen Messung (Abb. 7.9) konsistent. Rechts ist die durchschnittliche Dicke der adsorbierten Kryptonschicht dargestellt.

Die Daten sprechen dafür, dass schon unterhalb von 110 K bis 120 K Gas in der Kapillare adsorbiert wird. Die *durchschnittliche* Schichtdicke des adsorbierten Kryptons in der Kapillare beträgt maximal 0,5 Monolagen bei ≈ 80 K. Es ist davon auszugehen, dass die Bereiche, in denen die Kapillare direkten Kontakt mit dem Kupferbock hatte, kälter waren, als die äußeren Bereiche,

in welchen kein Kontakt bestand (Abb. 7.4). In den inneren Bereichen war die Kryptonschicht sehr wahrscheinlich überdurchschnittlich dick.

Das Ergebnis ist nur bedingt auf ^{83m}Kr zu übertragen, da der Partialdruck des ^{83m}Kr um viele Größenordnungen tiefer liegen wird. Es wird jedoch deutlich, dass die Ausläufer der BET-Isothermen bewirken können, dass Gase auch schon weit unterhalb des Sättigungsdampfdruckes adsorbiert werden. Nach Abbildung 5.7 könnte man die Kapillare bei $p \approx 10^{-3}$ mbar bis auf ≈ 50 K herunterhühlen, ohne Gas zu verlieren. Die Messung hat dies widerlegt.

7.5 Interpretation der statischen Messung

Die Messwerte der statischen Messung können erst interpretiert werden, nachdem sie um zwei Effekte bereinigt sind. Während der etwa 6000 Sekunden dauernden Messung erhöht sich der Druck durch die Ausgasung, diese Druckerhöhung muss von den Rohdaten subtrahiert werden. Der Druckabfall im Testvolumen kommt nicht nur durch die Adsorption in der kalten Kapillare zustande. Dadurch, dass sich das Gas in der Kapillare abkühlt, nimmt es weniger Volumen ein und trägt somit etwas weniger zum Gesamtdruck bei. Den Druckabfall durch diesen Effekt kann man mit

$$p(T) = p_0 \left(1 - \frac{V_{\text{kalt}}}{V_{\text{warm}}} \frac{T_{\text{warm}}}{T_{\text{kalt}}} \right) \quad (7.4)$$

beschreiben. Wobei V_i und T_i das Volumen und die Temperatur des warmen bzw. kalten Teil des Testaufbaus sind.

Aus der statischen Messung ergibt sich, dass die Adsorption bei Drücken in der Größenordnung $p \approx 10^{-3}$ mbar die Adsorption schon bei 150 K eintritt (Abb. 7.9). Die dynamische Messung hat eine um 30 K niedrigere Temperatur ergeben. Allerdings wurden mit der statischen Methode auch kleinere Mengen Gas adsorbiert, als bei der dynamischen Messung. Es ist zu vermuten, dass mit beiden Methoden die gleiche Adsorptionskurve vermessen wurde, die dynamische Messung aufgrund der geringeren Sensitivität aber erst bei 110-120 K auf die Adsorption reagiert.

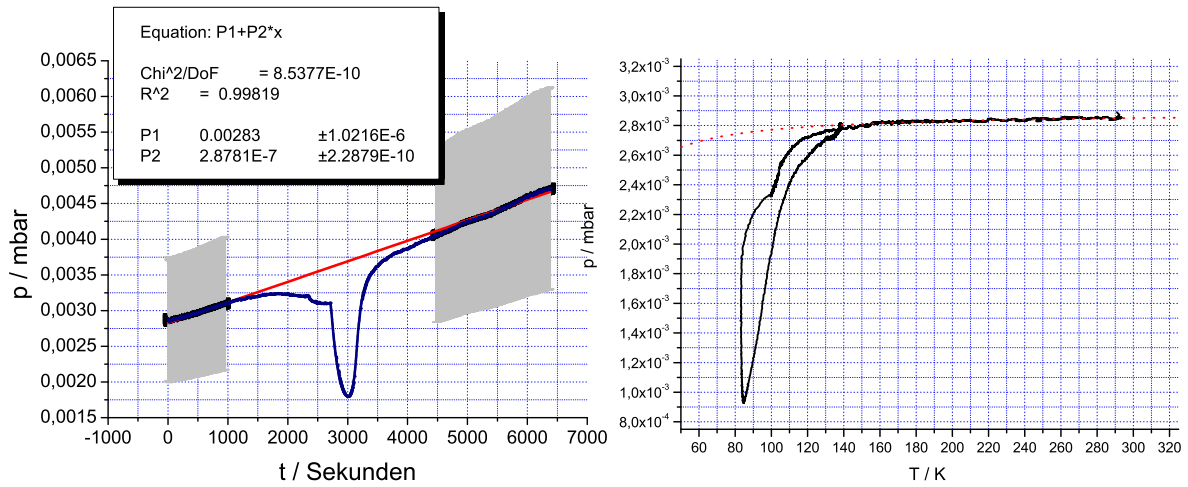


Abb. 7.8: Die Korrekturen für die statische Messung. Zuerst wurde die Ausgasrate bestimmt. Dazu wurden die Messpunkte, bei denen Gas adsorbiert war, herausgeschnitten (links). An die Messwerte für den Druck vor, und nach dem Druckabfall durch die Adsorption (blau) wurde eine Gerade angepasst (rot), mit welcher die Ausgasung beschrieben werden kann. Dann wurde der Druckabfall durch die Abkühlung des Gases im Bereich der Kapillare im Bereich oberhalb von 130 K bestimmt und mittels Gl. (7.4) zu kleineren Temperaturen extrapoliert (gestrichelte, rote Kurve, rechts). Die eigentliche Adsorption ist die Differenz zwischen der gestrichelten Kurve und dem Messwert, welcher um die Ausgasung bereinigt wurde.

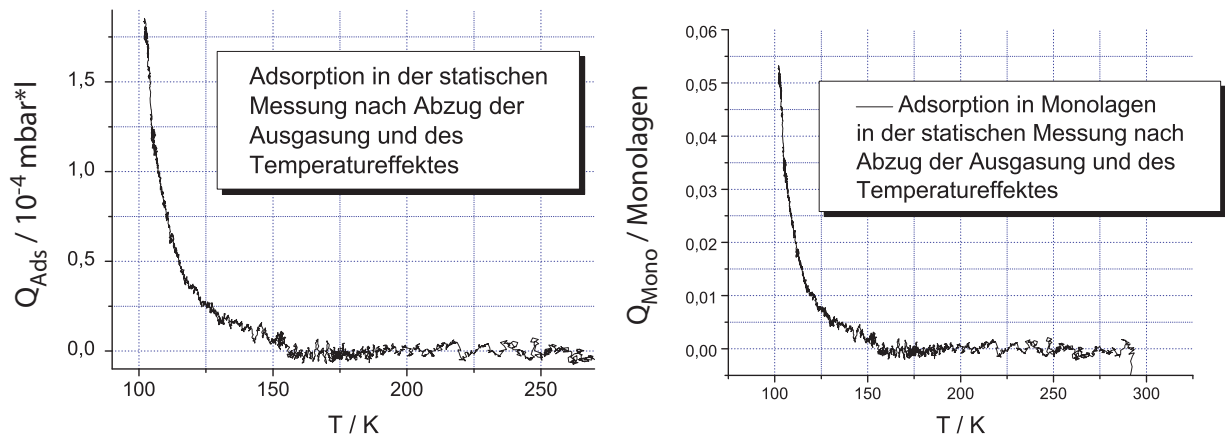


Abb. 7.9: Das Ergebnis der statischen Messung. Zeit, Temperatur und Druck im Testvolumen wurden mitgeschrieben, der Druck um die Ausgasung und den Temperatureffekt korrigiert (Abb. 7.8). Links ist die adsorbierte Gasmenge Q_{Abs} in $\text{mbar} \cdot \text{l}$ gegen die Temperatur aufgetragen. Rechts ist die durchschnittliche Dicke Q_{Mono} der adsorbierten Kryptonschicht in Monolagen dargestellt. Die Fehler betragen $\Delta T \approx 5 \text{ K}$, $\Delta Q_{\text{Abs}} \approx 2 \cdot 10^{-5} \text{ mbar} \cdot \text{l}$ bzw. $\Delta Q_{\text{Mono}} \approx 6 \cdot 10^{-3}$.

7.6 Konsequenz für die Kr-Kalibrationsquelle

Die Messungen wurden durchgeführt, um die Temperatur der Kapillare zwischen dem Gaseinlasssystem und dem Substrat festzulegen. Diese sollte zwar möglichst niedrig sein, damit hier die Ausgasung aus den Wänden auf ein Minimum reduziert ist, und Verunreinigungen abgefangen werden können.

Die dynamische Messung lässt vermuten, dass die Kondensation von Krypton in der Kapillare bei etwa 120 K einsetzt, mit der statischen Methode wurde der Ansatz der Kondensation schon bei einer Temperatur von 150 K beobachtet. Für das Experiment bedeutet dies Folgendes:

Möchte man Krypton durch die Kapillare leiten, so darf diese auf keinen Fall kälter, als 120 K sein. Unterhalb dieser Temperatur machte sich die Adsorption sowohl in der statischen, als auch in der dynamischen Messung bemerkbar.

Betrachtet man die Sättigungsdampfdrücke (Abb. 5.7), so wird klar, dass auf diese Weise lediglich H_2O durch die Kapillare herausgefiltert werden kann. Die Kapillare könnte kein CO_2 aus dem Krypton herausfiltern. Die Verunreinigungen CO , N_2 und H_2 , welche sich nach dem Ausheizen in Spuren noch im Gaseinlasssystem befinden, würden ungehindert zu Substrat weitergeleitet. Im Falle dieser kann man die Temperatur des Substrates aber auf über 30 K hochregeln, so dass zwar Krypton, aber diese Verunreinigungen nicht kondensieren. Daher kommt einem niedrigen CO_2 -Partialdruck im Gaseinlasssystem eine besondere Bedeutung zu. Leider kann die Kapillare nicht ausgeheizt werden, denn sie ist mit dem Kaltkopf thermisch leitend verbunden. Eine Erwärmung des Kaltkopfes über 50°C würde diesen beschädigen. Geht man davon aus, dass das Material der Kapillare bei Raumtemperatur mit etwa $10^{-10} \text{ mbar} \cdot \text{l}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ ausgast und eine Erniedrigung der Temperatur um 40°C die Ausgasrate um eine Größenordnung erniedrigt [Bor05], so sinkt diese bei einer Temperatur von 120 K auf etwa $5 \cdot 10^{-15} \text{ mbar} \cdot \text{l}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ ab. Die Kapillare ist 1,2 m lang und besitzt einen Durchmesser von 3 mm. Die gesamte Ausgasrate durch die Kapillare beträgt also etwa $6 \cdot 10^{-13} \text{ mbar} \cdot \text{l}/\text{s}$. Wenn die ungefähr 10^{10} $^{83\text{m}}\text{Kr}$ -Atome auf einer Zeitskala von Sekunden zum Substrat gespült werden, so desorbieren während dieser Zeit etwa 10^3 mal weniger Verunreinigungen im Vergleich zu den $^{83\text{m}}\text{Kr}$ -Atomen aus den Wänden der Kapillare.

Soll das $^{83\text{m}}\text{Kr}$ jedoch selbständig zum Substrat fließen, so liegt die Zeitkonstante aus Gl. (5.5) hierfür bei 600 s. In dieser Zeit können genauso viele Gasteilchen aus den Wänden der Kapillare desorbieren, wie $^{83\text{m}}\text{Kr}$ transportiert werden soll.

Es ist daher ratsam, über eine technische Lösung nachzudenken, welche es erlaubt, die Kapillare ausheizen, ohne den Kaltkopf zu beschädigen. Auf diese Weise könnte man die Ausgasrate der Kapillare um ein bis zwei Größenordnungen erniedrigen, und die Sauberkeit der Filme verbessern.

8. DIE VENTILSTEUERUNGEN

Für das Gaseinlasssystem wurden im Rahmen dieser Diplomarbeit mit der Programmierungsumgebung LabVIEW von National Instruments [NI] zwei Programme erstellt, mit denen die Ventile gesteuert sowie die Drücke visualisiert werden können. Mit einem dieser Programme, der „manuellen Ventilsteuerung“ kann man die Ventile des Gaseinlasssystems über eine graphische Benutzeroberfläche steuern. Mit dem zweiten Programm, der „vollautomatischen Ventilsteuerung“ kann das Gaseinlasssystem autonom arbeiten. Beide Programme lesen die Drücke im Monitorvolumen und Substrat, sowie die Temperatur der Kühlfalle aus. Der Zustand des Systems (Ventilstellungen, Drücke, Temperatur der Kühlfalle) wird von beiden Programmen in Protokolldateien geschrieben.

Im Folgenden soll erläutert werden, wieso diese Steuerungen notwendig sind, und welche Anforderungen diese Steuerungen erfüllen müssen.

Die Motivation:

- Weil die K-Konversionslinie des ^{83m}Kr bei 17,824 keV liegt, aber die Retardierungsspannung von etwa 18,6 keV des Hauptspektrometers überwacht werden soll, muss die Kr-Kalibrationsquelle und damit auch das Gaseinlasssystem auf ca. -800 V gelegt werden (Kap. 3.2). Mit dem PXI-System können wir die Ventile steuern und die Messgeräte auslesen. Dieses wird mit einem optischen Netzkabel mit einem PC verbunden. Somit kann sich dieser PC auf Erdpotential befinden (Kap. 5.6). Die Software für diese Konfiguration sind die Ventilsteuerungen.
- Wenn man mit der Kr-Kalibrationsquelle die verschiedenen Filme (Abb. 3.3) herstellen möchte, so muss eine große Anzahl von Ventilen bedient werden. Daher ist eine Computersteuerung des Systems nötig.
- Es ist nicht a priori klar, wie man das Gaseinlasssystem genau bedienen muss, um Filme gewünschter Dicken etc. aufzufrieren, die Computersteuerung muss in der Lage sein, die Bedienung des Gaseinlasssystems zu protokollieren, damit man nachvollziehen kann, auf welche Art und Weise ein Film gegebener Dicke entstanden ist.
- Ist die Kr-Kalibrationsquelle in das KATRIN-Experiment eingebaut, so muss diese, und damit das Gaseinlasssystem vollautomatisch arbeiten können. Die Steuerung für den „Automatikbetrieb“ muss konfigurierbar sein. D.h. man muss dieser Steuerung Ventilöffnungszeiten etc. vorgeben können.

In den nächsten Kapiteln sollen die Ventilsteuerungen, sowie deren Funktionsweisen vorgestellt werden.

8.1 Die manuelle Ventilsteuerung

Das erste der beiden Programme (Abbildung 8.1) dient der manuellen Steuerung der Apparatur.

Die Benutzeroberfläche stellt das Gaseinlasssystem schematisch dar. Ventile, welche keinen Antrieb besitzen, sind durch das gewöhnliche Ventilsymbol dargestellt und mit dem Kommentar ‘keine Steuerung’ versehen. Die steuerbaren Ventile sind einfach durch Kästen dargestellt. Im Falle der drei Dosierventile, welche über Schrittmotoren gesteuert werden, enthält dieser Kasten ein Eingabefeld für einen Wert zwischen 0 und 10. Die 0 entspricht dem vollständig geschlossenen und die 10 dem vollständig geöffneten Zustand des Ventils.

In der linken oberen Ecke der Benutzeroberfläche kann der Benutzer bestimmen, wo die Logdateien für Druck und Ventilstatus geschrieben werden. Der Knopf „Abspeichern“ muss gedrückt werden, wenn man die Logdatei für die Ventile abspeichern möchte, wird dieser Knopf gedrückt, so schreibt das Programm den aktuellen Status der Ventile als letzte Zeile in die Logdatei und schliesst diese. Es empfiehlt sich, das Programm nicht mit dem „roten Punkt“, der sich in der LabVIEW-Umgebung immer links oben in der Menüleiste¹ befindet zu beenden, sondern den Stopp-Knopf zu benutzen, der sich in der Benutzeroberfläche befindet². Die Syntax der Ventildatei ist in Tabelle 8.1 erklärt. Ein Beispiel für eine solche Datei ist in Tabelle 8.2 dargestellt.

Die Schrittmotoren brauchen nach der Eingabe der gewünschten Position bis zu 15 Sekunden, wenn sie z.B. von vollständig geöffnet nach vollständig geschlossen fahren sollen. Daher ist es notwendig, dem Benutzer mitzuteilen, ob sich das Ventil schon in der gewünschten Position befindet, oder nicht. Dies geschieht über das mittlere der drei LEDs von Ventil eins bis drei, es leuchtet gelb auf, wenn das Ventil die gewünschte Position erreicht hat. Zusätzlich dazu wird der Benutzer von dem obersten der drei LEDs darüber informiert, ob das Ventil sich im vollständig geöffneten Zustand befindet, dann leuchtet dieses grün auf. Das unterste der drei LEDs leuchtet entsprechend rot auf, wenn das Ventil komplett geschlossen ist. Das Signal, welches diese LEDs steuert, kommt von den Ventilen selber.

Die vier Pressluftventile werden mit Hebeln gesteuert, ein LED, welches an die Position des Hebels gekoppelt ist teilt dem Benutzer mit, ob das Ventil offen (grün) oder geschlossen (rot) ist.

Ventil Nummer 5 zwischen Ionengetterpumpe und Monitorvolumen nimmt eine Sonderstellung ein. Die Ionengetterpumpe darf nur bei Drücken unter 10^{-4} mbar betrieben werden. Steigt nun der Druck im Monitorvolumen über diesen Wert und der Benutzer vergisst, das Ventil zwischen Ionengetterpumpe und Monitorvolumen zu schließen, so schaltet sich die Ionengetterpumpe selbständig aus und man muss diese von Hand einschalten, wenn der Druck dies wieder erlaubt. Dies ist einerseits unpraktisch und andererseits sollte der eben erwähnte Schutzmechanismus, welcher verhindern soll, dass die Pumpe beschädigt wird, nicht überstrapaziert werden³.

Aus diesem Grund ist in den Programmen zur Ventilsteuerung eine Schutzfunktion eingebaut, welche verhindern soll, dass Ventil Nummer 5 geöffnet wird, wenn der Druck im Monitorvolumen zu hoch ist. Man kann in das Feld, welches Ventil fünf repräsentiert (Abb. 8.1) den maximalen Druck eingeben, bei welchen das Ventil noch geöffnet sein darf. Dieser Wert wurde aufgrund folgender Tatsache nicht fest mit in den Quellcode programmiert: Angenommen, der Schalter für das Ventil

¹ Hat man ein Programm mit dem Application Builder in ein eigenständiges Programm umgewandelt, welches ohne LabVIEW läuft, so muss sich der „rote Punkt“ nicht unbedingt im Menü befinden.

² Laut National Instruments werden die Programme nicht ordnungsgemäß beendet, wenn man sie mit dem „roten Punkt“ beendet, der Speicher wird nicht richtig freigegeben [Man05].

³ Da sich in der Apparatur überwiegend Edelgase befinden werden, würde die Ionengetterpumpe bei einem Druckanstieg mit Edelgasen überflutet. Diese werden in der Ionengetterpumpe zu einem großen Teil physisorbiert und können zu einem späteren Zeitpunkt wieder freigesetzt werden. Man müsste die Ionengetterpumpe ausheizen, um wieder reine Gase garantieren zu können.

