## Konstruktion und Aufbau einer UHV-tauglichen COLTRIMS-Kammer



Masterarbeit von Gregor Kastirke

Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main Fachbereich Physik Institut für Kernphysik

Juni 2014

# Inhaltsverzeichnis

1	Ein	Einleitung					
	1.1	Motiv	ation und Ziele	6			
<b>2</b>	Phy	nysikalisch technischer Hintergrund der koinzidenten					
	Impulsspektroskopie						
	2.1	Physil	calischer Hintergrund von COLTRIMS	8			
		2.1.1	Gasjet und Überschallexpansion	9			
		2.1.2	Vakuumbereiche	12			
		2.1.3	Vakuumerzeugung	14			
			2.1.3.1 Differentielles Pumpen	20			
		2.1.4	Vakuummessung	22			
		2.1.5	Ionisationsprozesse	24			
		2.1.6	Coulomb-Explosion	28			
		2.1.7	Spektrometer	28			
3	Fun	lktions	weise und Aufbau der Anlage	32			
	3.1	Versuchsaufbau					
	3.2	Vakuumsystem					
		3.2.1	Materialien im Vakuum	42			
		3.2.2	Beispielrechnung	46			
		3.2.3	Ausheizen	47			
		3.2.4	Expansionskammervorpumpentest	48			
		3.2.5	Betrieb des Vakuumsystems	52			
		3.2.6	Evakuieren	54			
	3.3	Jet-Sy	rstem	56			

		3.3.1 differentielles Jetsystem			
		3.3.2 Jetkurven			
		3.3.3 Gasrecycling-System			
	3.4	Spektrometer und Detektoren			
		3.4.1 Spektrometeraufbau und Helmholtz-Spulen 71			
		3.4.2 MCP			
		3.4.3 Delay-Line Anode			
	3.5	Detektorbilder			
	3.6	Auslese-Elektronik			
4	ЛЛ				
4	Mes	essungen mit Synchrotronstrahlung 93			
	4.1	Experimentelle Parameter			
	4.2	Kalibrationsmessungen			
	4.3	Eigenschaften chiraler Moleküle, CHBrClF 102			
	4.4	CHBrClF-Messungen			
		4.4.1 PIPICo-Spektren			
		4.4.2 Enatiomere von CHBrClF			
	4.5	Verbesserungen			
<b>5</b>	Zus	mmenfassung und Ausblick 115			
6	Anł	ang 118			
	6.1	Konstruktionszeichnungen			

## Kapitel 1

### Einleitung

"... und für was ist das dann am Ende gut?"

Oft bekommt man genau diese Frage als Physiker gestellt, nachdem man (versucht hat) einer außenstehenden Person sein Experiment zu erklären.

Eine durchaus berechtigte Antwort ist: "Wir machen Grundlagenforschung und versuchen zu verstehen, wie sich die Natur verhält" - also ganz nach dem Zitat "[...] was die Welt im Innersten zusammenhält." [Faust I, J.W. Goethe, 1808]

Dieses Bestreben, wissen bzw. verstehen zu wollen, ist wohl ein Urinstinkt, welcher besonders die Gattung Mensch als "denkendes Wesen" (*homo sapiens* - weiser Mensch) kennzeichnet. Doch aus dieser, zugegebener Maßen sehr historischen und anthropologen Perspektive betrachtet, erschließt sich für Viele kein direkter Nutzen. Auch der Ausdruck "Wissen ist Macht" (16.Jh.) scheint in Zeiten von Internet-Enzyklopädien, Suchmaschinen und Smartphones zunehmend an Bedeutung zu verlieren.

Möchte man trotzdem diese Frage nach dem Innersten in vollem Umfang beantworten, so muss man feststellen, dass dies nach dem heutigen Wissensstand nicht möglich ist und auch sehr wahrscheinlich nie möglich sein wird.

Schlägt man in einem alten Lexikon das Wort "Physik" nach, so findet sich: "... die Wissenschaft von den Vorgängen der Natur [...]; die "exakte" Naturwissenschaft." [der kleine Brockhaus, 1950]. Hier wurde wohl bewusst das Wort "exakt" in Anführungszeichen gesetzt und erzeugt auch heute beim Leser ein Schmunzeln.

Probiert man die Frage nach dem Innersten "exakt" zu beantworten, so stößt man bereits auf atomarer Größenskala (ca.  $10^{-10} m$ ) auf den ersten Irrtum, wenn man sich das Wort *Atom* (von griechisch ἄτομος - "unteilbar") genauer ansieht. Atome als kleinste Teilchen anzunehmen stand lange den Überlegungen gegenüber, Materie sei ein Kontinuum und beliebig teilbar.

Erst 1897 entdeckte Joseph Thompson das Elektron und 1911 fand Ernest Rutherford durch den Beschuss einer Goldfolie mit  $\alpha$ -Teilchen heraus, dass Atome hauptsächlich aus einem leeren Raum mit Elektronen bestehen und sich fast deren gesamte Masse in einem winzigen, positiv geladenen Kern befindet.

Vergrößert man nach dem heutigen Wissensstand z.B. eine menschliche Zelle, so ergeben sich immer weitere Substrukturen in der Reihenfolge:

Zelle (~  $10^{-4} m$ ), Zellkern (~  $10^{-5} m$ ), Chromosomen (~  $10^{-6} m$ ), DNA-(Molekül) (~  $10^{-9} m$ ), Atom (~ $10^{-10} m$ ), Atomkern (~  $10^{-14} m$ ), Nukleonen (Protonen und Neutronen) (~  $10^{-15} m$ ), Quarks (<  $10^{-15} m$ ), Strings???

Interessant wird es besonders, wenn die Dynamik der verschiedenen Systeme betrachtet wird, also welche Wechselwirkungen die einzelnen Teilchen unter welchen Bedingungen eingehen und wie diese beschrieben werden können. Hier wird also nicht nur auf der Längenskala vergrößert, sondern auch auf der Zeit- und Energieskala.

Verantwortlich für die Dynamik eines Systems sind die uns bisher bekannten 4 Grundkräfte: *Gravitation, elektromagnetische Kraft, schwache Wechselwirkung und starke Wechselwirkung*. In dieser Reihenfolge ist die "Stärke" der Kräfte aufsteigend (nimmt man die starke Kernkraft mit 1 an, so entspricht die Gravitation einem Anteil von etwa  $10^{-41}$ !).

Absteigend lässt sich die Reichweite der Kräfte auftragen. Während Gravitation und elektromagnetische WW eine unendliche Reichweite haben, beträgt die der starken Kernkraft nur etwa  $10^{-15} m$ .

Außer zur Gravitationskraft sind zu jeder anderen Kraft heute deren Austauschbzw. "Vermittlerteilchen" bekannt. Dies ist das Photon ( $\gamma$ ) für die elektromagnetische Kraft, Eichbosonen ( $W_{-}^{+}$ ,  $Z^{0}$ ) für die schwache Kraft, sowie das Gluon (g) für die starke Kernkraft. Für die Gravitationskraft wird ein Teilchen (Graviton) vermutet, welches aber bisher weder theoretisch noch experimentell eindeutig bestimmt werden konnte.

Möchte man also auf die Frage "was die Welt im Innersten zusammenhält" physikalisch antworten, so wäre nach dem derzeitigen Wissensstand die Antwort "Gluonen" akzeptabel, da sie den "Klebstoff" zwischen den uns kleinsten bekannten Materie-Teilchen, den Quarks, bilden.

Betrachtet man ein Atom als Ganzes, so ist die elektromagnetische Wechselwirkung die entscheidende. Als einfachstes Modell ist hier das Wasserstoffatom zu gebrauchen. Es besteht aus einem Proton als positiv geladenen Kern und einem Elektron, welches sich in dessen Coulomb-Potential befindet. Mit den Formulierungen der Quantenmechanik, wie der Schrödingergleichung, lassen sich nun die Aufenthaltswahrscheinlichkeiten, Wellenfunktionen und Energieeigenwerte bestimmen. In der Tat erhält man hier eine exakte, analytische Lösung. Geht man jedoch im Periodensystem einen Platz weiter und betrachtet das Helium-Atom mit 2 Protonen im Kern, sowie 2 Elektronen in 1s-Konfiguration, so entsteht ein 3 Körperproblem, welches nicht mehr vollständig und analytisch beschrieben werden kann. Einzig numerische Lösungen können hier errechnet werden, welche am Schluss mehrere hundert Koeffizienten haben können. Dieses Beispiel stellt nur die Spitze des Eisberges dar, bezieht es sich schließlich auf das zweit einfachste Atom überhaupt!

Es gibt eine Vielzahl von ungeklärten atomphysikalischen Phänomenen und immer wieder werden neue Mechanismen entdeckt, welche es weiter zu beobachten und zu vermessen gilt.

Ebenso wichtig wie diese grundlegenden Fragen selbst, ist die Frage nach einer Methode, diese Mechanismen beobachten zu können, aus welchen wiederum Rückschlüsse über den Ursprungszustand geschlossen werden können.

Genau an diesem Punkt setzt die experimentelle Atomphysik an.

Ihre Aufgabe ist es, Experimente zu entwickeln, mit denen konkrete Messungen zu vielen verschiedenen Fragestellungen möglich sind. Die aus den jeweiligen Messungen gewonnen Daten gilt es dann im Anschluss daran auszuwerten und am Ende zu interpretieren. Aufgrund der Komplexität solcher Experimente liegen Konzeption, Aufbau, Durchführung sowie Auswertung und Interpretation oft in einer Hand, bzw. einer Arbeitsgruppe.

Erst seit kurzem können mit bereits etablierten, experimentellen Techniken der Atomphysik-Arbeitsgruppe in Frankfurt, die Eigenschaften von *chiralen* Molekülen (also Moleküle, welche in zwei gespiegelten Varianten vorkommen), untersucht werden. Diese Eigenschaft wird auch oft als "Händigkeit" eines Moleküls bezeichnet.

Die zwei existierenden Formen können unterschiedlichste Eigenschaften haben - so ist z.B. eine Form von Penicillamin heilend gegen Athritis - sein Spiegelbild jedoch giftig.

Große Aufmerksamkeit erlangte dieses Thema bereits in den 1960er Jahren durch die Wirksamkeit des Stoffes Thalidomid mit dem Markennamen *Contergan*. Dieser Stoff liegt ebenfalls als links- und rechtshändig vor, wobei nur einem Molekül die teratogene (fruchtschädigende) Wirkung zugeschrieben wurde. Da jedoch beide Händigkeiten von Thalidomid in die jeweils andere Form umgewandelt (racemesiert) werden, stellt sich ein Gleichgewicht ein. Bis heute ist die genaue Wirkung dieses Stoffes nicht bekannt!

Die beiden rechts- und linkshändigen Formen eines Moleküls voneinander zu unter-

scheiden, gelang bisher nur unter größtem Aufwand und nur mit kristallisierbaren Stoffen. Das seit vielen Jahren erfolgreich eingesetzte und stets weiterentwickelte Messprinzip des *Reaktionsmikroskops COLTRIMS* ermöglichte dies nun erstmals in der Gasphase und an einzelnen Molekülen durchzuführen.

Die Untersuchungen an chiralen Stoffen eröffnen neue Perspektiven in der Physik, Chemie, Medizin und Pharmazie. Durch die Selektion einer Händigkeit der Moleküle könnten Medikamente in ihren Wirkstoffen besser abgestimmt und gezielter eingesetzt werden

Diese Arbeit beschreibt, wie ein solches Messinstrument zur "Vergrößerung" einer Reaktion konstruiert, gebaut und in Betrieb genommen wurde. Hinter dem Akronym *COLTRIMS* verbirgt sich *COLd Target Recoil I on Momentum Spectrometer* - in kurzen Worten erklärt: ein Messgerät zur Aufnahme von (Impuls-) Spektren von Rückstoßionen, welche aus einer kalten Ausgangssubstanz stammen.



Abbildung 1.1: Schematische Darstellung einer COLTRIMS-Messung [HSann09].

Die COLTRIMS-Technologie bietet die Möglichkeit, eine Reaktion anhand der Rekonstruktion der Bruchstücke (Ionen und Elektronen) eines Atoms oder Moleküls, in Momentaufnahmen darzustellen.

Um diese Bruchstücke zu erzeugen, muss die zu untersuchende Substanz (*Target*) in gasförmigem Zustand mit einem Projektilstrahl (z.B. Photonenstrahl) überlappt werden. Dieser Projektilstrahl ionisiert das Target, sodass Ionen und Elektronen als Fragmente entstehen, welche nun mittels elektrischen und magnetischen Feldern auf zwei ortsauflösende Detektoren projiziert werden. Hierbei sind die Messgrößen zum einen die Flugzeit der Teilchen sowie deren Auftrefforte; es lassen sich also "Teilchenspuren" rekonstruieren, welche einen Raumwinkel von vollen  $4\pi$  abdecken. Durch die Abdeckung eines so großen Raumwinkels und die Möglichkeit, mehrere Teilchen gleichzeitig, also in Koinzidenz messen zu können, beträgt die Nachweiseffizienz annähernd 100%.

Um zu diesen Ergebnissen zu kommen, bedarf die technische Umsetzung einer solchen Apparatur einiger Überlegungen, um z.B. die gewünschten Reaktionen von den Ungewünschten zu trennen.

Damit überwiegend Reaktionen des Projektilstrahls mit dem Targetstrahl erzeugt werden, und nicht mit den Luftmolekülen bzw. Restgas, muss die komplette Messung unter Ultra-Hochvakuum (UHV) stattfinden.

Um später exakt den Impulsvektor eines Teilchens nach der Reaktion zu bestimmen, muss die Bewegung des Targets experimentell genau bekannt bzw. eingeschränkt sein.

Hierzu wird aus der Target-Substanz ein Überschall-Gasstrahl (*Jet*) erzeugt, indem das Gas durch eine Düse (wenige  $\mu m$  Durchmesser) ins Vakuum expandiert wird. Es entsteht hierdurch einen sehr gut in Ausbreitungsrichtung fokussierter Jet, welcher noch weiter durch Herunterkühlen mittels flüssigem Helium auf einige wenige Kelvin sowie speziellen Blenden im Strahlgang optimiert wird.

Um das Target zu ionisieren, können verschiedene Quellen benutzt werden, wie beispielsweise beschleunigte Ionen, gepulste Laserstrahlung, höher harmonisch erzeugte EM-Wellen oder Synchrotronstrahlung (Photonen).

Die Detektoren, welche die geladenen Fragmente erfassen, stellen gewisser maßen die "Kameras" dar, mit welcher die Reaktionen beobachtet werden. Sie bestehen aus *Microchannelplates* für die Zeitmessung, die nach dem Prinzip eines Sekundärelektronenvervielfachers arbeiten, sowie aus einer dahinter angebrachten, für die Ortsmessung zuständigen *Delayline-Anode*.

Da es sich hierbei um sehr kurz hintereinander eintretende Ereignisse handelt (nur wenige *ns*), müssen die Signale, welche in Form von schwachen Spannungspulsen vorliegen, sehr schnell verstärkt, digitalisiert und weggeschrieben werden. Ebenfalls muss eine angepasste Software zur Verfügung stehen, die auch eine spätere Auswertung der Daten ermöglicht.

Fast alle der für ein solches Experiment nötigen Teile sind an die Bedürfnisse angepasste Sonderanfertigungen und in mühevoller Kleinarbeit in der Frankfurter Gruppe über Jahrzehnte entwickelt und immer weiter verbessert worden.

### 1.1 Motivation und Ziele

Um Messung mit einem COLTRIMS-Experiment durchführen zu können, benötigt man eine der oben beschriebenen Quellen, um einen Projektilstrahl zu erzeugen. Die vielseitigsten experimentellen Möglichkeiten bietet hierbei die *Synchrotronstrahlung*.

An einem Synchrotron-Messplatz stehen Geräte wie Undulator, Monochromator sowie verschiedenste Spiegel und Optiken zur Verfügung (siehe Kap. 4). Der Photonenstrahl kann also an die jeweiligen Bedürfnisse eines Experiments und sogar einzelner Messungen "per Knopfdruck" angepasst werden.

Nachteil ist jedoch, dass eine solche Anlage aufgrund ihrer Komplexität und Ausmaße (mehrere hundert Meter Durchmesser) den wenigsten Universitäten dauerhaft zur Verfügung steht, weshalb einige Male im Jahr ein Experiment auf Reisen gehen muss, um in einem gewissen Zeitraum Messungen durchführen zu können. Eben für diese Zwecke einer Strahlzeit wurde Ende des Jahres 2012 beschlossen, ein eigens konzipiertes Reise-Experiment nach dem COLTRIMS-Prinzip zu entwerfen und zu bauen.

Bisher wurden die vorhandenen Apparaturen in Frankfurt meist fest installiert in Laboren betrieben und dann für Strahlzeiten abgebaut und modifiziert.

Dieses neue Projekt sollte nun explizit für Messungen außer Haus an verschiedenen Forschungseinrichtungen gedacht sein und daher auch den verschiedensten Anforderungen entsprechen.

Hierbei stand zunächst die Wahl einer passenden Dimensionierung im Raum. Das bisherige Vakuum-Kammer-Design, bestehend aus einer zylindrischen Hauptkammer aus Edelstahl, erlaubte eine maximale Detektorgröße von 90 mm Durchmesser. Der größte, bisher in der Arbeitsgruppe verwendete Detektor, hat eine vollabdeckende Detektionsfläche von 120 mm. Aufgabe war es nun, die Kammer und die Detektoren so zu entwerfen, dass eine aktive Detektionsfläche von 120 mm zur Verfügung steht.

Ebenfalls stand besonders die Vielseitigkeit eines solchen Reiseexperimentes im Vordergrund, da die Anforderungen an eine COLTRIMS-Messung sehr verschieden sein können.

Verschiedene Spektrometer-Bauformen und - Elemente sowie Detektorgrößen sollten einbaufähig sein, das Gaszuleitungssystem musste für verschiedene Drücke, unterschiedliche Gassorten (von hochreinen Gasen bis zu Kohlenwasserstoff-Verbindungen) und Temperaturen (in einem Bereich von ca. -269°C bis +100°C ) geeignet sein. Die verschiedenen Abstände des mehrstufigen Jet-Systems sollten nach Möglichkeit größte Flexibilität und Einstellbarkeit bieten, sowie genügend Pumpleistung

vorhanden sein, um extrem hohe Jet-Dichten erzeugen zu können.

Da die Detektor- und Spektrometerkonfiguration in der Regel bei keinem außer-Haus-Experiment gleich ist, da die jeweils zu untersuchenden Proben mit unterschiedlichen experimentellen Parametern gemessen werden müssen, ist ein häufiges Belüften der Kammer, sowie der Ausbau der Detektoreinheit, nötig. Dieser, in der Vergangenheit oft komplizierte und umständliche Vorgang, wurde bei diesem Projekt durch die Verwendung einer neuen Detektorgeneration, eines optimierten Jet-Designs sowie einem sehr modularen Spektrometer-Aufbau, entscheidend vereinfacht!

Schließlich wurde auch bei dieser Überarbeitung das allgemeine Handling eines solchen Experimentes an die jeweiligen Gegebenheiten der verschiedenen Experimentierplätze angepasst.

Das in dieser Arbeit konstruierte, aufgebaute und in einer Strahlzeit an der Synchrotron-Strahlungsanlage SOLEIL getestete COLTRIMS-Reaktionsmikroskop ist daher kompakt, transportabel, modular und möglichst vielseitig modifizierbar.

## Kapitel 2

# Physikalisch technischer Hintergrund der koinzidenten Impulsspektroskopie

### 2.1 Physikalischer Hintergrund von COLTRIMS

Die COLTRIMS-Apparatur dient der Messung und Entdeckung von atom- und molekülphysikalischen Phänomenen. Sie macht es möglich, nicht nur den (räumlichen) Aufbau eines Moleküls genau zu vermessen, nachdem man es mittels eines Projektils "gestört" hat, es lassen sich sogar die Zeitabläufe von Mechanismen zwischen Atomen damit darstellen. Die zu untersuchende Substanz (Target) liegt in der Regel gasförmig vor. Die hierin enthaltenen Teilchen müssen mit einem Projektil so aufgebrochen bzw. ionisiert werden, dass es möglich ist, sie aufgrund ihrer Ladung voneinander zu trennen. Die besondere COLTRIMS-Messtechnik erlaubt es, ein Abbildungsverfahren für solche Reaktionen zu haben. Die aus diesen Aufbrüchen entstehenden Fragmente können dabei gleichzeitig gemessen werden. In einem solchen experimentellen Aufbau sind zwei Detektor-Zweige enthalten. Einer dient der Messung der Elektronen, der andere der Messung der (Rückstoß-) Ionen, auch Recoils genannt. Mit diesen kann nicht nur eine Nachweiswahrscheinlichkeit von fast 100% bei voller Raumwinkelabdeckung erreicht werden, sondern es besteht ebenso die Möglichkeit, durch die logische Verschaltung zweier Detektoren zu entschieden, ob ein Ereignis zeitlich zu einem anderen passt. Diese Zuordnung zweier Ereignisse auf jeweils einem Detektor (*Hits*) wird *Koninzidenz-Messung* genannt. Durch diese entstehenden Momentaufnahmen wird das Coltrims-Experiment auch oft als "Reaktionsmikroskop" bezeichnet.

Damit diese Informationen gewonnen werden können, müssen die Trajektorien deren Fragmente mittels eines Spektrometers auf die ortsauflösenden Detektoren projiziert werden.

Um die Flugzeit der Fragmente in Koinzidenz messen zu können, ist es wichtig den Zeitpunkt der Reaktion genau zu kennen. Ebenso ist es wichtig, ein gut lokalisiertes Target zu präparieren, damit später eine Messung mit wenig Impulsunschärfe stattfinden kann - dies kann durch den sehr kalten Überschall-Gasjets verwirklicht werden.

### 2.1.1 Gasjet und Überschallexpansion

Vorraussetzung für eine Überschallexpansion ist, dass der Druck in der Expansionskammer sehr viel geringer ist, als der Vordruck der Düse. Bei dem Expansionsprozess wird die thermische Energie des Gases nahezu komplett in gerichtete Bewegungsenergie umgewandelt - daher ist die Temperatur des Gasjets äußerst gering. Für die Geschwindigkeit der Gasatome im Jet gilt in Expansionsrichtung:

$$v_{jet} = \sqrt{\frac{5kT_0}{m}} \tag{2.1}$$

Hierbei ist k die Boltzmann-Konstante,  $T_0$  die Umgebungstemperatur und m die Masse der Atome. Das Gas expandiert adiabatisch isochor ( $\delta Q = 0, dV = 0$ ).

Für einen He-Jet bei Raumtemperatur ergibt sich bspw.  $v_{jet} = 1760 m/s$ .

Tritt das Gas mit dem Vordruck  $p_D$  aus der Düse aus, wechselwirkt es mit den Atomen in der Expansionskammer. Hierbei bilden sich verschiedene Zonen mit Schock- und Kompressionswellen aus. Dargestellt sind diese Zonen in Abb. 2.1.



Abbildung 2.1: a) Darstellung der verschiedenen Gebiete in einer Überschallexpansion [Mill88], b) Fotografie eines Überschall-Gasjets ( $N_2$  mit 1% NO - durch einen Laser zum Leuchten angeregt) [NAL02].