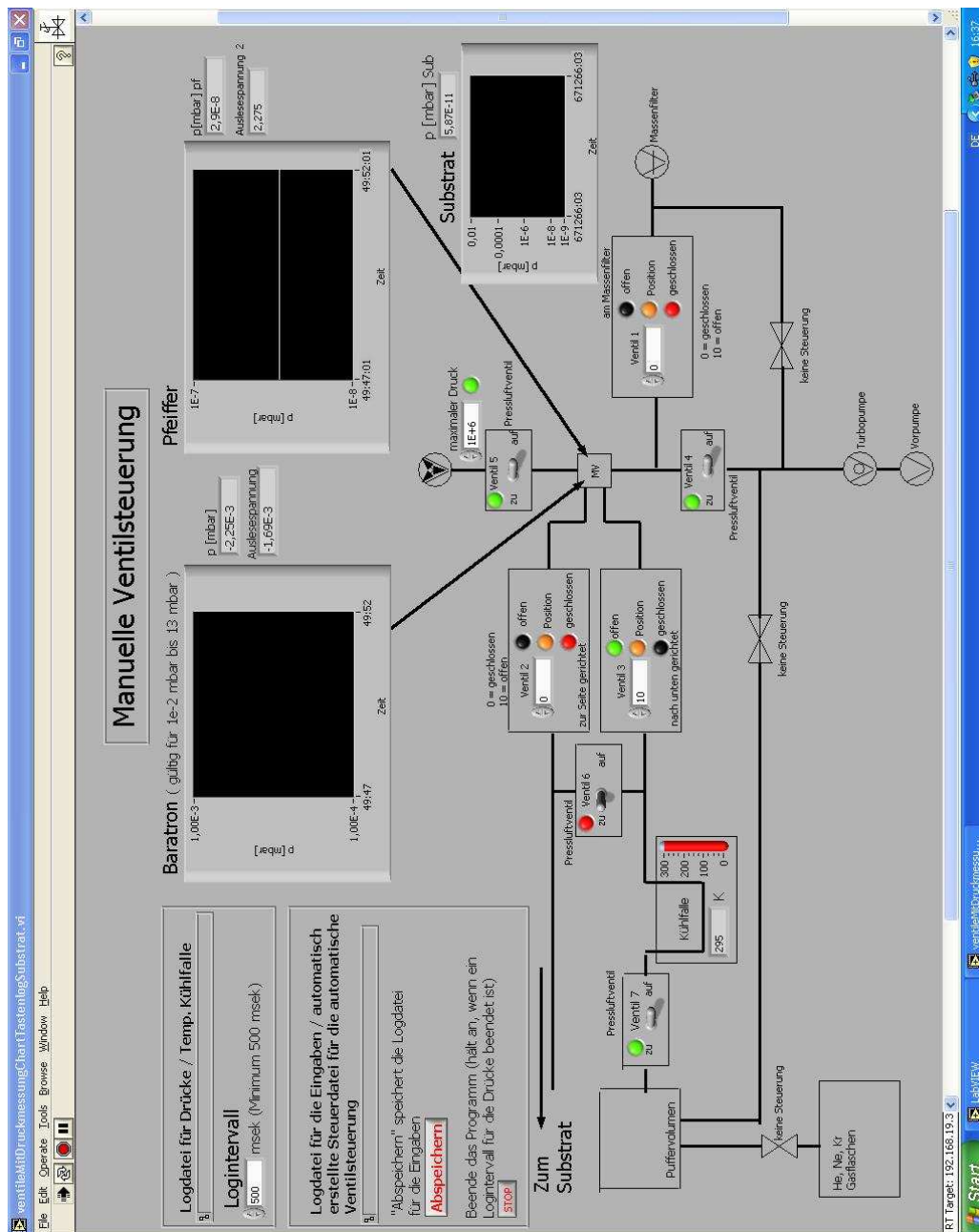


Abb. 8.1: Die grafische Benutzeroberfläche der manuellen Ventilsteuerung. Wie schon in Kapitel 5 erklärt, wird der Druck im Gaseinlasssystem mit zwei verschiedenen Druckmessgeräten, dem PKR251 von Pfeiffer-Vakuum (Pfeiffer-Röhre) im Bereich $5 \cdot 10^{-9}$ mbar und dem CTR91 von Leybold (Baratron) im Bereich 10^{-2} mbar bis 10 mbar gemessen. Die Messwerte dieser beiden Druckmessröhren werden im oberen Teil dargestellt. Rechts erkennt man die Anzeige für den Druck am Substrat, welcher mit der Messröhre ITR90 von Leybold (Bereich $5 \cdot 10^{-10}$ mbar bis 1000 mbar, gasartabhängig, wie in Kap. 5 beschrieben) gemessen wird. Links kann der Benutzer bestimmen, wo die Logdateien für die Ventilstellungen und die Drücke gespeichert werden. Auf/Zu-Ventile bedient man, indem man auf den entsprechenden Hebel klickt, die Stellung der Regelventile bestimmt man über die Eingabe einer Zahl von 0 (geschlossen) bis 10 (offen). Die Temperatur der Kühlfalle wird mit einem kleinen Thermometer dargestellt.

Nummer 5 steht auf „offen“ und man hat 10^{-5} mbar als Maximalwert gewählt. Das Monitorvolumen sei belüftet und man evakuiert dieses über das Ventil Nummer 4 mit der Turbomolekularpumpe. Wenn jetzt der Druck im Monitorvolumen unter die Schwelle von 10^{-5} mbar sinkt, wird Ventil Nummer 5 geöffnet und das Gas, welches sich im Volumen der Ionengetterpumpe in der Zeit, in der die Apparatur nicht gepumpt werden ansammeln konnte wird auf einen Schlag in das Monitorvolumen gelassen. Während der Entwicklung der manuellen Ventilsteuerung hat sich gezeigt, dass diese Gasmenge eine solche Last für die Turbomolekularpumpe darstellen kann, dass diese ausfällt.

Möchte man die Apparatur also nach längerer Standzeit mit der Turbomolekularpumpe abpumpen, so sollte man den Maximalwert zunächst einmal sehr hoch, z.B. auf 1000 mbar einstellen, so dass man Ventil Nummer 5 vom Anfang des Abpumpvorganges an öffnen kann. Es wäre auch denkbar gewesen, die Sicherheitssperre des Ventils Nummer 5 einfach mit zwei diskreten Zuständen „Sperre an/aus“ zu versehen, aber mit der Eingabe des Maximaldruckes ist man flexibler.

Das Programm erlaubt es, die vom Baratron und dem PKR251 im Monitorvolumen, sowie die am Substrat gemessenen Drücke in eine Textdatei auf dem PXI-System zu schreiben. Diese Datei hat vier Spalten, in der ersten ist die Zeit seit Programmstart in Sekunden, in der zweiten der vom Baratron gemessene Druck in mbar, in der dritten wird der vom PKR251 gemessene Druck im mbar festgehalten. In der vierten Spalte wird der Druck am Substrat (Leybold ITR90) in mbar mitgeschrieben.

Diese Datei kann man z.B. mit einem Datenanalyseprogramm einlesen und weiterverarbeiten. Benötigt man nur den groben Verlauf des Druckes, so braucht man keine Logdatei. Man kann auch einfach ein Druckdiagramm als Bilddatei exportieren. Dazu klickt man mit der rechten Maustaste auf das entsprechende Diagramm, wählt in dem Menü, welches nun erscheint ‘Export Simplified Image...’ und speichert auf diese Weise das aktuelle Diagramm als .emf oder .bmp Datei ab.

Tab. 8.1: Die Syntax der Ventildatei. In den ersten drei Spalten wird geloggt, in welcher Position sich die Schrittmotorventile befinden (0=vollständig geschlossen/10=vollständig geöffnet), die vier folgenden Spalten halten die Positionen der Pressluftventile fest (0=zu/1=auf). In der achten Spalte wird der Zeitpunkt seit Programmstart in Sekunden geloggt. Die letzte Spalte gibt an, ob noch eine Zeile folgt (1=ja/0=nein), mit dieser Information erkennt die automatische Ventilsteuerung beim Einlesen wann die Datei zu ende ist.

Spalte1	Spalte2	Spalte3	Spalte4	Spalte5
Ventil1	Ventil2	Ventil3	Ventil4	Ventil5
0-10	0-10	0-10	0/1	0/1

Spalte6	Spalte7	Spalte8	Spalte9
Ventil6	Ventil7	Zeitpunkt	Weiter?
0/1	0/1	Sekunden	0/1

Tab. 8.2: Beispiel für eine Ventildatei. In der ersten Zeile steht die Startzustand drei Sekunden nach Programmstart der manuellen Ventilsteuerung. In diesem Falle sind alle sieben Ventile geöffnet. Nach sechs Sekunden wurde Ventil Nummer sieben geschlossen, nach elf Sekunden wieder geöffnet, usw... Zum Schluss hat das Programm den Istzustand in die letzte Zeile geschrieben. Durch die Null in der letzten Spalte der letzten Zeile ist klar, dass das Ende der Datei erreicht ist. Dies dient als „end of file“-Signal für die automatische Ventilsteuerung, wenn diese eine solche Datei einliest.

10.000000	10.000000	10.000000	1	1	1	1	3.000000	1
10.000000	10.000000	10.000000	1	1	1	0	6.000000	1
10.000000	10.000000	10.000000	1	1	1	1	11.000000	1
10.000000	10.000000	10.000000	1	1	1	0	15.000000	1
10.000000	10.000000	10.000000	1	1	1	1	19.000000	1
10.000000	10.000000	10.000000	1	1	1	1	33.000000	0

8.2 Die vollautomatische Ventilsteuerung

Das Ziel ist, Filme reproduzierbar aufzufrieren. Mit einem vollautomatischen Gaseinlass kann man die Gase auf eine immer gleiche Art und Weise durch das System leiten und damit die Reproduzierbarkeit erhöhen.

Zu diesem Zweck wurde ein Programm geschrieben, welches die Ventile des Gaseinlasssystems automatisch steuert. Die zugehörige graphische Benutzeroberfläche ist in Abbildung 8.2 dargestellt. Die Dokumentation zu den Bedienelementen erreicht der Benutzer wieder mit „Description and Tip“.

Das Programm liest die in Kapitel 8.1 beschriebene Ventildatei ein, den Ort dieser Datei bestimmt man ganz links oben unter „Steuerdatei“. Nun beginnt das LED „Befehle werden gelesen“ an, grün zu leuchten, dies bedeutet, dass das Programm zur Zeit durch die Datei gesteuert wird. Hat das Programm die Datei abgearbeitet, sind z.B. die 33 Sekunden aus dem Beispiel in Tabelle 8.2 vergangen, so erlischt dieses LED wieder. Unter „Zeit bis zur nächsten Aktion“ teilt das Programm mit, welches Zeitintervall in Sekunden zwischen dem letzten und dem nächsten Befehl liegt und wieviele Sekunden davon noch übrig sind. Dies hilft bei der Orientierung, wenn zwischen zwei Befehlen ein langer Zeitraum liegt. Die übrigen LEDs haben dieselbe Bedeutung, wie im Falle der manuellen Ventilsteuerung.

Ist die Steuerdatei abgearbeitet, so hält das Programm nicht an. Die Druckmessung und evtl. der entsprechende Logvorgang laufen noch weiter, bis man das Programm mit dem Stopp-Knopf (Beende das Programm) anhält. Mit einer kleinen Modifikation der vollautomatischen Ventilsteuerung kann man die Operation des Gaseinlasssystems aber auch periodisch ablaufen lassen, wobei dann immer wieder der Inhalt einer einzigen Steuerdatei abgearbeitet würde. Dazu muss man lediglich die Haltebedingung für das Gesamtprogramm mit dem booleschen Wert verknüpfen, welcher speichert, ob die Steuerdatei abgearbeitet ist („Befehle werden gelesen“). Das Programm würde dann anhalten, wenn die Steuerdatei abgearbeitet ist. In LabVIEW kann man jedes VI so ablaufen lassen, dass es sofort neu startet, sobald das Programmende erreicht ist. Auf diese Weise könnte man die Kr-Kalibration theoretisch über einen beliebigen langen Zeitraum periodisch ablaufen lassen.

8.3 Die Handsteuerbox für die Ventile

Als dritte, traditionelle Möglichkeit, die Ventile zu steuern wurde in Zusammenarbeit mit der Elektronikwerkstatt eine Handsteuerbox (siehe Abb. 8.3) für die Ventile entwickelt.

Die Handsteuerbox ist notwendig, wenn das PXI-System, oder der PC nicht funktionieren sollten. Wird neue Software auf dem PC installiert, so kann es vorkommen, dass dieser neu gestartet werden muss. In solchen Situationen kann man das Gaseinlasssystem mit der Handsteuerbox steuern. Weil sich die Handsteuerbox aber auf dem gleichen Potential, wie die Kr-Kalibrationsquelle befindet, kann diese nur genutzt werden, solange die Kr-Kalibrationsquelle nicht auf die -800 V (Kap. 3.2) gelegt wird.

Ganz links auf der Frontplatte der Handsteuerbox befindet sich ein Schalter, mit welchem man zwischen „Remote“ und „Manual“ umschalten kann. Im Remote-Modus werden die Signale von den Computerprogrammen, die in den Abschnitten 8.1 und 8.2 vorgestellt wurden einfach durch die Box hindurchgeschleift und an der Rückseite über Stecker an die Ventile weitergereicht. Im Manual-Modus wird von den Signalen der Computerprogramme auf die Signale der Handsteuerbox umgeschaltet.

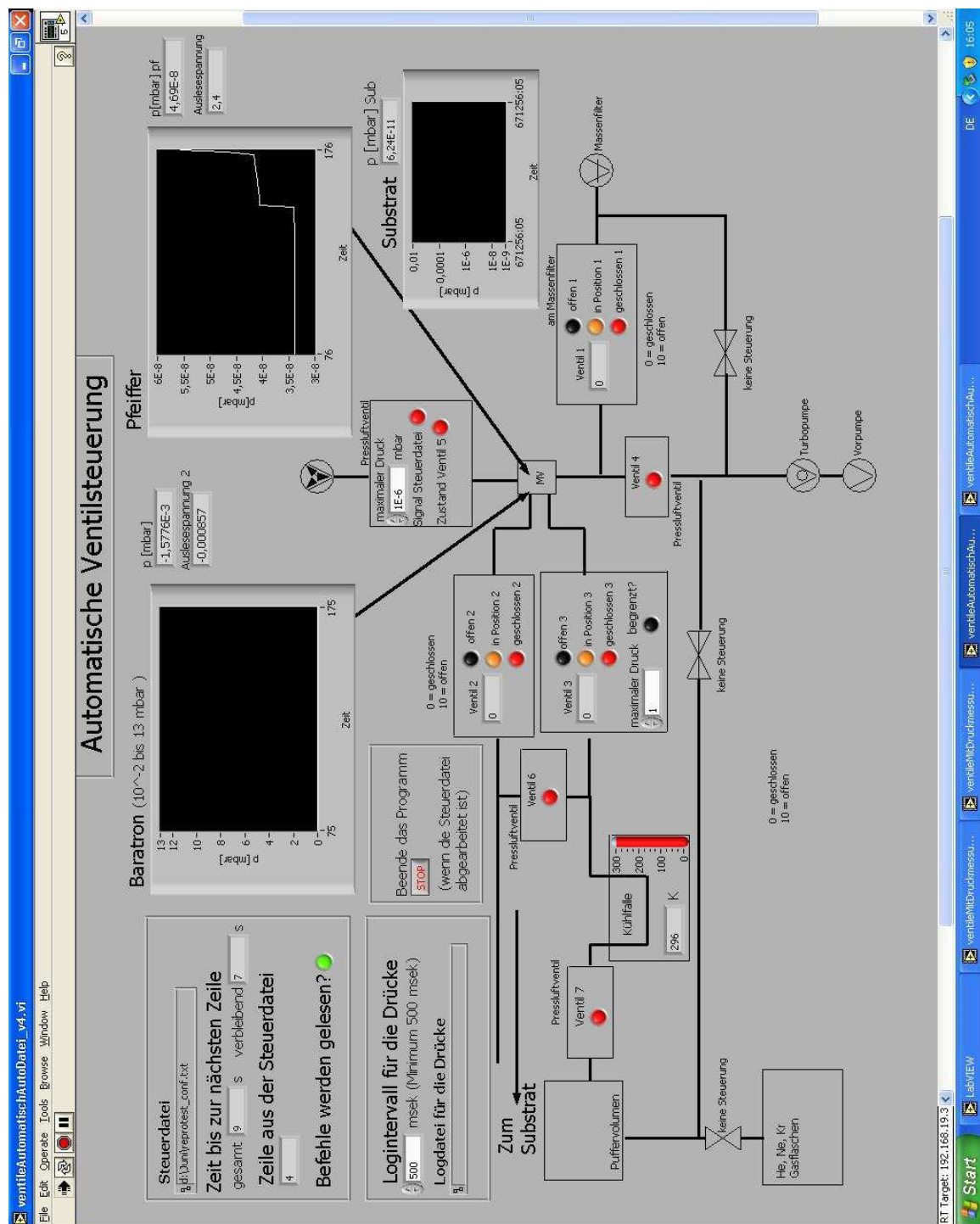


Abb. 8.2: Die grafische Oberfläche der vollautomatischen Ventilsteuerung. In dem Kästchen für Ventil 3 erkennt man das Kontrollfeld für den maximalen Druck im Monitorvolumen, welcher nicht überschritten werden soll, wenn durch Ventil 3 Gas in das Monitorvolumen eingelassen wird. Links oben zeigt das Programm an, den wievielten Befehl es gerade abarbeitet (Befehl aus der Steuerdatei), wieviel Sekunden zwischen dem aktuellen und dem nächsten Befehl liegen (gesamt), und wieviele Sekunden von dieser Zeit noch übrig sind (verbleibend). Das grüne Lämpchen „Befehle werden gelesen“ erlischt, wenn die Steuerdatei abgearbeitet ist.

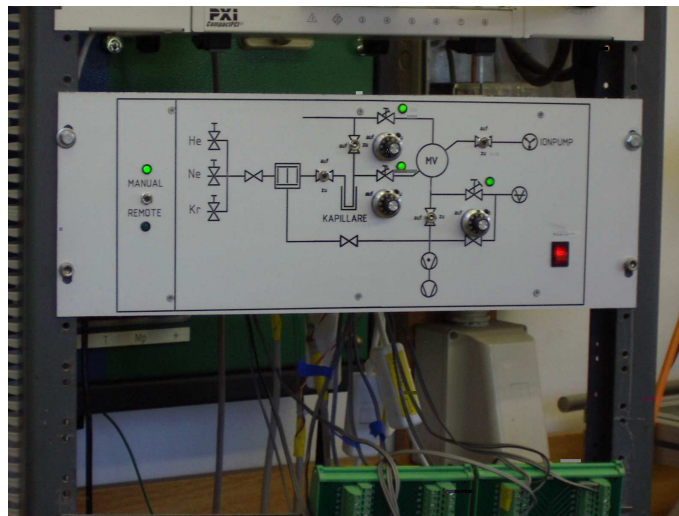


Abb. 8.3: Die Handsteuerbox für die Ventile. Die vier Pressluftventile werden mit Hebeln geschaltet, die drei Schrittmotorventile mit Zehngangpotentiometern. Die grünen LEDs leuchten auf, wenn das jeweilige Schrittmotorventil in der mit dem Potentiometer gewählten Position angekommen ist. Sie entsprechen den gelben LEDs „Position“ der Computersteuerungen aus Kapitel 8.1 und 8.2. Am unteren Bildrand erkennt man, wie die Steuersignale vom LabVIEW/PXI-System in die Handsteuerbox geleitet werden.

8.4 Reproduzierbarkeit mit der automatischen Steuerung

Die Eigenschaft der Kr-Kalibrationsquelle, welche optimiert sein muss, ist die Reproduzierbarkeit der dünnen Filme und damit der Kr-Konversionslinie. Wie man in Kapitel 9 sehen wird, kann man mit einem Druck von 1 mbar im Monitorvolumen dünne Filme kondensieren. Nun stellt sich die Frage, auf welchem Niveau man man mit der in Kapitel 8.2 vorgestellten, vollautomatischen Steuerung einen solchen Druck im Monitorvolumen überhaupt reproduzieren kann. Die Reproduzierbarkeit dieses Druckes ist eine Voraussetzung für die Reproduzierbarkeit der dünnen Filme. In den vorhergegangenen Kapiteln wurde erklärt, dass die vollautomatische Ventilsteuerung die Ventile über Konfigurationsdateien, wie in Tabelle 8.3 *zeitabhängig* steuert. Eine solche Methode ist allerdings davon abhängig, dass die Regulierventile jedesmal, wenn sie in eine bestimmte Position gefahren werden, auch denselben Leitwert aufweisen. Zum Test wurde zunächst mit der manuellen Ventilsteuerung eine Konfigurationsdatei erstellt, welche etwas weniger als 1 mbar in das Monitorvolumen einlassen sollte. Der Gaseinlass mit dieser Konfigurationsdatei und der vollautomatischen Ventilsteuerung wurde fünf mal wiederholt und der Druck geloggt. Abbildung 8.4 zeigt die Entwicklung der Drücke während dieser fünf Einlassvorgänge.

Man erkennt, dass der Enddruck im Monitorvolumen nur bis auf etwa 10% reproduziert wird. Um die Reproduzierbarkeit zu erhöhen, wurde das Programm für die vollautomatische Ventilsteuerung ein wenig modifiziert. Ventil Nummer drei (Abb. 8.2), durch welches das Gas in das Monitorvolumen strömt, wurde mit einer „Druckbegrenzung“ versehen. Man kann auf dem Frontpanel des vollautomatischen Gaseinlasses einen Druck für das Monitorvolumen wählen, den man nicht überschreiten möchte und das Programm schliesst Ventil Nummer drei komplett, sobald dieser Druck erreicht ist.

Als Test für das modifizierte Programm sollte nun 1 mbar in das Monitorvolumen eingelassen

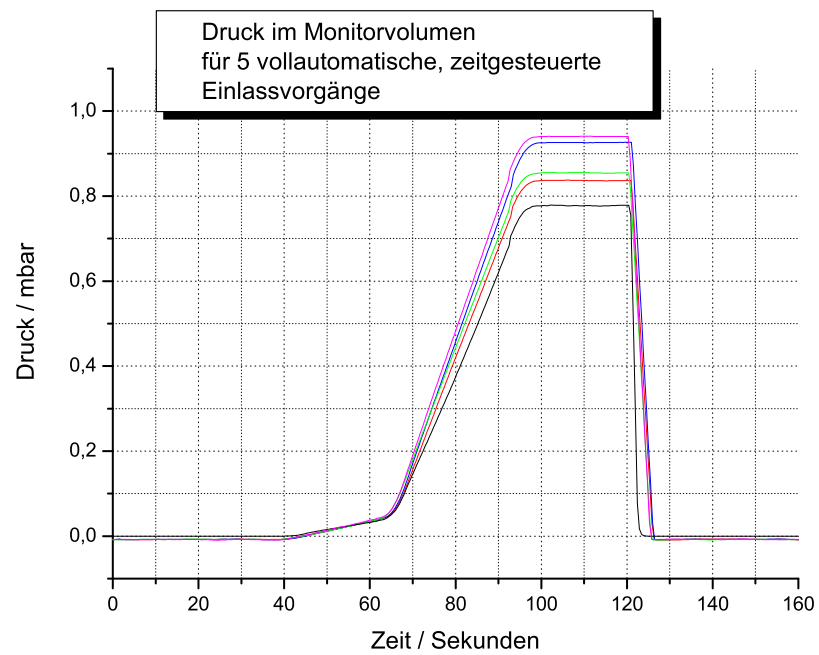


Abb. 8.4: Vollautomatische, zeitgesteuerte Einlassvorgänge. (Der Druck wurde mit dem Baratron gemessen, laut Datenblatt 0,15% Genauigkeit des Messwertes)

Tab. 8.3: Konfigurationsdatei für 1% Reproduzierbarkeit. Der Druck im Puffervolumen wurde bei etwa 250 mbar gehalten, Gas vom Puffer in die Kühlfalle gelassen und die Kühlfalle wieder vom Puffer getrennt. Ventil Nummer drei lässt nun zunächst in der Stellung 6 relativ schnell Gas in das Monitorvolumen fließen (Abb. 8.5). Später wird es auf 5 und 4,5 zurückgefahren, um den Fluss zu drosseln, bevor die Druckbegrenzung erreicht wird.

0.000000	0.000000	0.000000	1	0	0	0	3.000000	1
0.000000	0.000000	0.000000	1	0	0	1	9.000000	1
0.000000	0.000000	0.000000	1	0	0	0	12.000000	1
0.000000	0.000000	0.000000	0	0	0	0	15.000000	1
0.000000	0.000000	6.000000	0	0	0	0	19.000000	1
0.000000	0.000000	5.000000	0	0	0	0	151.000000	1
0.000000	0.000000	4.500000	0	0	0	0	179.000000	1
0.000000	0.000000	0.000000	0	0	0	0	305.000000	1
0.000000	0.000000	0.000000	1	0	0	0	358.000000	1
0.000000	0.000000	0.000000	1	0	0	0	378.000000	0

werden.

Es wurde eine Konfigurationsdatei (Tabelle 8.3) erstellt, welche das Gas relativ langsam aus der Kühlfalle in das Monitorvolumen strömen ließ. In der Umgebung des gewünschten Enddruckes musste sich das Ventil Nummer drei schon in einer mittleren Position befinden, weil es ja einige Zeit braucht, um bis in die vollständig geschlossene Position zu fahren. Beginnt das Ventil von einer mittleren Position aus, in die geschlossene Position zu fahren, so wird der Zufluss von Gas genügend schnell gestoppt. Bei der Erstellung der Konfigurationsdatei mit der manuellen Ventilsteuerung wurde absichtlich ein um etwa 10% zu großer Druck angefahren, damit die automatische Ventilsteuerung sicher in die Druckbegrenzung gerät. Bevor beim manuellen Einlass 1 mbar erreicht wurde, wurde das Ventil Nummer drei schon ein wenig weiter in die geschlossene Position gefahren, um den Fluss, wie gerade erklärt, zu drosseln.

Wie in Abb. 8.5 zu sehen ist, lassen sich mit der vollautomatischen Ventilsteuerung tatsächlich Drücke von etwa 1 mbar mit einer hohen Präzision einstellen. In der Planungsphase des Experimentes wurde vorhergesehen, das Monitorvolumen mit einem Druck in der Größenordnung von 1 mbar zu füllen, und Gas dosiert aus dem Monitorvolumen zum Substrat strömen zu lassen. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden mit dieser Strategie bereits einige Filme erzeugt (Kap. 9). Zu dieser Zeit befand sich die Ellipsometrie aber noch in einem experimentellen Stadium, so dass keine sehr ausgiebigen Tests möglich waren. Spätere Tests müssen zeigen, ob sich mit dieser Strategie tatsächlich Filme in ausreichend reproduzierbaren Dicken herstellen lassen, so dass die Kr-Kalibrationslinie reproduziert wird.

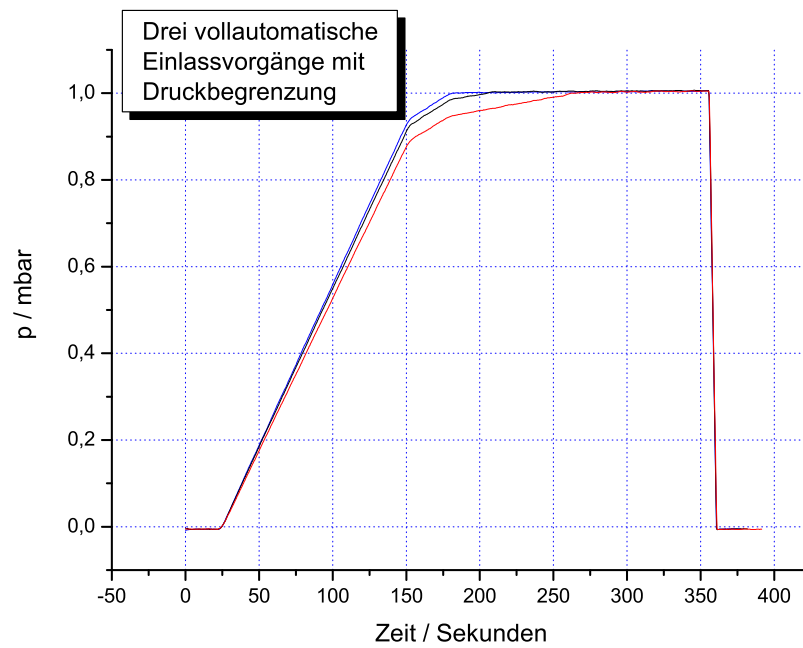


Abb. 8.5: Druckbegrenzte Einlassvorgänge. Im Falle der blauen Kurve wurden die 1 mbar schon erreicht, bevor die Stellung 4,5 angefahren wurde. In allen drei Fällen beträgt die Abweichung von den gewünschten 1 mbar aber weniger als 1%. (Der Druck wurde mit dem Baratron gemessen, laut Datenblatt 0,15% Genauigkeit des Messwertes)

9. ERSTE AUFFRIERVERSUCHE

In diesem Kapitel wird zunächst erläutert, welche Bedeutung die Schichtdickenbestimmung mittels Ellipsometrie für die Kr-Kalibrationsquelle hat (Kap. 9.1). Im folgenden Kapitel wird dem Leser erklärt, wie die Ellipsometrie funktioniert. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden die ersten Kryptonfilme kondensiert. In Kapitel 9.3 wird erklärt, welche Information man aus diesen Messungen gewinnen kann. Anschließend werden in Kapitel 9.4 die Messungen vorgestellt.

9.1 Überwachung der Filmdicken

Möchte man die Lage der K-Konversionslinie von Film zu Film reproduzieren, so müssen die Filme stets die gleichen physikalischen Eigenschaften besitzen. Die mittleren Dicken der Filme werden in der Kr-Kalibrationsquelle mit Ellipsometrie kontrolliert. Bei diesem Messverfahren wird die Änderung der Polarisierung bei der Reflektion an einer dünnen Schicht ausgenutzt¹.

In unserem Experiment werden die Schichtdicken mit Ellipsometrie bestimmt, da dieses Verfahren minimal invasiv ist, d.h. es verändert die Filme nicht, und es lässt die Bestimmung der Brechungsindizes der Filme und des Substrates zu.

Im Folgenden soll die Rolle der Ellipsometrie für das Experiment genauer erläutert werden.

Die Bedeutung der Ellipsometrie für die Kr-Kalibrationsquelle:

- Die Lage der Konversionslinie hängt nach Gl. (3.4) vom Abstand des ^{83m}Kr zum Substrat ab. Daher müssen die Filme, welche unter das ^{83m}Kr kondensiert werden, stets die gleiche Schichtdicke besitzen.
- Wenn die etwa 10^{10} ^{83m}Kr -Atome, welche dem Bruchteil 10^{-5} einer Monolage entsprechen, aufgefroren werden, so möchte man kontrollieren, ob sich tatsächlich eine Submonolage ergibt. Der Bruchteil 10^{-5} einer Monolage entspricht einer durchschnittlichen Schichtdicke in der Größenordnung von 10^{-5}Å . Der von uns verwendete Ellipsometrieaufbau ist aber nur auf Schichtdickenänderungen im Bereich von $0,3\text{Å}$ sensitiv². Misst man also eine endliche Schichtdicke, nachdem ^{83m}Kr aufgefroren werden sollte, so ist dies ein Hinweis darauf, dass Verunreinigungen zusammen mit dem ^{83m}Kr kondensiert sind. Ob dabei das ^{83m}Kr selber in ausreichender Menge durch die Kapillare gelangt, kann während der Testphase mit einem Halbleiterdetektor überprüft werden.

¹ Neben der Reflektionsellipsometrie, welche bei der Kr-Kalibrationsquelle zum Einsatz kommt gibt es auch noch die Transmissionellipsometrie.

² Die Messung beruht darauf, dass die Stellungen zweier Polfilter sehr genau bestimmt werden. Im vorliegenden Fall ist dies bis auf einen Fehler von $0,02^\circ$ möglich. Dies entspricht etwa $0,3\text{Å}$ Krypton, wenn man davon ausgeht, dass die Literaturwerte sinnvoll sind.

- In der Erprobungsphase benötigt man ein Werkzeug, mit welchem man feststellen kann, wieviel Gas in Abhängigkeit von der Bedienung des Gaseinlasssystems, der Temperatur der Kapillare und des Substrates auffriert. Mit diesem Wissen kann man eine Konfigurationsdatei (Kap. 8.2) für das Gaseinlasssystem erstellen, mit welcher dieses die Filme später automatisch auffrieren kann.
- Mit Ellipsometrie bedingt ist man in der Lage, den Brechungsindex eines dünnen Films (Größenordnung 10 \AA) zu bestimmen. Dabei ist der Brechungsindex mit der Dicke des Films korreliert.

Der Brechungsindex ändert sich jedoch mit der Zusammensetzung eines Festkörpers. Mit dem Brechungsindex hat man also einen Indikator für Verunreinigungen, welche sich beispielsweise in dem etwa fünf Monolagen dicken Kryptonfilm befinden können.

- Die Ellipsometrie erlaubt es, den Brechungsindex des HOPG-Substrates zu bestimmen. Auf diese Weise kann mit Hilfe der Ellipsometrie der Zustand des Substrates überwacht werden.

Im Rahmen der vorliegenden Diplomarbeit wurde die Ellipsometrie in Betrieb genommen. Filme aus Krypton sind auf dem Substrat aufgefroren worden. Auf diese Weise konnte die Ellipsometrie und das Zusammenspiel von Gaseinlasssystem und dem „Kryoteil“ der Kr-Kalibrationsquelle getestet werden.

Bevor man die Messungen nachvollziehen kann, muss man jedoch das Messverfahren verstehen. Dieses soll nun vorgestellt werden.

9.2 Das Prinzip der Ellipsometrie

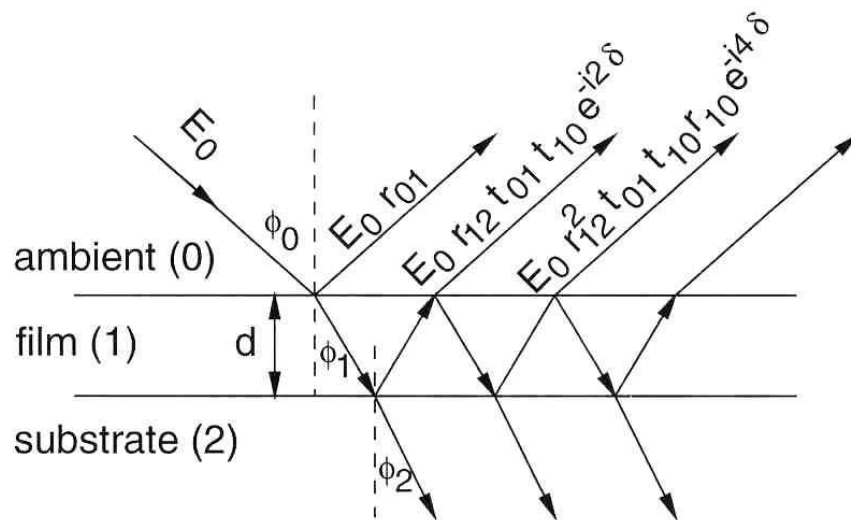


Abb. 9.1: Mehrfachreflektion an dünnen Filmen.

Die von uns genutzte Reflexionsellipsometrie beruht auf der Änderung des Polarisationszustandes von Laserlicht bei Reflektion an dünnen Filmen. Die Stärken der einzelnen reflektierten Strahlen,

welche den Film in Abbildung 9.1 wieder verlassen, sind dabei durch die Fresnel'schen Formeln gegeben. Die Stärke des gesamten reflektierten Lichtstrahls ergibt sich durch Summation über alle Teilstrahlen. Dabei kommt es durch den Weg innerhalb des Films zu Phasenunterschieden zwischen den Teilstrahlen, was die Situation ein wenig komplizierter macht, als bei der Reflektion eines Einzelstrahls. Die Phasenunterschiede, welche sich innerhalb des Filmes ansammeln, ermöglichen es jedoch, die Dicke des Films zu bestimmen.

Das Verfahren beruht auf der Tatsache, dass ein i.a. elliptisch polarisiertes Strahlenbündel nach der Reflektion an einer dünnen Schicht durch die Vielfachinterferenz, welche in der Schicht entsteht linear polarisiert sein kann. Dabei muss die Polarisationsrichtung des reflektierten Lichtes nicht unbedingt parallel, oder senkrecht zur Einfallsebene sein. Bei einer gegebenen Schichtdicke gibt es immer einen Polarisationszustand des einfallenden Lichtes, welcher bewirkt, dass der reflektierte Strahl linear polarisiert ist.

Dieses Phänomen nutzt man nun aus, um die Schichtdicke zu bestimmen. Man sucht gezielt nach dem Polarisationszustand des einfallenden Lichtes, für welchen der reflektierte Strahl linear polarisiert ist. Bei dieser Suche hilft die Tatsache, dass man linear polarisiertes Licht mit einem Polfilter auslöschen kann. Hat man nun den reflektierten Strahl mit einem Linearpolarisator ausgelöscht und kennt den Zustand des einfallenden Lichtes, so kann man daraus die Schichtdicke ausrechnen.

Im Folgenden betrachten soll die Schichtdickenbestimmung mittels Ellipsometrie mathematisch erläutert werden. Dazu stelle man sich die Situation, welche in Abb. 9.1 angedeutet ist vor:

Viele Lichtstrahlen interferieren in dem Film. Weil die Fresnel'schen Reflektionskoeffizienten für Licht, welches senkrecht bzw. parallel zur Einfallsebene polarisiert ist verschieden sind, muss zwischen diesen beiden Fällen unterschieden werden.

Durch Summation ergeben sich für Licht, welches senkrecht bzw. parallel zur Einfallsebene polarisiert ist, die folgenden Reflektionskoeffizienten R_s und R_p für das Strahlenbündel [Azz86]:

$$R_s = \frac{r_{01s} + r_{12s}e^{-i2\delta}}{1 + r_{01s}r_{12s}e^{-i2\delta}} \quad (9.1)$$

$$R_p = \frac{r_{01p} + r_{12p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{01p}r_{12p}e^{-i2\delta}} \quad (9.2)$$

Dabei sind r_{ijx} die Fresnel'schen Koeffizienten für die Reflektion an der Grenzfläche zwischen den Medien i und j für den Polarisationszustand x (senkrecht oder parallel zur Einfallsebene). Die t_{ij} aus Abb. 9.1 werden hierbei über die entsprechenden r_{ij} ausgedrückt. Das δ ist der Phasenunterschied zweier benachbarter Teilstrahlen

$$\delta = 2\pi \frac{d}{\lambda} \sqrt{N_1^2 + N_0^2 \sin^2 \phi_0} \quad (9.3)$$

Über die Ellipsometrie bestimmt man das komplexe Verhältnis R_p/R_s :

$$\varrho = \frac{R_p}{R_s} = \frac{r_{01p} + r_{12p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{01p}r_{12p}e^{-i2\delta}} \cdot \frac{1 + r_{01s}r_{12s}e^{-i2\delta}}{r_{01s} + r_{12s}e^{-i2\delta}} \quad (9.4)$$

Wie man mit der Ellipsometrie ϱ bestimmt, wird ein wenig später erklärt.

Das komplexe Verhältnis ϱ beinhaltet den Phasenunterschied δ , und damit auch die Schichtdicke d des Films. Hat man $\varrho = R_p/R_s$ bestimmt, so kann man mit Gl. (9.4) über δ die Schichtdicke

ausrechnen. Dazu sind in der Regel numerische Methoden notwendig.

Die Bedeutungen der Symbole in Gl. (9.1) bis Gl. (9.3) sind im Folgenden noch einmal in einer Tabelle zusammengefasst.

r_{ijx}	Fresnel'sche Reflektionskoeffizienten für die Reflektion an der Grenzfläche zwischen den Medien i und j , sowie den Polarisationszustand x
$N_i = n_i + ik_i$	komplexer Brechungsindex des Mediums i
ϕ_0	Einfallswinkel vom Lot aus gemessen
ϕ_1	Brechungswinkel im Film
δ	Wellenlänge des Laserlichtes, hier $\lambda = 632,8 \text{ nm}$
d	Schichtdicke des Films

Bei der Kr-Kalibrationsquelle wird ϱ über die sogenannte „Null-Ellipsometrie“ (Abb. 9.2) bestimmt. Bei diesem Verfahren wird das Laserlicht so präpariert, dass das Licht nach der Reflektion an dem dünnen Film linear polarisiert ist. Dadurch kann es mit einem Polfilter zur Auslöschung gebracht werden (Abb. 9.2).