Der innere Bereich zwischen den Schockwellen heißt zone of silence. Hier bewegen sich die Atome weitestgehend stoßfrei, allerdings mit deutlich mehr als Überschallgeschwindigkeit! Die Größe dieser "Machschen Scheibe" ist in der Größenordnung der vorherrschenden freien Weglänge (einige cm). Sie kann berechnet werden über:

$$l_z = \frac{2}{3} \sqrt{\frac{p_0}{p_E} \cdot d_D} \tag{2.2}$$

Hierbei ist  $p_0$  der Vordruck des Gases durch die Düse mit dem Durchmesser  $d_D$ . Man sieht hieran, dass mit steigendem Restgasdruck in der Expansionskammer  $p_E$  die Größe der Mach-Disk und somit der zone of silence bedingt durch mehr Stöße mit den Restgasatomen abnimmt. Dies ist wichtig zu wissen, da die Düse im Experiment so positioniert werden muss, dass der Skimmer (siehe Kap. 3.3.1) genau in die zone of silence "eintaucht" und hieraus den gut lokalisierten Atomstrahl herausschneidet.

Um die Temperatur  $T_{jet}$  eines solchen Atomstrahls in Ausbreitungsrichtung bei gegebener Vorkühlung der Düse  $T_0$  angeben zu können, muss unter Annahme einer Boltzmann-Geschwindigkeitsverteilung der Atome, das so genannte *Speedratio* S betrachtet werden, welches das Verhältnis aus der Endgeschwindigkeit zur mittleren Geschwindigkeitsbreite der Atome angibt. Es berechnet sich aus:

$$S = \frac{v_{jet}}{\sqrt{\frac{2kT_{jet}}{m}}} \tag{2.3}$$

wobei für die Jettemperatur  $T_{jet}$  in Ausbreitungsrichtung gilt:

$$T_{jet} = \frac{5}{2} \frac{T_0}{S^2} \tag{2.4}$$

Die genaue Berechnung des Speedratios ist sehr kompliziert, weshalb oft auf Messkurven zurückgegriffen wird (siehe Abb. 2.2).



Abbildung 2.2: empirisch ermittelte Speedratio-Kurve für einen Helium-Jet. Dargestellt ist das Speedratio in Abhängigkeit des Produkts aus Vordruck und Düsendurchmesser bei verschiedenen Düsentemperaturen  $T_0$  [GBru89].

Betrachtet man als Beispiel einen Heliumjet bei Raumtemperatur und unter Verwendung einer Düse mit 50  $\mu m$  Durchmesser, beträgt das Speedratio bei einem Vordruck von 4 bar etwa 20, bei 30 bar etwa 90. Bei einem Vordruck von 30 bar beträgt die Temperatur des Jets (bei Raumtemperatur der Düse) lediglich 93 mK! Diese Werte sind nur für einen Heliumjet repräsentativ - Helium kommt den Eigenschaften eines idealen Gases am nächsten. Für andere Gase ist es deutlich schwieriger, das Speedratio zu ermitteln.

Wird ein Jet auf sehr tiefe Temperaturen gekühlt, so nimmt mit fallender Temperatur die Wahrscheinlichkeit zu, dass sich *Cluster-Moleküle* (Dimere, Trimere. etc.) bilden. Die Moleküle werden hier trotz eines großen Abstands über sehr schwache Bindungskräfte (Van-der-Waals Bindungen oder Wasserstoffbrückenbindungen) zusammen gehalten. Dieses Verhalten kann auch für die Untersuchung solcher Cluster genutzt werden, indem die Temperatur der Düse durch Vorkühlen bewusst sehr niedrig gewählt wird, sodass sich bevorzugt Cluster-Moleküle ausbilden können (siehe hierzu [TJahn05], Kap.3.1.2). Diese Kühlung des Gases vor der Expansion ins Vakuum sorgt für eine Verkleinerung der intrinsischen Impulse des Jets. Betrachtet man Gleichung 2.3, so verringert sich der Impuls in Jetrichtung um:

$$\sqrt{\frac{T_0^{warm}}{T_0^{kalt}}}\tag{2.5}$$

Senkrecht zur Ausbreitungsrichtung des Jets kann die transversale Impulsunschär-

fe durch die mittlere Geschwindigkeit und die (geometrische) Divergenz bestimmt werden. Der Skimmerdurchmesser  $d_S$  sowie der Abstand Düse-Skimmer l sind die limitierenden Faktoren für die maximale thermische Bewegung der Atome im Gasjet. Nach [MAch99, VMerg94]kann für die Impulsunschärfe  $\Delta \vec{p}_{jet}$  kann in den drei Raumrichtungen (die Y-Richtung ist die Ausbreitungsrichtung des Jets) gefunden werden:

$$\Delta \vec{p}_{jet} = \sqrt{m5kT_0} \begin{pmatrix} (d_D + d_S)/l \\ (2\sqrt{ln(2)})/S \\ (d_D + d_S)/l \end{pmatrix} (FWHM)$$
(2.6)

Die technische Realisierung der hier beschriebenen geometrischen Bedingungen erfolgt in Kapitel 3.3.

#### 2.1.2 Vakuumbereiche

Der hier beschriebene Versuchsaufbau besteht zum Großteil aus einer Vakuumkammer. Das Vakuum bildet die Grundlage für die Erzeug eines Überschall-Gasjets sowie für die Detektion von Ereignissen.

Je nach Anzahl der noch vorhandenen Luftmoleküle (Restgas) unterscheidet man folgende Vakuumbereiche:

Druckbereich	Druck [mbar]	Teilchendichte $[cm^{-3}]$
Grobvakuum	$10^310^0$	$10^{19}10^{16}$
Feinvakuum	$10^0 \dots 10^{-3}$	$10^{16} \dots 10^{13}$
Hochvakuum (HV)	$10^{-3}10^{-7}$	$10^{13}10^{9}$
Ultrahochvakuum (UHV)	$10^{-7} \dots 10^{-12}$	$10^910^4$

Tabelle 2.1: Druckbereiche mit Teilchenzahldichte.

Um das Vakuumsystem eines Experiments richtig auszulegen, muss der gewünschte Enddruck im jeweiligen Bauteilabschnitt bedacht werden. Ebenso zu bedenken ist die jeweilige Strömungsart im Vakuumbereich, deren charakteristische Größe die Knudsenzahl Kn ist:  $\bar{\tau}$ 

$$Kn = \frac{I}{d} \tag{2.7}$$

Hierbei ist d ein für die Vakuumapparatur charakteristischer Durchmesser (bspw. ein Rohrdurchmesser) und  $\overline{I}$  die mittlere freie Weglänge der Teilchen, welche antiproportional zum Druck p, sowie proportional zur Temperatur T ist. Sie beschreibt die durchschnittliche Strecke, die ein Teilchen oder Molekül in einem Gas, ohne eine Wechselwirkung mit einem anderen Teilchen einzugehen, in einer Vakuumapparatur zurücklegt und berechnet sich aus:

$$\bar{I} = \frac{k \cdot T}{\pi \cdot p \cdot \sqrt{2} \cdot d_m^2} \tag{2.8}$$

Im UHV-Bereich beträgt die freie Weglänge bis zu mehreren Millionen Metern! Weiterhin ist k die Boltzmann-Konstante mit  $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \frac{J}{K}$  und  $d_m$  der Moleküldurchmesser.

Im Grobvakuum liegt die Knudsenzahl bei Kn < 0,01 - hierbei spricht man von **Kontinuumströmung** oder viskoser Strömung. Die Teilchen berühren sich sehr oft untereinander, jedoch weniger häufig die Wand des Rezipienten. Die mittleren freien Weglängen  $\bar{I}$  sind also deutlich kleiner als die Apparaturabmessungen d.

Die Kontinuumströmung kann weiter in *laminare* und *turbulente* Strömungen unterteilt werden. Die hierfür ausschlaggebende Größe ist die *Reynoldszahl:* 

$$Re = \frac{\rho}{\eta} \cdot v \cdot d \tag{2.9}$$

mit  $\rho$  der Dichte des Fluids,  $\eta$  die Viskosität  $[Pa \cdot s]$ , v der Strömungsgeschwindigkeit sowie d wiederum dem Rohrdurchmesser.

Bei niedrigeren Strömungsgeschwindigkeiten liegt laminare Strömung vor (Re < 2300), bei sehr hohen Geschwindigkeiten herrscht turbulente Strömung (Re > 4000). In der Praxis müssen die Rohrdurchmesser möglichst so gestaltet werden, dass bei hohen Drücken (z.B. in der Expansionskammer und deren Vorvakuum) nur kurzzeitig turbulente Strömung vorliegt, da sonst die Vakuumpumpen Schaden nehmen könnten.

Liegt die Knudsenzahl in einem Bereich von 0,01 < Kn < 0,5 so ist dies im Feinvakuum der Fall und man spricht hier von **Knudsenströmung**.

Sie ist der Übergangsbereich zur **molekularen Strömung** im Hoch- und Ultrahochvakuum. Hier liegt die Knudsenzahl bei Kn > 0, 5. Da die mittlere freie Weglänge der Teilchen hier so groß ist, finden untereinander fast keine Wechselwirkungen mehr statt, sondern nur noch mit den Wänden der Apparatur.

Es gibt praktische keine innere Reibung mehr zwischen den Teilchen und deren Bewegungsrichtung ist allein statistisch bestimmt.



Abbildung 2.3: Die verschiedenen Strömungsarten im Vakuum [Wutz06].

Eine weitere wichtige Größe ist die mittlere Molekülgeschwindigkeit  $\bar{c}$ , welche von der Temperatur T, der molaren Masse M sowie der allgemeinen Gaskonstanten R abhängig ist:

$$\bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}} \tag{2.10}$$

Eine Übersicht der mittleren Molekülgeschwindigkeit verschiedener Gase bei Zimmertemperatur gibt Tabelle 2.2.

Gas	mol. Masse $M$ [g/mol]	mittlere Molekülgeschwindigkeit $\bar{c}~[{\rm m/s}]$
$H_2$	2	1762
He	4	1246
$N_2$	28	471
Luft	$\sim 29$	463

Tabelle 2.2: verschiedene mittlere Molekülgeschwindigkeiten bei Raumtemperatur (300 K).

#### 2.1.3 Vakuumerzeugung

Der Versuchsaufbau eines COLTRIMS-Experiments erfordert den Einsatz einiger Vakuumpumpen in unterschiedlichen Vakuum-Bereichen. Je nach Bauteilabschnitt liegen verschiedene Vakua mit unterschiedlichen Strömungsbereichen vor. Um hier jeweils eine optimale Pumpleistung zu erzielen, müssen daher auch Vakuumpumpen unterschiedlicher Funktionsprinzipien eingesetzt werden. Die wichtigsten Kenngrößen einer Vakuumpumpe sind hierbei das Saugvermögen, der maximale Gasdurchsatz und die Kompression, welche den zu erreichenden Enddruck bestimmen.

Als Saugvermögen S einer Vakuumpumpe bezeichnet man das in einem Zeitintervall dt von einer Pumpe wegbeförderte Gasvolumen dV:

$$S = \frac{dV}{dt} \quad \left[\frac{l}{s}\right] \tag{2.11}$$

Die Saugleistung  $q_{pump}$  (auch maximaler Gasdurchsatz genannt) beschreibt den von einer Pumpe transportieren Gasstrom (bzw. Gasmenge) bei gegebenem Druck p. Sie ergibt sich aus dem Saugvermögen multipliziert mit dem Druck (vgl. hierzu auch Formel 3.2):

$$q_{Pump} = p \cdot S = p \cdot \frac{dV}{dt} \left[ mbar \cdot \frac{l}{s} \right]$$
(2.12)

Weiterhin beschreibt die Kompression  $K_0$  die Druckdifferenz aus dem Vorvakuum-Druck  $p_v$  und dem erzeugten Endvakuum  $p_e$ :

$$K_0 = \frac{p_v}{p_e} \tag{2.13}$$

Scrollpumpen dienen oft als Vorvakuumpumpen. Sie bestehen aus zwei ineinander liegenden Spiralen, von welchen eine über einen Exzenter angetrieben wird (siehe Abb. 2.4). Somit kann das angesaugte Gas durch das Spiralvolumen "durchgeleitet" und komprimiert werden.



Abbildung 2.4: Arbeitsprinzip einer Scrollpumpe. Bild Nr.2 und Nr.3 zeigen den Gaseinlass, Nr.4 und Nr.1 Kompression und Gasauslass [Pfei09].

Großer Vorteil von Scrollpumpen ist neben ihres geringen Betriebsgeräusches das komplett ölfreie Arbeitsprinzip - es entsteht also kein Ölnebel, welcher in den Rezipienten eindringen kann. Scrollpumpen können von Atmosphärendruck bis zu einem Endruck von ca.  $5 \cdot 10^{-2} mbar$  betrieben werden.

Um ein besseres Vorvakuum, sowie mehr Gasdurchsatz zu ermöglichen, benötigt man eine *Rootspumpe* (auch *Wälzkolbenpumpe* genannt), welche als Verdichter nach der Scrollpumpe angeschlossen wird.

Sie hat in unserem Fall ein Saugvermögen von  $250 \frac{m^3}{h}$  und gelangt in einen Endvakuumbereich von etwa  $1 \cdot 10^{-3} mbar$ . Funktionsprinzip dieser Pumpe sind zwei achtförmige Drehkolben, welche sich in sehr geringem Abstand zueinander in einem ebenfalls acht-förmigen Gehäuse gegeneinander drehen. Das hierbei angesaugte Gas wird in dem sich verändernden Volumen komprimiert und wieder ausgelassen (siehe Abb. 2.5).



Abbildung 2.5: Funktionsprinzip einer Roots-Pumpe mit Ansaugphase (I-II), Kompressionsphase (III), sowie Auslassphase (IV). Der rechte Kolben dreht im Uhrzeigersinn, der linke Kolben entgegengesetzt.  $p_A$  beschreibt den Ansaugdruck (zu pumpender Feinvakuumbereich),  $p_V$  den Auslassdruck des Vorvakuums. Die Phasen (I) und (III) bzw. (II) und (IV) sind in ihrer Kolbenposition vertikal gespiegelt. Die Pumpe besitzt also nur zwei Arbeitstakte, da Ansaug- und Kompressionstakt sowie Ein- und Auslasstakt gleichzeitig passieren [Vacug].

Sie benötigt jedoch ein Vorvakuum im mbar-Bereich, welches z.B. eine Scrollpumpe liefert - Rootspumpen haben in der Regel ein Kompression von 10<sup>4</sup> (siehe Glg. 3.1). Große Vorteile bei Rootspumpen sind, neben der Robustheit, die hohe Saugleistung bei gutem Endvakuum sowie ein ölfreies Schöpfvolumen. Insbesondere bei Verwendung eines Elektroantriebes mit Spaltrohrmotor oder Magnetkupplung kann kein Öl oder Öldampf das Vakuum verunreinigen. Mit den trockenverdichtenden Scroll- und Rootspumpen ist es ebenso möglich, korrosive und reaktive Gase zu fördern. Welche Auswirkungen das Vorvakuumsystem der Expansion auf das Hochvakuum sowie den Gasdurchsatz hat, wird in Kapitel 3.2.4 beschrieben. Membranpumpen werden an COLTRIMS-Experimenten vor allem in Kombination mit anderen Hochvakuumpumpen als Vorpumpe in so genannten Pumpständen verwendet.

Eine Gummi-Membran, angetrieben durch die Bewegung eines Kolbens, pumpt das zu fördernde Gas mittels gesteuerten Ventilen ab. Sie haben ein vergleichsweise geringes Saugvermögen und einen hohen Enddruck (wenige mbar) - sind jedoch sehr kompakt, ebenfalls ölfrei und preisgünstig.

Um ein UHV-Vakuum zu erzeugen, braucht man Vakuumpumpen, welche im Bereich molekularer Strömung pumpen können. Dies sind z.B. *Turbomolekularpumpen.* Sie sind ähnlich wie eine Turbine aufgebaut: Im Inneren drehen sich mehrere, hintereinander angeordnete, mit Schaufeln versehene Rotor-Scheiben. Zwischen diesen Scheiben sitzen die feststehenden Scheiben des Stators, dessen Schaufeln entgegengesetzt denen des Rotors angebracht sind. Der Rotor ist speziell mehrfach gelagert, da er von einem Elektromotor mit hohen Drehzahlen angetrieben wird. Die Lagerung und Wuchtung des Rotors spielt eine wichtige Rolle. Moderne Turbomolekularpumpen, wie sie in diesem Versuch verwendet werden, besitzen ein Hybrid-Lager. UHV-seitig ist auf den Rotor ein Permanentlager aufgepresst. An der entgegengesetzten Rotorseite, an welcher der Antriebsmotor montiert ist, besitzt die Pumpe ein mit einer Schmierfettbuchse versehenes Lager - es ist daher möglich, solche Pumpen in jeder Einbaulage am Experiment zu montieren. Eine weitere moderne Möglichkeit den Rotor einer Turbomolekularpumpe zu lagern, liegt in der Verwendung von Magnetlagern - diese erzeugen ein durch stromdurchflossene Spulen erzeugtes Magnetfeld, in welchem der Rotor mittels des entstehenden Wirbelfeldes "schwebt" und stets auf der Position gehalten werden kann. Es sind Drehzahlen von bis zu 1500 Hz = 90000 U/min bei diesen Pumpen möglich! Turbomolekularpumpen, welche für kleine Saugvermögen konzipiert sind, besitzen nur einen kleinen Rotordurchmesser, weshalb die Drehzahl hier so hoch sein muss, damit die Geschwindigkeit der Rotorblätter-Enden groß genug ist, um auch leichte und somit schnelle Gase wie Wasserstoff und Helium noch abpumpen zu können. Trifft ein Molekül auf die sich schnell drehenden Schaufeln, wird es dort adsorbiert und es erhält von einen Impulsübertrag. Diese zusätzliche Geschwindigkeitskomponente (die Schaufelgeschwindigkeit und Drehsinn) addiert sich zur thermischen Molekülgeschwindigkeit hinzu. Somit ist es möglich, dass sie Stück für Stück die Rotorscheiben von vorne nach hinter passieren und so den Rezipienten durch die Turbomolekularpumpe verlassen können.



Abbildung 2.6: Funktionsweise einer Turbomolekularpumpe [Wutz06]

Damit eine Turbomolekularpumpe funktionieren kann, muss der Druck so niedrig sein, dass molekulare Strömung vorliegt - die mittlere freie Weglänge der Teilchen muss größer sein, als der Abstand der Schaufeln der Pumpe. Demnach muss sie immer mit einer (möglichst ölfreien) Vorpumpe betrieben werden. Turbomolekularpumpen haben ein hohes Saugvermögen von bis zu mehreren tausend Litern pro Sekunde! Dieses ist proportional zur Ansaugfläche A und der mittleren Umlaufgeschwindigkeit der Schaufeln v bei deren Anstellwinkel  $\alpha$ :

$$S_0 = \frac{1}{2} \cdot A \cdot v \cdot \sin\alpha \cdot \cos\alpha \tag{2.14}$$

Die Kompression einer Turbomolekularpumpe  $K_{0T}$  kann ebenfalls aus der Geometrie hergeleitet werden (siehe Abb. 2.6), wobei der Faktor g zwischen 1 und 3 liegen kann.

$$K_{0T} = exp(\frac{v}{\bar{c} \cdot g \cdot t \cdot sin\alpha}) \tag{2.15}$$

Betrachtet man die mittlere Molekülgeschwindigkeit  $\bar{c}$  (Glg. 2.10) so sieht man, dass das Kompressionsverhältnis für die leichtesten Gase ( $H_2, He$ ) am schlechtesten ist.

Zur Verbesserung der Kompression sind Turbomolekularpumpen oft mit so genannten Hollweck-Stufen oder Turbodrag-Stufen augestattet, welche aus zusätzlichen, schraubenförmigen Pumpkanälen bestehen und (teilweise in mehreren Stufen) hinter den Hauptrotorschaufeln auf der Rotorachse mit angebracht sind. Durch die Drehung der schraubenförmigen Kanäle der Länge L mit dem Anstiegswinkel  $\beta$  und der Dicke h erhalten die eintretenden Moleküle eine zusätzliche Geschwindigkeitskomponente in Richtung Pumpenausgang. Die Hollweckstufe liefert eine zusätzliche Kompression, welche berechnet werden kann durch:

$$K_1 = \frac{v \cdot \cos\beta \cdot L}{\bar{c} \cdot g \cdot h} \tag{2.16}$$

Für die Kompression der Hollweckstufe erhält man sehr hohe Werte, die in der Praxis nicht erreicht werden, da es zu Rückströmungen durch Spalte zwischen den Pumpkanälen kommt, welche in dieser Berechnung nicht berücksichtigt werden. Hat sich ein gewisser Endruck eingestellt (das Vakuum fällt dann nur noch sehr langsam), besteht das in der Kammer befindliche Restgas meist nur noch aus Wasserstoff und Wasser. Die Desorptions- und Diffusionsgeschwindigkeit kann durch Ausheizen stark vergrößert werden (siehe Kap. 3.2.1, 3.2.3). Der Abpumpvorgang des im Rezipienten befindlichen Wassers kann schneller stattfinden. Eine weitere Möglichkeit ist jedoch auch, das Wasser mit einer Kühlfalle auszufrieren. Dies geschieht mit einem so genannten *Kryopanel*. Es besteht aus einem doppelwandigen Edelstahl-Mantel, welcher von außen mit flüssigem Stickstoff aus einem Dewar befüllt wird. Da Wassermoleküle an der großen, -192°C kalten Oberfläche gefrieren, werden sie im festen Aggregatzustand in der Vakuumkammer "eingesperrt". Das Kryopanel bietet ebenfalls die Möglichkeit, eine Titan-Sublimationspumpe zu installieren.

#### 2.1.3.1 Differentielles Pumpen

Eine wichtige Technik zur Verbesserung des Vakuums bzw. zur Erzeugung und Erhaltung mehrerer Druckbereiche, ist das differentielle Pumpen, auch mehrstufiges Pumpen genannt. Es wird in der zweistufigen Expansion, den zweistufigen Jetdumps, sowie an einer differentiellen Pumpstufe, welche zwischen Experimentierkammer und Beamline montiert wird, eingesetzt.

Das Prinzip des differentiellen Pumpens beruht darauf, Vakuumbereiche mit jeweils eigenen Hochvakuumpumpen so räumlich voneinander zu trennen, dass die gewünschten Teilchen - z.B. die des Gasjets oder auch Photonen - nur durch möglichst kleine Blenden diese Bereiche passieren können. Hierbei macht man sich den sonst eher ungewollt auftretenden Effekt des verringerten Leitwertes bei langen, dünnen Rohren zu Nutze:

Die Pumpleistung durch ein Rohr vermindert sich, je länger ein Rohr ist und je kleiner dessen Durchmesser. Der Leitwert L ist der Kehrwert des Strömungswiderstandes (analog zum Leitwert in der Elektrodynamik).