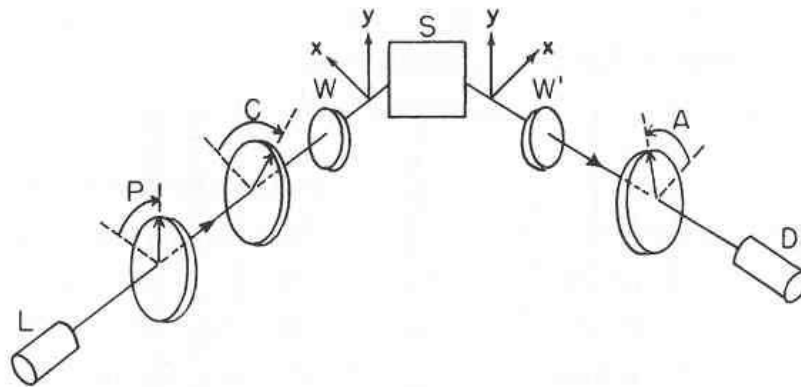


Abb. 9.2: Aufbau des Null-Ellipsometers (nach [Azz86]). Die Anordnung besteht aus einem Laser L ($\lambda=632,8 \text{ nm}$), einem (Linear)Polarisator P, einem $\lambda/4$ -Plättchen, dem Substrat, einem Analysator A (Linearpolarisator) und einem Detektor D. Der Polarisator und der Analysator werden von Schrittmotoren gedreht. W und W' sind Fenster an dem Vakuumbehälter, in welchem sich das Substrat befindet. Sie werden in der Analyse als optisch neutral angenommen. Es ist aber nicht ausgeschlossen, dass sie durch Spannungen doppelbrechend werden und so den Polarisationszustand des Lichtes beeinflussen. Der Einfallswinkel des Laserlichtes beträgt relativ zum Lot auf dem Substrat 60° . Das $\lambda/4$ -Plättchen wird so fixiert, dass seine schnelle Achse einen Winkel von $\pi/4$ mit der Einfallsebene bildet. Mit A und P bezeichnet man nicht nur die optischen Komponenten, sondern auch deren Stellungen. Die entsprechenden Winkel sind mit dem Blick entlang des Laserstrahls von der x-Achse aus gemessen. In unserem Aufbau kann man nur den Polarisator P drehen, ohne, dass sich die Amplitude ändert, da unser Aufbau mit zirkularem polarisiertes Licht betrieben wird. Das erreichen wir mit einem 3. Polarisationsfilter und einem 2. $\lambda/4$ -Plättchen (nicht abgebildet) unmittelbar hinter dem Laser.

Nachdem das Laserlicht in Abbildung 9.2 durch den Polarisator (P) und das $\lambda/4$ Plättchen gelaufen ist, so ist dieses entweder linear polarisiert, wenn die Achse des Polarisators (P) mit der

schnellen, oder langsamen Achse des λ -1/4 Plättchens übereinstimmte, zirkular polarisiert, wenn die Achsen einen Winkel von 45° bildeten, oder allgemein elliptisch polarisiert. Der Polarisationszustand wird also durch die Stellung der Polarisatorachse bestimmt. Diese Stellung soll ab nun als P bezeichnet werden. Man versucht nun eine Stellung P zu finden, so dass das reflektierte Licht linear polarisiert ist, und mit einer bestimmten Stellung des Analysators (ein Linearpolarisator), welche mit A bezeichnet werden soll, ausgelöscht werden kann.

Hat man einen Satz (A, P) gefunden, mit dem kein Licht mehr durch den Analysator, d.h. den Polfilter hinter dem Substrat gelangt, so ist das Verhältnis R_p/R_s mit diesen Winkeln durch

$$\varrho = \frac{R_p}{R_s} = -\tan(A) \exp\left(-i \cdot 2 \cdot \left(P - \frac{1}{4} \cdot \pi\right)\right) \quad (9.5)$$

gegeben [Azz86]. In der Praxis sucht man ein Paar (A, P) , mit welchem die Intensität am Detektor minimiert ist. Über Gl. (9.4) und Gl. (9.3) wird nun mit dem gemessenen ϱ numerisch die Schichtdicke bestimmt.

Trägt man die Stellungen von Polarisator P und Analysator A in einer Ebene auf, so sollten, der Theorie zufolge, alle Messpunkte (P, A) auf einer geschlossenen Linie zu liegen kommen, welche einer Ellipse ähnelt (vgl. Abb. 9.4). Rein mathematisch ergibt sich keine wirkliche Ellipse, im Folgenden soll jedoch das Wort „Ellipse“ verwendet werden.

Misst man immer dicker werdende Filme aus, so wandern die Messpunkte (P, A) die Ellipse entgegen des Uhrzeigersinns entlang. Im Falle von Krypton wiederholten sich die Umläufe nach einer Filmdicke von etwa 3360 \AA . Die Form der Ellipse ist dabei durch das komplexe Reflektionsverhältnis ϱ aus Gl. (9.5) bestimmt. Dieses hängt von sieben Parametern ab

$$\varrho = f(N_0 = 1, N_1, N_2, d, \Phi_0, \lambda), \quad (9.6)$$

wobei die Brechungsindizes N_1 und N_2 doppelt zählen, weil sie einen Real- und Imaginärteil besitzen. Es gilt $N_0 = 1$, weil die Messung im Vakuum stattfindet. λ ist die Wellenlänge der verwendeten Laserlichtes ($632,8 \text{ nm}$).

Durch die Brechungsindizes und den Einfallswinkel ist die Form der Ellipse also vollständig festgelegt. Der einzige freie Parameter in der Messung ist die Schichtdicke, welche bestimmt, an welcher Stelle ein Messwert auf der Ellipse zu liegen kommt.

Gleichung (9.6) impliziert, dass sowohl der Winkel Φ_0 , als auch die zunächst nur näherungsweise bekannten Brechungsindizes die Form der Ellipse beeinflussen. An den Plots einer Doktorarbeit, welche am Mainzer Neutrinomassenexperiment angefertigt wurde [Bor00], kann man erkennen, dass die Ellipse sich stark verformt, wenn sich die Brechungsindizes ändern ($\Delta A, \Delta P \pm 5^\circ$) und auch ein wenig, wenn die Justage der optischen Komponenten nicht ganz konstant ist ($\Delta A, \Delta P \pm 2^\circ$). Bei dieser Messung wurde ein Wasserstofffilm auf einem Graphitsubstrat vermessen.

Für die Schichtdickenbestimmung mittels Ellipsometrie ist es daher notwendig, zunächst eine Referenzellipse anzufertigen. D.h. man vermisst eine große Zahl unterschiedlich dicker Filme, passt eine Ellipse an diese an und bestimmt so die Parameter aus Gl. (9.6).

9.3 Ziel der Testmessungen

Im Rahmen dieser Diplomarbeit haben wir einige Kryptonfilme auf das Substrat kondensieren können. Da sich die Kr-Kalibrationsquelle zu diesem Zeitpunkt noch in einem experimentellen Stadium befand, wurde nicht versucht, identische Filme zu reproduzieren. Die Apparatur eignete sich aus folgenden Gründen noch nicht zu einem ausgiebigen Testprogramm:

- Der Ablationslaser konnte aus rechtlichen Gründen noch nicht verwendet werden. Daher wurde das Substrat für etwa 2 Stunden mit einem Heizwiderstand auf etwa 120 K erhitzt. Wir gehen davon aus, dass sich nach den zwei Stunden keine Verunreinigungen mehr auf dem Substrat befanden, welche in diesem Temperaturbereich desorbieren können, weil wir den Ausheizvorgang mit der Ellipsometrie beobachtet haben. Nach zwei Stunden mussten wir die Stellungen von Analysator und Polarisator nicht mehr ändern, die Schichtdicke „Null“ war erreicht.
- Die 4-12 K Stufe war noch nicht installiert und der Substratbereich war noch nicht ausgeheizt. Dadurch konnte in der Vakuumkammer um das Substrat herum kein Druck wesentlich unter $5 \cdot 10^{-9}$ mbar erreicht werden und Restgas konnte auffrieren. Diese Verunreinigung machte sich mit $0,02^\circ/\text{h}$ in der Stellung des Polarisators bemerkbar. Dies würde mit dem Literaturwert für den Brechungsindex von Krypton etwa $0,3\text{\AA}/\text{h}$ entsprechen. Bei den Verunreinigungen handelt es sich dabei nicht um Krypton, die Dicke des Fremdgasfilms sollte jedoch in der selben Größenordnung liegen.
- Der Ellipsometrieaufbau befand sich noch in einem experimentellen Stadium. Dadurch dauerte die Bestimmung einer Schichtdicke bis zu 30 min.
- Es war noch kein Radioaktivitätsmonitor am Substrat installiert, mit welchem man Tests mit $^{83\text{m}}\text{Kr}$ hätte durchführen können.

Die Messungen hatten vielmehr den Zweck die Funktion der Kr-Kalibrationsquelle und insbesondere des Gaseinlasssystems, der Kapillare zwischen Gaseinlasssystem und Substrat und der Ellipsometrie zu testen. Das Ziel war es, herauszufinden, welches die kritischen Punkte sind, an welchen noch Arbeit notwendig ist.

Die Temperatur der Kapillare lag bei knapp über 135 K, sie konnte nur indirekt gemessen werden, da der entsprechende Temperatursensor ausgefallen war. Des Messung konnte jedoch klären, ob es bei etwa 135 K möglich ist, kleine Mengen Krypton zum Substrat zu leiten, und mit welchen Parametern das Gaseinlasssystem betrieben werden muss, um Filme mit einer Dicke von wenigen Monolagen Krypton herzustellen.

Es wurden zwei Typen von Kryptonfilmen aufgefroren:

1) Dicke Kryptonfilme: Indem relativ viel Gas aus dem Gaseinlasssystem zum Substrat gelassen wurde, konnten sieben Messpunkte für sieben verschieden dicke Filme genommen werden. Diese sieben Messpunkte wurden mit der theoretischen Ellipse aus den Literaturwerten verglichen (Abb.9.4). Die theoretische Ellipse gilt dabei für einen Einfallswinkel von $\Phi = 60^\circ$ und Brechungsindizes von $N_1 = 1,28$ (Krypton bei 4 K), sowie $N_2 = 2,7 - i \cdot 1,22$ (Graphit) [Bor00].

Diese Messung sollte klären, ob reines, oder verunreinigtes Krypton auf dem Substrat auffriert. Denn eine Abweichung der Messwerte von der theoretischen Ellipse impliziert bei einem Einfalls-

winkel von $\Phi = 60^\circ$, dass der Brechungsindex des Krypton vom Literaturwert abweicht.

2) Dünne Kryptonfilme: Einige dünne Filme wurden übereinander kondensiert und die Schichtdicken bestimmt. Dieses kleine Experiment diente als vorläufiger Test für die Herstellung von Filmen, welche nur wenige Monolagen dick sind.

9.4 Die ersten Kryptonfilme

Wir konnten das Gaseinlasssystem während dieser Messungen nicht in der vorhergesehenen Weise (Modus B, Kap. 5) bedienen, da die Ventile 1 und 3 vorübergehend ausgefallen waren. Da das Regelventil 2, als einziges von dreien übrig war, musste das Gas auf einem alternativen Weg vom Monitorvolumen zum Substrat gelangen (Abb. 9.3).

Mit der in Abb. 9.3 dargestellten Betriebsweise war es dennoch möglich, dosiert Krypton aus dem Monitorvolumen zum Substrat strömen zu lassen.

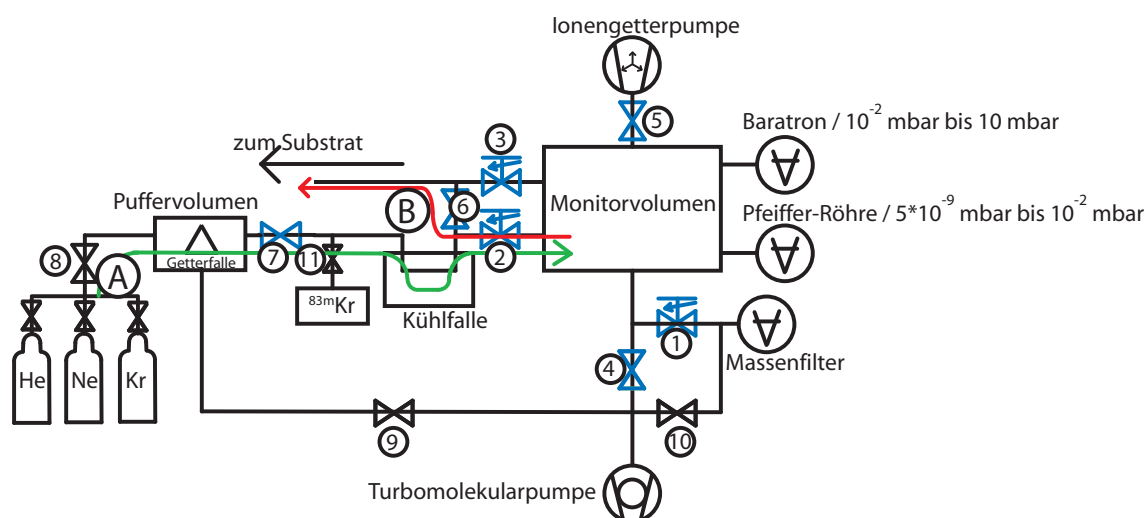


Abb. 9.3: Alternativer Gaseinlass für die ersten Kryptonfilme. Ventil 11 war die ganze Zeit über geschlossen. Das Gas wurde wie für Modus B (vgl. Kap. 5) vorhergesehen über die Getter- und Kühlfalle sowie Ventil 2 in das Monitorvolumen gefüllt. Damit nun Gas über Ventil 2 und 6 dosiert aus dem Monitorvolumen zum Substrat gelassen werden konnte, wurde die Kühlfalle zusammen mit der Getterfalle über Ventil 9 durch die Turbomolekularpumpe evakuiert. Wurde Gas zum Substrat geleitet, so war Ventil 7 geschlossen.

9.4.1 Die dicken Kryptonfilme

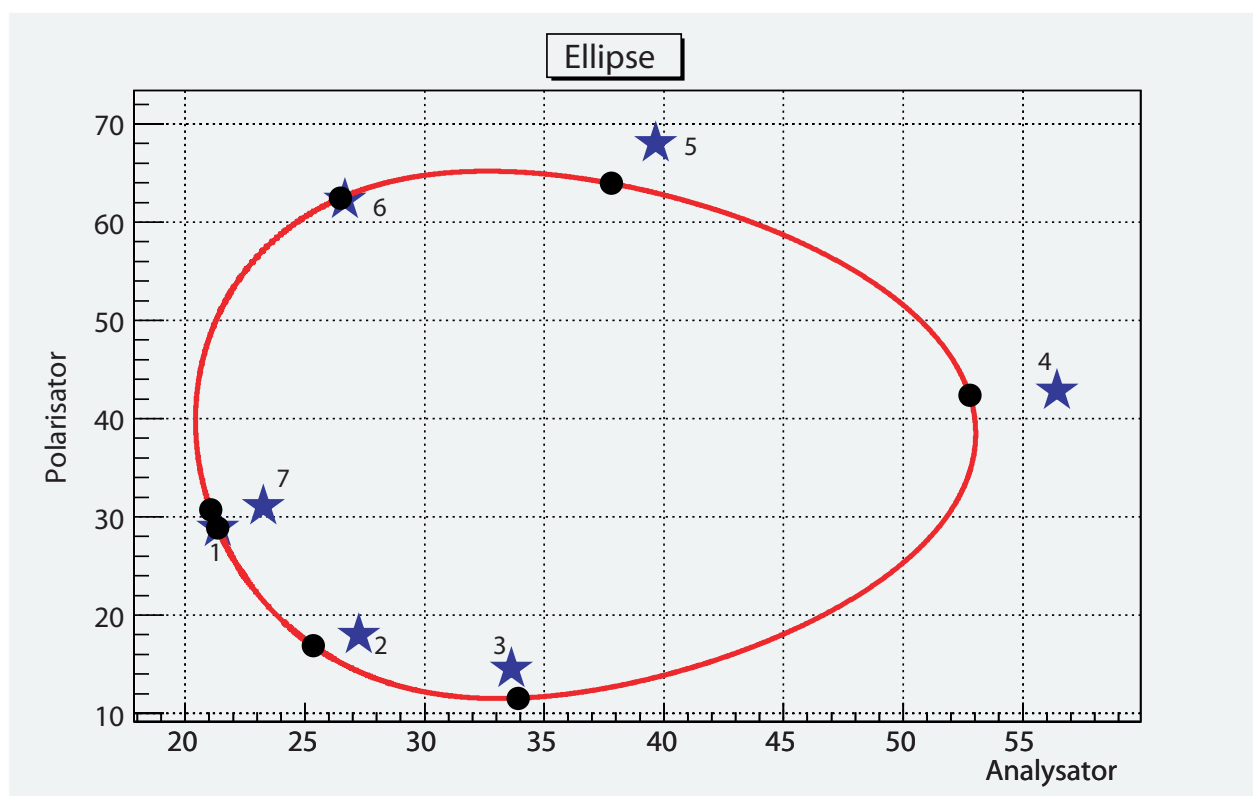


Abb. 9.4: Eine grobe Ellipse. Zu erkennen sind die Ellipsometrie-Messwerte (Sternchen) für die ersten, dicken Kryptonfilme aus Tab. 9.1. Der Nullpunkt liegt links bei $(A, P) = (21^\circ, 28^\circ)$. Er kommt dadurch zustande, dass die Stellungen A und P bezüglich der Einfallsebene gemessen werden. Die durchgezogene Linie stellt die Ellipse, auf welcher die Messwerte theoretisch liegen sollten dar. Die Standardabweichungen betragen für Analysator und Polarisator etwa $0,02^\circ$. Die Messwerte sind also signifikant von der theoretischen Ellipse entfernt. Jedem Messwert wurde ein Punkt auf der Ellipse zugeordnet [Ost07]. Wegen der abweichenden Parameter geben diese und aber nur eine sehr grobe Aussage über die Dicke.

Um die dicken Kryptonfilme herzustellen, wurden zunächst, wie in Abb. 9.3 dargestellt, 1,3 mbar Krypton über die Getter- und Kühlfalle in das Monitorvolumen eingelassen. Das Krypton, welches sich nach dem Einlassvorgang noch mit einem Druck von etwa 100 mbar im Bereich der Getter- und Kühlfalle befand, wurde mit der Turbomolekularpumpe über Ventil 9 abgepumpt.

Wenn nun Krypton zum Substrat gelassen wurde, so waren zunächst die Ventile 7, 11, 6, 3 und 2 geschlossen. Ventil 9 war geöffnet. Nun öffnete man als erstes Ventil 6, um den Weg zum Substrat frei zu machen. Anschließend fuhren wir Ventil 2 in Stellung 8, hielten es dort 8 Sekunden lang und schlossen es wieder. Fünf Sekunden später schlossen wir Ventil 6 wieder und entfernten das Gas, welches sich evtl. noch im Bereich der Kühlfalle befand, indem wir Ventil 7 öffneten.

Dieses Verfahren war für alle sechs Schichten dasselbe.

Tab. 9.1: Die ersten dicken Kryptonfilme. Die Temperatur des Substrates betrug 17 K, die Temperatur der Kapillare konnte nicht mit Sicherheit bestimmt werden, da ein Sensor nicht richtig funktionierte, sie lag aber über 135 K. Ventil 2 wurde sechs mal für sechs Sekunden geöffnet. Filmdicke und Filmwachstum sind mit den Punkten auf der Ellipse bestimmt. Da die aufgefrorenen Filme (Sterne) nicht mit den Brechungsindizes der Ellipse kompatibel sind, können die Dicken nur ein grobes Maß sein und sind auf 10 Å gerundet.

Schicht	Ventil 2	p_{\min}	p_{\max}	Substrat [mbar]	Filmdicke [Å]	Filmwachstum [Å]
1	Stellung 8 für 6s	$9,3 \cdot 10^{-9}$	$7,4 \cdot 10^{-8}$		390	390
2	Stellung 8 für 6s	$8,7 \cdot 10^{-9}$	$6,5 \cdot 10^{-8}$		860	470
3	Stellung 8 für 6s	$7,5 \cdot 10^{-9}$	$6,35 \cdot 10^{-8}$		1550	690
4	Stellung 8 für 6s	$7,8 \cdot 10^{-9}$	$4,8 \cdot 10^{-8}$		1980	430
5	Stellung 8 für 6s	$7,8 \cdot 10^{-9}$	$5,5 \cdot 10^{-8}$		2420	440
6	Stellung 8 für 6s	$7,8 \cdot 10^{-9}$	$5,8 \cdot 10^{-8}$		3310	890

Die Filmdicken in Tabelle 9.1 wurden mit einem Analyseprogramm, welches im Rahmen einer Doktorarbeit [Ost07] entstand, Punkten auf der theoretische Ellipse zugeordnet. Aus diesen Punkten berechnete das Programm die Filmdicken. In Abbildung 9.4 erkennt man jedoch, dass die Messwerte (Sterne) nicht sehr gut mit der theoretischen Ellipse übereinstimmen. Eine Ellipse, mit der man die Messwerte beschreiben könnte, würde auf anderen Parametern basieren, und damit auch abweichende Filmdicken liefern.

Hierbei waren wir jedoch nicht daran interessiert, die Filmdicken zu bestimmen. Wir wollten herausfinden, ob die dicken Filme mit den Literaturwerten für die Brechungsindizes verträglich sind.

Die Gründe für die schlechte Übereinstimmung zwischen den Messwerten und der theoretischen Ellipse sind vermutlich die Folgenden:

Mangelnde Justage: Durch die Mainzer Ellipsometriemessungen des Tritiumfilms ist bekannt, dass eine Dejustage des Systems die Form der Ellipse beeinflusst [Bor00]. Nach der Messung wurde der Winkel zwischen den beiden Armen des Ellipsometrieaufbaus auf $60,25^\circ \pm 0,08^\circ$ bestimmt.

Aus diesem Grund wird in Kürze eine Schiene konstruiert, welche es erlaubt, die beiden Arme *stabil* und *genau* auf einen Einfallswinkel zu fixieren.

Kondensations von Restgas: Da der Substratbereich noch nicht ausgeheizt war, sowie der Ablationslaser und das 4-12 K Schild um das Substrat (Abb. 3.5) noch nicht installiert waren, konnte Restgas zusammen mit dem Krypton auffrieren. Das Substrat befand sich bei einer Temperatur von etwa 17 K, dadurch konnten CO, CO₂, N₂, O₂ und H₂O aus dem Restgas in der Vakuumkammer um das Substrat herum mit kondensieren (vgl. Abb. 5.7). Dadurch hat sich vermutlich der Brechungsindex des Films verändert.

Die Messung zeigt deutlich, dass zum einen die mechanische Stabilität des Ellipsometrieaufbaus verbessert werden muss. Zum anderen unterstreicht das Ergebnis dieser Messung die Notwendigkeit des Ablationslasers, des 4-12 K Schildes, sowie des Ausheizens der Apparatur.

9.4.2 Die dünnen Kryptonfilme

Ellipsometrie

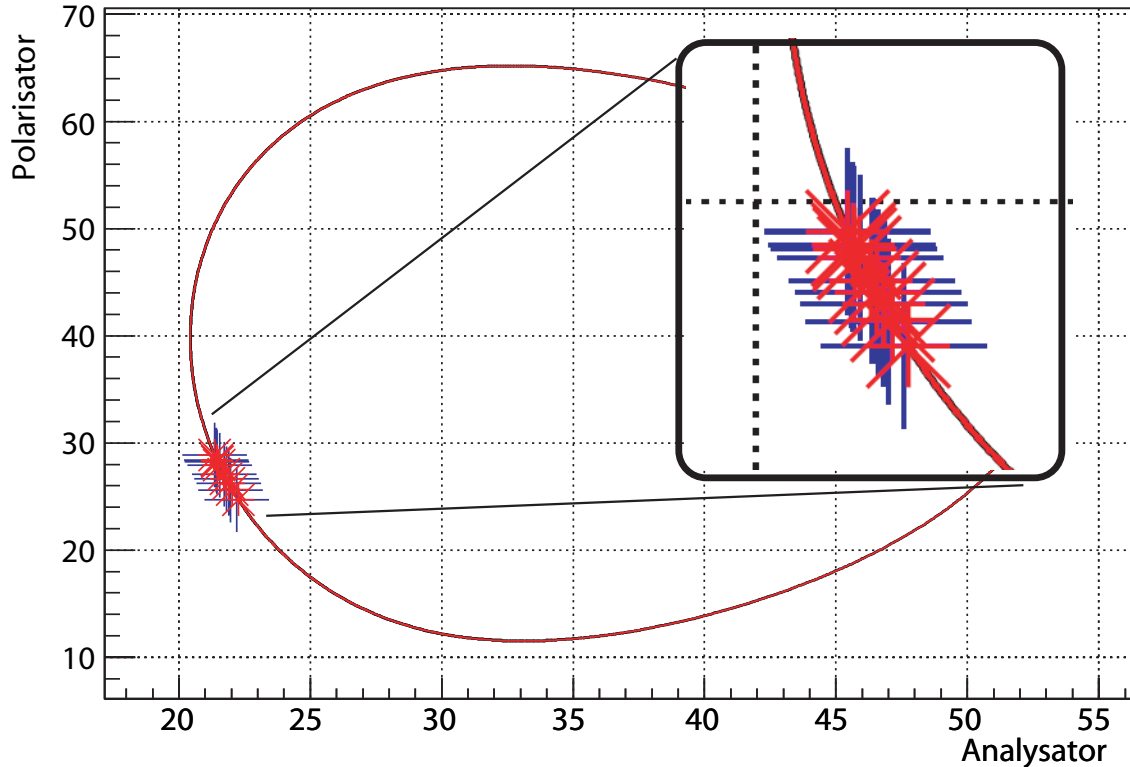


Abb. 9.5: Die dünnen Filme in der Polarisator-Analysator Ebene. Die blauen Kreuze (+) stellen die Messwerte dar, die roten Kreuze (x) entsprechen den Punkten auf der theoretischen Ellipse, welche den Messwerten zuzuordnen sind. Der Nullpunkt liegt links bei $(A, P) = (21^\circ, 28^\circ)$. Er kommt dadurch zustande, dass die Stellungen A und P bezüglich der Einfallsebene gemessen werden. Mit wachsender Schichtdicke wandern die Kreuze entgegen des Uhrzeigersinns die Ellipse entlang.

Bevor wir die dünnen Kryptonfilme kondensieren konnten, musste das Monitorvolumen mit Krypton befüllt werden. Dazu gingen wir genauso, wie im Falle der dicken Kryptonfilme vor. Das Monitorvolumen wurde zu Beginn mit 1,3 mbar Krypton befüllt.

Zur Erstellung von dünnen Kryptonfilmen wurde Ventil 2 (Abb. 9.3) für eine kurze Zeit ein wenig geöffnet. In Tabelle 9.2 ist festgehalten, wie weit, und wie lange Ventil 2 zu diesem Zweck geöffnet wurde. In dieser Tabelle ist auch protokolliert, wie der Druck um das Substrat herum war, bevor das Ventil geöffnet wurde (p_{\min}), und wie weit er durch die Öffnung des Ventils anstieg (p_{\max}). Da der Leitwert der Regulierventile sich mit der Zahl, mit welcher die Stellung benannt ist, exponentiell ändert, hatten wir uns dazu entschieden, die Menge an Gas, welche zu Substrat fließen sollte, über die Zeit, und nicht über die Ventilstellung zu regulieren³. Dies machte es möglich, die

³ Diese Zahl entspricht der Steuerspannung, mit welcher über das PXI-System das Ventil gesteuert wird. Diese

Gasmenge, welche zu Substrat geleitet wurde, feiner zu regulieren, als es über die Ventilstellung alleine möglich gewesen wäre.

Zur Analyse der dünnen Filme wurde mit den Literaturwerten für die Brechungsindizes von Krypton und Substrat gearbeitet, da die sieben Messpunkte der vorhergehenden Messung keine sichere Bestimmung einer Referenzellipse für Krypton zuließen.

In Abbildung 9.5 sind die Stellungen von Polarisator und Analysator für die dünnen Filme dargestellt. Man erkennt, dass die Messpunkte gut mit den Literaturwerten⁴ zu erklären sind. In dieser Abbildung ist die Ellipse aufgetragen, welche sich aus den Literaturwerten für die Brechungsindizes und den Einfallswinkel von 60° des Laserstrahls ergibt. Die blauen Kreuze (+) stellen die Messwerte dar und die roten Kreuze (×) sind die Punkte auf der theoretischen Ellipse mit dem kleinsten Abstand zu den Messwerten.

Tab. 9.2: Die dünnen Kryptonfilme. Der Druck im Monitorvolumen betrug 1,3 mbar. Das Gas wurde über Ventil 2 (Abb. 9.3) zu Substrat geleitet. Es wurden zehn Kryptonfilme mit Dicken zwischen 3,8 Å und 26,5 Å übereinander kondensiert, so dass sich ein Film mit einer Dicke von 129,2 Å ergab. Krypton kondensiert in einem FCC-Gitter mit der Gitterkonstante 5,7 Å [fac]. Graphit besteht aus einem HCP-Gitter mit einer Gitterkonstante von 2,7 Å in der Substratebene [wik]. Diese Gitterkonstanten müssen zunächst ineinander übergehen, daher ist hier keine eindeutige Aussage über die Anzahl der Monolagen Krypton möglich. Die Fehler von „Filmdicke“ und „Filmwachstum“ betragen 0,3 Å. Stellung 7,5 für x s bedeutet, dass Ventil 2 in Stellung 7,5 gefahren und dort für x Sekunden gehalten wurde.

Schicht	Ventil 2	p_{\min} [mbar]	p_{\max} [mbar]	Filmdicke [Å]	Filmwachstum [Å]
1	Stellung 7,5 für 0 s	$6 \cdot 10^{-9}$	$6,6 \cdot 10^{-9}$	8,7	8,7
2	Stellung 7,5 für 0 s	$6 \cdot 10^{-9}$	$6,4 \cdot 10^{-9}$	14,6	5,9
3	Stellung 7,5 für 0 s	$5,9 \cdot 10^{-9}$	$6,5 \cdot 10^{-9}$	25,5	10,9
4	Stellung 7,5 für 0 s	$6 \cdot 10^{-9}$	$6,5 \cdot 10^{-9}$	29,3	3,8
5	Stellung 7,5 für 3 s	$6 \cdot 10^{-9}$	$6,98 \cdot 10^{-9}$	38,3	9
5	Stellung 7,5 für 5 s	$6,5 \cdot 10^{-9}$	$7,5 \cdot 10^{-9}$	61,4	23,1
7	Stellung 7,5 für 5 s	$6,5 \cdot 10^{-9}$	$7,5 \cdot 10^{-9}$	73,6	12,2
8	Stellung 7,5 für 5 s	$6,7 \cdot 10^{-9}$	$7,5 \cdot 10^{-9}$	85,5	11,9
9	Stellung 7,5 für 10 s	$6,9 \cdot 10^{-9}$	$8,3 \cdot 10^{-9}$	102,7	17,2
10	Stellung 7,5 für 15 s	$7,1 \cdot 10^{-9}$	$9 \cdot 10^{-9}$	129,2	26,5

Zahl entspricht auch den Umdrehungen 0 bis 10 der Welle, mit welcher das Ventil geöffnet wird. Null entspricht dabei vollständig geschlossen.

⁴ $N_1 = 1,28$ für Krypton und $N_2 = 2,7 - i \cdot 1,22$ für Graphit

Aus Tabelle 9.2 geht hervor, dass die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle in Kombination mit dem Gaseinlasssystem in der Lage ist, dünne Kryptonfilme zu kondensieren. Die Schichtdicken aus dieser Tabelle können nicht einfach in Monolagen Krypton interpretiert werden. Dies hat den folgenden Grund:

Ist bei den 17 K, bei denen wir das Krypton kondensiert haben, Diffusion entlang der Oberfläche möglich, so kann sich die Kryptonlage ordnen, und es ergibt sich die folgende Situation:

Graphit bildet ein HCP-Gitter mit den Gitterkonstanten $a=b=2,5 \text{ \AA}$ und $c=6,7 \text{ \AA}$, wobei die Substratoberfläche aus a und b gebildet wird. Dagegen bildet Krypton ein FCC-Gitter mit den Gitterkonstanten von $a=b=c=5,7 \text{ \AA}$. Die verschiedenen Gitterkonstanten führen dazu, dass der Kryptonkristall während der ersten Monolagen einen Übergang von der Gitterstruktur des Graphits zum FCC-Gitter des Kryptons vollziehen muss. Die erste Monolage Krypton folgt dabei fast vollständig der Struktur des Graphits. Es bilden sich große Inseln aus, in denen die Kryptonatome immer an den gleichen Plätzen des Oberflächengitters des Graphits zu liegen kommen (kommensurate Phase). Zwischen diesen Inseln ist die Kryptonlage gestaucht (inkommensurate Phase) [Zan88]. Von dieser ersten, überwiegend kommensuraten Lage, welche der Struktur von Graphit folgt, muss es nun erst einen Übergang in das FCC-Gitter des Krypton geben.

Sollten die 17 K jedoch zu niedrig sein, um Diffusion entlang der Oberfläche zu erlauben, so ist das Krypton schockkondensiert, d.h. jedes einzelne Kryptonatom bleibt an der Stelle sitzen, an welcher es kondensiert ist. Das Krypton kondensiert nicht als regelmäßiger Kristall, sondern besitzt eine amorphe Struktur.

In beiden Fällen ist jedoch die Struktur, bzw. die Anzahl der Monolagen an Krypton nicht der entscheidende Faktor. In der kondensierten ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle sollen Edelgasfilme aufgefroren werden, um Abstand zwischen dem Substrat und den ^{83m}Kr -Atomen zu erzeugen, damit der Einfluss der Spiegelladungen nach Gl. (3.4) verschwindet. Hierbei ist der Abstand zwischen ^{83m}Kr und Substrat entscheidend.

Tab. 9.3: Abschätzung der Monolagen. Zur Abschätzung wurde $5,7/2 \text{ \AA}$ pro Monolage vorausgesetzt. Die Monolagen wurden auf ganze Zahlen gerundet.

Schicht	Filmdicke [\AA]	Filmdicke [Monolagen]	Filmwachstum [\AA]	Filmwachstum [Monolagen]
1	8,72	3	8,72	3
2	14,57	5	5,85	2
3	25,51	9	10,94	4
4	29,26	10	3,75	1

Drückt man die kondensierte Schicht in halben Kantenlängen der Einheitszelle von Krypton ($5,7/2 \text{ \AA}$) aus, so sollte man damit zumindest ein Maß für die Größenordnung der Monolagen Krypton erhalten. Hier wird die halbe Kantenlänge benutzt, da in einem FCC-Kristall jede Einheitszelle zwei Monolagen beiträgt. Auf diese Weise kann man die Anzahl der Monolagen Krypton zumindest abschätzen. In Tabelle 9.3 sind die Filmdicken und das Filmwachstum für die ersten vier dünnen Schichten mit Hilfe der Abschätzung in Monolagen ausgedrückt. Diese ersten vier Filme

sind am ehesten als Test für die Apparatur anzusehen. Die nachfolgenden Schichten sind dicker, als 10 Monolagen. Das Ziel ist es aber Filme im Bereich unter 5 Monolagen herzustellen.

Beachtet man, dass Ventil 2 leicht auf einen kleineren Leitwert gedrosselt werden kann, so lässt Tabelle 9.3 vermuten, dass die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle in der Lage ist, weniger, als 5 Monolagen Krypton auf das Substrat zu kondensieren.

Sobald der Ablationslaser installiert und die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle ausgeheizt ist, kann mit ausführlichen Versuchen zur *Reproduzierbarkeit* der dünnen Filme begonnen werden. Die *Machbarkeit* wurde mit diesem Kapitel gezeigt.

10. ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Das KATRIN-Experiment wird das β -Spektrum von Tritium in der Endpunktsregion vermessen und dadurch die Masse des Elektronantineutrinos festlegen. Hierzu ist ein sogenannter MAC-E Filter notwendig. Dieser wirkt für die Elektronen als Hochpassfilter, alle Elektronen mit einer Mindestenergie, welche vom angelegten Retradierungspotential bestimmt wird, werden zum Detektor weitergeleitet. Elektronen, die weniger kinetische Energie besitzen, werden nicht transmittiert. Diese Energieschwelle wird über eine Spannung im Bereich von 18,6 kV eingestellt (Retardierungsspannung). Schwankt diese Spannung mit einer Standardabweichung σ , und die Schankungen werden nicht erkannt, so ergibt sich ein zu kleiner Wert für $m_{\bar{\nu}_e}^2$, den Parameter in der Analyse:

$$\Delta m_{\bar{\nu}_e}^2 = -\frac{1}{2}\sigma^2 \quad (10.1)$$

Aus diesem Grund müssen eventuelle Schwankungen der Spannung detektiert werden, damit diese in der Analyse berücksichtigt werden können.

Das Ziel der KATRIN-Kollaboration ist es, die Ungenauigkeit von $m_{\bar{\nu}_e}^2$ unter $0,005 \text{ eV}^2$ zu halten. Das bedeutet, dass über drei Jahre Messzeit keine Schwankungen der Retardierungsspannung von mehr, als 50 mV unerkannt bleiben dürfen.

Für die Messung der Retardierungsspannung von 18,6 kV mit dieser Genauigkeit sind auf dem Markt keine Messgeräte mit ausreichender Langzeitstabilität erhältlich. Aus diesem Grund wird die Retardierungsspannung mit einem speziell entwickelten Spannungsteiler auf etwa 10 V heruntergeteilt, in dieser Region kann man Spannungen mit hinreichender Genauigkeit messen.

Zusätzlich möchte man die Stabilität der Retardierungsspannung mit einem natürlichen Standard überwachen. Zu diesem Zweck wird das KATRIN-Hauptspektrometer mit einem sog. Monitorspektrometer galvanisch verbunden. Zusammen mit einer scharfen Elektronenlinie können so die Schwankungen der Retardierungsspannung detektiert werden.

In der KATRIN-Kollaboration gibt es verschiedene Ansätze für eine Kalibrationsquelle. Die einzige Kalibrationsquelle, welche eine scharfe, fast monoenergetische Elektronenlinie mit einer hohen Rate von über 100 kBq bislang zur Verfügung stellen kann, ist die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle. Hierbei dient die K-Konversionslinie von ^{83m}Kr mit einer Energie von 17,824 keV und einer Breite von 2,83 eV als Energiestandard. Das ^{83m}Kr ist hierbei auf ein Graphitsubstrat aufgefroren. Da die Halbwertszeit von ^{83m}Kr nur 1,83 Stunden beträgt, muss immer wieder neues ^{83m}Kr auf das Substrat kondensiert werden. Dieses Prinzip wurde bereits im Mainzer Neutrinomassenexperiment getestet [Pic92]. Dort beobachtete man eine Schwankung der K-Konversionslinie von 0,2 eV von ^{83m}Kr -Film zu ^{83m}Kr -Film und eine Schwankung von 0,6 eV über längere Zeiträume.

Die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle des KATRIN-Experimentes ist so konzipiert, dass die Hoffnung besteht, die Lage der K-Konversionslinie im ppm-Bereich reproduzieren zu können. Die Veränderungen gegenüber Mainz sind im wesentlichen:

- Zusätzliche Filmvarianten, mit denen man den Einfluss von Spiegelladungen kontrollieren möchte. Dabei wird das ^{83m}Kr entweder mit einigen Monolagen Krypton oder Neon unterlegt,

bzw. das ^{83m}Kr wird mit inertem Krypton vermischt auf das Substrat kondensiert.