Der Gasdurchfluss  $q_{pV}$  ist bei einem Druckgradienten  $\Delta p$  zwischen Ein- und Ausgang einer Leitung gegeben durch:

$$q_{pV} = L \cdot \Delta p \tag{2.17}$$

Ebenfalls analog zur Elektrodynamik verhält sich der Gesamt-Leitwert bei einer Parallel - oder Reihenschaltung von Rohren:

$$parallel: L_1 + L_2 + \dots + L_n = L_{ges}$$
(2.18)

$$reihe: \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2} + \dots + \frac{1}{L_n} = \frac{1}{L_{ges}}$$
(2.19)

Werden nun zwei Vakuumbereiche, in welchen molekulare Strömung herrscht, von einer (ideal dünnen) Blende der offenen Fläche A getrennt, so gilt für den Leitwert  $L_{Bm}$  in Abhängigkeit der mittleren Molekülgeschwindigkeit (Gleichung 2.10):

$$L_{Bm} = \frac{\bar{c}}{4} \cdot A \tag{2.20}$$

und analog zu (2.17) für den Durchfluss durch diese Blende:

$$q_{pV} = A \cdot \frac{\bar{c}}{4} \cdot (p_1 - p_2)$$
 (2.21)

wobei  $\bar{c}$  wieder die mittlere Molekülgeschwindigkeit aus Glg. 2.10 ist. Wird ein Rohr der Länge l und des Durchmessers d laminar durchströmt, wie es im Vorvakuumsystem der Kammer der Fall ist, so gilt für den Leitwert:

$$L_{Rl} = \frac{\pi \cdot d^4}{256 \cdot \eta \cdot l} \cdot (p_1 + p_2)$$
(2.22)

Wobei  $\eta$  die Viskosität des Fluids und  $p_1$ ,  $p_2$  die Druckdifferenzen am Ein- und Ausgang des Rohres sind.

Möchte man den Leitwert nun für ein Rohr im Hochvakuum bestimmen, also im molekularen Regime, dann muss die Durchtrittswahrscheinlichkeit der Teilchen durch dieses Rohr  $P_{Rm}$  betrachtet werden und es gilt für den Leitwert  $L_{Rm} = L_{Bm} \cdot P_{Rm}$ .

Diese Wahrscheinlichkeit wird durch die Relation:  $P_{Rm} = \frac{4}{3} \cdot \frac{d}{l}$  beschrieben. Für den Leitwert eines Rohres im Bereich molekularer Strömung gilt:

$$L_{Rm} = \frac{\bar{c} \cdot \pi \cdot d^3}{12 \cdot l} \tag{2.23}$$

Diese Tatsache stellt normalerweise bei der Vakuumerzeugung immer ein Hindernis dar, da durch einen Flansch oder Schlauch eines gewissen Durchmessers und Länge gepumpt werden muss. Man versucht daher, den Leitwert durch kurze Rohrstücke großen Durchmessers immer möglichst zu maximieren. In Tabelle 2.3 sind einige Leitwerte bei molekularer Strömung am Beispiel von Luft bei Zimmertemperatur für häufig in der Praxis verwendete Rohrdurchmesser aufgeführt.

Durchmesser [mm]	dünne Blende	Rohrlänge 10 cm	Rohrlänge 50 cm
40	0,15	0,08	0,02
63	0,36	0,30	0,06
100	0,91	1,21	0,24
160	2,33	4,96	0,99
200	3,64	9,70	1,94
250	$5,\!68$	18,94	3,79

Tabelle 2.3: Leitwerte molekularer Strömung  $L_m [m^3/s]$  bei verschiedenen Rohrdurchmessern- und Längen. Als Gas wurde Luft bei Zimmertemperatur angenommen.

Beim differentiellen Pumpen nutzt man diesen Effekt genau umgekehrt: Es wird ein möglichst kleines Loch als Blende verwendet oder sogar, je nach Platz und Möglichkeit, ein langes Röhrchen mit kleinem Innendurchmesser. Hierdurch wird die Rückströmung von Gasteilchen von der einen Seite der Blende zur anderen minimiert. Platziert man nun in jeden Abschnitt beispielsweise eine Turbomolekularpumpe, so kann das Vakuum in mehreren "Stufen" verbessert werden.

#### 2.1.4 Vakuummessung

Um das Vakuum in den verschiedenen Teilen des Versuchsaufbaues messen zu können, sind eine Vielzahl an Geräten und Messzellen vorhanden, die das Vakuum in verschiedenen Druckbereichen angeben:

Während des Evakuierungsvorganges dienen analoge Manometer der Drucküberwachung. Dieses mechanischen Zeigergeräte zeigen Druckänderungen um Atmosphärendruck gut erkennbar an. Befinden sich große Lecks z.B. durch nicht korrekt festgezogene Kupferdichtungen an der Vakuumkammer, so sind diese gleich beim Anpumpen auf dem Manometer zu sehen. Wird ein Vakuumbehälter belüftet, so kann das mechanische Manometer ebenso gute Dienste leisten, da es im Druckbereich oberhalb einiger mbar im Vergleich zu anderen Messprinzipien genauere Werte liefert. Der Druckbereich von mechanischen Manometern geht von Atmosphäre bis in den mbar-Bereich. Ab hier werden im Vorvakuum *Pirani*-Messzellen eingesetzt.

Diese können von Atmosphärendruck bis ca.  $1\cdot 10^{-3}\,mbar$ verwendet werden. Pirani-Messzellen funktionieren nach dem Prinzip, dass in ihrem möglichen Messbereich die Wärmeleitfähigkeit des Restgases druckabhängig ist. Wird also ein Draht im Inneren der Messzelle erhitzt, so kann mit fallendem Druck die Wärme immer schlechter abfließen. Um einen direkten Zusammenhang zwischen zu messendem Druck und Heizspannung herzustellen, wird die Temperatur konstant gehalten, sodass die Heizspannung proportional zum Druck in der Vakuumkammer ist. Da die Wärmeleitfähigkeit unterhalb  $1\cdot 10^{-3}\,mbar$ nicht mehr proportional zur Anzahl der Gasteilchen ist, muss für die Messung des Hoch- und Ultrahochvakuums eine andere Messmethode gewählt werden. Um ein komfortables Messinstrument zu haben, welches über einen weiten Bereich den vorherrschenden Druck ausgeben kann, werden so genannte *Widerange-Messzellen* verwendet. Ihr Messbereich geht von 1013 mbar bis  $5\cdot 10^{-10}\,mbar$ , welches durch eine Kombination eines Pirani-Sensors mit einer *Bayard-Alpert-Messröhre* erreicht wird.

Bayard-Alpert Messröhren gehören zu den Heißkathoden-Ionisations-Vakuummetern. Ähnlich wie Pirani-Sensoren messen sie den Druck indirekt: Aus einer beheizten Kathode werden Elektronen emittiert, welche mit etwa 100 V auf eine zylindrische, gitterförmige Anode beschleunigt werden. Inmitten dieser Anode ist ein äußerst dünner Draht, der Ionenfänger, angebracht, dessen Potential niedriger ist, als das der Kathode. Auf dem Weg der Elektronen von Kathode zu Anode, ionisieren diese die Restgasteilchen durch Elektronenstoß-Ionisation. Die hierbei entstehenden positiven Ionen treffen nun auf den Ionenfänger. Dadurch wird ein zur Anzahl der Restgasteilchen, und somit zum vorherrschenden Druck, proportionaler Kollektorstrom gemessen. Bayard-Alpert-Messsysteme bieten eine hohe Genauigkeit und haben weiterhin den Vorteil, im Gegensatz zur *Penning*-Messszelle, ohne ein Magnetfeld auszukommen, was für diese Anwendung von großer Wichtigkeit ist.

Da der Emissionsstrom zum gemessenen Kollektorstrom proportional ist (je mehr Elektronen emittiert werden, umso mehr Ionisationen finden statt), kann hierüber auch die Empfindlichkeit der Messzelle gesteuert werden. Zu beachten ist jedoch, dass je nach Ionisationswahrscheinlichkeit der Kollektorstrom für verschiedene Gase variieren kann - dies ist insbesondere bei der Messzelle der Expansionskammer zu beachten, da das zu messende Gas von den Molekülen des Gasjets dominiert wird hierfür gibt es jedoch Korrekturfaktoren (bspw. He: 5.9), welche die Elektronenstokionisationswahrscheinlichkeit (proportional zur Bindungsenergie) widerspiegeln. Möchte man Drücke unter  $5 \cdot 10^{-10} mbar$  messen, so stößt die Bayard-Alpert-Messtechnik an ihre Grenzen, da zum einen durch die auf den Anodenkäfig auftreffenden Elektronen Röntgenbremsstrahlung erzeugt wird, welche ebenfalls auf den Kollektor trifft und den Messwert verfälscht, und zum anderen durch Elektronen, die am Anodenkäfig angelagerte Gasteilchen ablösen und ebenfalls ionisieren. Hierfür müssen Messmethoden mit Extraktorröhren oder, wie in unserem Falle, eine Bayard-Alpert-Röhre mit Reststromkompensation verwendet werden, welche eine Druckmessung bis in den  $1 \cdot 10^{-12} mbar$ -Bereich erlauben.

Um das in der Kammer vorherrschende Vakuum nicht nur quantitativ, sondern auch qualitativ bestimmen zu können, wird ein Quadrupol-Massenspektrometer verwendet. Mit Hilfe dieses Gerätes kann die Zusammensetzung des Restgases bestimmt werden, da Partialdrücke nach der jeweiligen Masse der Teilchen selektiert gemessen werden können.

Im Inneren des Gerätes fliegen die ankommenden Restgasteilchen durch einen elektrischen Quadrupol (vier gegenüberliegende Stabelektroden). Jeweils gegenüber liegende Elektroden liegen auf dem selben Potential. Durch Anlegen einer Hochfrequenz-Modulations-Spannung, welche automatisch hochgefahren wird (Massen-Scan), können immer nur diejenigen Teilchen mit dem richtigen Masse zu Ladungsverhältnis den Quadrupol passieren und schließlich auf dem Detektor nachgewiesen werden, welcher meist aus einem Sekundärelektronenvervielfacher (MCP\CEM) und einem Faraday-Cup besteht.

Anhand des mit einem solchen Gerätes aufgenommenen Spektrums können diejenigen Bestandteile identifiziert werden, welche den größten Beitrag zum Restgas leisten. Dieses Wissen ermöglicht es dann, entsprechende Maßnahmen zu ergreifen, welche das Vakuum verbessern; z.B. ob ein Ausheizen des Rezipienten nötig ist oder die Benutzung des Kryopanels.

#### 2.1.5 Ionisationsprozesse

Um in einer COLTRIMS-Apparatur Atome und Moleküle untersuchen zu können, muss eine Wechselwirkung mit diesen herbeigeführt werden. Bei diesen Prozessen handelt es sich um Anregungs- bzw. Ionisationsprozesse. Da häufig Photonen als Ionisationsquelle genutzt werden, ist der Mechanismus der *Photoionisation* besonders wichtig. Mit diesem Begriff wird zunächst die Eigenschaft beschrieben, dass sich ein in einem System gebundenes Elektron durch Absorption eines Photons löst und aus dem gebundenen Zustand ins Kontinuum übergeht. Dies kann nur passieren, wenn die Energie des Photons dabei höher ist, als die Bindungsenergie des Elektrons. Das aus dem Verbund (dies kann ein Atom oder Molekül sein) herausgelöste Elektron wird *Photoelektron* genannt. Seine kinetische Energie ist gerade die Differenz aus Bindungsenergie  $E_B$  und der Photonenenergie  $h\nu$ :



$$E_{kin} = h\nu - E_B \tag{2.24}$$

Abbildung 2.7: Schematische Darstellung der Photoionisation [HSann09].

Dieser "photoelektrische Effekt" wurde erstmals 1905 von Albert Einstein beschrieben, indem er den Begriff des *Lichtquants* verwendete. Hierfür erhielt er 1921 den Nobelpreis für Physik.

Neben der eingekoppelten Energie des Photons muss auch die Wahrscheinlichkeit betrachtet werden, mit welcher es überhaupt zu einer Ionisation kommen kann. Hierbei sind die Größen des Wirkungsquerschnittes  $\sigma$ , die Anzahl der Projektile N sowie die Anzahl der Atome im Reaktionsvolumen entscheidend. Die Anzahl der Wechselwirkenden Projektile  $\Delta N$  ist gegeben durch:

$$\Delta N = -\frac{Gesamtzahl\,der\,Atome\,im\,Volumen\cdot\sigma}{Gesamtfläche}\cdot N \tag{2.25}$$

wobei N die Anzahl der Projektile ist. Verwendet man die Teilchenzahldichte n, so hat der Ausdruck der Änderung der durch das Reaktionsvolumen auf einer Strecke

dx durchdringenden Teilchen in differentieller Form folgende Gestalt:

$$\frac{dN}{N} = -n\sigma dx \tag{2.26}$$

Der Wirkungsquerschnitt beschreibt hierbei explizit die stoff- und energieabhängige Wahrscheinlichkeit für das Eintreten der (in diesem Fall) Photoionisation. Im Bereich jenseits von Schwellen und Resonanzen gilt:

$$\sigma \propto Z^5 E_{\gamma}^{-\frac{7}{2}} \tag{2.27}$$

wobei Z die Kernladungszahl und  $E_{\gamma}$  die Photonenenergie beschreibt. Dieser Abfall des Wirkungsquerschnittes mit der Photonenenergie folgt aus dem Anfangszustand des Elektrons im Atom. Da bei der Ionisation durch das Photon kein Impuls übertragen wird, ist der Impuls des Elektrons allein durch dessen (Dreh-) Impuls im Anfangszustand bestimmt. Mit zunehmender Photonenenergie wird es also immer unwahrscheinlicher das Atom zu ionisieren, da die Elektronen trotz höherer Anregungsenergie keinen nennenswerten Impulszuwachs erfahren. Dies trifft allerdings nur zu, solange die Photonenenergie kleiner ist, als die für eine Ionisation einer höher energetischen Elektronenschale nötige Energie.

Daher sind in der Darstellung des Ionisationswirkungsquerschnittes in Abhängigkeit der Energie gut die Absorptionskanten der einzelnen Schalen erkennbar (siehe Abb. 2.8 und 2.9).



Abbildung 2.8: Wirkungsquerschnitt bei einer Photoionisation am Beispiel des Wasserstoffs (Punkte stellen experimentelle Daten dar) [BergSch03].



Abbildung 2.9: Wirkungsquerschnitt bei Neon - zu erkennen ist die Absorptionskante [WKr74].

#### Mehrfachionisation

Ist die verbleibende Energie des Elektrons, bzw. die im System gespeicherte Energie hoch genug, so ist es möglich, dass weitere Elektronen aus dem Verbund herausgelöst werden.

Ein Mechanismus der direkten Doppelionisation ist der Two-Step-One-Prozess (TS1) oder auch Knock-Off-Prozess: Dabei nimmt ein Elektron die gesamte Energie des eintreffenden Photons auf und überträgt einen Teil seiner kinetischen Energie beim Verlassen des Systems auf ein anderes Elektron, welches dadurch ebenfalls ins Kontinuum übergehen kann. Es handelt sich somit um eine interne Elektronenstroß-Ionisation. Hierbei gibt es sowohl sehr symmetrische als auch asymmetrische Energieverteilungen bei den beiden frei werdenden Elektronen, welche exponentiell abnehmen. Wird die Energie des eintreffenden Photons erhöht, steigt auch die Geschwindigkeit des wegfliegenden Elektrons - die Wechselwirkungszeit zwischen den Elektronen und somit der Wechselwirkungsquerschnitt nimmt jedoch ab.



Abbildung 2.10: Schematische Darstellung des TS1-Prozesses [HSann09].

Mit zunehmender Photonenenergie wird der TS1-Prozess immer unwahrscheinlicher, da der Elektronenstoß-Querschnitt sinkt - es tritt hauptsächlich der *Shake-Off-Prozess* ein: Das durch das Photon angeregte Elektron verlässt das Potential des Systems aufgrund seiner hohen kinetischen Energie so schnell, dass sich die verbleibenden Elektronen nicht auf das neue Potential des Ions einstellen können. Es kommt zu einer Störung in der Wellenfunktion der Zustände im umgebenden Potential. Die gestörte Wellenfunktion hat einen kleinen Überlapp mit der Wellenfunktion des umgebenden Kontinuums, sodass es für ein Elektron möglich ist, in dieses überzugehen.

Eine weitere Möglichkeit der Doppelionisation besteht im Auger-Zerfall. Bei ihm werden nicht beide Elektronen als Folge des auftreffenden Photons herausgelöst, sondern der zweite Ionisationsschritt geschieht durch einen Zerfall - also indirekt. Wird durch ein eintreffenden Photon ein Elektron aus einer der inneren Schalen des Atoms ins Kontinuum befördert, entsteht hier ein Elektronen-Loch. Dieses wird durch ein in einer höheren Energieschale sitzendes Elektron aufgefüllt. Dessen Energie wird auf ein weiteres Elektron übertragen, welches ebenso das Potential verlassen kann und ins Kontinuum übergehen kann. Auch existiert ein Zerfall unter Aussendung eines Photons ohne eine Anregung eines Elektrons im Molekül. Dieser Effekt ist allgemein unter *Fluoreszenz* bekannt und steht in Konkurrenz zum Auger-Zerfall.



Abbildung 2.11: Schematische Darstellung des Auger-Zerfalles [HSann09].

Handelt es sich bei dem Target um ein mehratomiges Molekül, kann es auch zu kaskadenartigen Zerfällen kommen. So sind in einem Molekül Mehrfachionisationen durch Doppel-Auger-Zerfälle oder ganze Auger-Kaskaden möglich. Nach einem Auger-Zerfall kann es auch einen anschließenden TS1-Prozess geben.

#### 2.1.6 Coulomb-Explosion

Wurde ein Molekül mehrfach ionisiert, dann ist es nicht mehr stabil und zerfällt. Da sich die Fragmente aufgrund ihrer gleichnamigen elektrischen Ladung abstoßen, kommt es zu einer *Coulomb-Explosion*.

Es gilt Impulserhaltung und für den einfachen Fall zweier auseinander fliegender Teilchen:

$$\vec{p}_1 = -\vec{p}_2 \tag{2.28}$$

Beim Abstoßen wandelt sich die potentielle Energie der Ionen in kinetische um. Die frei werdende Energie wird als *Kinetic Energy Release (KER)* bezeichnet. Für diese Größe gilt in erster Näherung:

$$KER = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{q \cdot q}{R} \tag{2.29}$$

Da der KER umgekehrt Proportional zum Bindungsabstand R des Moleküls vor der Explosion ist, ermöglicht dies im Nachhinein Aussagen über den anfänglichen Abstand zu machen.

#### 2.1.7 Spektrometer

Zum Zeitpunkt der Coulomb-Explosion starten die verschiedenen Fragmente in unterschiedlichen Richtungen. Aufgabe des Spektrometers ist es nun, diese zu "sortieren" und auf den jeweiligen Detektor zu lenken. Wird eine konstante Spannung am Spektrometer angelegt, so fällt diese über angebrachte Widerstände ab - es entsteht ein homogenes, elektrisches Feld. Durchlaufen die Rückstoßionen und Elektronen dieses Feld, erfahren sie eine Beschleunigung  $\vec{a}$ . Auf sie wirkt die Coulombkraft und es gilt:

$$\vec{a} = \frac{\vec{E}q}{m} \tag{2.30}$$

Es gilt für die Länge der Beschleunigungsstrecke  $x_a$  in einer Dimension (bspw. x-Richtung) folgender Ausdruck (mit der Startgeschwindigkeit des Teilchens in x-Richtung  $(v_x)$ ):

$$x_a = \frac{1}{2}at^2 + v_x t \tag{2.31}$$

Hieraus entsteht folgende Relation für die Flugzeit eines Teilchens:

$$t = \frac{\sqrt{2E_x qmx_a + m^2 v_x^2 - mv_x}}{E_x q}$$
(2.32)

Möchte man die Impulskomponenten der Rückstoßionen bestimmen, so findet man zunächst die Bewegungsgleichungen für die zwei Raumrichtungen senkrecht zur Ausbreitungsrichtung:

$$x, y = v_{x,y} \cdot t = \frac{p_{x,y}}{m} \cdot t \tag{2.33}$$

In Flugrichtung muss die Beschleunigung im elektrischen Feld, sowie der Anfangsimpuls mit berücksichtig werden. *s* verläuft hierbei in Richtung der Beschleunigungsstrecke:

$$s = \frac{p_z}{m} \cdot t + \frac{E \cdot q \cdot t^2}{2 \cdot m} \tag{2.34}$$

Es ergeben sich hieraus die Impulse:

$$p_{x,y} = \frac{m \cdot x, y}{t} \tag{2.35}$$

$$p_z = \frac{m \cdot s}{t} - \frac{E \cdot q \cdot t}{2} \tag{2.36}$$

Für die Berechnung der Impulse auf der Elektronenseite sind etwas kompliziertere Rechnungen nötig, da die Bewegung der Elektronen durch das angelegte Magnetfeld beeinflusst wird. Dieses dient als "Führungsfeld" für Elektronen und wird dem elektrischen Feld überlagert. Es finden sich für die Impulse senkrecht zur Bewegungsrichtung folgende Gleichungen, deren Herleitung unter Referenz [TJahn05] nachgelesen werden können.

$$p_{x,e} = \frac{m_e(b \cdot x_e - a \cdot y_e)}{a^2 + b^2}$$
(2.37)

$$p_{y,e} = \frac{m_e(-a \cdot x_e - b \cdot y_e)}{a^2 + b^2}$$
(2.38)

Hierbei stellen a und b die Bewegung im Magnetfeld der Stärke B dar:

$$a = \frac{1 - \cos(\omega t_e)}{\omega}$$
  $b = \frac{\sin(\omega t_e)}{\omega}$   $\omega = \frac{e}{m_e}B$ 

Das Magnetfeld zwingt die Elektronen gemäß der Lorentzkraft auf eine Spiralbahn:

$$\vec{F}_L = q\vec{v} \times \vec{B} \tag{2.39}$$

Die Flugbahn der Elektronen gleicht einer Schraubenbahn mit zunehmender Steigung.

Möchte man den Radius und Umlaufdauer einer Gyration eines Teilchens (hier: Elektron) wissen, so muss die Zentripetalkraft betrachtet werden:

$$F_Z = \frac{mv^2}{r} \tag{2.40}$$

Gleichgesetzt mit der Lorentzkraft ergibt sich:

$$\frac{mv_{\perp}^2}{r_{Gyr}} = qv_{\perp}B \tag{2.41}$$

und somit für den Gyrations-Radius und die Umlaufperiode:

$$r_{Gyr} = \frac{mv_{\perp}}{qB} = \frac{p_{\perp}}{qB} \tag{2.42}$$

$$T_{Gyr} = \frac{2\pi m}{Bq} \tag{2.43}$$

Eine praktische Vereinfachung von Glg. 2.43 für eine einfache Berechnung der Umlaufperiode bei gegebenem Magnetfeld ist:

$$T_{Gyr}[ns] = \frac{357,22}{B[Gauss]}$$
(2.44)

Für die Impulsberechnung in Flugrichtung findet sich folgender Zusammenhang, welcher eine zeitfokussierende Driftstrecke  $s_{Drift}$  mit berücksichtigt.

$$s + s_{Drift} = \frac{p_{z,e}}{m_e} \cdot t_e + \frac{e \cdot E \cdot (t_e^2 - s_{Drift}^2)}{2 \cdot \frac{p_{z,e}^2}{m_e} + s_R \cdot e \cdot E}$$
(2.45)

Die analytische Lösung dieser Gleichung ist sehr komplex, weshalb sie in der Praxis meist iterativ gelöst wird. Weiteres hierzu findet sich in [LSchmi00].

Bei dieser Berechnung noch nicht berücksichtigt, ist die räumliche Ausdehnung des Targets. Der Jet hat auf der Höhe der Reaktionszone einen Durchmesser von etwa 1,2 mm, während bspw. ein Synchrotronstrahl im Bereich von etwa 2 mm Durchmesser liegt. Weiteres hierzu findet sich unter Kapitel 3.4.1 sowie detailliert unter Referenz [TWeb03].