- Reinigung des Substrates durch einen Ablationslaser
- Eine genauere Hochspannungsversorgung. Auf diese Weise kann man sichergehen, dass die Schwankungen tatsächlich durch die ^{83m}Kr -Filme und nicht durch die Ungenauigkeit der Hochspannung verursacht werden.
- Ein spezielles Gaseinlasssystem mit eingebauter Gasreinigung, Überwachung der Drücke, Regulierung der Gasflüsse durch Regulierventile, Computersteuerung sowie der Möglichkeit, alle Schritte automatisch zu protokollieren und das Gaseinlasssystem vollautomatisch arbeiten zu lassen.
- Eine höhere Temperatur des Substrates, so dass die Kondensation von Fremdgas reduziert werden kann.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde das Gaseinlasssystem für die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle aufgebaut und getestet. Dieses verfügt über die folgenden Eigenschaften:

- Ausschließlich UHV-Komponenten zur Gewährleistung der Sauberkeit.
- Getter- und Kühlfalle zur Gasreinigung
- Möglichkeit zur Analyse der Verunreinigungen (Massenfilter)
- Das System kann in drei Moden betrieben werden, je nachdem ob ^{83m}Kr mit Helium zum Substrat gespült werden soll, ob es von alleine zum Substrat fließen soll, oder ob man Neon oder Krypton zum Substrat leiten möchte.
- Eine genaue Druckmessung ermöglicht es in Kombination mit Regelventilen, Gas dosiert zum Substrat fließen zu lassen.
- Ein Computersteuerung mit der Möglichkeit die Drücke im Gaseinlasssystem, die Temperatur der Kühlfalle und die Stellungen der Ventile in eine Protokolldatei zu speichern. Dadurch kann vollständig nachvollzogen werden, wie ein bestimmter Film zustande gekommen ist. Es ist ebenfalls möglich, das Gaseinlasssystem mit der Computersteuerung automatisch laufen zu lassen.

Es wurde gezeigt, dass das im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaute Gaseinlasssystem in der Lage ist, Gase mit einer Reinheit von etwa 30 ppb für die inerten Filme, welche zwischen das Substrat und die ^{83m}Kr -Atome kondensiert werden sollen, dosiert zur Verfügung zu stellen. Als Test wurden bereits erfolgreich einige Kryptonfilme mit Dicken im Å-Bereich kondensiert.

Diese Messungen zeigen, dass die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle bereits in der Lage ist, dünne Edelgasfilme zu produzieren. Die Messungen unterstreichen aber auch die Bedeutung des Ablationslasers und des 4-12 K Schildes für die Sauberkeit des Substratbereiches. Die mechanische Stabilität des Ellipsometrieaufbaus muss noch verbessert werden.

Bei den Messungen mit ^{83m}Kr am Mainzer Neutrinomassenexperiment wurde das ^{83m}Kr wie bei der kondensierten ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle durch eine Kapillare zum Substrat geleitet. Hierbei vermutete man, dass Krypton unterhalb von etwa 130 K in der Kapillare kondensierte und nicht

bis zum Substrat weitergeleitet wurde. Dieses Phänomen wurde im Rahmen dieser Diplomarbeit mit einem Testaufbau untersucht. Dabei konnte die Vermutung aus Mainz bestätigt werden. Für die kondensierte ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle bedeutet dies, dass hier die Kapillare bei einer Temperatur von etwa 130 K gehalten werden sollte, wenn Krypton zum Substrat geleitet wird. Es ist zu vermuten, dass Krypton schon weit unterhalb des Sättigungsdampfdruckes schon teilweise kondensiert. Dies könnte daran liegen, dass die Kondensation von Krypton bei gegebener Temperatur durch eine Brunauer-Emmett-Teller Isotherme beschrieben wird. Diese Kondensationsisothermen besitzen lange Ausläufer zu Drücken unterhalb des Sättigungsdampfdruckes.

Dies bedeutet auch, dass die Kapillare eine der Schwachpunkte der Apparatur darstellt. Bei einer Temperatur von etwa 130 K kann die Ausgasung der Kapillarwände das ^{83m}Kr noch kontaminieren. Es ist zu empfehlen, die Kapillare auszuheizen, was als problematisch gilt, da diese thermisch leitend mit einem Kaltkopf verbunden ist, welcher nicht ausgeheizt werden darf.

Während der Erstellung dieser Diplomarbeit wurde noch am Substratbereich und der Schichtdickenmessung gearbeitet, daher waren keine ausführlichen Messungen zur Reproduzierbarkeit möglich. Diese Bereiche werden jedoch in aller Kürze fertiggestellt. Sobald dies der Fall ist, kann man versuchen, dünne Filme zu reproduzieren.

In Kürze wird die ^{83m}Kr -Kalibrationsquelle nach Mainz transportiert, wo man mit dem MAC-E Filter des Mainzer Neutrinomassenexperimentes vor allem systematische Studien zur Reproduzierbarkeit der K-Konversionslinie durchführen wird. Wir hoffen, dass sich bei diesen Messungen herausstellen wird, mit welcher Filmvariante und welcher Betriebsweise des Gaseinlasssystems die K-Konversionslinie am besten zu reproduzieren ist und die eingangs genannte Reproduzierbarkeit von 50 meV erreicht werden kann.

Mit diesem Wissen wird möglicherweise später das jetzt noch sehr allgemein gehaltene Gaseinlasssystem vereinfachen können. Dies wird eine Reduzierung der Oberflächen, von welchen Gas desorbiert, und damit eine Verbesserung der Gasreinheit nach sich ziehen.

ANHANG

A. HERLEITUNG DER FEHLERFORMEL

An dieser Stelle soll die Beziehung zwischen den Schwankungen der Retardierungsspannung des Hauptspektrometers und der Neutrinomasse hergeleitet werden.

Schwankt die Retardierungsspannung des Hauptspektrometers mit einer Standardabweichung σ , so ist die Zufallsvariable nicht die Energie E' aus dem β -Zerfall, sondern die Summe der Energie aus dem β -Zerfall und dem Energiebetrag $E - E_e$, um welchen die Retardierung falsch eingestellt ist. Die neue Zufallsvariable ist nun E'' :

$$E'' = E' + (E - E_e) \quad (\text{A.1})$$

Die Verteilung der Zufallsvariable E'' ist als Summe zweier Zufallsvariablen durch die Faltung der Verteilungen der Summanden gegeben.

Es ist bereits bekannt, dass die Neutrinomasse $m_{\bar{\nu}_e}$ sehr klein ist, daher wird die Faltung hier mit $m_{\bar{\nu}_e} = 0$ durchgeführt. Im KATRIN-Experiment wird am Endpunkt E_0 des Spektrum gemessen, hier ergibt sich aus der Faltung:

$$\frac{dN}{dE}(m_{\bar{\nu}_e} = 0, E') \otimes \exp\left(-\frac{(E - E_e)^2}{2\sigma}\right) \sim (E'' - E_0)^2 + \sigma^2 \quad (\text{A.2})$$

Andererseits kann man das Spektrum nach Taylor um kleine Neutrinomassen $m_{\bar{\nu}_e}$ herum entwickeln. Aus dieser Rechnung ergibt sich dann am Endpunkt:

$$\frac{dN}{dE} \sim (E'' - E_0)^2 - \frac{1}{2}m_{\bar{\nu}_e} \quad (\text{A.3})$$

Vergleicht man nun Gl. (A.2) mit Gl. (A.3), so erkennt man, dass die Schwankungen der Retardierungsspannung mit einer Standardabweichung σ die Neutrinomasse zu klein erscheinen lassen:

$$\Delta m_{\bar{\nu}_e} = -2\sigma^2 \quad (\text{A.4})$$

B. LABVIEW-QUELLCODES

B.1 Quellcode der manuellen Ventilsteuerung

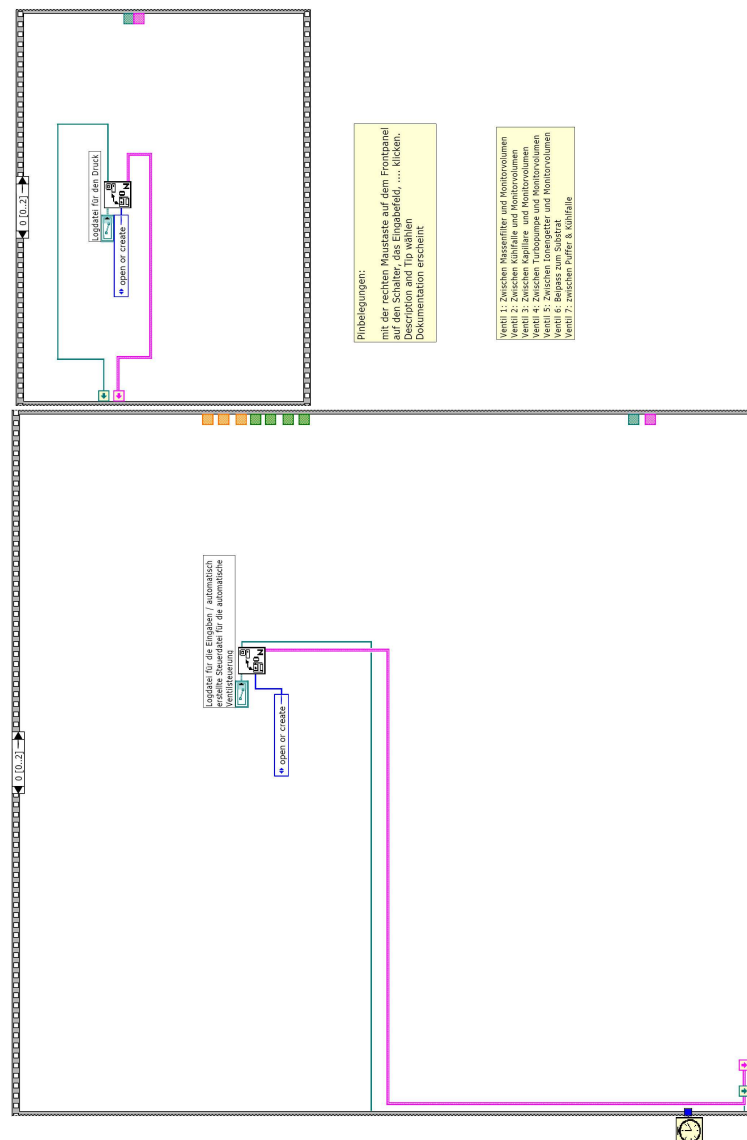


Abb. B.1: Manuelle Steuerung Schritt 1. Die Logdateien für die Drücke (kleines Kästchen) und die Ventile (großer Kasten) werden angelegt.

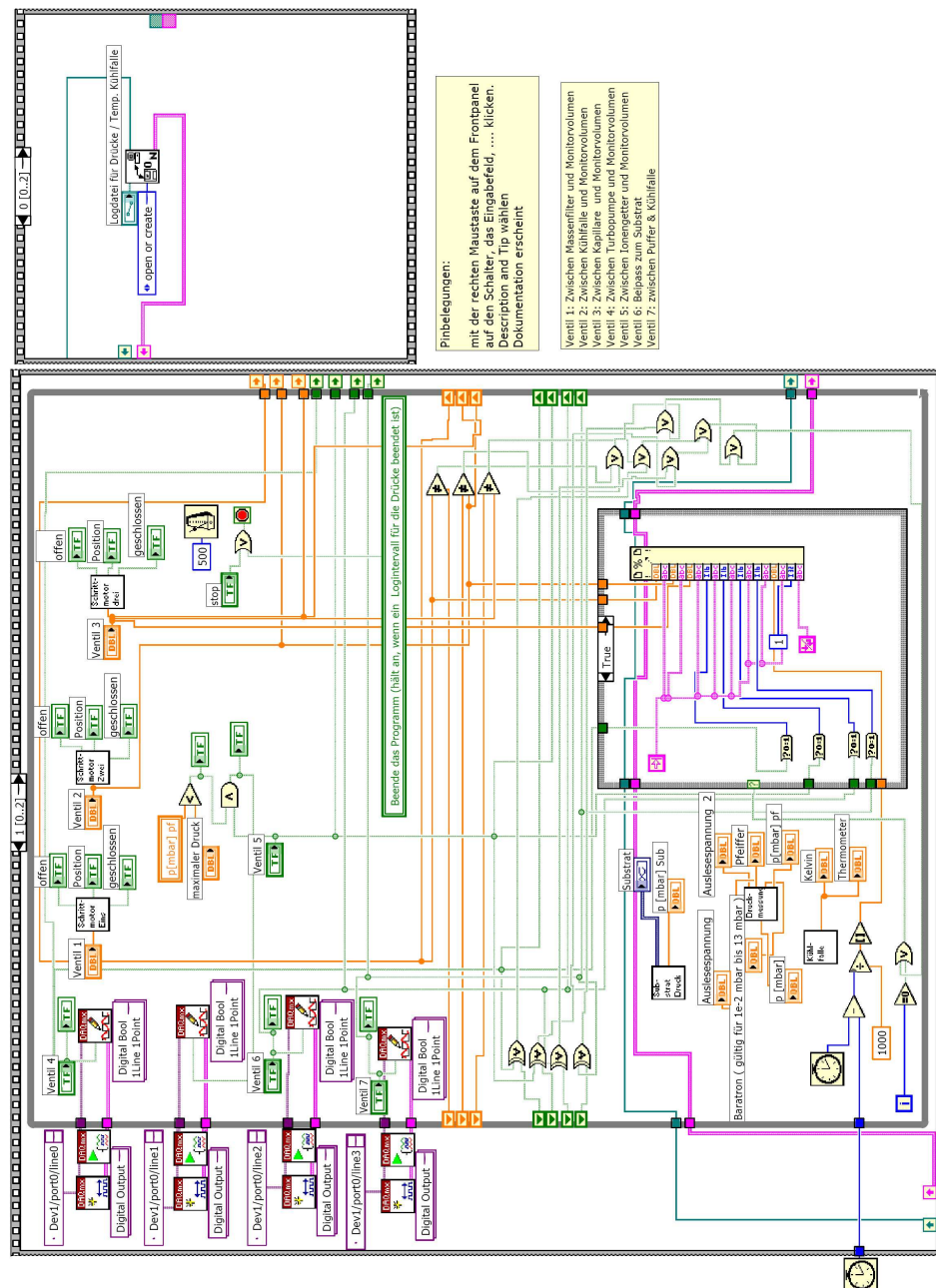


Abb. B.2: Manuelle Steuerung Schritt 2. Die Ventile werden im linken, großen Kasten gesteuert. Im rechten, kleinen Kasten werden die Drücke in die Logdatei für die Drücke geschrieben. Ventil-daten werden im linken Kasten immer dann in die Logdatei geschrieben, wenn sich der Zustand eines Ventils geändert hat. Dazu wird in der großen While-Schleife, welche die Ventilsteuerung beinhaltet in jeder Iteration der Zustand eines Ventils mit dem Zustand eine Iteration zuvor verglichen. Unterscheidet sich einer dieser Zustände, oder befindet sich die Schleife in der nullten Iteration, so wird eine Zeile mit der aktuellen Zeit in Sekunden seit Programmstart und den Ventilzuständen geschrieben (Tab. 8.1).

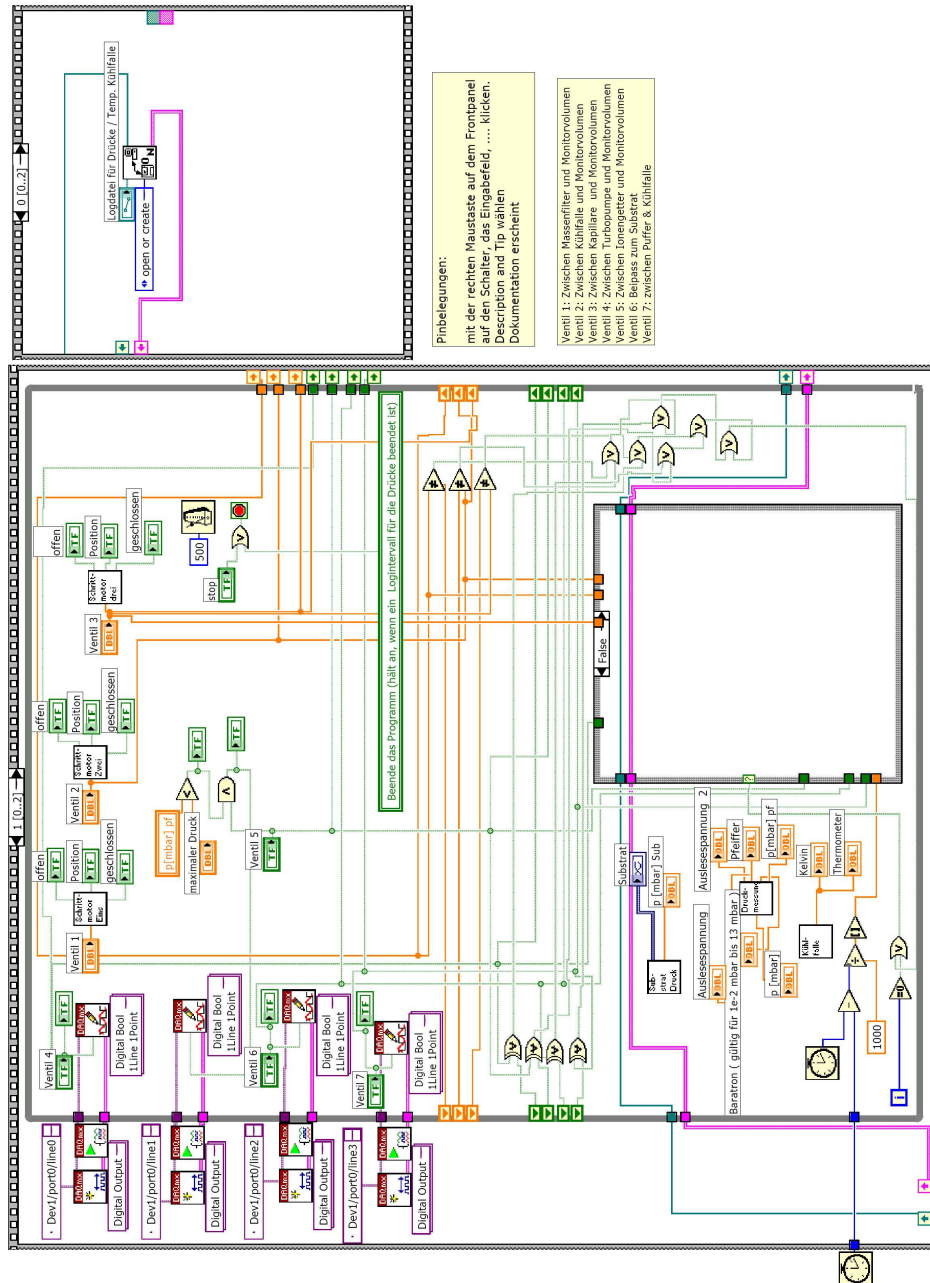


Abb. B.3: Manuelle Steuerung Schritt 3. Sind alle Ventile im selben Zustand, wie eine Iteration zuvor, so wird nichts in die Logdatei für die Ventile geschrieben.