Typische Recoil-Flugzeiten liegen im Bereich von einigen  $10\mu s$  - je nach eingestellter Beschleunigungsspannung. Da das Target keine ideale Punktquelle ist, sondern eine räumliche Ausdehnung besitzt, werden die Ionen an unterschiedlichen Orten gebildet. Startet ein Teilchen im Reaktionsvolumen etwas weiter vom Detektor entfernt, durchläuft es eine etwas längere Beschleunigungsstrecke als andere Teilchen, wird länger beschleunigt und trifft somit früher auf dem Detektor auf - hieraus entsteht eine Verbreiterung der Flugzeitverteilung. Um diesen Effekt zu unterdrücken, kann das Spektrometer flugzeitfokussierend ausgelegt werden, indem die Teilchen eine Driftstrecke (einen feldfreien Raum) durchfliegen. Hier können die weiter entfernt gestarteten, schnelleren Ionen die weiter vorne fliegenden einholen. Die genaue Geometrie einer solchen Driftstrecke kann aus der *Wiley-McLaren-Bedingung* bestimmt werden (siehe z.B. [MSchoe06]). Aus ihr geht, unter bestimmten Annahmen hervor, dass zur besten Flugzeitfokussierung die Driftstrecke die doppelte Länge der Beschleunigungsstrecke haben muss.

Ebenso spielt die Ausdehnung des Targets in senkrechter Richtung zur Flugbahn eine Rolle. Sie hat zur Folge, dass eine Verbreiterung des Ortes in der jeweiligen Dimension stattfindet. Um diese zu minimieren, können am Spektrometer ebenfalls ortsfokussierende Maßnahmen ergriffen werden: Sorgt man für einen Feldsprung, also einen elektrischen Widerstand anderer Größe zwischen zwei Spektrometerplatten, so entsteht aus einem ursprünglich homogenen elektrischen Feld an dieser Stelle eine elektrostatische Beschleunigungslinse. Sie stellt ein Analogon zur optischen Sammellinse dar. Die Ionen erhalten hierdurch eine zusätzliche Beschleunigungskomponente und können nun die auf dem Detektor verfügbare Ortsauflösung ausnutzen.

## Kapitel 3

# Funktionsweise und Aufbau der Anlage

Im folgenden Kapitel wird der Entstehungsprozess des neuen Versuchsaufbaus und dessen Komponenten von der Planung über die Konstruktion bis zum Zusammenbau und Inbetriebnahme des Experiments beschrieben. Sowohl Aufbau und Funktion der einzelnen Komponenten werden dargestellt, als auch deren physikalischtechnischer Hintergrund beleuchtet. Der komplette Aufbau entstand zunächst Stück für Stück am Computer als 3D CAD<sup>1</sup>-Modell. Hauptvorteil hierbei ist sicherlich, Größenverhältnisse direkt abschätzen, planen und vermessen zu können. Außerdem können Änderungen an Bauteilen durch geschicktes Setzen von Abhängigkeiten schnell realisiert werden.

Sämtliche Teile wurden als virtuelle Bauteile erstellt und dann später zu Baugruppen hinzugefügt. Um die entsprechenden Bauteile herzustellen, können direkt aus dem 3D-Modell mit der Computer Software Autodesk Inventor technische Zeichnungen erstellt werden, welche bspw. an die Feinmechanische Werkstatt des Instituts gegeben wurden. Industrielle Firmen in der Zerspanungstechnik fordern im Falle von Dreh- und Fräsarbeiten zusätzlich zu diesen Zeichnungen auch die 3D-Modelle, da aus diesen leicht CNC<sup>2</sup>-Programme generiert werden können, welche direkt von einer computergesteuerten Maschine zum Erstellen der Teile benötigt werden. Einige Abbildungen dieser Modelle sowie Zeichnungen finden sich in diesem Kapitel sowie als Anhang in dieser Arbeit wieder.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>CAD: Computer-Aided Design - rechnergestütztes Konstruieren. Mit Hilfe eines Computers können virtuelle Bauteile erzeugt werden.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>CNC: Computerized Numerical Control - computergestützte numerische Steuerung. Elektronische Methode zur Steuerung von Werkzeugmaschinen.
# 3.1 Versuchsaufbau

Wie eingangs bereits erwähnt, gab es neben dem Plan, eine neue bzw. überhaupt eine erste Reise- und nicht festinstallierte Kammer zu erstellen, weitere Vorgaben, die mit in das Projekt einfließen sollten.

Hauptbauteil des gesamten Aufbaus stellt die Vakuum-Kammer dar. Sie ist in drei unterschiedliche Einheiten unterteilt: Expansionskammer, Target (Haupt-) Kammer und Jetdump(s).

Eine Übersicht über den kompletten Aufbau ist in Abb. 3.1 zu sehen.



Abbildung 3.1: 3D-Modell des kompletten Experimentaufbaus. Zur besseren Darstellung wurde die Hauptkammer in "transparent" gezeichnet, um einen Blick ins Innere des Systems zu ermöglichen.



Abbildung 3.2: Vergrößerte Schnittdarstellung, welche den Verlauf den Gasjets (gelb) erkennen lässt.

Verfolgt man die "Flugrichtung" des Gas-Jets, so beginnt dieser in der Expansionskammer (links in Abb. 3.1 und Abb. 3.2 zu sehen).

Dieser Teil der Kammer besteht im Wesentlichen aus einem Rohrstück in T-Form mit den Flanschgrößen 2x DN250 CF, 2x DN160 CF und 1x DN100 CF. Weitere vier Anschlussports wurden in der Größe DN40 CF realisiert (siehe Abb. 3.3).

An der Expansionskammer sind eine Turbomolekularpumpe vom Typ PFEIFFER HIPACE2300, eine Widerange-Vakuummesszelle, elektrische Durchführungen, ein 3-Achs Manipulator mit Kryostat und Kryostatadapter für die Düse sowie die Verbindung zu den Jetblenden (Skimmern) und ihren Halterungen (Jethüte) montiert. Eine ausführliche Beschreibung des Jet-Systems folgt in Kapitel 3.3. Die Wahl des Hauptdurchmessers mit 250 mm wurde durch die Verwendung der großen Turbomolekularpumpe nötig. Normalerweise arbeiten Turbomolekularpumpen in Druckbereichen des Hochvakuums ( $< 10^{-4}mbar$ ). Wird zur Erzeugung von hohen Targetdichten das Gas mit bis zu 60 bar in die Expansionskammer geleitet, so muss der Anteil des Gases, welcher nicht die Blenden zur Hauptkammer passiert, wieder abgepumpt werden - in der Regel über 99,99 % des Gasjets. Dieser Gasanfall kann mit der verwendeten Turbomolekularpumpe durch den entsprechend hohen Gasdurchsatz von  $20 \, mbar \cdot l/s$  bewältigt werden (siehe hierzu auch Kap. 2.1.3). Wird eine Pumpe längere Zeit über dieser Leistungsgrenze bei zu hohem Gasanfall betrieben, so kann diese die Drehzahl nicht mehr halten und schaltet schließlich ab. Deshalb wurde die Konstruktion der Expansionskammer so vorgenommen, dass an den verbleibenden, seitlichen CF160 Ports die Anschlussmöglichkeit für weitere Turbomolekularpumpen der 700 l/s-Klasse bleiben, um mit mehr Pumpleistung noch höhere Targetdichten zu erzielen.

Aufgrund der Einbauposition der Expansionskammer, welche sich sehr dicht ober-

halb der Turbomolekularpumpen der Hauptkammer befindet, war es nicht möglich, die kleineren Flansche in CF40, welche oft für elektrische Durchführungen genutzt werden, an der Unterseite anzubringen. Durch die horizontalen CF160 Ports blieb also nur die Möglichkeit einer Montage zwischen dem vertikalen CF100 und den horizontalen CF160 Flanschen.



Abbildung 3.3: Zeichnung der neu konstruierten Expansionskammer in DN250 CF

Um nun einen sehr definierten und gerichteten Jet zu bekommen, muss der Strahl mittels spezieller Blenden (Skimmern) beschnitten werden, wobei diese in zwei getrennt gepumpten Vakuumbereichen angebracht sind.

Dieses Prinzip des differentiellen Pumpens wird in Kapitel 3.3.1 und 2.1.3.1 genauer erläutert. Die zweistufigen Skimmerhalterungen (Jethüte) sowie der spezielle Flansch, welcher ein differentielles Pumpen ermöglicht, sind ebenfalls an die CF250-Norm angepasst und neu gebaut worden - sie verbinden die Expansionskammer mit der Hauptkammer (auch Targetkammer genannt).

In ihr befindet sich das Spektrometer, bestehend aus zwei Detektions-Abschnitten, in welchem schließlich die Wechselwirkung zwischen Projektil und Target stattfindet.

Die Hauptkammer besteht aus einem zylindrischen Rohr mit 850 mm Länge und einem Durchmesser von 300 mm. Hier befinden sich eine Vielzahl von abgehenden Rohren (Ports) in verschiedenen Größen und Ebenen. (Eine Zeichnung der Hauptkammer mit sämtlichen Schnittebenen befindet sich im Anhang). Ein CF250-Port stellt das Verbindungsstück zur bereits erwähnten Expansionskammer dar. Die *Jetebene* wird auf der Höhe im System definiert, auf welcher sich der Jet befindet und die Wechselwirkung mit dem Projektil stattfindet. In dieser Ebene befinden sich weiterhin Anschlüsse in CF100-Norm für das Einlassen der Projektile, sowie zum differentiellen Abpumpen des Jets (*Jetdump*) und des Projektilstrahls (*Beamdump*).

Die Jetdumps bestehen aus langen Aluminium-Rohren, welche den Jet "einfangen" und ein Rückströmen des Targetgases in der Hauptkammer verhindern. Sie sind in zwei aufeinander folgenden CF100-Kreuzstücken montiert und mittels Rohrblenden voneinander getrennt. Durch die Verwendung von zwei Turbomolekularpumpen an jeweils einem der Kreuze ist wieder differentielles Pumpen möglich (siehe hierfür auch Kap. 3.3). Aufgrund der Rückstreuung von Elektronen, welche aus Sekundärreaktionen des Photonenstrahls mit Teilen des Spektrometers resultieren können, muss dieser nach Durchgang der Reaktionszone ebenfalls "aufgefangen" werden. Der hierfür verwendete Beamdump ist eine in einem langen CF100-Rohrstück montierte Aluminiumplatte.

Mittels Turbomolekularpumpen für die Hauptkammer wurde ein Saugvermögen von 1400 l/s verwirklicht. Hierfür wurden zwei Flansche der Größe CF160 an der Kammer vorgesehen, an welchen zwei Pumpen vom Typ Pfeiffer HiPace700 verbaut wurden.

Mit der Realisierung der Hauptkammer in DN 300CF besteht nun die Möglichkeit, einen so genannten Hex-Detektor mit einer vollabdeckenden Detektionsfläche von 120 mm in einem kompakten Reiseexperiment verbauen zu können.

Einen so großen Detektor gab es bisher nur als Prototyp in einem COLTRIMS-Experiment, in welchem jedoch deutlich mehr Platz zur Verfügung stand.

Ebenso musste eine Wahl für einen CF300-Standard getroffen werden, da Vakuum-Bauteile nur bis zu einer Größe von CF250 standardisiert sind. In diesem Fall fiel die Wahl auf die Variante mit 32 Flanschschrauben in M10 nach Norm ISO-TS 3669-2:2007. Hiermit wurde Neuland in der Frankfurter Gruppe betreten, da bisher keine Bauteile dieser Größe verbaut wurden, weshalb Zubehör wie FKM<sup>3</sup>- und Kupferdichtungen nicht vorhanden waren und aufgrund mehrerer Normen nicht überall bzw. teurer zur kaufen sind.

 $<sup>^3\</sup>mathrm{FKM}:$  Fluorkautschuk. Auch unter dem Markennamen Viton bekannt.



Abbildung 3.4: Die Hauptkammer in DN300 CF - **links** das Computermodell (durchsichtig), **rechts** die fertige Edelstahlkammer nach dem Auspacken.

Weiterhin sollte natürlich auch eine Vergrößerung der Hauptkammer die Möglichkeit bieten, neben vergrößerten Detektoren, mehr Platz für ein langes Spektrometer, sowie sonstige Bauteile zu haben.

Detektoren und Spektrometer sind, wie bei bisherigen CF250 Kammern auch, am obersten Deckel-Flansch auf Edelstahlstangen der Reihe nach aufgefädelt und bilden mit diesem eine Einheit. So kann die Detektoreinheit als ein Bauteil mit allen Kabeln und Anschlüssen komfortabel aus der Kammer herausgenommen werden, um so die nötigen Reparatur- oder Umbauarbeiten vor einer neu geplanten Messung durchführen zu können. Eine Übersicht der Hauptkammer zeigt Abb. 3.4. Oft waren es die kleinen Verbesserungen, die im Falle dieses Projektes direkt von Mitgliedern der Arbeitsgruppe kamen, welche schon einige Erfahrungen mit vorherigen Kammer-Generationen hatten.

Trotz der Vergrößerung vieler Bauteile sollte der Aufbau weiterhin kompakt bleiben, damit an verschiedenen Messplätzen keine Platzprobleme entstehen. Häufig stellen sich hier zu kleine Türen und Gänge als große Hindernisse dar. Die Außenmaße des Kammergestells, welches aus Aluminium-Profilen mit Nuten mittels Winkeln und Verschiebemuttern gebaut wurde, sollten gleich den Gestellen der bisherigen Aufbauten sein. Dies hat auch den Vorteil, dass der bereits vorhande-

ne, rollbare Kammerboden weiterhin benutzt werden konnte. Dieser stellte sich in der Vergangenheit auf Strahlzeiten als sehr brauchbar heraus, da er sowohl Räder zum bewegen besitzt, als auch verstellbare Feststellfüße. Die Kammer kann auf ihm mittels untergelegter Teflon-Gleiter und am Boden angebrachter Gewindestangen gefühlvoll justiert werden. Ebenso bietet das Kammergestell Platz für die Pumpen- und Vakuumsteuerelektronik, einen Vorpumpstand sowie die Möglichkeit, die Expansionskammer inklusive Turbomolekularpumpe auf einem speziell konstruierten Schlitten mit wenigen Handgriffen und ohne Hebezeug zum einfachen Düsenwechsel abzuflanschen und "herauszufahren". Weiterhin sollte mit dem neuen Kammergestell die Problematik behoben werden, dass die untere der beiden Helmholtzspulen nicht ausgebaut werden kann, wie es bei bisherigen Coltrims-Experimenten der Fall ist, und es daher es oft zu Transportschwierigkeiten kommt. Damit der Versuchsaufbau auch an anderen Forschungseinrichtungen an jeden Platz bewegt werden kann, wurde das Kammergestell so konstruiert, dass alle Teile der Helmholtzspulen demontierbar sind, welche über den Kammerboden hinausragen.

Die Helmholtzspulen bestehen aus Standard 10 mm Kupferrohr mit Kunststoffummantelung, wie es auch oft im Heizungsbau verwendet wird (WiCu-Rohr). Großer Vorteil bei Verwendung dieser Rohre ist nicht nur der vergleichsweise sehr günstige Preis, sondern auch, dass man Kupferleitungen mit genügend Querschnitt für mehrere 100 A Strom hat, welche ganz einfach wassergekühlt werden können und gleichzeitig elektrisch isoliert sind. Diese Spulen sind es, die das homogene Magnetfeld erzeugen, welches die Elektronen auf eine Spiralbahn zwingt. Sie haben einen achteckigen Halterahmen aus Aluminiumprofilen, um welche die Kupferrohre insgesamt 15-mal gewickelt sind und einen Durchmesser von 1,40 m haben. Befestigt sind die Spulen auf Gewindestangen mit Rendelschrauben, welche wiederum an der Kammer befestigt sind. Beide Spulen sind über 4 Aluminium-Profilstreben mit einer Länge von 70 cm verbunden. Daher sind sie immer parallel im richtigen Abstand zueinander angeordnet, womit die Helmholtz-Geometrie hergestellt wird. Die Befestigung der Spulen erlaubt es nun, beide parallel zu Verkippen; dies ist unbedingt notwenig, da die Spulen auch das Erdmagnetfeld ausgleichen müssen. Da das Erdmagnetfeld bzw. dessen Inklination<sup>4</sup> nicht überall gleich ist, muss diese Einstellung vor jedem Experiment mittels der Wiggle-Messung (siehe Kap. 4.2) erneut durchgeführt werden. Die obere der beiden Spulen kann, wie bisher auch, ggf. ganz abgenommen werden. Dies ist jetzt mit der unteren Spule ebenfalls möglich, da das Kammergestell zwischen Expansions- und Targetkammer geteilt werden kann. Durch Anheben der Kammer mittels eines Kranes oder speziell hier-

 $<sup>^4</sup>$ Inklination: Neigungswinkel des Erdmagnetfeldes zur Horizontalen (Eintrittswinkel). Sie beträgt in Deutschland zwischen 63° und 70°

für angefertigten Kurbelwinden, kann die Kammer ein Stück angehoben und die untere Spule nach unten heraus geschoben werden. Ist dies geschehen, betragen die Außenmaße des Experiments (ohne Kammerboden) nur noch 750 mm in der Breite sowie 2100 mm in der Länge!

### 3.2 Vakuumsystem

Um die Messergebnisse nicht zu verfälschen, möchte man möglichst viele Ereignisse aus der Wechselwirkung zwischen dem Projektil und dem Target haben. Allerdings verbleibt immer ein gewisser Anteil der Luft in der Kammer (Restgas), welcher für Untergrund-Reaktionen verantwortlich ist. In den folgenden Kapiteln werden die Effekte beschrieben, welche bei der Erzeugung von Vakuum bei einem COLTRIMS-Experiment eine Rolle spielen und welche Maßnahmen ergriffen werden müssen, damit der gewünschte Enddruck erreicht werden kann. Vorgaben für das Vakuumsystem des Aufbaues waren ein UHV in der Targetkammer im Bereich  $10^{-10}$  mbar. Gleiches gilt für die Jetdumps; hier darf es zu keiner nennenswerten Rückströmung des Targetgases in die Hauptkammer kommen.

Die Expansionskammer benötigt kein so gutes Vakuum, jedoch müssen große Gaslasten bewältigt werden können. Diese entstehen, wenn ein Gasjet von hoher Teilchendichte mit viel Düsenvordruck erzeugt werden soll, da nur unter 0,01 % des Gasjets in die Hauptkammer gelangen und der restliche Anteil aus der Expansion weggepumpt werden muss. Als Endruck sind in der Expansionskammer  $1 \cdot 10^{-6} mbar$ ohne Jetbetrieb ausreichend - wird ein Gas expandiert, sollte der Druck nicht über  $1 \cdot 10^{-2}mbar$  ansteigen. Dieses Thema wird gesondert in Kapitel 3.2.4 betrachtet. Bei diesem Experiment kommen zur Vakuumerzeugung die Typen Membranpumpe, Scrollpumpe und Roots-Verdichter im Vorvakuum, sowie Turbomolekularpumpen und eine Kühlfalle (Kryopanel) an der Hauptkammer zur Hochvakuumerzeugung zum Einsatz. Die Arbeitsweise dieser Pumpen wurde bereits in Kapitel 2.1.3 beschrieben.

Zur Ultrahochvakuumerzeugung in der Targetkammer dienen Turbomolekularpumpen. Zwei Pumpen vom Typ HIPACE700 mit einem Gesamtsaugvermögen von 1400 l/s sind unterhalb der Jetebene auf je einem CF160-Flansch montiert, um möglichst viel Pumpquerschnitt zu haben. In den Jetdumps sind Turbomolekularpumpen mit jeweils 300 l/s als differentielle Pumpstufen verbaut. Da in diesen beiden Bereichen des Experiments Ultrahochvakuum erzeugt werden soll, sind sehr gute Vorvakua nötig. Zur Verbesserung der Kompression, insbesondere bei sehr leichten Gasen (He,  $H_2$ ), sind diese Turbomolekularpumpen mit Hollweckstufen ausgestattet. Das Endvakuum  $p_e$  in den Hochvakuumabschnitten ist nun durch die Kompression  $K_0$  der Turbomolekularpumpe und des Vorvakuumdrucks  $p_v$  bestimmt (siehe Gleichungen 2.13, 2.15, 2.16).

$$p_e = \frac{p_v}{K_0} \tag{3.1}$$

Hierbei muss das Produkt der Kompressionen aller hintereinander geschalteten Pumpsysteme angenommen werden bzw. bildet jede Kompressionsstufe einen weiteren Übergang von einem Vor- zu einem Enddruck.

Aus diesem Grund wird versucht, durch einen Vorpumpstand, welcher selbst schon eine Turbomolekularpumpe besitzt, ein möglichst gutes Vorvakuum zu generieren. Pumpstände, wie sie hier verwendet werden, besitzen eine kleine Membranpumpe mit einem kleineren Saugvermögen von etwa  $1 m^3/h$ , welche einen Enddruck von einigen mbar liefern. Diese genügen jedoch, um als Vorvakuumpumpe für eine Turbomolekularpumpe von 80 l/s Saugvermögen eingesetzt zu werden. Somit können die in einem kompakten und gut transportablen Gehäuse untergebrachten Pumpstände zwar keine großen Gasmengen fördern, jedoch einen guten Enddruck von bis zu  $1 \cdot 10^{-8} mbar$  erreichen. Daher bilden sie ein ideales Vorvakuumsystem für Hauptkammer und Jetdumps.

Damit jedoch das gute Vakuum der Target- und Jetdumpsektion nicht durch das Vorvakuum der Expansion verschlechtert wird, sind diese beiden Vakua im Jetbetrieb durch ein Ventil voneinander getrennt. Dieses Ventil stellt einen *Bypass* für das Vorvakuumsystem dar. Dessen Benutzung wird in Kapitel 3.2.5 erklärt.

Pirani-Messzellen vom Typ TTR91 sind an der Kammer an drei verschiedenen Stellen im Vorvakuum verbaut - an der Expansions- und Targetkammer sowie am Jetdump. Bei diesem Typ handelt es sich um eine aktive Messzelle, sodass die Messwerte direkt an einem Anzeigegerät, welches auch die Versorgungsspannung für den Pirani-Sensor bereitstellt, ausgelesen werden können. Gleiches gilt für die Messzellen des Ultrahochvakuums. Diese aktiven Widerange Messzellen vom Typ ITR90 oder ITR200 (diese Messzelle besitzt zusätzlich ein Ersatz-Filament) sind an vielen Stellen des hier beschriebenen Vakuumsystems verbaut. Sie bestehen aus einer Kombination aus Pirani- und Bayard-Alpert Messzelle, deren Funktion in Kapitel 2.1.4 beschrieben ist. Zur Messung des Ultrahochvakuums in der Targetkammer wird eine passive Bayard-Alpert Messzelle mit Röntgen-Reststromkompensation (BARION) verwendet, deren Spannungsversorgung mit in dem Anzeigegerät untergebracht ist und eine Messung bis in Druckbereiche von  $10^{-12} mbar$  erlaubt. Die durch den Messprozess entstehenden, niedrigen Spannungssignale müssen daher über ein teures Spezialkabel von der an der Kammer angeflanschten Messröhre zum Auslesegarät geleitet werden. Hierdurch sind nur begrenzte Kabellängen möglich.

Wird ein COLTRIMS-Experiment an eine Beamline angeschlossen, so wird meist zwischen der Hauptkammer und dem Ausgang der Beamline eine zusätzliche differentielle Pumpstufe montiert, welche aus zwei Pumpen und zwei Blenden besteht (siehe Kap. 2.1.3.1).