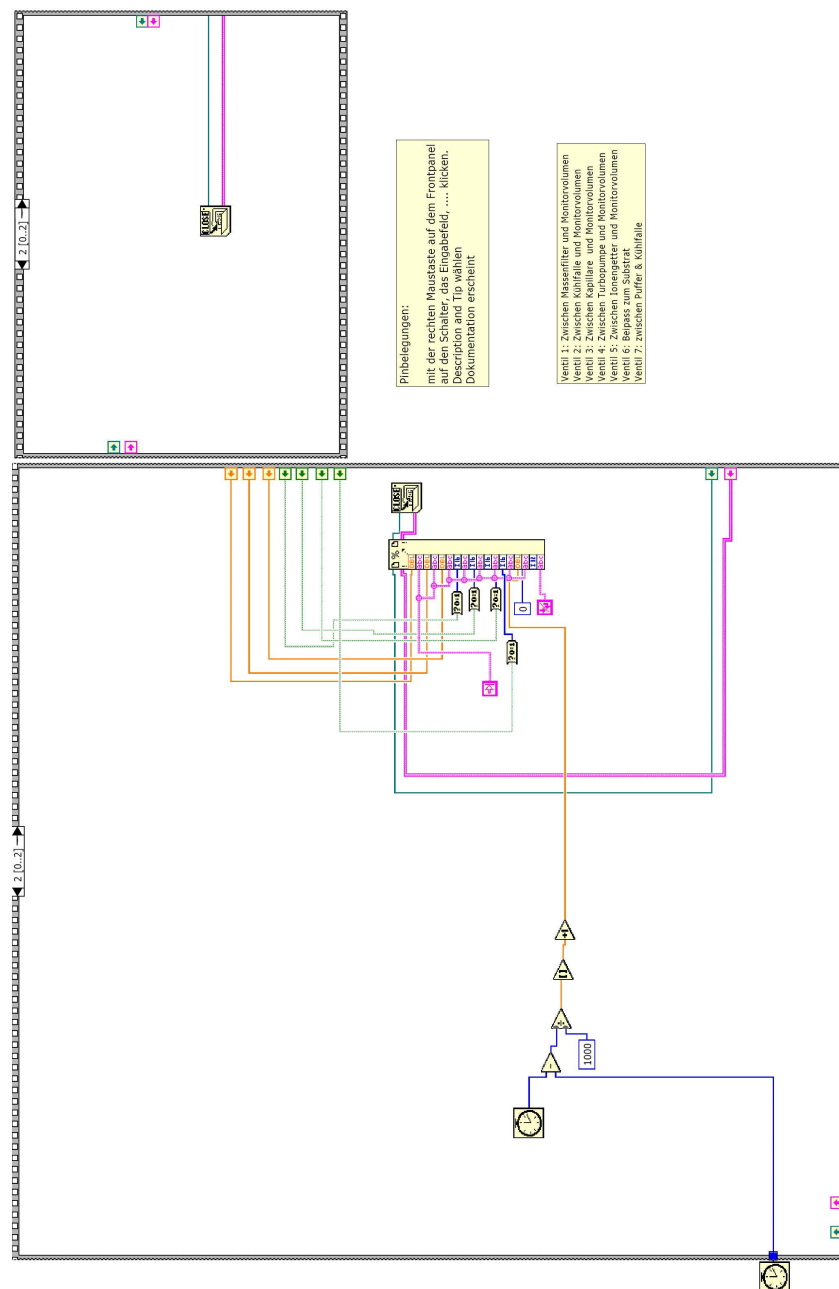


Abb. B.4: Manuelle Steuerung Schritt 4. Wurde das Programm über die Benutzeroberfläche gestoppt, so wird der aktuelle Zustand der Ventile mit den EOF-Symbol (Tab. 8.1) geschrieben. Die beiden Logdateien werden geschlossen.

B.2 Quellcode der automatischen Ventilsteuerung

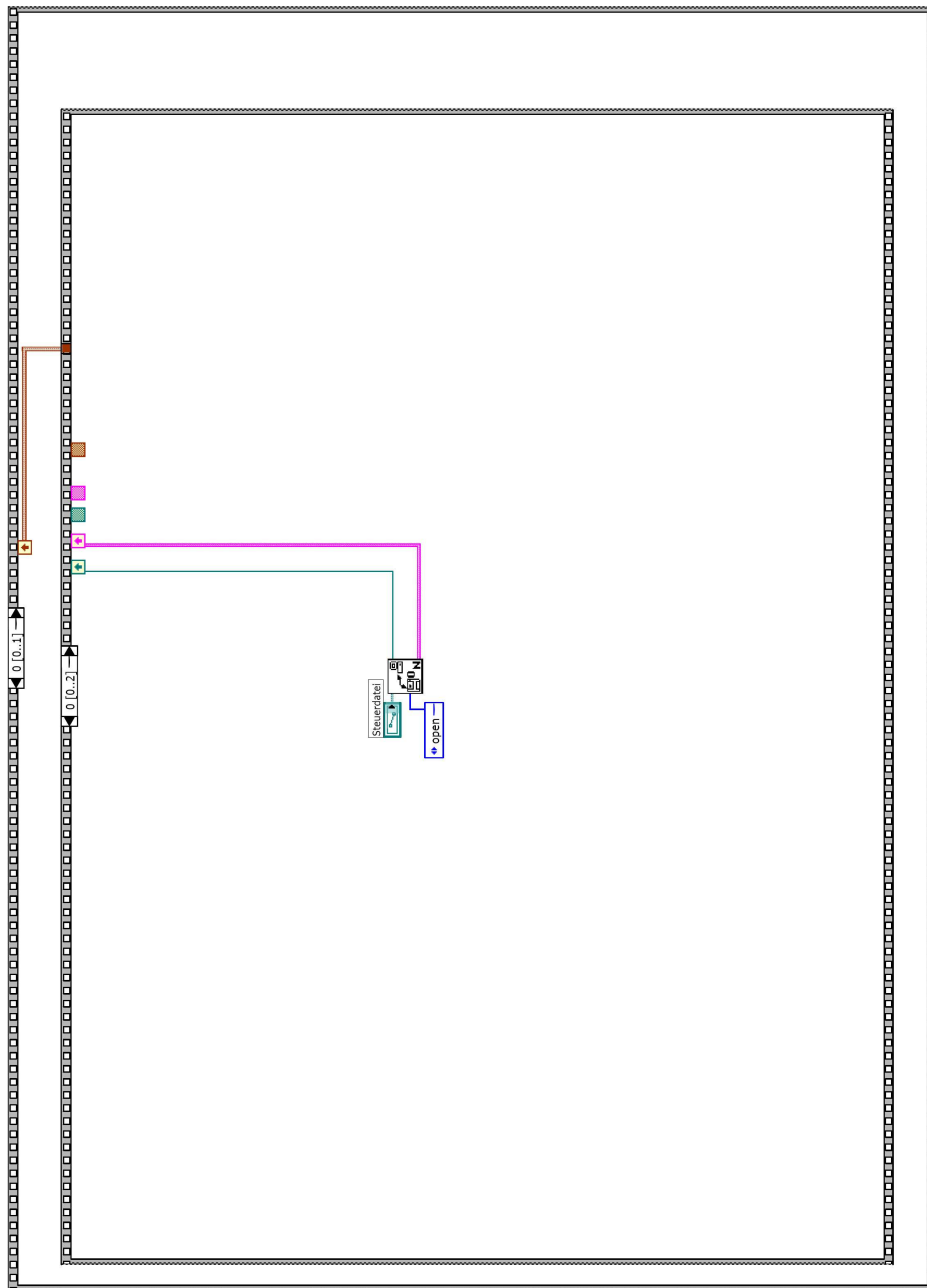


Abb. B.5: Automatische Steuerung Schritt 1. Die Steuerdatei wird geöffnet.

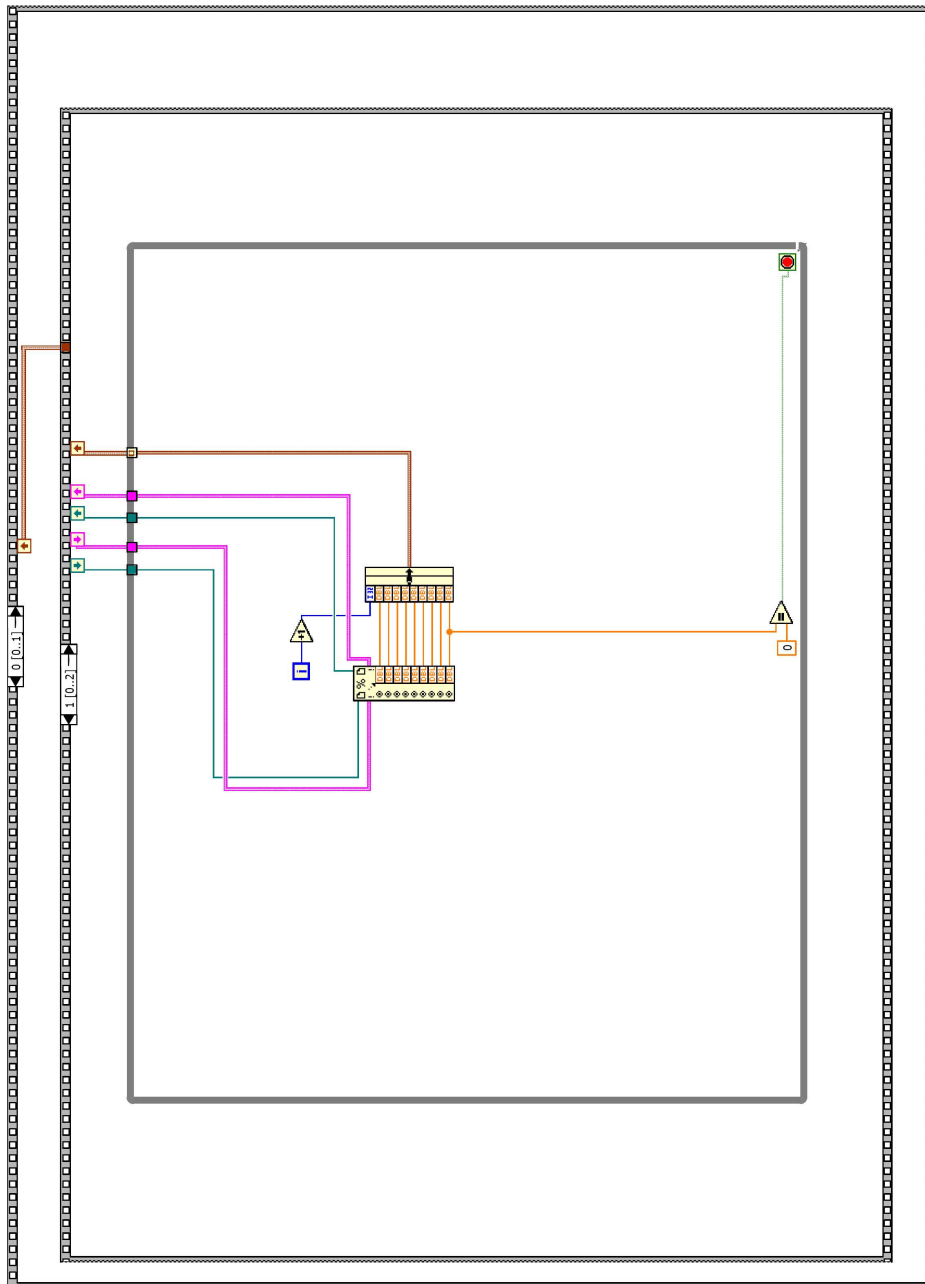


Abb. B.6: Automatische Steuerung Schritt 2. Der Inhalt der Steuerdatei wird in einen mehrdimensionalen Array übertragen. An die nullten Stelle jedes Eintrages im Array nummeriert das Programm die Befehle.

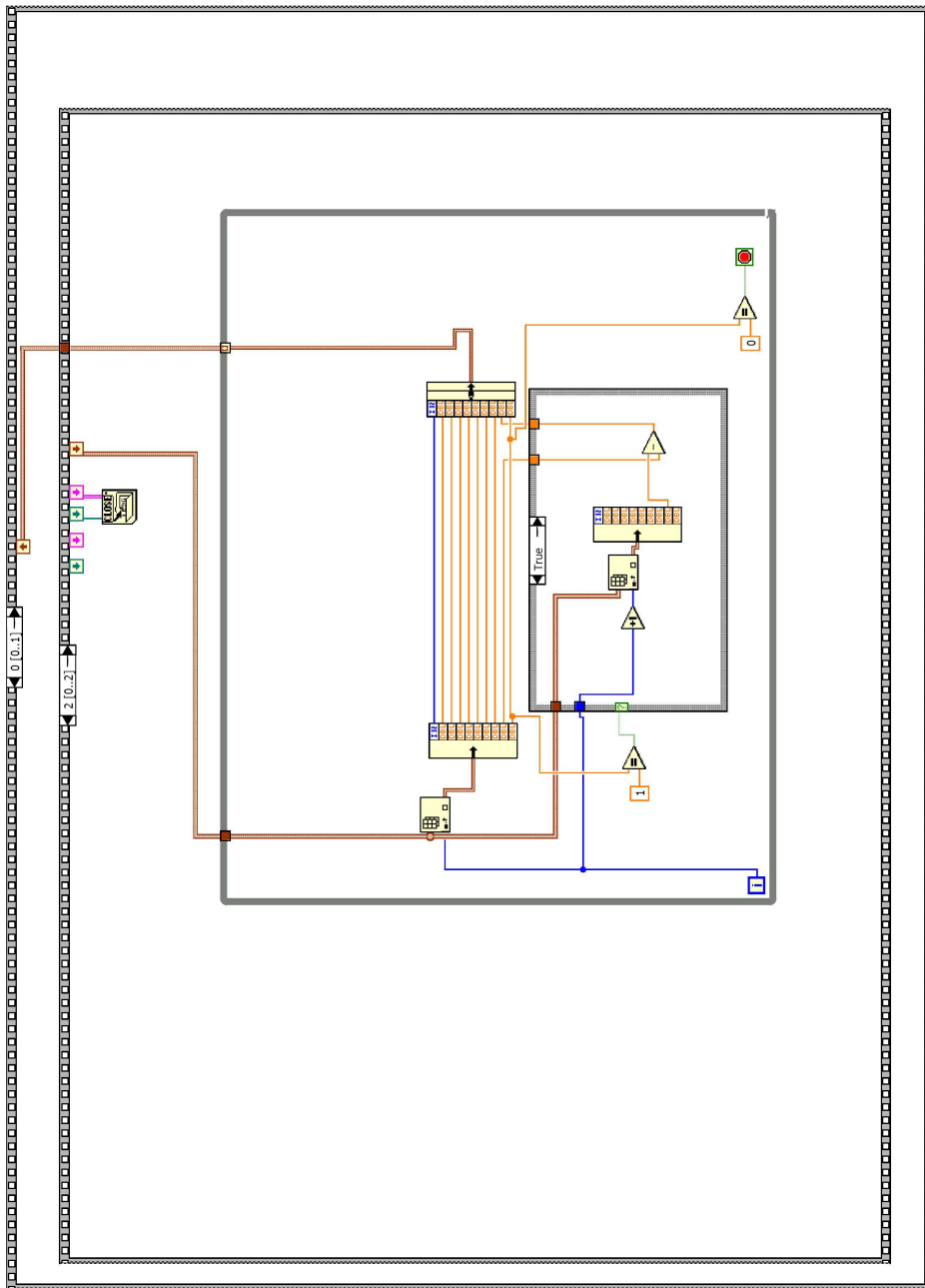


Abb. B.7: Automatische Steuerung Schritt 3. Der Inhalt des Arrays aus Schritt 2 wird umgeformt und in einen weiteren Array geschrieben. Der Array aus Schritt 2 enthielt als Zeitinformation die Zeit in Sekunden seit Programmstart. Der neue Array enthält an der selben Stelle die Differenz zweier solcher Zeiten. Diese Differenz entspricht der Zeitspanne von einem Schaltvorgang bis zum nächsten.

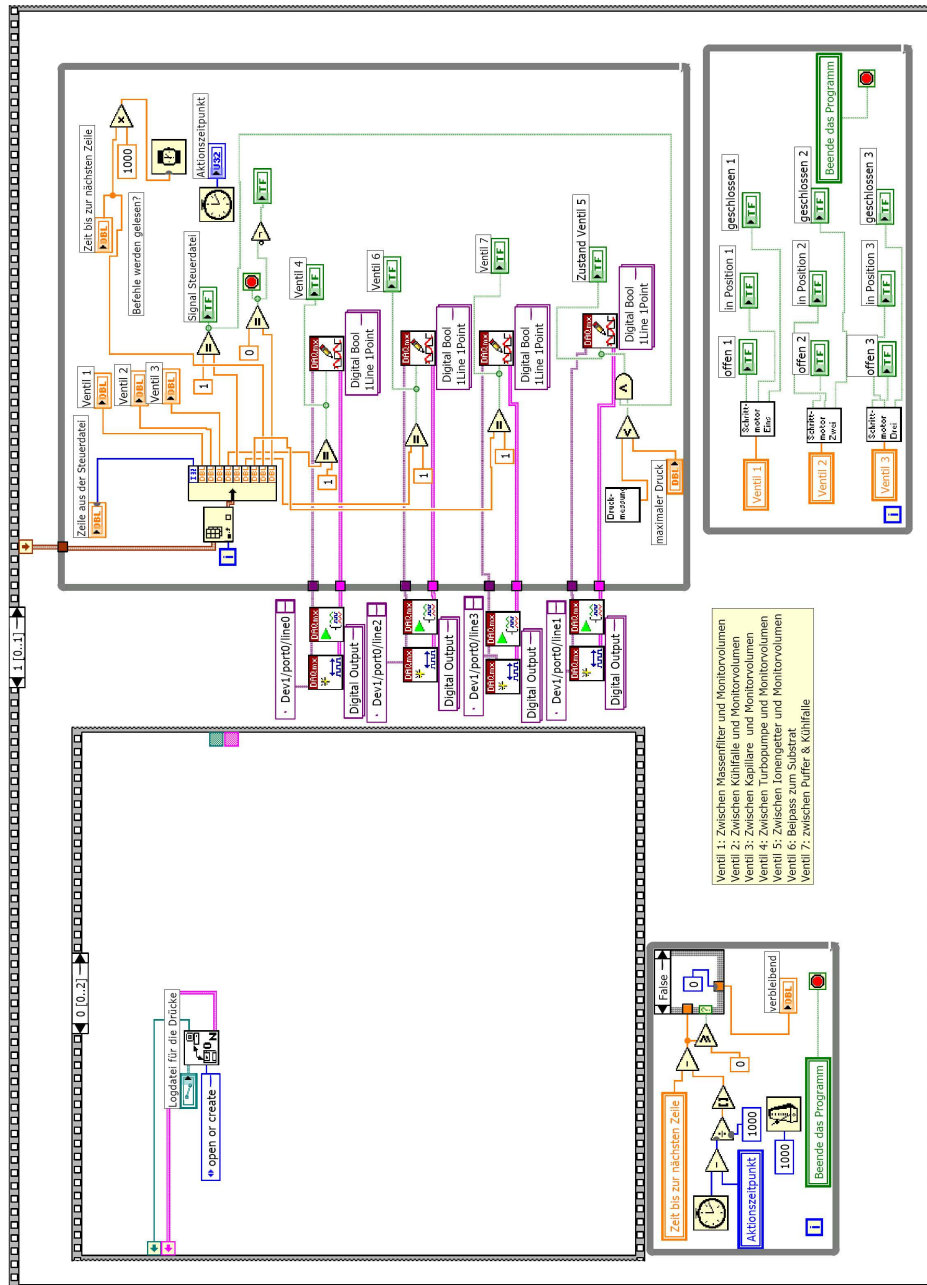
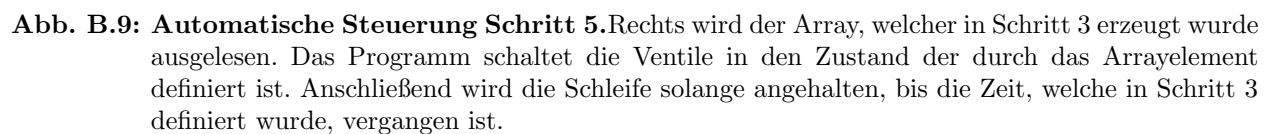


Abb. B.8: Automatische Steuerung Schritt 4. Die Logdatei wird geöffnet.



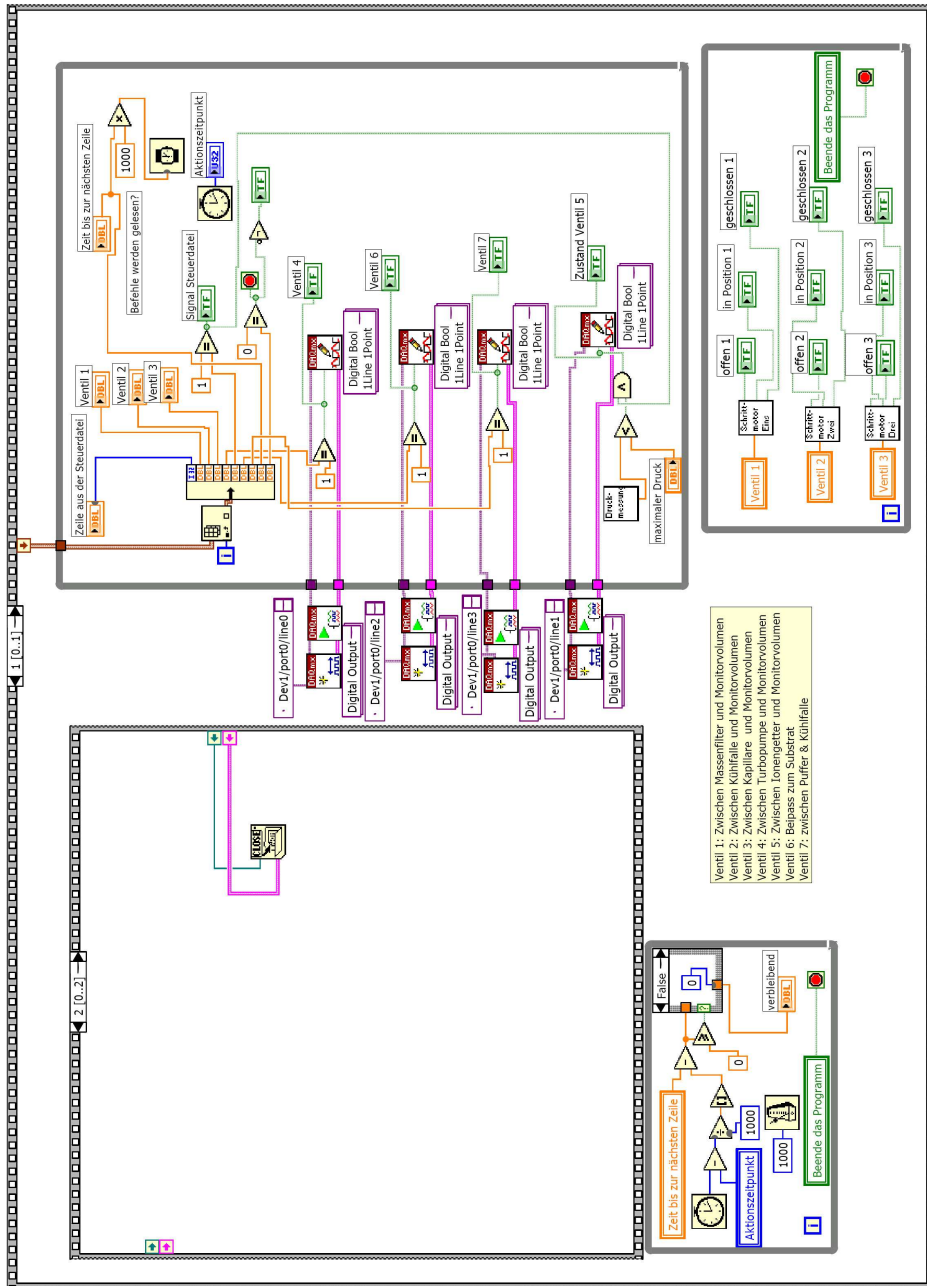


Abb. B.10: Automatische Steuerung Schritt 6. Wurde das Programm über die Benutzeroberfläche gestoppt, so wird die Logdatei geschlossen.

B.3 Quellcode für den XY-Schreiber

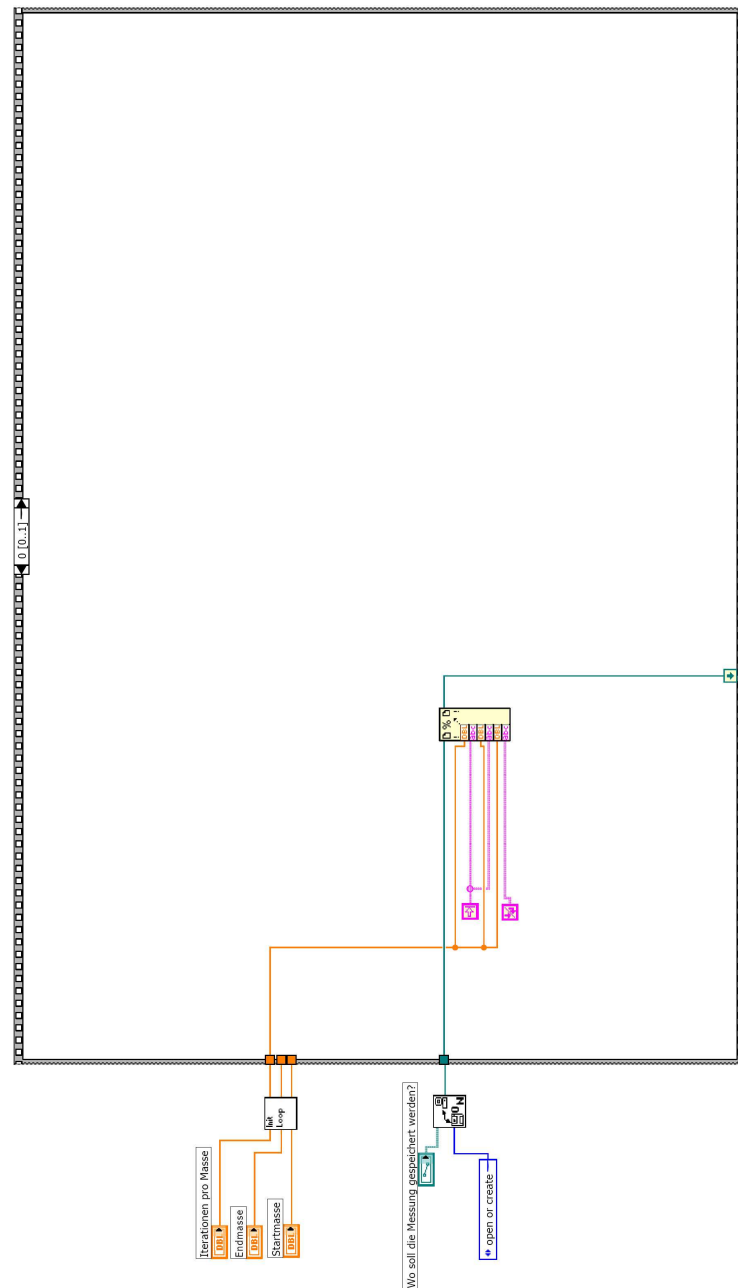
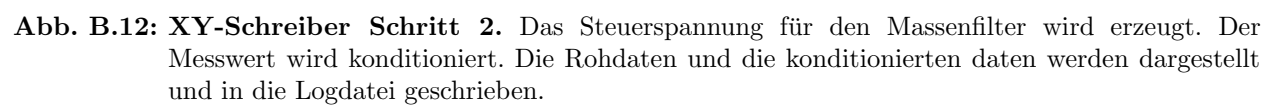


Abb. B.11: XY-Schreiber Schritt 1. Die Logdatei wird geöffnet. In die erste Zeile der Logdatei schreibt das Programm in jede Spalte die Anzahl der nachfolgenden Zeilen bzw. Messwerte. Mit dieser Information kann einem Programm, welches die Logdatei einlesen soll, mitgeteilt werden, wieviele Zeilen es einlesen muss.



B.4 Quellcode für das Ausheizprogramm

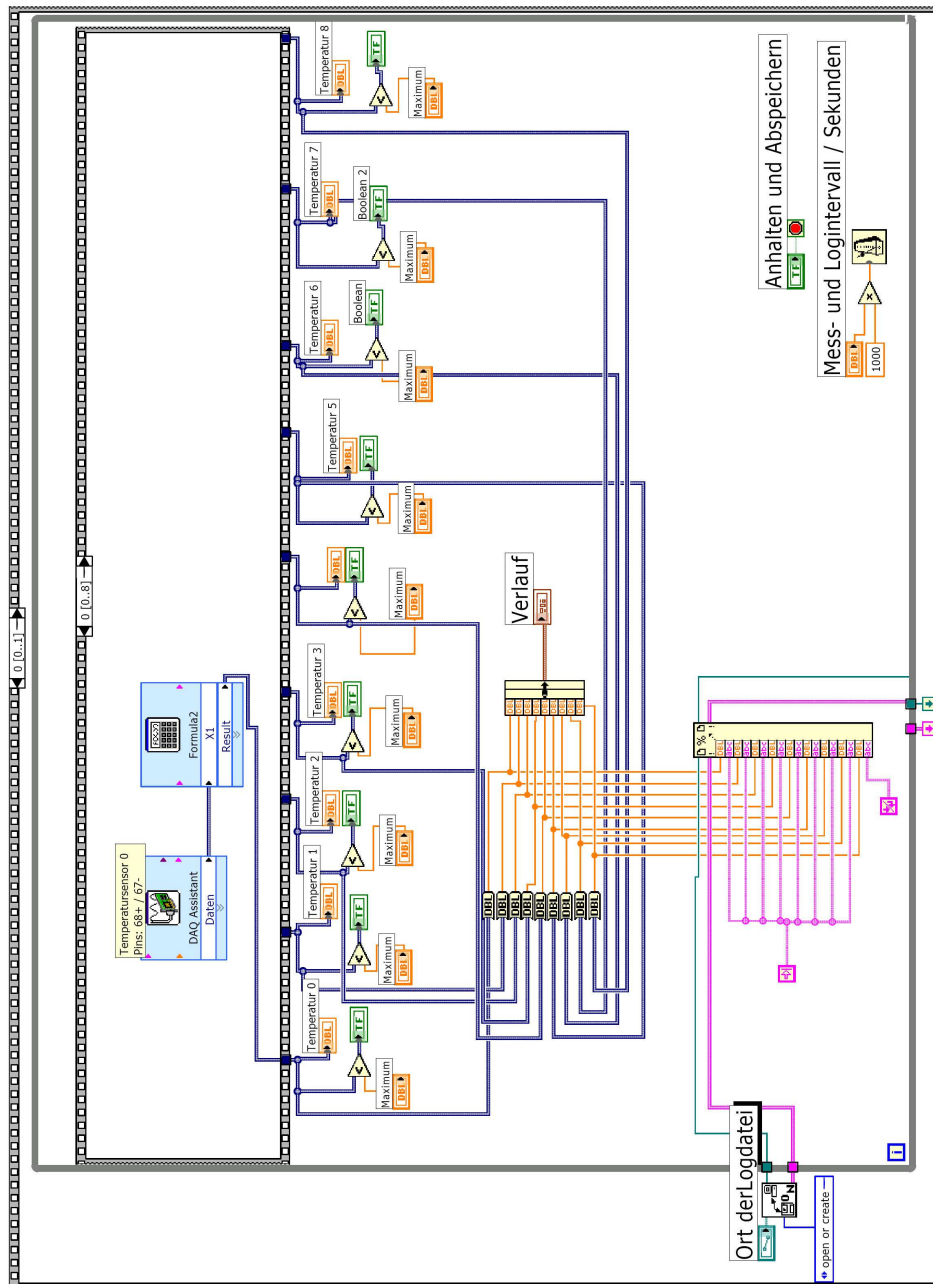


Abb. B.13: Quellcode des Ausheizprogramms.

LITERATURVERZEICHNIS

- [Ahm02] Q.R. Ahmad et. al. (SNO Collaboration) Phys. Rev. Lett. **89(1)** 011301 (2002)
- [Ali05] E. Aliu, et al., **hep-ex/0411038**
- [All03] S.W. Allen, et al., **astro-ph/0306386**
- [All58] J.S. Allen: The Neutrino, Princeton University Press, Princeton 1958
- [Alt03] G. Altarelli, F. Feruglio in: Neutrino Mass, Springer Verlag 2003
- [Ash04] Y. Ashie et al. (Super-Kamiokande Collaboration), **hep-ex/0404034**
- [Azz86] R.M. Azzam and N.M. Bashara, Ellipsometry and Polarized Light, Elsevier Science, 1987
- [Bah72] J.N. Bahcall, et al., Phys. Rev. Lett. **28** (1972) 316-318
- [Bah76] J.N. Bahcall and R. Davis: Science **191** (1976) 264-267
- [Bah89] J.N. Bahcall, Neutrino Astrophysics, Cambridge University Press, 1989
- [Bah93] J.N. Bahcall, H.A. Bethe, Phys. Rev. **D47** (1993) 1298-1301
- [Bal] Partialdruckmessung in der Vakuumtechnik, Balzers
- [Bea80] J.Beamson, et. al., J.Phys. **E13** (1980) 64
- [Bor00] B. Bornschein, Dissertation, Univ. Mainz, 2000
- [Bor05] L. Bornschein, Forschungszentrum Karlsruhe, private Mitteilung, März 2005
- [CaP83] Chemistry and Physics, CRC Press 64th edition (1983)
- [Cis70] A. Cisneros, Astrophysics & Space Science **10** (1970) 87-92
- [Co98] N.Cottingham,D.Greenwood:An Introductionto the Standard Model of Particle Physics, Cambridge University Press,Cambridge 1998 problem 6.1
- [Dav55] R.Davis, Phys.Rev. **97** (1955) 766
- [Ber87] Z.G. Berezhiani, M.I.Vysotsky, Physics Letters, **B199** (1987) 281-285
- [Egu03] K. Eguchi, et al., Phys. Rev. Lett. **90(2)** (2003) 1802
- [fac] URL: www.factmonster.com/periodictable.php?id=36
- [FTJ95] Bahcall, et al., Solar Neutrinos, The first thirty Years, Addison Wesley, 1995

-
- [Gas88] M. Gasperini, Phys. Rev. **D38** (1988) 2635-2637
- [GdV04] Grundlagen der Vakuumtechnik, Leybold Vakuum, 2004
- [Griff] David Griffiths, Introduction to Elementary Particles
- [Kas03] J. Kašpar, Diplomarbeit, URL: <http://fuzzy.fzk.de/bscw/bscw.cgi/d64541/dth-kaspar.ps>
- [Kat04] K. Valerius, Diplomarbeit, HISKP Uni Bonn, 2004
- [Kaw87] H. Kawakami, et. al., Physics Letters **A 121** (1987) 414
- [Kay03] J. Kayser in: Neutrino Mass, Springer Verlag 2003
- [KDR04] KATRIN Design Report 2004, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte **FZKA 7090** (2005)
- [Kla04] H. V. Klapdor-Kleingrothaus et al., Phys. Lett. **B586** (2004) 198 - 212
- [Kla97] H. V. Klapdor-Kleingrothaus, K. Zuber, Teilchenastrophysik, Teubner Verlag 1997
- [Kra05] Kraus et al. (Mainzer Neutrinomassenexperiment), **hep-ex/0412056**
- [Kuc92] T. Mayer-Kuckuk, Kernphysik, Teubner 1992
- [Lob85a] V.M.Lobashev, P.E. Spivak, Nucl. Instr. and Meth. **A240** (1985)305
- [Lob85b] V.M. Lobashev, et. al. Nucl. Instr. Meth. **A238**(1985) 496
- [Man05] LabVIEW 7 Express, Getting Started with LabVIEW, National Instruments, 2005
- [NI] National Instruments Germany GmbH, Vertriebsbüro Stuttgart, Buissnespark Stuttgart, Zettachring 6, 70 567 Stuttgart, Tel.: 0711 / 72876200
- [Nu21] Nudat 2.1 URL: <http://www-nds.iaea.org/nudat2/index.jsp>
- [Ost07] B.Ostrick, Dissertation an der WWU Münster, vorraussichtlich 2007
- [Pau61] W.Pauli in: Aufsätze und Vorträge über Physik und Erkenntnistheorie, p.156, Hrsg. W.Westphal, Vieweg & Sohn,Braunschweig, 1961
- [PDG04] S. Eidelman et al. (Particle Data Group), Phys. Lett. **B592** (2004) Issues 1 - 4
- [Pfe05] Anfrage bei: Pfeiffer Vacuum GmbH, Mai 2005
- [Pro04] Vacuum History of the KATRIN Pre-Spectrometer
URL: <http://fuzzy.fzk.de/bscw/bscw.cgi/d126374/History-PS.pdf>
- [Q100] Gebrauchsanleitung zum Quadrupol-Massenspektrometer Q100, Leybold-Heraeus GmbH, 1983
- [Rei56] F.Reines,C.L.Cowan:Nature **178** (1956) 446;532(erratum);C.L.Cowan et al: Science **124** (1956)103
- [Rei59] F.Reines,C.L.Cowan:Phys.Rev. **113** (1959) 273

-
- [Pic90] A.Picard, et. al., Nucl. Instr. Meth. **B63**345
- [Pic92] A.Picard, et. al., Z.Phys.A - Hadrons and Nuclei **342**(1992) 71-78
- [Ris04] L. Bornschein, KATRIN Doc. **30-ME-5002-0**
- [Rob88] R.G.H. Robertson, D.A. Knapp, Ann. Rev. Nucl. Part. Sci. **38**(1988) 185
- [SAES] SAES Getters (Deutschland) GmbH, Gerolsteiner Str. 1, 50937 Köln
- [Sch97] N. Schmitz, Neutrinophysik, Teubner Verlag, 1997
- [SK04] M.Ishitsuka, for the Super-Kamiokande Collaboration, Proceedings for the XXXIXth Rencontres de Moriond on Electroweak Interactions (2004)
- [Spe03] D.N. Spergel, et al., **astro-ph/0302209**
- [Thu06] T. Thümmler, Dissertation and der WWU Münster, vorraussichtlich Frühjahr 2006
- [VST98] Foundations of Vacuum Science and Technology, John Wiley & Sons, Inc., 1998
- [Wtz04] Wutz Handbuch Vakuumtechnik, Vieweg 2004
- [wik] URL: www.wikipedia.de
- [Zan88] A. Zangwill, Physics at Surfaces, Cambridge Univerity Press, 1988

Danksagung

An aller erster Stelle möchte ich meiner Familie danken, die mir mein spannendes Studium ermöglicht haben. Ich konnte jeder Zeit mit Eurer Hilfe rechnen, egal ob ich gerade 20, 200, 800, oder 5000 km weit weg war!

Dann möchte ich mich bei allen meinen Studienkollegen bedanken, die mir geholfen haben, Übungszettel zu lösen, Praktika durchzustehen und diverse Scheine zu ergattern. Alleine hätte so ein Studium sicherlich keinen Spaß gemacht!

Ich freue mich auch, dass ich mit Herrn Weinheimers Arbeitsgruppe so freundliche Mitarbeiter gefunden habe. Man muss zwar schon mal ein paar Kilo Schränke stemmen, dafür bekommt man aber auch Kuchen gebacken, Wohnungen vermittelt, Arbeiten korrigiert, Computer eingerichtet, Hilfe bei seinen Messungen und findet immer jemanden zu Quatschen.

Herr Weinheimer hat mir eine spannende Diplomarbeit anvertraut, hat mich unterstützt, wenn es darum ging, mit großen Konzernen zu verhandeln und hat mir sehr wichtige Ratschläge zur Erstellung dieser Diplomarbeit gegeben.

Ganz alleine hätte ich diese Diplomarbeit unmöglich erstellen können! Experimentalphysik ist nämlich Teamarbeit. In Münster bin ich in vorbildlicher Weise durch Hans-Werner Ortjohann und Hellmut Baumeister unterstützt worden. Ohne die beiden wäre mein Projekt ganz sicher nicht in der vorhergesehenen Zeit fertig geworden!

Ich bedanke mich ganz herzlich bei allen, die mich bei der Erstellung meiner Diplomarbeit unterstützt haben:

EBC Prall, Uni Bonn, Uni Münster, H. Baumeister, M. Beck, R. Berendes/Elektronikwerkstatt, G. Bourichter/ Mechanische Werkstatt, A. Gebel, V. Grundig, K. Maier, U. Maier, M. Ohagen, H.W. Ortjohann, B. Ostrick, K. Temming, T. Thümmeler, N. Titov, K. Valerius, R. Vianden, C. Weinheimer, und, und, und ...