Die Lochblenden sind gerade so groß, dass der Photonenstrahl der Beamline hindurch passt. Das meist in der Beamline vorherrschende Vakuum im Bereich von  $10^{-9}$  mbar bis  $10^{-10}$  mbar kann so aufrecht erhalten werden, selbst wenn der Druck in der Hauptkammer relativ hierzu schlechter ist, z.B. wenn der Gasjet eingelassen wird, bzw. der Druck in der Targetkammer durch zu kurze Ausheiz- und Pumpzeiten noch nicht niedrig genug ist.

Am Versuchsaufbau werden 1-2 Massenspektrometer zur Messung der Partialdrücke der verschiedenen Bestandteile des Restgases verwendet. Eines wird im Jetdump in der Jetebene verwendet, um eine einfachere Justage des Gasjets zu ermöglichen. Besonders bei wenig dichten Gasjets, bei welchen das Gas mit wenig Druck in die Kammer gelangt, kann es schwer sein anhand der Beobachtung des Totaldruckes, welcher durch die Widerange-Messzellen gemessen wird, festzustellen, ob der Jet auch wirklich im Jetdump ankommt. Mit dem Massenspektrometer wird speziell der Partialdruck des Targetgases gemessen. Dessen Anstieg kann als Indikator für eine korrekte Ausrichtung der Düse bzw. des gesamten Jetstrahls benutzt werden.

Ein weiteres Massenspektrometer ist an der Hauptkammer montiert, um anhand der Zusammensetzung des Restgases Maßnahmen zur Verbesserung des Vakuums ergreifen zu können.

Hauptbestandteile des Restgases sind in der Regel  $H_2O$  (18u),  $H_2$  (2u),  $OH^+$  (17u) - dieser entsteht im Massenspektrometer durch die Elektronenstoßionisation von  $H_2O$ ,  $O_2$  (16u),  $N_2$  (28u) und  $O_2$  (32u).

Ein erhöhter Stickstoff-Peak im Spektrum würde bspw. auf ein (virtuelles) Leck hindeuten, ein hoher Wasseranteil zeigt an, dass ein Ausheizen der Kammer und die Benutzung der Kühlfalle nötig wird. Insbesondere während des Ausheizens kann anhand des Massenspektrums des Restgases überprüft werden, ob sich die Zusammensetzungen signifikant nach einer bestimmten Zeit ändern. Hierzu kann mit der Massenspektrometer-Software eine Langzeitmessung für ausgewählte Massen, bzw. Gassorten durchgeführt werden. Ein Beispiel für ein Restgasspektrum ist in Abb. 3.5 dargestellt.



Abbildung 3.5: Restgasspektrum in der Hauptkammer vor dem Ausheizen am Soleil. Die deutlich erkennbaren Peaks gehören zu den im Text genannten Hauptbestandteilen des Restgases der Massen 16u, 17u, 18u und 28u.

#### 3.2.1 Materialien im Vakuum

Ebenso zum Restgas tragen Ausgasungen aus Materialien im Vakuum sowie Verunreinigungen bei. Ein Gasanfall bzw. Gasstrom  $Q_{pV}$  wird durch die allgemeine Gasgleichung beschrieben, wenn diese pro Zeiteinheit betrachtet wird:

$$Q_{pV} = \frac{p \cdot V}{t} = \frac{m \cdot R \cdot T}{t \cdot M}$$
(3.2)

Bei der Herstellung der Kammer sowie von Einbauteilen ist also darauf zu achten, aus welchem Material sie gefertigt werden. Generell gilt hierbei als Faustregel, dass möglichst "reine" Materialien verwendet werden sollten, da hier die Vakuumeigenschaften am besten bekannt sind. Die am häufigsten verwendeten Metalle sind Aluminium, Kupfer und Edelstahl.

Kunststoffe sind bis auf wenige Ausnahmen (z.B. PEEK<sup>5</sup>, PTFE<sup>6</sup>) durch die vielen Zusatzstoffe, wie z.B. Weichmacher oder in ihnen gebundene Gase, für Anwendungen im UHV-Bereich nicht geeignet. Insbesondere Kohlenwasserstoffe, welche einen niedrigen Dampfdruck besitzen, desorbiern rasch im Vakuum. Daher werden als Kabelisolationen Teflon- oder Kaptonkabel benutzt.

Die Diffusion von Kunststoffen, also der zu erwartende Gasanfall, kann beschrieben

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>PEEK: Polyetheretherketon. Hochtemperaturbeständiger thermoplastischer Kunststoff

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup>PTFE: Polytetrafluorethylen. Handelsname Teflon

werden durch:

$$Q_{diff} = q_{diff} \cdot A_d \cdot \sqrt{\frac{t_0}{t}}$$
(3.3)

wobei  $q_{diff} \left[\frac{mbar \cdot m^3}{s \cdot m^2}\right]$  die flächenspezifische Desorptionsrate für den jeweiligen Kunststoff ist,  $A_d$  dessen Oberfläche im Vakuum, sowie  $t_0$ , t Start- und Messzeit sind. Ebenso werden Kabelverbindungen im UHV nur gequetscht oder verschraubt und nicht verlötet, da dem Lötzinn Blei und andere Stoffe als Flussmittel beigegeben werden, welche ebenfalls schlechte Vakuum-Eigenschaften haben.

Aus Aluminium bestehen die meisten der Detektorkomponenten, sowie die Jetdumps. Hier kommt die Aluminium-Legierung AlMgSi1 zur Anwendung, die sich vor allem durch eine sehr hohe Korrosionsfestigkeit auszeichnet und keine im Vakuum ausgasenden Bleizusätze hat.

Kupfer wird wegen der guten Wärmeleitung als Reinkupfer beim Kryostatadapter verwendet - die Spektrometerplatten sind ebenfalls aus Kupfer oder, wie in diesem Fall, aus einer speziellen Zinn-Bronze-Legierung  $(CuSn_6)$ , um sie dünner herstellen zu können.

Penibel muss ebenso darauf geachtet werden, keine Hohlräume - so genannte virtuelle Lecks z.B. beim Zusammenbau des Detektor-Systems entstehen zu lassen. Sack-Gewindelöcher müssen daher unbedingt entlüftet werden.

Soll in der Targetkammer ein Vakuum im UHV-Bereich erreicht werden (hier etwa  $10^{-10} mbar$ ), so ist nicht nur ausreichend Pumpleistung nötig, sondern auch eine spezielle Behandlung der Hauptkammer. Die Wahl der richtigen Stahlsorte und die Oberflächenbehandlung im Inneren sind hier maßgeblich. Bei so niedrigen Drücken besteht das Restgasspektrum vorwiegend aus Wasser und Wasserstoff (siehe hierfür auch Abb. 3.5 in Kap. 2.1.4). Wasserstoff ist das leichteste Element und kann daher zum einen sehr schlecht von Turbomolekularpumpen abgepumpt werden, zum anderen diffundiert er aus Stahlteilen leicht heraus. Zum Vergleich: Eine an der Hauptkammer verwendete Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen von 700 l/s hat für Stickstoff eine Kompression > 10<sup>11</sup> und für Wasserstoff nur noch  $4 \cdot 10^5$  - also nur noch etwa ein Millionstel!

Das Rohr der Hauptkammer besteht aus einem speziellen Edelstahl 316 (1.4429) und die Flansche aus 316LNS (1.4429 ESU). Beides sind sehr hochlegierte Edelstähle, welche nicht nur eine besonders dichte Struktur aufweisen, sondern auch unmagnetisch sind. Dies ist besonders wichtig, da die Messung, insbesondere der Elektronen, nicht durch ungewollte Magnetfelder, welche sich in magnetischen Strählen bündeln können, gestört wird. Dieser Effekt ist natürlich besonders von der Masse des verbauten Stahls abhängig. Daher sind die deutlich schwereren Flansche aus einem im Elektroschlacke-Umschmelz-Verfahren gefertigtem Stahl hergestellt, welcher hierdurch nochmals eine höhere Reinheit erreicht.



Abbildung 3.6: Blick in die Hauptkammer im Auslieferungszustand. Die Oberfläche ist elektropoliert. Gut zu erkennen sind die innen geschweißten Rohrabgänge (Ports).

Auch gilt es, die Oberfläche der Kammerinnenseite möglichst gering zu halten, also glatt zu fertigen. Hierfür wird das so genannte Elektropolieren angewendet. Dieses Verfahren benutzt ein chemisches Elektrolyt (Mineralsäuren), welches unter Anlegen einer Spannung an das Bauteil zu einer elektrochemischen Abtragung (ähnlich der Elektrolyse) führt. Die Rauhigkeiten im  $\mu m$ -Bereich des Edelstahls werden geglättet und so die Oberfläche verringert.

Um Verunreinigungen im Stahl selbst zu entfernen, wird im Anschluss an das Elektropolieren die Kammer in einem Vakuumofen bei über 1000°C Wasserstoff-arm geglüht. Bei diesem Vorgang entweichen die im Metall eingelagerten Wasserstoffatome aus dem Bauteil durch Effusion<sup>7</sup>. Diese können so später im Vakuum nicht mehr austreten.

Da die Innenseite der Kammer den größten Beitrag an Oberfläche im Vakuum leistet, ist der Gasanfall durch Desorption, also das Verlassen von Gasmolekülen auf der Oberfläche, zu beachten. Er kann beschrieben werden durch:

$$Q_{des} = q_{des} \cdot A \cdot \frac{t_0}{t} \tag{3.4}$$

In Druckbereichen unter  $10^{-8} mbar$  spielt neben den oben beschriebenen Ausgasungen auch die Permeation eine Rolle. Leichte Gase (vor allem Wasserstoff und Helium) können das Kammermaterial von Außen nach Innen durchdringen.

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup>Effusion: In einem Material eingeschlossene Gase können dieses verlassen, wenn sie so kleine Moleküle haben, dass sie durch die Gitterstruktur des Materials passen.

Der Gasanfall durch Permeation ist zeitunabhängig und proportional zum Druckgradienten  $(\frac{p_0}{d} [\frac{mbar}{m}]; p_0, d$ : Außendruck, Kammerwandstärke), zur Permeationsfläche A (Kammerfläche) sowie einer materialabhängigen Permeationskonstanten (auch: Permeationsleitfähigkeit)  $k_{perm}$ :

$$Q_{perm} = k_{perm} \cdot A \cdot \frac{p_0}{d} \tag{3.5}$$

Die Permeationskonstante  $k_{perm}$  wird oft mit den Bezugswerten  $A = 1 m^2$ , d = 1 mm,  $p_0 = 1013 mbar$  angegeben. Zudem steigt die Permeation mit zunehmender Wandtemperatur; für Stickstoff ist der Permeationsgasstrom erst ab über 100°C relevant. Für Wasserstoff hingegen leistet dessen Permeation schon bei Raumtemperatur einen messbaren Beitrag zum Gasanfall. Für ein typisches Stahlrohr (1 mm Wandstärke, 1 m<sup>2</sup> Wandfläche) bei Raumtemperatur liegt die Permeationskonstante von Wasserstoff im Bereich von:

$$k_{Perm} \approx 5 \cdot 10^{-5} \, \frac{mbar \cdot l}{s} \cdot \frac{10 \, mm^2}{m^2 \cdot bar}$$

Anhand von Undichtigkeiten sowohl außerhalb als auch innerhalb der Apparatur entstehen Lecks. Dieser (meist ungewollte) Gasdurchfluss bzw. Druckanstieg  $\Delta p$ in der Zeit  $\Delta t$  dringt ins Vakuumvolumen V ein, und führ zu einer Leckrate:

$$Q_l = \frac{\Delta p \cdot V}{\Delta t} \tag{3.6}$$

Betrachtet man nun alle in diesem Kapitel aufgeführten Effekte, die zu einem Gasanfall im Vakuum führen, dann ergibt sich der Gesamt-Gasanfall des Systems durch Addition der Komponenten Diffusion, Lecks, Desorption und Permaeation, also der Gleichungen 3.3 - 3.5:

$$Q_{ges}(t) = Q_{diff}(t) + Q_l(t) + Q_{des}(t) + Q_{perm}$$
(3.7)

Hauptaufgabe der Vakuum-Pumpen ist es, den Rezipienten von Atmosphäre abzupumpen und den Gesamt-Gasanfall im Enddruck-Bereich abpumpen zu können, sodass dieser gehalten werden kann. Der gesamte Gasanfall im System  $Q_{ges}(t)$ muss also kleiner gleich dem maximalen Gasdurchsatz der Vakuumpumpen sein (siehe Glg. 2.12). In der Praxis sollte das Pumpensystem so ausgelegt werden, dass dessen Saugleistung etwa um den Faktor 10 größer ist, als der gesamte Gasanfall im System [Pfei09]. Möchte man einen Enddruck von  $1 \cdot 10^{-10} mbar$  erreichen, und der Gesamt- Gasanfall beträgt  $Q_{ges} = 1 \cdot 10^{-8} mbar \cdot \frac{l}{s}$ , so sollte also ein Saugvermögen von  $q_{Pump} = 1000 \frac{l}{s}$  zur Verfügung stehen, damit der Enddruck sicher stabil gehalten werden kann.

#### 3.2.2 BEISPIELRECHNUNG

Grundlage für die Berechnung des Enddruckes im vorliegenden Aufbau stellt Gleichung 3.7 dar. Sie beschreibt den Gesamtgasanfall im System, welcher in einem gewissen Zeitraum stattfindet. Beispielhaft sollen hier einige Abpumpzeiten berechnet werden, die nötig wären, um den gewünschten Enddruck von  $1 \cdot 10^{-10} mbar$ in der Hauptkammer zu erreichen. Bei den folgenden Rechnungen handelt es sich nicht um präzise Werte, sondern vielmehr um Abschätzungen. Ziel ist es, ein Gefühl für die Größenordnungen zu bekommen.

Aus der Geometrie der Hauptkammer mit Durchmesser 300 mm und Länge 850 mm folgt inkl. Rohrabgängen eine Oberfläche von etwa  $A = 1 m^2$  sowie ein Kammervolumen von etwa  $V = 0,075 m^3$ . Für zwei Viton-Dichtungen der Größe CF300 wird eine Fläche von  $A_d = 0,005 m^2$  angenommen.

Die Leckrate kann mittels eines He-Lecksuchers bestimmt werden - sie liegt in der Größenordnung  $Q_l \approx 10^{-8} \frac{mbar \cdot l}{s}$ . Nachgeschlagen werden müssen die Desorptionsraten von Viton (Kunststoff) und Edelstahl (Metall) deren größter Beitrag zum Restgas der Wasserdampf liefert. Sie liegen bei:

$$q_{desK} = 1, 2 \cdot 10^5 \, \frac{mbar \cdot m^3}{s \cdot m^2}$$
$$q_{desM} = 2, 7 \cdot 10^6 \, \frac{mbar \cdot m^3}{s \cdot m^2}$$

Zunächst wird die Anpumpzeit der Kammer mit dem großen Vorpumpstand, bestehend aus Scroll- und Rootspumpe, berechnet werden. Da die Rootspumpe mit einer Saugleitung von  $250 \frac{m^3}{h}$  von der Scrollpumpe mit nur  $35 \frac{m^3}{h}$  vorgepumpt wird, kann eine effektive Saugleistung mit  $150 \frac{m^3}{h}$  abgeschätzt werden. Dieser Wert stammt aus Vergleichsmessungen mit Drehschieberpumpen als Vorvakuumpumpen. Der Enddruck des Vorpumpstandes liegt im Bereich  $p_1 = 1 \cdot 10^{-3} mbar$ .

Für die Abpumpzeit  $t_1$  eines Behälters mit dem Volumen V von einem Startdruck  $p_0$  auf einen Enddruck  $p_1$  gilt bei bekanntem Saugvermögen S:

$$t_1 = \frac{V}{S} \cdot \ln \frac{p_0}{p_1} \tag{3.8}$$

Dies ergibt in unserem Fall  $t_1 = 0,007 h = 0,4 min$ . In der Praxis werden die Pumpen zunächst hochgefahren und dann mittels eines Schraubventils die Kammer langsam evakuiert, damit die Pumpen nicht gegen eine große Menge Gas mit Atmosphärendruck arbeiten müssen. Weiterhin soll durch das langsame Abpumpen die empfindlichen Detektorteile im Inneren der Kammer geschont werden insbesondere die MCP's (siehe Kap. 3.4.2) haben eine sehr feinporige Oberfläche, welche nur langsam ausgepumpt werden darf. Ebenfalls befindet sich zum Zeitpunkt des Anpumpens noch eine große Menge Wasser im Vor- und Hochvakuumsystem, dessen Verdampfen hier nicht mit berücksichtigt wurde und für eine spürbare Verlängerung der Abpumpzeit um einige Minuten sorgt.

Nun kann die Zeit berechnet werden, die **theoretisch** benötigt werden würde, um die Hauptkammer mit den zwei Turbomolekularpumpen von Vorvakuum auf einen Druck von  $1 \cdot 10^{-10} mbar$  zu bringen. Hierbei nicht berücksichtigt sind die Gasanfälle.

$$t_2 = \frac{75 \, l}{1400 \, l/s} \cdot \ln(\frac{1 \cdot 10^{-3} \, mbar}{1 \cdot 10^{-10} \, mbar}) = 0,9 \, s$$

Nun sollen die Gasanfälle mit einberechnet werden. Aus Formel 3.4 folgt:

$$t_{3} = \frac{q_{desM} \cdot A \cdot t_{0}}{\underbrace{S \cdot p_{b3}}_{Q_{desM}}} = \frac{2.7 \cdot 10^{-6} \, mbar \cdot m^{3} \cdot 1 \, m^{2} \cdot 1 \, h}{1400 \, \frac{l}{s} \cdot 1 \cdot 10^{-10} \, mbar \cdot s \cdot m^{2}} = 19285 \, h = 804 \, d$$

Zum Vergleich: Soll ein Enddruck von  $1 \cdot 10^{-8} mbar$  erreicht werden, so erhält man als Ergebnis nur noch 8 Tage!

Da so lange Pumpzeiten in der Praxis nicht akzeptabel sind, müssen die Ausgasungen durch Ausheizen der Kammer verkürzt werden (siehe Kap. 3.2.3) Betrachtet man die Desorption der FKM-Dichtungen, wird diese Notwendigkeit noch deutlicher, obwohl sie nur eine sehr kleine Fläche im Vakuum ausmachen.

Es gilt nach Formel 3.3:  $t_4 = \frac{q_{desK}^2 \cdot A_d^2 \cdot t_0}{S^2 \cdot p_4^2} \approx 150.000 \, h = 6250 \, d$ 

Weniger entscheidend ist der Druckanstieg, welcher durch die Leckrate zustande kommt. Er beträgt  $p_l = \frac{Q_l}{S} \approx 7 \cdot 10^{-12} \, mbar$  und kann daher vernachlässigt werden. Für die Abpumpzeit von Atmosphäre bis zum gewünschten Arbeitsdruck von  $1 \cdot 10^{-10} \, mbar$  würde also  $t_{ges} = t_1 + t_2 + t_3 + t_4$  gelten.

Das dies nicht realistisch ist, versteht sich - es zeigt aber, welche Faktoren entscheidend sind, um ein solches Experiment bis zum angestrebten Arbeitsdruck in Betrieb zu nehmen.

#### 3.2.3 Ausheizen

Soll der Abpump-Vorgang beschleunigt werden, dann kann dies durch vorsichtiges Erwärmen des Rezipienten erreicht werden. Eine Erwärmung des Kammermaterials sowie der Flansche und Pumpen beschleunigt die Diffusions- und Desorptionsraten enorm. Ziel ist vor allem hierbei, das an der Kammeroberfläche verbleibende Wasser zu verdampfen, um es effizient abpumpen zu können - aber auch der Abpumpvorgang des Wasserstoffes wird verbessert. Die Desorptionsgeschwindigkeit der unter Atmosphäre adsorbierten Gasmoleküle bei Edelstahl kann durch Erhitzen auf 80°C bereits um den Faktor 1000 zunehmen! [Wutz06].

Ein Aufheizen der Kammer geschieht in der Regel durch Anbringen von elektri-

schen Heizelementen, welche in Formen von Heizschlagen auf die in Aluminiumfolie eingepackte Kammer gewickelt werden. Die Aluminiumfolie dient hierbei der gleichmäßigeren Wärmeverteilung sowie der Isolation. Eine Heizschlange hat üblicherweise eine Heizleistung von 200 - 500 W. Die gewünschte Temperatur muss möglichst genau einstellbar sein, weshalb zur Steuerung der Heizleistung Dimmer (Phasenschieber) verwendet werden. Die Temperatur der einzelnen Bereiche der Vakuumkammer wird mittels Widerstandsthermometern überwacht. Weiterhin gibt es die Möglichkeit die Heizleistung über Mikroprozessor gesteuerte Controller zu regulieren, welche die Heizleistung anhand der gemessenen Temperatur steuern. Es müssen entsprechend mehrere Heizschlangen verwendet werden, um die komplette Kammer gleichmäßig erwärmen zu können. Über mehrere Tage müssen Ausheiztemperaturen zwischen 100°C und 150°C konstant gehalten werden. Wichtig ist bei der Einstellung der Temperatur nicht nur deren Überwachung und Regelung, sondern auch, welche Temperatur die Bauteile in und an der Kammer vertragen. Insbesondere sollten Dichtungen aus Kupfer eingesetzt werden, da FKM-Dichtungen eine Temperatur von 150°C keinesfalls überschreiten dürfen. Die maximal zulässige Temperatur der Turbomolekularpumpen darf ebenfalls nicht außer acht gelassen werden - ggf. muss hier anstatt Lüfterkühlung eine Wasserkühlung verbaut werden. Beim Ausheizvorgang steigt der Druck in der Kammer langsam bis auf ca. das 100-fache des zu erwartenden Enddrucks an. Während dieses Vorganges müssen alle Vakuum-Messzellen betrieben und abschließend ein Degas durchgeführt werden. Hierbei erhitzt sich die Messzelle selbst auf mehrere 100°C, um Ablagerungen freizusetzen, welche ebenfalls abgepumpt werden. Steigt das Vakuum in der Kammer nicht mehr signifikant weiter an, kann die Heizung abgeschaltet werden - nach dem Abkühlen, welches ebenfalls über einen Tag dauern kann, stellt sich der Enddruck ein (siehe hierzu auch Kap. 3.2.6).

Vor und während des Ausheizens sollte auf jeden Fall ein Massenspektrometer betrieben werden, um die genaue Zusammensetzung des Restgases zu messen. Siehe hierzu auch Kapitel 2.1.4. So kann überprüft werden, ob der Partialdruck des in der Kammer befindlichen Wassers während des Ausheizens abnimmt.

#### 3.2.4 Expansionskammervorpumpentest

Mit dem Aufbau der neuen COLTRIMS-Kammer sollte es auch ermöglicht werden, Dichte des Gasjets zu erhöhen.

Wird ein Gas unter höherem Druck in die Vakuumkammer expandiert, so enthält der Gasstrahl mehr Teilchen - es kann entsprechend zu mehr Wechselwirkungen zwischen Projektil und Target kommen. Das bedeutet, dass die Rate der aufgezeichneten Ereignisse steigt und somit die Messzeit verkürzt werden kann. Dies ist natürlich bei einem "Reiseexperiment" mit begrenzter Messzeit von großem Vorteil.

Die Jetdichte ist allein durch die Saugleistung bzw. den Gasdurchsatz und die Geometrie des Expansions-Systems limitiert. Der größte Gasanfall entsteht in der ersten Expansionsstufe und muss von einer großen Turbomolekularpumpe mit einem Saugvermögen von über 2000 l/s abgepumpt werden, welche von dem bereits erwähnten Vorpumpstand aus Scroll- und Rootspumpe vorgepumpt wird (siehe Kap. 2.1.3).

Die Turbomolekularpumpe vom Typ HIPACE2300 wurde anfangs auf einem CF250-Flansch verwendet, weswegen auch die Expansionskammer sowie die Jethüte diese Größe erhielten, um die volle Saugleistung der Pumpe nutzen zu können. Im Vorhinein wurden jedoch einige Tests mit dieser Pumpe sowie einem vergleichbaren Modell eines anderen Herstellers vom Typ TWISTORR2300 durchgeführt, um insbesondere den Gasdurchsatz und das Saugvermögen bei verschiedenen Drücken sowie unterschiedlich großen Vorvakuum-Systemen zu testen.

Ziel war es zu überprüfen, ob die im Katalog angegebenen Werte zum Gasdurchsatz beider Pumpenhersteller erreicht werden und bei welchem Vorvakuum diese zu erreichen sind. Die Tests wurden an einer anderen Coltrims-Apparatur durchgeführt, an der es möglich war, beliebig die beiden Turbomolekularpumpen mit verschiedenen Vorvakuum-Pumpen zu kombinieren. Hierfür standen zwei Drehschieberpumpen mit  $30 \frac{m^3}{h}$  und  $60 \frac{m^3}{h}$  Saugvermögen sowie eine Scrollpumpe mit  $30 \frac{m^3}{h}$  und deren Kombinationen zur Verfügung.

Zunächst wurde der maximale Betriebsdruck beider Turbomolekularpumpen bis zum Einbrechen des Saugvermögens bei einem Vorvakuum der Größe  $120 \frac{m^3}{h}$  getestet (siehe Abb. 3.7). Dies wurde ganz einfach mittels Einlassen von Luft über ein Dosierventil in den Rezipienten ermöglicht, was eine kontrollierte Erhöhung des Druckes zur Folge hatte.



Abbildung 3.7: Saugvermögen der Turbomolekularpumpen HiPace2300 und Twistorr2300 im Vergleich [LSchmi13].

Im Druckbereich von  $10^{-3} mbar$  zeigt sich, dass das Saugvermögen der Pumpen, welche für Stickstoff bzw. Luft im Datenblatt mit 1900 l/s angegeben ist, langsam einbricht. Vergleicht man Twistorr- und Hipace-Pumpe bei einem Vorvakuum von  $9 \cdot 10^{-3} mbar$ , so zeigt sich, dass die Twistorr-Pumpe noch etwas mehr Saugvermögen als die HiPace hat.

Als "Leistungsgrenze" wurde in diesem Test derjenige maximale Druck bzw. Gasdurchsatz definiert, bis zu dem die Pumpe ihre Nenndrehzahl bei voller Leistungsaufnahme (ca. 1500 W) noch halten kann. Es zeigt sich, dass insbesondere die HiPace Turbomolekularpumpe auf das an ihr angeschlossene Vorvakuum-System empfindlich reagiert. Wird das Saugvermögen der Vorvakuumpumpen vergrößert, so verschiebt sich die Leistungsgrenze der Turbomolekularpumpe zu höheren Druckbereichen hin. Ein ähnliches Verhalten ist auch beim gemessenen Gasdurchsatz zu beobachten.



Abbildung 3.8: Einbruch des Saugvermögens in Abhängigkeit des Gasdurchsatzes bei einem He-Jet für die HiPace2300 bei Vorvakuumsystemen verschiedener Größe - im Vergleich dazu die Twistorr-Pumpe [LSchmi13].

Dieser wurde anhand der pro Zeit durch den Auspuff ausgestoßenen Gasmenge der Pumpe gemessen und hat somit die Einheit  $\left[\frac{l}{s} \cdot 1013 \, mbar\right]$ . Hierzu wurde ein Helium-Jet in der Expansion mit verschiedenen Düsenvordrücken erzeugt. Die Drücke wurde mit einem Flaschendruckminderer im Bereich 1 - 55 bar eingestellt. Abbildung 3.8 zeigt, dass im Falle eines zu klein dimensionierten Vorvakuums von nur 30 $\frac{m^3}{h}$  an der Hi<br/>Pace-Pumpe, die Saugleitung bereits bei wenigen $\frac{mbar\cdot l}{s}$ einbricht. Wird das Vorvakuum durch Hinzuschalten mehrerer Pumpen mehr als verdoppelt, so sind wesentlich höhere Gasdurchsätze mit dem System möglich. Trotzdem war nur ein maximaler Gasdurchsatz von ca. 16 $\frac{mbar\cdot l}{s}$  bei konstanter Nenndrehzahl zu messen. Im Datenblatt angegeben waren jedoch 20 $\frac{mbar\cdot l}{s}.$ Ein Nachfragen beim Hersteller sowie weitere Überprüfungen mit anderen Pumpentypen ergab, dass die vorliegende Variante HiPace2300 mit DN 250CF-Flansch ausschließlich mit Edelstahl-Gehäuse geliefert wird, da nur so die Verwendung einer Kupferdichtung möglich ist. Aufgrund der schlechten Wärmeleitfähigkeit von Edelstahl muss die Pumpe in ihrer Leistung elektronisch begrenzt werden, da es sonst zu Überhitzungen im Rotor und dessen Lager kommen kann. Dies war aber den Katalog-Spezifikationen nicht zu entnehmen. Da jedoch der hohe Gasdurchsatz für unsere Anwendungen von Nutzen ist, wurde die Pumpe auf Aluminium-Gehäuse

umgebaut - dieses besitzt eine bessere Wärmeleitfähigkeit, sodass die Pumpe nicht "gedrosselt" betrieben werden muss.

Allerdings kann ein Aluminiumflansch nicht für eine Kupfer-CF-Dichtung verwendet werden - hierfür kommt der ISO-F Standard zum Einsatz, dessen Abdichtung über FKM-Dichtringe realisiert werden muss. Da es sich bei der Expansionskammer jedoch um CF250 handelt, musste ein Adapterflansch konstruiert werden, damit die Pumpe schließlich doch noch in geänderter Ausführung mit ihrer vollen Leistung verbaut werden konnte.

Weiterhin zeigte dieser Test, dass ein Vorpumpstandes mit > 90  $\frac{m^3}{h}$  Saugvermögen von Nöten ist. Deshalb wurde der Bau einer Scroll-Roots-Pumpen Kombination mit  $35 \frac{m^3}{h} + 250 \frac{m^3}{h}$  durchgeführt, um die maximale Performance der Turbomole-kularpumpe in der Expansion nutzen zu können.

#### 3.2.5 Betrieb des Vakuumsystems

An dieser Stelle folgt eine kurze Erläuterung, welche Maßnahmen sowohl beim Evakuierungsvorgang als auch in den Betriebsarten der Vakuumkammer nötig sind. Das Vorvakuum der Hauptkammer und der Jetdumps ist vom Vorvakuum der Expansionskammer mittels des Bypass-Ventils zu- oder abschaltbar. Wie bereits in Kapitel 3.2 erläutert, ist das Vorvakuumsystem so gebaut, dass hiermit die verschiedenen Vorvakuumpumpen je nach Betriebsart dazu geschaltet werden können.

Sind alle Bauteile des Experiments vollständig verbaut und überprüft (insbesondere die Verkabelung des Spektrometers), so kann mit dem Evakuieren begonnen werden. Dieses geschieht in mehreren Schritten und muss unbedingt in dieser Reihenfolge durchgeführt werden, da es sonst zu Schäden an Bauteilen der Kammer kommen kann.

Zunächst muss die Wasserkühlung für die Turbomolekularpumpen mit dem korrekten Druck (max. 6 bar) eingestellt werden und alle elektrischen Geräte mit Strom versorgt sein. Die Vorvakuum-Messzellen und Widerange-Messzellen können in Betrieb genommen werden. ACHTUNG: Barion-Messzellen, Extraktorröhren oder andere HV-Messsysteme können bei Atmosphäre noch nicht in Betrieb genommen werden. Der Vorpumpstand mit Scroll und Rootspumpe wird an das dafür vorgesehene Ventil im Vorvakuumsystem der Kammer mittels eines Wellschlauches unterhalb der Expansionskammer-Turbomolekularpumpe angeschlossen. Hier befindet sich auch das analoge Dosenmanometer, welches beim Anpumpen beobachtet werden muss. Das Bypass-Ventil muss geöffnet sein! Es ermöglicht beim Anpumpvorgang den Druckausgleich zwischen Expansions- und Targetkammer über das Vorvakuum. Andernfalls würde sich beim Anpumpen von Seiten der Expansions-

kammer eine Druckdifferenz zur Hauptkammer aufbauen, welche sich nur über die kleinen Öffnungen der zwei Skimmer abbauen könnte und zu einer Beschädigung dieser führen könnte! Alle anderen Ventile des Vorvakuums müssen geschlossen sein. Nun kann die Scrollpumpe angeschaltet werden. Durch vorsichtiges Öffnen des Ventils am Pumpstand kann der Rezipient langsam Evakuiert werden. Hierbei muss insbesondere wegen den empfindlichen Detektorteilen und den kleinen Kanälen der MCPs (siehe Kap. 3.4.2) langsam vorgegangen werden. Zur Überprüfung des Drucks dient das analoge Manometer. Ist ein Druck von etwa 500 mbar erreicht, sollte das Ventil geschlossen und die Druckanzeige überprüft werden. Der Druck sollte auf dem angezeigten Wert stehen bleiben und dann nur ganz langsam wieder ansteigen. Diesem Anstieg liegt der in der Kammer noch befindliche hohe Wasseranteil der Luftfeuchtigkeit zugrunde. Ein rascher Anstieg würde ein deutliches Leck am Aufbau darstellen, welches z.B. von einer nicht korrekt fest geschraubten Dichtung her kommen könnte. Bis in einen Druckbereich von einigen mbar sollte das Ventil stückweise geöffnet werden - zeigt das analoge Manometer 0 mbar an, kann es komplett geöffnet werden. Nun müssen zur Druckanzeige die Piranisensoren verwendet werden. Nach insgesamt 10 Minuten Pumpzeit sollte der Druck im kompletten System etwa  $1 \cdot 10^{-1} mbar$  betragen.

Nun können alle Turbomolekularpumpen hochgefahren werden. Hierbei sollten die Werte für Drehzahl und Strom auf dem Display der Bedieneinheit der jeweiligen Pumpe beobachtet werden. Der Druck sollte in allen Sektionen sehr schnell fallen, sodass nach etwa 5 min nachdem die Turbomolekularpumpen ihre Nenndrehzahl erreicht haben, ein Vakuum von ungefähr  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar vorliegt. Die Hochvakuum-Messzelle BARION an der Targetkammer kann nun eingeschaltet werden. Der HI-CUBE-Vorpumpstand, bestehend aus Membran- und Turbomolekularpumpe, kann ebenfalls in Betrieb genommen werden und das über ihm befindliche Ventil langsam während der Hochlaufphase geöffnet werden.

Sind keine nennenswerten Lecks vorhanden, so sollte der Druck in der Targetkammer nach einer Stunde Pumpzeit in dieser Konfiguration mindestens  $1 \cdot 10^{-6} mbar$  betragen.

Damit das Experiment in Betrieb gehen kann, muss nun noch einige Stunden gepumpt werden, um ein besseres Vakuum zu erlangen. Hierfür kann nun das Ventil des großen Vorpumpstandes mit der Scrollpumpe geschlossen und diese danach ausgeschaltet werden. Der HiCube-Pumpstand pumpt nun das komplette Vorvakuumsystem des Experiments.

Ist der Druck in der Targetkammer auf den angestrebten Wert gefallen und das Experiment soll gestartet werden, so muss das Vakuumsystem auf den Betrieb mit Gasjet eingestellt werden.

Hierzu wird die Scrollpumpe wieder in Betrieb genommen. Ist der Druck innerhalb

des großen Vorpumpstandes bis in den Feinvakuum-Bereich gefallen, so wird die Rootspumpe eingeschaltet. Hierbei ist zu beachten, dass der Antriebsmotor über einen Motorschutzschalter bedient wird und der Lüfter separat eingeschaltet werden muss. Der Scroll-Roots-Pumpstand kann nun durch Öffnen des dazugehörigen Ventils am Vorvakuumsystem dazu geschaltet werden. Ist das Vorvakuum der Expansion stabil, wird das Bypass-Ventil geschlossen. Das Vorvakuum der Expansion ist nun vom restlichen System getrennt. Der HiCube-Pumpstand liefert ein gutes Vorvakuum für Hauptkammer und Jetdumps, der große Scroll-Roots-Pumpstand ist nun in der Lage die anfallenden Gaslasten aus der Expansionskammer abzupumpen, wobei der Druck an dieser Stelle bis in den Bereich um 1*mbar* hinauf gehen kann.

Soll das Experiment belüftet werden, muss zum Druckausgleich das Bypass-Ventil geöffnet werden. Weiterhin müssen vor dem Fluten der Kammer mit Luft oder einem Inertgas die Turbomolekularpumpen, Vorpumpen sowie die HV-Messzelle der Hauptkammer ausgeschaltet werden. Das Belüften sollte zur Schonung der empfindlichen Bauteile langsam geschehen. Die maximale Belüftungsgeschwindigkeit beträgt 100 mbar/s - in der Praxis wird jedoch deutlich langsamer belüftet. Nach dem Ausschalten der Turbomolekularpumpen kann durch kurzes Öffnen des Flutventils an einer der Pumpen eine kleine Menge Luft eingelassen werden, sodass diese "gebremst" werden, kontinuierlich an Drehzahl verlieren und es somit nicht über längere Zeit zu materialschädigenden Resonanzfrequenzen kommen kann. Üblicherweise wird nun ca. 5 min abgewartet, bis durch vorsichtiges Aufschrauben des Flutventils die Vakuumkammer langsam und gleichmäßig belüftet wird.

### 3.2.6 Evakuieren

Mit diesem Versuchsaufbau wurden bereits einige Vakuum-Messungen am Institut in Frankfurt durchgeführt. Außerdem gab es diverse Vorexperimente um Vakuum-Messröhren unterschiedlicher Messprinzipien miteinander zu vergleichen. Die erste Bewährungsprobe für alle Komponenten des Vakuumsystems stand jedoch am Soleil an.

Hier wurde während der Vorbereitungszeit der komplette Druckverlauf mit Beginn des Anpumpens bzw. Evakuierens dokumentiert. Die gewonnenen Messwerte sind für den Bereich der Hauptkammer in Abbildung Abb. 3.9 grafisch dargestellt.



Abbildung 3.9: Verlauf des Druckes in der Hauptkammer über mehrere Tage. Gut zu erkennen ist der Druckanstieg beim Einschalten der Heizung, sowie der Druckabfall beim Abkühlen. Die gestrichelte Linie zeigt den geschätzten, exponentiellen Verlauf des Druckes, wenn auf das Ausheizen verzichtet worden wäre.

Da sich nach einiger Pumpzeit von 40 Stunden, auch mit Benutzung der Kühlfalle, kein ausreichend gutes Vakuum eingestellt hatte, wurde über eine mehrtägige Periode die Hauptkammer auf etwa 60°C erhitzt (siehe hierzu auch Kap. 3.2.3 und Kap. 3.4.3). Da durch diesen Vorgang die gebundenen Gasteilchen schneller diffundieren können, ist mit Einschalten der Heizung ein deutlicher Druckanstieg zu erkennen. Nach einigen Tagen des Ausheizens zeigt sich während der Abkühlphase ein steiler Druckabfall. Der sich nun nach dem vollständigen Erkalten einstellende Enddruck ist etwa um 1,5 Größenordnungen niedriger, als vor dem Ausheizen. Die Messungen fanden schließlich bei einen Vakuum von etwa  $7 \cdot 10^{-9} mbar$  statt.

## 3.3 Jet-System

Eine wesentliche Neuerung an der neu gestalteten Kammer stellt auch das Jet-System dar. Wie in Kapitel 2.1.1 beschrieben, spielen neben den geometrischen Bedingungen wie Düsendurchmesser, Skimmergröße- und Form sowie die Abstände von Skimmern und Düse auch die Parameter Anfangstemperatur und Düsenvordruck eine wichtige Rolle für die Jet-Performance.

Durch die üblicherweise  $5 - 60 \,\mu m$  große Düse expandiert ein (vorgekühltes) Gas ins Vakuum,welches hierbei Überschallgeschwindigkeit erreicht - der entstehende Gasjet ist besonders kalt, d.h. die in ihm enthaltenen Teilchen haben in Flugrichtung eine sehr schmale Geschwindigkeitsverteilung (siehe hierzu Kap. 2.1.1). Damit der Gasjet die für das Experiment jeweils verschiedenen Vorraussetzungen erfüllt, sind einige Bauteile nötig, die in diesem Aufbau verbessert wurden.



Abbildung 3.10: Schnittzeichnung des kompletten Jet-Systems

Verfolgt man den Weg eines typischen Gasjets (z.B.  $N_2$ ), so beginnt dieser meist in einer Druckgasflasche. Über einen handelsüblichen Entnahmedruckminderer wird der gewünschte Druck des Gases eingestellt und durch Edelstahlleitungen über ein Gaspanel, welches verschiedene Anschlussmöglichkeiten sowie eine Kühlung des Filters zur Gasreinigung bietet, in Richtung Kryostat geleitet.

Dieser Helium-Durchflusskryostat ist oben auf der Expansionskammer montiert und dient zur Vorkühlung des Gases bzw. der Düse. Sein kupfernes Ende kann bis auf 4 K gekühlt werden. Dies passiert, indem flüssiges Helium (4 K) aus einer isolierten Kanne (auch Dewar genannt) mittels eine Transferleitung durch den Kryostaten hindurchfließt. Der Kryostat selbst besteht aus einem doppelwandigem Rohr und einem Probenhalter, welcher durch das Helium herunter gekühlt wird. Mittels zweier Temperatursensoren sowie einer Gegenheizung kann mit einem Controller eine konstante Temperatur sehr genau eingestellt und gehalten werden. Entlang des Kryostaten ist die Gasleitung verlegt, welche schließlich in den Kryostatadapter oder auch "Düsenstempel" eingelötet ist.

Der Düsenstempel ist am Probenhalter des Kryostaten unter 90° montiert. Um eine gute Wärmeleitung zu erzielen, ist dieser aus rein-Kupfer, sodass die in ihm befindliche, relativ weit vom Kryostat entfernte Düse, gut auf tiefe Temperaturen gekühlt werden kann. Der Kryostatadapter wurde für dieses Experiment ebenfalls neu konstruiert. Er ist auf die Länge des Systems angepasst und kann in drei verschiedenen Positionen montiert werden. Um mittels der speziellen Blenden (siehe Kap. 3.3.1) einen bestimmten Bereich des expandierenden Gasjets selektieren zu können, muss die Position der Düse sehr exakt justiert werden können. Deshalb ist der Kryostat nicht direkt auf die Expansionskammer aufgesetzt, sondern auf einem XYZ-Manipulator montiert. Dieser ermöglicht es über einen Wellbalg den kompletten Kryostaten und somit auch die Position der Düse im hundertstel-Millimeter Bereich präzise in drei Dimensionen zu verstellen. Die Länge des Kryostatadapters wurde so gewählt, dass durch Einstellen am Manipulator die Düse sehr dicht vor dem Skimmer positioniert werden kann, es aber nicht möglich ist, den teuren Skimmer durch zu weites Verfahren mit der Düse zu beschädigen.

Das Gas fließt im Düsenstempel durch einen dünnen Kanal und wird hierbei abgekühlt - es tritt schließlich aus dem Kryostatadapter durch die Düse ins Vakuum der Expansionskammer aus. Die Düse selbst ist lediglich ein Plättchen mit sehr kleinem Loch (im Bereich von  $5 \mu m - 100 \mu m$ ). Sie ist als eine Einheit mit Halterungen und Filter in den Kryostatadapter mit einer Golddichtung verschraubt.

Bei dem aus der Düse austretenden Gasjet wird nur ein kleiner Teil mittels der Blenden "herausgeschnitten" (siehe Kap. 3.3.1). Über 99,99% des eingelassenen Gases verbleiben in der Expansionskammer, was zu einem großen Druckanstieg führt. Um ein ausreichend gutes Vakuum für eine Überschallexpansion aufrecht zu erhalten, müssen nicht nur saugstarke Pumpen mit entsprechendem Vorvakuum vorhanden sein (siehe Kap.3.2.4), sondern auch die Geometrie optimiert werden, sodass genügend Pumpquerschnitt vorhanden ist. Eine Übersichtszeichnung des kompletten Jetsystems findet sich in Abb. 3.10, sowie das 3D-Modell in Abb. 3.34.

Hat der Gasjet die Reaktionszone passiert, muss dieser durch die Jetdumps wieder

"eingefangen" also abgepumpt werden, damit es nicht zur Rückströmungen und somit ungewünschten Gasanfällen in der Targetkammer kommt.

Kurz hinter den Spektrometerplatten trifft der Jet in das Rohr des ersten Jetdumps, welches in die Hauptkammer hinein ragt (siehe Abb. 3.34). Nach dem Prinzip des differentiellen Pumpens (siehe Kap. 2.1.3) wurden zwei dieser Rohre mit ihren Halterungen (siehe Abb. 3.11) hintereinander in CF100-Kreuzstücken angebracht. Durch diese langen Röhrchen können Rückströmungen in die Hauptkammer verhindert werden, da der Jet vollständig mittels Turbomolekularpumpen zweistufig abgepumpt wird. Um einen optimalen Gasjet zu bekommen, ist die Ausrichtung von Düse, Skimmern und Jetdumps besonders wichtig. Im Idealfall liegen diese alle exakt auf einer Linie, sodass der Jet möglichst gerade die Hauptkammer durchfliegt und schließlich das erste und zweite Dumpröhrchen passieren kann. Damit dies nahezu erreicht werden kann, sind alle diese Teile verstellbar konstruiert worden. Auch die Jetdumps, welche für dieses Experiment ebenfalls neu gestaltet wurden, sind an zwei Punkten gehalten, wobei mittels der hinteren Halte-Scheibe bequem eine Verstellung des Dumpröhrchens möglich ist. Die Dimensionen der Dumpröhrchen ergiben sich aus der verwendeten Größe der Skimmer sowie deren Abstand und der daraus resultierenden Divergenz des Gasjets. Die Röhrchen sollten zwecks Minimierung des Leitwertes möglichst lang und klein im Durchmesser sein - jedoch genügend Raum bieten, dass der Jet auch wirklich hinein trifft.



Abbildung 3.11: Modell des zusammengesetzten Jetdumps

Wird ein Gasjet erzeugt, so sind, abhängig vom Vordruck, verschiedene Druckanstiege in den einzelnen Sektionen messbar - die hierdurch beschriebene Jet-Performance findet sich in Kapitel 3.3.2.

### 3.3.1 differentielles Jetsystem

Als erste Details und Ideen zur Konstruktion der neuen Reisekammer von Mitgliedern der Arbeitsgruppe gesammelt wurden, stellten sich sehr bald zwei Punkte heraus, die zunächst unvereinbar schienen: Zum einen sollte der Eintritt des Gasjets so nah wie möglich an der Reaktionszone und somit an den Spektrometerplatten sein, um einen möglichst dichten Jet generieren zu können. Zum anderen sollte die Detektoreinheit leicht demontierbar sein und nur durch Lösen der Schrauben des Deckelflansches herausgehoben werden können. Dies sollte nach Möglichkeit ohne das bisher erforderliche Abtrennen der Expansionskammer von der Hauptkammer geschehen - und das obwohl Detektoren mit 120 mm aktiver Fläche verbaut werden sollten, welche ohnehin gerade so in eine Kammer mit 300 mm Durchmesser passen. Um möglichst wenig Jetdichte auf dem Weg bis zum Erreichen der Targetzone zu verlieren, sollte der letzte Jetblende so nah wie möglich in die Kammer hineinragen. Trotz alle dem mussten die Jethüte maximal groß sein, sodass das in der Expansion verbleibende Gas gut abgepumpt werden kann. Die Vorteile des vergrößerten Durchmessers der Expansion auf DN 250CF und der entsprechenden Turbomolekularpumpe in dieser Größe sollte ebenfalls hierbei ausgenutzt werden. Kürzlich wurde das erste Mal eine neue Hexanode mit verkürzter innerer Drahtebene (im Weiteren verkürzt "Batman-Anode" genannt) erfolgreich getestet (siehe Kap. 3.4.3), deren Bestimmung es war, im FLSR<sup>8</sup> verbaut zu werden.

Es wurde also ein Blenden-System zu entwickeln, bei dem die Jethüte so geformt sind, dass sie den durch den kurzen Layer der Anode frei werdenden Platz ausfüllen und diese somit an dem Jetsystem "vorbeigefahren" werden kann.

Das Blendensystem in der Expansion ist von großer Wichtigkeit, will man einen kalten und gut lokalisierten Gasstrahl erzeugen.

Expandiert das Gas aus der Düse, so muss präzise ein Teil des Jets aus der Zone of Silence herausgeschnitten werden (siehe Abb. 2.1). Dies geschieht mit speziellen kegelförmigen Blenden, den Skimmern (siehe Abb. 3.12). Diese, meist aus Kupfer hergestellten Kegel, haben eine sehr definierte Öffnung von in diesem Fall 0,3 mm. Besonders ist an den Skimmern jedoch, dass ihre Kante um die Öffnung herum nur wenige  $\mu m$  dick ist. Dadurch kommt es kaum zu Verwirbelungen, wenn der Skimmer in das expandierende Gas eintaucht.

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup>FLSR: Frankfurt Low Energy Storage Ring



Abbildung 3.12: Fotografie eines Cu-Skimmers (noch in der Verpackung)

Die Skimmer sind in zylinderförmigen und möglichst großen Aluminium-Körpern montiert, welche gezielt gepumpt werden. Diese werden *Jethüte*<sup>9</sup> genannt. Sie dienen der Abtrennung der Expansionsstufen voneinander sowie von der Targetkammer.

Meistens wird ein Jet zweistufig differentiell gepumpt, d.h., dass zwei Skimmer hintereinander in zwei Jethüten montiert sind. Sie haben getrennte Vakuumbereiche und es kann daher differentiell gepumpt werden. Hierbei bildet der große Bereich, in dem der Gasjet auf den ersten Skimmer trifft, die *erste Jetstufe*. Der schmale Bereich zwischen erstem und zweitem Skimmer wird *zweite Jetstufe* genannt. Die neu konstruierten Jethüte haben eine besondere Form, welche es nun ermöglicht, einen Batman120L-Detektor in jeder beliebigen Höhe des Spektrometeres zu montieren und vorbei zu schieben. Um einen ausreichend großen Zwischenraum zwischen erster und zweiter Jetstufe zu haben, sind innerer und äußerer Jethut von der Form her gleich.

<sup>&</sup>lt;sup>9</sup>Jethut: Umgangssprachliche Bezeichnung für die Halterung der Skimmer-Blende in Hutform.



Abbildung 3.13: Explosionsdarstellung der Bauteile der Jethut-Einheit. 1: Aluminium-Pumpstufen-Ring, 2: CF250 Edelstahlflansch zur Kammermontage, 3: 5 mm Zwischenring 2. Jetstufe, 4: Aufsatz für Jethut 1. Stufe, 5: 10 mm Zwischenring für 1. Jetstufe 6: Jethut 1. Stufe, 7: Jethut 2. Stufe.

Die Jethüte sind mit Zwischenringen (Nr. 3, 5 in Abb. 3.13) bzw. Abstandhaltern ausgestattet, welche nach Bedarf montiert werden können. Durch sie kann sowohl der Abstand der Hüte zueinander und somit der Abstand beider Skimmerspitzen, als auch der Abstand des äußeren Jethuts zum Spektrometer variiert werden.

Ebenfalls verbessert wurde die Montage der Jethüte: Durch den neu konstruierten Aluminium-Pumpstufen-Ring (Nr. 1 in Abb. 3.13, Fotografie in Abb. 3.14) ist es möglich, die komplette Jethut-Einheit vor dem Einbau zusammenzusetzen und die Skimmer auszurichten. Auf dem Pumpstufen-Ring ist die erste Jetstufe fest montiert. Ebenso kann nun der CF250 Edelstahlflansch (Nr. 2 in Abb. 3.13), welcher die Verbindung zur Hauptkammer darstellt und die Halterung für die 2.Jetstufe ist, direkt mit dem Pumpstufen-Ring verschraubt werden. Somit bildet das Blendensystem eine Einheit, welche ohne eine Dejustierung der Skimmer von der Kammer abgenommen werden kann (siehe Abb. 3.14). Die Ausrichtung der Skimmer zueinander muss also nicht im eingebauten Zustand erfolgen, sondern kann einfach auf einem Labortisch mit einer Lichtquelle durchgeführt werden, welche beide Skimmer durchleuchten muss, falls sie auf einer Linie liegen.



Abbildung 3.14: Fotografie des zusammengebauten Jethut-Systems mit Alu-Pumpstufen-Ring.

Durch den Pumpstufen-Ring werden die beiden Jetstufen voneinander getrennt. Die erste Jetstufe wird von der Rückseitig angeschlossenen HIPACE2300 über einen großen Querschnitt gepumpt. In der zweiten Stufe gibt es nur sehr geringen Gasanfall, welcher durch eine direkt auf dem Ring montierte HIPACE80 weggepumpt wird. Der ineinander verschachtelte Aufbau ist gut in der Schnittzeichnung von Abb. 3.10 ersichtlich. Turbomolekularpumpen und Expansionskammer sowie die Expansionskammer-Seite des Aluringes sind mit Viton-Dichtungen gedichtet. Aluminiumteile können aufgrund der nicht ausreichenden Härte nicht mit Kupferdichtungen gedichtet werden. Da aber kein UHV in den Expansionskammerbauteilen nötig ist, stellt dies kein Problem dar. Um jedoch die Verbindung zwischen Expansions- und Targetkammer möglichst gut zu dichten, wird der spezielle CF250-Edelstahlflansch verwendet, welcher mit einer Kupferdichtung an die Kammer angeflanscht werden kann.

Das neue Jetsystem bietet ebenso zwei "abwärts kompatible" Möglichkeiten, welche wiederum für die Vielseitigkeit dieses Designs sprechen:

Zum einen kann das Jet-System auf einstufigen Betrieb zurückgebaut werden. Durch Demontage des Pumpstufen-Ringes, somit der kompletten 2. Jetstufe, und Anschrauben des Düsenstempels in vorderster Position, sind praktikable Abmessungen von Düse-Skimmer und Skimmer-Spektrometer realisierbar.



Abbildung 3.15: Modell eines um 90° gedreht eingebauten Jethut-Systems. Unten zu sehen ist ein Hex90-Detektor, darüber dargetellt eine Hex120L-Anode. Rechts unten die Turbomolekularpumpe der 2.Jetstufe (HiPace80).

Zum anderen ist es ebenso möglich, einen Hex-Detektor mit 3 gleich langen Layern bei einem sehr kurzen Spektrometer zu verwenden, indem das Jethut-System um 90° verdreht eingebaut wird (dargestellt in Abb. 3.15). Ein Hex90-Detektor kann so bis auf ca. 35 mm Abstand zur Targetzone eingebaut werden. Sogar ein Hex120L könnte theoretisch bis zu einem Abstand von 60 mm eingebaut werden.

### 3.3.2 Jetkurven

Als Jetkurven bezeichnet man die Messwerte des Druckanstiegs während des Jetbetriebs in verschiedenen Vakuumsegmenten des Experiments, welche bei verschiedenen Düsen-Vordrücken aufgenommen werden.

Aus diesen Messdaten kann die Dichte des Jets berechnet werden und erkannt werden, ob der Gasjet optimal mit dem Manipulator eingestellt wurde und ob die Ausrichtung des kompletten Jetsystems mit Skimmern und Jetdumps in Ordnung ist. Sollten hierbei Fehler passiert sein, kann es z.B. zu einem ungewollten Druckanstieg in einem Systemabschnitt kommen, falls der Gasjet auf seinem Weg ein Bauteil streift. Je genauer das Jetsystem ausgerichtet ist, umso weniger Gas fällt in der Hauptkammer an. Im Idealfall erkennt man in der Hauptkammer keinen Druckanstieg bei Jetbetrieb.

Bei den folgenden Messungen zeigte sich zwar ein leichter Anstieg des Drucks der Hauptkammer, sobald der Jet angeschaltet wurde, jedoch lag dieser bei einem Vakuum von  $4 \cdot 10^{-7} mbar$  (vor dem Ausheizen) in einem kaum erkennbaren Bereich von  $8 \cdot 10^{-9} mbar$  bei einem Düsenvordruck von 60 bar.

Die folgenden Jetkurven wurden bei Raumtemperatur am Soleil mit Helium und Stickstoff aufgenommen. Details zur Jetgeometrie können aus Kap. 4.1 entnommen werden. Zu beachten ist, dass die hier gezeigten Messwerte sich aus den direkt abgelesenen Werten der Vakuummesszellen ergeben! Sie müssen (besonders im Falle von Helium) mit einem Korrekturfaktor von He: 5,9 (siehe Kap. 2.1.4) versehen werden. Abbildungen 3.16, 3.18, 3.19, 3.21 zeigen die Druckanstiege in den beiden Expansionsstufen sowie den beiden Jetdumpstufen für die verwendeten Gase Helium und Stickstoff. Ebenso interessant ist auch der Grenzbereich bei hohen Drücken und maximaler Kühlung, um große Jetdichten erreichen zu können. Hier wurde getestet, wie gut die Turbomolekularpumpe der ersten Expansionskammer große Gaslasten ohne Drehzahlverlust bei einer bestimmten Leistungsaufnahme bewältigen kann. Entscheidend hierfür ist dabei auch das Vorvakuum-System, bestehend aus Scrollpumpe und Rootsverdichter.

Diese beiden Größen wurden ebenfalls in Abb. 3.17 und Abb. 3.20 gegeneinander aufgetragen.



Abbildung 3.16: Helium-Jet: Druckanstiege (unkorrigiert) in erster und zweiter Expansionsstufe. Düsendurchmesser: 30  $\mu m$ , Temperatur: 295 K. Für weitere experimentelle Parameter siehe Kapitel 4.1.



Abbildung 3.17: Helium-Jet: Vorvakuum der Expansionskammer sowie Leistungsaufnahme der Turbomolekularpumpe. Düsendurchmesser:  $30 \ \mu m$ , Temperatur: 295 K. Für weitere experimentelle Parameter siehe Kapitel 4.1.



Abbildung 3.18: Helium-Jet: Druckanstiege (unkorrigiert) im ersten und zweiten Jetdump. Düsendurchmesser: 30  $\mu m$ , Temperatur: 295 K. Für weitere experimentelle Parameter siehe Kapitel 4.1.



Abbildung 3.19: Stickstoff-Jet: Druckanstiege in erster und zweiter Expansionsstufe. Düsendurchmesser: 30  $\mu m$ , Temperatur: 295 K. Für weitere experimentelle Parameter siehe Kapitel 4.1.



Abbildung 3.20: Stickstoff-Jet: Vorvakuum der Expansionskammer sowie Leistungsaufnahme der Turbomolekularpumpe. Düsendurchmesser: 30  $\mu m$ , Temperatur: 295 K. Für weitere experimentelle Parameter siehe Kapitel 4.1.



Abbildung 3.21: Stickstoff-Jet: Druckanstiege im ersten und zweiten Jetdump. Düsendurchmesser: 30  $\mu m$ , Temperatur: 295 K. Für weitere experimentelle Parameter siehe Kapitel 4.1.

Für eine Bestimmung der Jettemperatur in Ausbreitungsrichtung muss Gleichung 2.4 verwendet werden. Bei einem Speedratio von 75 (bei 30 bar Vordruck) ergibt sich bei Raumtemperatur eine Jet-Temperatur von etwa 0,13 K.

Aus den Druckanstiegen kann nun die Jetdichte  $\rho_{Jet}$  berechnet werden. Diese hat die Einheit  $\left[\frac{Teilchen}{cm^2}\right]$  und gibt an, auf welcher Fläche bzw. Strecke welche Anzahl Targetteilchen mit dem Projektilstrahl in Wechselwirkung treten können. Hiervon ist schließlich die Reaktionsrate abhängig.

Es gilt nach dem Gasgesetz von Avogadro:

$$6,023 \cdot 10^{23} Teilchen = 22,4 l \cdot 1013 mbar$$
(3.9)

Betrachtet man dies in der Einheit des Gasdurchsatzes  $\left[\frac{mbar \cdot l}{s}\right]$ , so ergibt sich:

$$1\frac{mbar\cdot l}{s} = 2,65\cdot 10^{19}\frac{Teilchen}{s} \tag{3.10}$$

Die Pumpleistung im Jetdump kann mit  $300 \frac{l}{s}$  angenommen werden. Bei einem Düsen-Vordruck von 60 bar beträgt der Druckanstieg im 2. Jetdump 1,  $36 \cdot 10^{-7} mbar$  (siehe Abb. 3.18).

Es ergibt sich ein Gasdurchsatz von:

$$1,36 \cdot 10^{-7} \, mbar \, \cdot \, 300 \, \frac{l}{s} = 4,08 \cdot 10^{-5} \, \frac{mbar \cdot l}{s}$$

Dies in Beziehung aus Gleichung 3.10 gesetzt, ergibt die Anzahl der Teilchen/Sekunde, welche sich am Projektil vorbei bewegen:

$$4,08\cdot 10^{-5}\,\frac{mbar\cdot l}{s}\,\cdot\,2,65\cdot 10^{19}\frac{Teilchen}{s}=1\,\frac{mbar\cdot l}{s}\,\Rightarrow\,1,08\cdot 10^{15}\,\frac{Teilchen}{s}$$

Nun muss die mittels Gleichung 2.1 ermittelte Jetgeschwindigkeit von  $v_{Jet} = 1760 \frac{m}{s}$  verwendet werden, um die Dichte des Jets auf einer Strecke von 1 cm zu berechnen:

$$\frac{1,08 \cdot 10^{15} \frac{Teilchen}{s}}{1,76 \cdot 10^5 \frac{cm}{s}} = 6,14 \cdot 10^9 \frac{Teilchen}{cm}$$

Auf Höhe der Reaktionszone beträgt der Durchmesser des Jets 1,17 mm. Somit gilt für die Teilchendichte:

$$6,14 \cdot 10^9 \, \frac{Teilchen}{cm} \cdot \frac{1}{0,117 \, cm} = 5,25 \cdot 10^{10} \, \frac{Teilchen}{cm^2}$$

Da jedoch die Messzellen für Helium-Drücke mit einem Korrekturfaktor von 5,9 multipliziert werden müssen, ergibt sich eine rechnerische Jetdichte von

$$\rho_{He-Jet} = 3, 1 \cdot 10^{11} \, \frac{Teilchen}{cm^2} \tag{3.11}$$

Gleiches lässt sich aus den Daten der Stickstoff-Jetkurve ausrechnen. Hier ergibt sich eine Jetdichte von

$$\rho_{N_2-Jet} = 6,0 \cdot 10^{10} \,\frac{Molek \ddot{u}le}{cm^2} \tag{3.12}$$

Um diese Werte einordnen zu können, müssen sie mit einem Coltrims-Experiment verglichen werden, welches ähnliche Spektrometer-Geometrien besitzt. Das einzige Experiment, welches ebenfalls ein Spektrometer mit über 120 mm aktiver Fläche besitzt, ist das COLTRIMS-XXL Experiment, welches sich am Van-de-Graaf Beschleuniger des Instituts befindet. Dieses erreichte bei 25 bar Düsenvordruck eine Jetdichte von  $4 \cdot 10^{11} Atomen/cm^2$ . Allerdings beträgt hier der Abstand letzte Jetblende - Targetzone nur etwa 80 mm, wohin gegen dieser Abstand bei diesem Experiment 103 mm beträgt. Das Jetsystem dieses Aufbaues zählt also zu den Leistungsstärksten, welches bisher in einer COLTRIMS-Apparatur verbaut wurde.
## 3.3.3 Gasrecycling-System

Seit einiger Zeit ist im Bestand der Gruppe ein Gasrecyling-System, mit welchem es möglich ist, teure Mess-Substanzen, deren Großteil während einer Messung normalerweise durch den Vorpump-Stand in die Abluft gelangen würde, wieder aufzufangen und erneut zu verwenden.

Da z.B. Halogenide, insbesondere in chiraler Form, extra in Chemie-Laboren für eine Coltrims-Messung synthetisch hergestellt werden, sind selbst kleine Mengen teuer. Um eine Messung jedoch über mehrere Tage mit einer kleinen Substanzmenge durchführen zu können, wurde ein System aus zwei Glaskolben gebaut, welches zwischen Auspuff der Expansionskammer-Turbomolekularpumpe und Vorpumpstand angeschlossen wird. Es handelt sich hierbei um einen geschlossenen Kreislauf: einer der Glaskolben dient als Reservoir, der andere als Auffang-Kolben - er wird vollständig in flüssigen Stickstoff getaucht, sodass das durch ihn durchfließende Abgas (welches zum großen Teil aus der Mess-Substanz besteht) ausgefroren werden kann. Nach einiger Zeit kann nun die gefrorene Substanz im einen Kolben aufgetaut werden und dieser als neues Reservoir benutzt werden, während der zweite Kolben gleichzeitig zum Ausfrieren genutzt werden kann.

Das Gasrecycling-System wurde im Oktober 2013 am Soleil erfolgreich eingesetzt und ermöglichte die tagelange Messung einer geringen Menge an Mess-Substanz (siehe hierzu Kap. 4.3).

# 3.4 Spektrometer und Detektoren



Abbildung 3.22: Links: Schematische Darstellung der verbauten Komponenten: 1: CF300 - Clusterflansch, 2: Montagering, 3: Hexanoden- Montageplatte, 4: Edelstahlstangen, 5: Delayline Anode, 6: MCP-Montageplatte, 7: MCPs- mit Alu-Halteringen, 8: Gitterspannrahmen mit isoliert montierten Haltearmen, 9: Spektrometerplatten mit 140 mm Ausschnitt, 10: Keramikstangen und Keramik-Abstandshalter zur isolierten Befestigung der Platten. Rechts: Fotografie des fertig aufgebauten Spektrometers mit Hex80-Detektor (unten, Elektronenseite) und Hex120L-Detektor (oben, Recoilseite)

Herzstück einer jeden COLTRIMS-Apparatur ist die Spektrometer- und Detektoreinheit. Sie ist in der Hauptkammer platziert und kann für jedes Experiment geometrisch optimal gebaut werden.

Wie in Kapitel 3.3 beschrieben, ergibt sich aus der Geometrie des Jetsystems in Kombination mit der Verwendung einer Hexanode mit verkürztem innersten Layer (siehe Kapitel 3.4.3) eine ganz besondere Formgebung der Detektorteile. Das in dem Hexagon der Anode ausgesparte Trapez findet sich in allen Detektorrteilen wieder, sodass sich sowohl auf der Jethut-Seite als auch auf der Seite des Jetdumps ein maximales Maß in der Größe aller Spektrometerbauteile ergibt. Enormer Vorteil hieraus ist zum einen, den in die Kammer eintretenden Jet sehr dicht an der Reaktionszone zu haben (etwa 95 mm Abstand zwischen 2. Skimmer und Target), als auch die Möglichkeit, die komplette Einheit aus Spektrometer und Detektoren ohne Umbaumaßnahmen, wie z.B. ein Abflanschen der Expansionskammer von der Targetkammer, ganz einfach in einem Stück nach oben herausnehmen zu können. Dieses ist besonders bei einem Reiseexperiment enorm wichtig, da es noch vor Ort am Messplatz zu Änderungen am Spektrometer kommen kann, welche nun durch die hier verwendete Konstruktion schnell und einfach durchgeführt werden können.

Das "Abbildungssystem" der Reaktion besteht in der Regel aus zwei Hälften (Zweigen): eine Seite dient der Messung der Elektronen die andere der Rückstoß-Ionen; genau in der Mitte des Spektrometers befindet sich die Reaktionszone als Überlapp zwischen Jet und Projektilstrahl. Beide Hälften bestehen aus einem Spektrometer-Teil zur Impulsabbildung sowie den jeweiligen Detektoren, bestehend aus MCPs und Delay-Line Anode, zur Messung der Flugzeit- und Orts- bzw. Impulsinformation.

Mit Ausnahme der beim ersten Einsatz der Kammer verwendeten Hex90-Detektors auf der Elektronenseite, sind alle Teile inklusive deren Halterungen Neukonstruktionen bzw. Verbesserungen, welche überwiegend als Prototypen gefertigt wurden. Die 850 mm lange Hauptkammer ermöglicht den Einbau eines langen Spektrometers, welches evtl. zusätzliche Driftröhren oder Fokussierlinsen enthalten kann. Die komplette Messeinheit mit Spektrometer und Detektoren wird auf dem CF300-Deckelflansch an 4 langen Edelstahlstangen aufgefädelt und kann in beliebigen Positionen durch Klemmen fixiert werden. Dies hat den Vorteil, die Spektrometereinheit als ein Bauteil in einem Arbeitsschritt ein- oder ausbauen zu können. Ebenfalls sind im Deckelflansch eine Vielzahl von elektrischen Durchführungen vorhanden (so genannter Cluster-Flansch).

## 3.4.1 Spektrometeraufbau und Helmholtz-Spulen

Tritt der Jet aus dem letzten Skimmer in die Targetkammer ein, so gelangt er durch zwei Spektrometerplatten hindurch zur Wechselwirkungszone, welche sich im Zentrum des Spektrometers befindet.

Es dient dazu, die aus einer Wechselwirkung entstehenden Bruchstücke, Elektronen und Ionen-Fragmente (auch Recoils genannt), in zwei verschiedene Richtungen von einander zu trennen und auf den jeweiligen Detektor zu beschleunigen. Dies wird durch ein homogenes, elektrisches Feld realisiert. Durch die Projektion der Teilchen auf den Detektor lassen sich die Impulskomponenten zum Zeitpunkt der Reaktion vollständig für den gesamten Raumwinkel von  $4\pi$  rekonstruieren (siehe hierzu Kap. 2.1.7).

Das Spektrometer besteht aus quadratischen Spektrometerplatten, welche in der Mitte eine kreisförmige Aussparung haben, durch die die Teilchen hindurch fliegen können. Diese Platten werden einzeln isoliert an Keramikstangen aufgefädelt und mittels Keramik-Hülsen als Abstandhalter in 5 mm Abständen fixiert. Die Platten werden untereinander über Widerstände (in diesem Fall 100, 5  $k\Omega$ ) miteinander verbunden. An beide Enden des Spektrometers wird eine Gleichspannung angelegt, welche über die Widerstände gleichmäßig abfällt und so das homogene elektrische Feld erzeugt. Die Feldstärken liegen in einem Bereich von  $E = 0, 5 \frac{V}{cm}$  bis  $E = 100 \frac{V}{cm}$ , je nach experimentellen Anforderungen.

Es wurden Spektrometerplatten aus einer Bronze-Legierung (CuSn6) mit einer Kantenlänge von 170 mm und einem Lochdurchmesser von 140 mm hergestellt. Um Feldeingriffe von außen zu minimieren, sollte das Verhältnis vom Steg der Spektrometerplatten (in diesem Fall 15 mm pro Seite) mindestens doppelt so groß sein, wie der Abstand der Platten zueinander. Die Platten haben lediglich eine Stärke von 0,2 mm um möglichst gerade Feldlinien zu erzeugen, da das Potential über die Dicke der Platten gleich groß ist; trotzdem sind sie aufgrund des sehr elastischen Materials enorm formstabil. Bei der Konstruktion wurden ebenfalls entlüftete Löcher für insgesamt 8 mögliche Keramikstangen sowie Aufstecklaschen für Kabelschuhe und weitere Kabelbefestigungsmöglichkeiten mit eingearbeitet. Eine Zeichnung der Spektrometerplatten befindet sich im Anhang.

Auf Höhe der Reaktionszone sind die Spektrometerplatten unterbrochen, sodass Jet und Projektilstrahl mehr Platz zum Eintritt haben und nicht versehentlich auf eine Spektrometerplatte auftreffen. Damit das elektrische Feld am Ende eines jeweiligen Detektions-Zweiges "abgeschlossen" werden kann - also das keine ungewollten Feldausbreitungen oder Eingriffe stattfinden können - wird ein feinmaschiges Edelstahlgewebe verwendet. Dieses Gitter wird in einen speziellen Rahmen gespannt, sodass eine möglichst glatte Oberfläche entsteht. Allerdings sind diese Gitter nicht vollständig durchlässig: Sie können jedoch, abhängig von der Maschengröße, eine Transmission von bis zu 80 % haben!

Für Rückstoßionen ist aufgrund deren geringer Energie, hohen Masse und vergleichsweise geringen Anfangsgeschwindigkeit die Abbildung unproblematisch. Elektronen sind wegen ihrer Masse, welche nur einen Bruchteil der des Rückstoßions ausmacht und der daraus resultierenden hohen Geschwindigkeit, schwieriger zu detektieren. Ebenso sind Elektronen aus diesem Grund selbst auf geringe magnetische Störfelder sehr sensitiv. Dies ist der Grund, warum alle am Experiment verwendeten Bauteile aus unmagnetischen Metallen gefertigt sein müssen, da sich in magnetisierbaren Bauteilen sonst das Erdmagnetfeld bündeln würde welche zu Störfeldern führen. Die Bauteile des Spektrometers sind aus Kupfer, Aluminium und Edelstahl. Aus Edelstahl sind alle Schrauben, Muttern und Scheiben sowie Flansche und die Hauptkammer selbst. Es handelt sich bei diesem speziellen Edelstahl um A4-Stahl bei den Schrauben bzw. um 316LN (bzw. EN 10088-3 1.4429) für die Vakuumbauteile, welcher besonders hochlegiert ist (siehe auch Kap. 3.2.1). Dessen magnetische Permeabilität liegt laut Vorgaben bei  $\mu_r \leq 1, 1 \frac{H}{m}$ .

Um Elektronen nachweisen zu können, benötigt man ein magnetisches Führungsfeld. Im magnetischen Feld sind die Trajektorien der Elektronen, anders als im elektrischen Feld, von deren Masse und Geschwindigkeit abhängig. Durch zwei Spulen in Helmholtz-Geometrie, welche direkt um die Targetzone herum angeordnet sind, wird dem elektrischen Feld ein magnetisches überlagert. Sie haben einen Durchmesser von 1,40 m - die Helmholtz-Anordnung verlangt also einen Abstand der Spulen von 70 cm, damit ein möglichst homogenes Feld erreicht wird. Da die zu erzeugenden Magnetfelder in der Größenordnung bis zu einigen 10 Gauss liegen, bestehen die Spulen aus je 15 Windungen von isoliertem Kupferrohr, durch welches Kühlwasser strömt, um die hohe Abwärme des Stromes von mehreren 100 A aufzunehmen. Hierzu ist ein entsprechendes Gleichspannungs-Netzteil notwendig, welches so große Ströme bei bis zu 60 V stabil über einen langen Zeitraum mit möglichst wenig Wechselstromanteil generieren kann. Die Helmholtzspulen sind symmetrisch um die Targetzone herum angebracht - allerdings ist zu beachten, dass sich das Erdmagnetfeld mit dem Feld der Spulen überlagert. Kritisch ist dabei nicht nur der Betrag des Erdmagnetfeldes, sondern dessen Inklinations- und Deklinationswinkel, welcher sich mit de Magnetfeldlinien der Spulen überlagert. Das resultierende Feld verläuft hierdurch nicht mehr wie gewollt.

Um dem entgegenzuwirken, wurden die Spulen verstellbar auf dem Kammergestell montiert. Der innere Halterahmen der Spulen besteht, wie das Kammergestell auch, aus Aluminium-Profilen. Mittels vier vertikaler Streben aus diesem Material ist es möglich, die obere Spule absolut parallel und im richtigen Abstand auf der unteren Spule zu montieren. Die untere Spule wiederum wird auf verstellbaren Füßen am Kammergestell montiert. Somit kann das Spulenpaar beliebig verkippt werden, sodass das Erdmagnetfeld hierdurch ausgeglichen werden kann. Da die Inklinationswinkel an jedem Ort verschieden sind, müssen die Spulen vor jeder neuen Messung neu ausgerichtet werden.

### Magnetfeldbestimmung

Für ein Helmholtzspulenpaar kann das entstehende Magnetfeld anhand der Windungsanzahl N, dem Spulenradius  $R_S$  und dem Strom pro Windung  $I_N$  berechnet werden durch:

$$B = \mu_0 N I_N \left(\frac{4}{5}\right)^{\frac{3}{2}} \frac{1}{R_S} \tag{3.13}$$

Diese Formel ermöglicht eine Abschätzung des entstehenden Magnetfeldes. Hieraus ergibt sich im Falle der verbauten Spulen bei einem angelegten Strom von 50,3 A:

$$B = \mu_0 \cdot 15 \cdot 50, 3A \cdot \left(\frac{4}{5}\right)^{\frac{3}{2}} \frac{1}{0,7m} = 9,692 \cdot 10^{-4} T = 9,69 Gauss$$
(3.14)

Ebenso muss vor jeder Messung der genaue Betrag des Magnetfeldes mittels einer Kalibrationsmessung (siehe auch Kap. 4.2) ausgemessen werden. Hierzu wird am fertig aufgebauten und einjustierten Experiment ein Jet mit einem Testgas (z.B.  $N_2$ ) erzeugt. Nun werden die aus der Wechselwirkung entstehenden Elektronen betrachtet, welche sich durch das Magnetfeld der Helmholtzspulen auf einer Schraubenbahn befinden. Ein Spektrum, welches den Auftreffort der auf den Detektor aufschlagenden Elektronen in Abhängigkeit von deren Flugzeit darstellt, zeigt nun einen Schnitt bzw. Projektion der Flugbahn in einer Ebene. Da Elektronen als Elementarteilchen alle die gleiche Masse haben, erkennt man in diesem Spektrum periodische Strukturen. Dieser Schnitt durch ihre schraubenförmige Flugbahn ähnelt der Fortsetzung eines Fisch-Symbols, weshalb auch vom so genannten *Fisch-Spektrum* die Rede ist.

Über die Gyrationsbedingung (Glg. 2.43) kann der Betrag des Magnetfeldes genau berechnet werden. Oft werden die Gyrationen der Elektronen auch als *Wiggles* bezeichnet.



Abbildung 3.23: Fisch-Spektrum der Eichmessung mit I= 50,3 A. Ungefilterte Daten direkt aus Cobold. Zu sehen sind die Wiggles der Elektronen. Die gemessene Gyrationsperiode beträgt hier 36,7 ns.

Da die Kammer und Helmholtz-Spulen beim ersten Einsatz neu waren, wurden bei verschiedenen Spulenströmen, also Magnetfeldstärken, die (zeitliche) Position der Knotenpunkte der Wiggles vermessen, um für die Magnetfeld-Einstellung zukünftig Richtwerte zu haben. Abbildung 3.23 zeigt ein solches "Fisch-Spektrum" bei einem Spulenstrom von I=50,3 A. Die Gyrationsperiode ergibt sich aus der Differenzzeit der Knotenpunkte. Sie liegt bei Spulenströmen von 30 A bis 100 A zwischen 66 ns und 20 ns. Die hieraus gewonnenen Werte sind in Abb. 3.24 aufgetragen und mittels linearer Regression gefittet worden.



Abbildung 3.24: Datenpunkte und Fit des Magnetfelds [Gauss] der Helmholtzspulen in Abhängigkeit des Spulenstroms [A].

Hieraus ergibt sich für die Kalibration der Spulen folgender Zusammenhang:

$$B[Gauss] = 0,192 \cdot I[A] + 0,1294 \tag{3.15}$$

Möchte man hiermit das Magnetfeld für einen angelegten Strom von 50,3 A berechnen (im Vergleich mit Rechnung 3.14), so ergibt sich:

$$B=0,192\cdot 50,3\,A+0,1294=9,79\,Gauss$$

Dieser Wert stimmt erstaunlich gut mit dem aus der empirischen Formel überein. Weiterhin ist anhand des y-Achsenabschnittes die Einwirkung des Erdmagnetfeldes zu erkennen, welche einen nicht vernachlässigbaren Beitrag zum Gesamt-Magnetfeld liefert. Der hier gemessene Wert von etwa 13  $\mu T$  stellt jedoch nur eine Komponente des Feldes in die gemessene Richtung dar, liegt jedoch in der richtigen Größenordnung (Betrag des Erdmagnetfeldes zwischen 30  $\mu T$  und 60  $\mu T$ ).

Während der Aufnahme dieser Daten bei verschiedenen Magnetfeldstärken, also verschieden hohen Spulenströmen, zeigte sich erstmals ein seltsames Phänomen: In einem bestimmten und schmalen Strombereich von ca. 49,  $3A \pm 1A$  verbreiterte sich der Knotenpunkt der Wiggles im Spektrum stark – man erkennt, dass sich die Gyrationen nicht mehr sauber in einem Knotenpunkt treffen. Abbildung 3.25 zeigt dies am Beispiel eines der Spektren.



Abbildung 3.25: Fisch-Spektrum, aufgenommen bei einem eingestellten Spulenstrom von I=49,3 A. Es ist kein definierter Knotenpunkt der Wiggles mehr zu erkennen.

Da es sich offensichtlich um einen technischen Fehler handelte, konnte nach intensiver Suche das Netzteil der Helmholtz-Spulen als Fehlerquelle ausgemacht werden. Bei Betrachtung des Spannungsverlaufes auf dem Oszilloskop wurde klar, dass in dem von uns festgestellten Strombereich plötzlich ein hoher Anteil Wechselspannung mit hinzukommt. Dieser Wechselspannungsanteil in der Gleichspannung eines Netzteils, welcher seine Ursache in der Eingangs-Wechselspannung des Netzteils hat, ist der so genannte *Ripple*. Er tritt bei dem von uns verwendeten Netzteil laut Spezifikationen sehr gering auf - scheint jedoch gerade in dem hier verwendeten Strombereich besonders anzusteigen und ist für die "Verschmierung" der Knotenpunkte der Wiggles verantwortlich.

Abhilfe für dieses Problem konnte bisher nur in Form eins "Glättkondensators" geschaffen werde. Dieser parallel zu den Spulen geschaltete Kondensator hoher Kapazität (bis 2 F) ist in der Lage, die Spannungsschwankungen bei so hohen Leistungen auszugleichen.

### 3.4.2 MCP

Die Microchannelplates (*MCPs*) dienen sowohl der zeitlichen Bestimmung, als auch der "Verstärkung" eines auf den Detektor auftreffenden Teilchens. Diese Verstärkung basiert auf dem Prinzip der *Sekundärelektronenvervielfachung*. Die auf eine Detektionsfläche aufschlagenden Teilchen haben in der Regel nur eine geringe Energie von einigen 100 eV bzw.  $10^{-21}J$  - der hieraus entstehende Spannungspuls wäre so klein, dass er nicht direkt erfasst werden kann.

Die in diesem Experiment verbauten MCPs sind ca. 1,5 mm dicke, speziell behandelte Glasplatten. Sie haben im verwendeten Fall eine runde Form und einen Durchmesser von 80 mm bzw. 128 mm. Die Glasplatten besitzen viele Millionen Kanäle von nur etwa  $25 \,\mu m$  Durchmesser, welche in einem speziellen Verfahren hergestellt werden. Hierbei werden zwei besondere, sich nicht vermischende Glasmaterialien in hexagonalen Stäben immer wieder miteinander verbunden, bzw. zusammengesetzt und unter Hitze langgezogen. Ist der gewünschte Kanaldurchmesser erreicht, so kann das Kernmaterial weggeätzt werden, sodass an dieser Stelle ein Loch entsteht. Durch diesen Prozess ist es möglich, dass die Kanalöffnungen fast 60% der Oberfläche eins MCPs ausmachen [MSchoe06].



Abbildung 3.26: Skizze eines Microchannelplates mit Vergrößerung [AStau01].

Die Oberfläche der Kanäle wird nun durch Bedampfen mit einer dünnen Schicht eines hochohmigen Materials versehen, welches eine sehr geringe Auslösearbeit für Elektronen hat. Trifft ein Teilchen auf einen MCP auf, so löst es ein oder mehrere Elektronen aus dem aufgebrachten Material heraus. Durch eine am MCP angelegte Hochspannung erfahren die Teilchen eine Beschleunigung im elektrischen Feld und lösen nach dem Prinzip der Sekundärelektronenvervielfachung ebenfalls beim Auftreffen auf die Kanalwand weitere Elektronen aus, sodass eine *Elektronenlawine* entsteht. Diese Lawine ist für die Verstärkung des später gewonnenen Signals verantwortlich. Der Verstärkungsfaktor kann pro MCP bis zu  $10^4$  betragen! Die Elektronenlawine tritt aus der Rückseite des MCPs aus und bietet nun den Vorteil, dass sie weiterhin die Ortsinformation beinhaltet. Diese wird durch Auftreffen der Lawine auf die dahinter liegende Delay-Line-Anode gewonnen.

Die vielen dünnen Kanäle sind zur Oberfläche um 13° geneigt - nun werden mehrere solcher MCPs direkt übereinander gelegt und zueinander verdreht.



Abbildung 3.27: Schnitt durch einen Kanal eines MCP mit einem einfallenden Teilchen und Elektronenvervielfachung (schematisch). Ebenso ist die angelegte Spannung und Signalauskopplung gezeigt [MSchoe06].

Hierdurch ist es für ein einzelnes Teilchen nicht möglich, das Stack ungehindert zu durchfliegen. Zwangsweise schlägt also ein Teilchen in die Kanalwand ein und löst Elektronen aus. Ein aus zwei MCPs bestehendes Paket (auch *Stack* genannt) wird *Chevron*-Anordnung genannt.

Um die Teilchen jedoch durch das MCP zu "lenken" muss eine Spannung an Vorderund Rückseite von ca. 800-1200 V über einen hochohmigen Widerstand ( $\geq 10 k\Omega$ ) angelegt werden (MCP Front und Back). Der Widerstand eines MCPs beträgt je nach Größe wenige  $M\Omega$  bis einige  $100 M\Omega$ . Die Elektronen werden in einem starken elektrischen Feld ( $E \approx 1000 \frac{V}{mm}$ ) beschleunigt!

Beim Verlassen der Elektronenlawine entsteht in einem sehr kurzen Zeitraum von wenigen ns ein Überschuss an positiven Ladungen; dieser Spannungspuls wird nun über ein RC-Glied kapazitiv ausgekoppelt (siehe auch Abb. 3.27) und bildet das Signal für die spätere Flugzeitmessung.

MCPs haben allerdings keine 100% ige Nachweiswahrscheinlichkeit. Die Oberfläche der Kanäle nimmt trotz aufwendiger Herstellungsverfahren nur 60% der Gesamtoberfläche ein. Außerdem spielt die Quanteneffizienz von Microchannelplates eine wichtige Rolle. Sie ist von der kinetischen Energie, der Masse sowie der Ladung der auftreffenden Teilchen abhängig [MKrems05] (siehe hierzu Abb. 3.28).



Abbildung 3.28: Absolute Nachweiseffizienz eines MCPs für verschiedene Ionensorten. Dargestellt ist diese in Abhängigkeit deren Auftreff-Energie geteilt durch die Wurzel deren Masse. Die durchgezogene Linie stellt einen polynomischen Fit dar. Die Pfeile an der oberen Achse zeigen die Werte auf der Abszisse, welche bei einfach geladenen Ionen hoher Massen in einem Chevron-Stack bei einer Potentialdifferenz von 2 kV zwischen Front und Back zustande kommen [MKrems05].

Partikel	Energie/Wellenlänge	Effizienz [%]
Elektronen	0.2 - 2 keV	50 - 85
	2 - 50 keV	10 - 60
positive Ionen	0.5 - 2  keV	5 - 85
(H <sup>+</sup> , He <sup>+</sup> )	2 - 50  keV	60 - 85
	50 - 200  keV	4 - 60
Photonen (UV)	300 - 1100 Å	5 - 15
	1100 - 1500 Å	1 - 5
Photonen (X-Ray)	2 - 0.5 Å	5 - 15
	0.2 - $0.12$ Å	pprox 1

Abbildung 3.29: Überblick über die relative Effizienz eines MCPs (im Vergleich zur offenen Fläche) - für verschiedene Teilchensorten und Energiebereiche [PSchag74].

Der hier beschriebene, neue Versuchsaufbau war von Anfang an darauf ausgelegt, Detektoren mit einer aktiven Fläche von 128 mm aufnehmen zu können, welche einen Kammerdurchmesser von mindestens 300 mm unbedingt nötig gemacht hat. Die Konstruktion sah anfangs zwei identische Detektoren für Elektronen- und Recoil-Seite mit einer MCP-Größe von 128 mm Durchmesser vor.

Weiterhin wurden Aluminiumringe zur Halterung des Stacks konstruiert, welche durch ihren simplen und symmetrischen Aufbau industriell kostengünstig hergestellt wurden. Mit Hilfe dieser Ringe (siehe Abb. 3.30)



Abbildung 3.30: Modell des MCP-Stacks mit Halteringen.

kann das Stack zunächst als eine Einheit fest miteinander verschraubt werden, bevor es als Ganzes auf die vor der Anode angebrachte Halterung montiert wird. Um vorderen und hinteren Ring voneinander zu isolieren, sind Aufnahmen für bereits in der Arbeitsgruppe vorrätigen Keramik-Bundösen für Schrauben der Größe M3 eingearbeitet. Somit kann die Verschraubung trotz Edelstahlschrauben elektrisch isoliert erfolgen. Oberer und unterer Haltering sind komplett identisch sie sind so konstruiert, dass sie gegensinnig miteinander um 30° verdreht montiert werden können. An den Außenseiten ist der Aluminiumhalter mit zweistufigen Absenkungen versehen - diese ermöglichen einen glatten Verlauf der Feldlinien trotz der Höhendifferenz von Haltering zum MCP (4 mm). Das MCP-Stack ist isoliert auf einer Halteplatte (Nr. 6 in Abb. 3.22) montiert, welche wiederum in einstellbarem Abstand über der Delay-Line Anode angebracht ist. Die Halteplatte kann ebenfalls auf ein Potential gebracht werden, sodass die aus dem MCP austretenden Elektronen noch zusätzlich Richtung Anode "abgesaugt" werden können.

### 3.4.3 Delay-Line Anode

Um den Ort eines zum Zeitpunkt der Wechselwirkung von Target und Projektil entstandenen Teilchens rekonstruieren zu können, ist direkt hinter den MCPs eine ortsauflösende Delayline-Anode verbaut.

Die in einem Coltrims-Experiment verbauten Anoden bestehen aus einer metallischen (Edelstahl oder Aluminium) Grundplatte, *Holder* genannt. Um seine Seiten sind lange Kupferdrähte parallel mit ca. 1 mm Abstand gewickelt. Damit es nicht zum Kontakt zwischen dem Holder und dem Draht bzw. zwischen den Layern untereinander kommt, sind Keramik-Gewindehülsen unterschiedlicher Größe mit Führungsrillen an den Kanten angebracht. Die Drahtebenen haben hierdurch jeweils 1 mm Abstand zueinander.

Tritt nun die im Durchmesser meist mehrere Millimeter große Elektronenwolke aus der Rückseite der MCPs aus, erfährt diese das einige 100 V große Potentialgefälle, welches durch das Anlegen verschiedener Spannungen sowie der isolierten Halterung fast aller Bauteile ermöglicht wird. Die Elektronen werden auf die Anode beschleunigt. Beim Auftreffen induziert die Elektronenwolke auf den Drähten einen sehr kurzen Spannungspuls, welcher sich von dort aus zu beiden Drahtenden ausbreitet.



Abbildung 3.31: Schematische Darstellung der Ortsmessung mit einer Anode [MWai11].

Gemessen wird die Laufzeit-Differenz der Signale. So kann, da die Ausbreitungsgeschwindigkeit endlich ist, die Position in einer Dimension bestimmt werden (dargestellt in Abb. 3.31). Die Summe der Laufzeiten, gemessen an beiden Drahtenden ist konstant (Zeitsumme).

Verwendet man nun zwei übereinander liegende, um 90° verdrehte Drahtebenen, lässt sich der Ort der Signale zweidimensional bestimmen. Anoden gibt es in quadratischer Form (Quad-Anoden) mit zwei um 90° gegeneinander versetzte Drahtebenen (Layer) und in hexagonaler Form (Hex-Anoden) mit drei Layern, welche einen Winkel von 60° einschließen.

Da die Elektronenwolke meist größer als der Drahtabstand ist (einige mm), werden mehrere Drähte gleichzeitig getroffen, sodass auch mehrere Spannungspulse an verschiedenen Drahtpositionen gleichzeitig starten. Integriert man über eine geeignete Zeitkonstante die Pulse in einem Verstärker zusammen auf, dann wird eine Schwerpunktbildung erreicht, welche es ermöglicht, den Ort schließlich bis auf ca. 0,1 mm genau zu bestimmen. Diese Auflösung gilt jedoch nur für zwei benachbarte Punkte. Liegen zwei Auftreff-Orte jedoch weit voneinander entfernt, so beträgt dir Genauigkeit deren Ortsmessung lediglich etwa  $\pm 0, 2 mm$ . Diese differentiellen Nichtlinearitäten haben (wahrscheinlich) ihre Ursache in geometrischen Unregelmäßigkeiten. Sie können allerdings unter Zuhilfenahme des Signals des dritten Layers weitestgehend heraus korrigiert werden.



Abbildung 3.32: Schematische Darstellung der Delay-Line-Anode mit 3 Layern (Hexanode) [Roent11].

Um die Hochfrequenz-Eigenschaften der Anode weiter zu verbessern, verwendet man anstatt nur einem Draht, zwei dicht nebeneinander gespannte Drähte (Signalund Referenzdraht). Der Signaldraht wird auf ein ca. 30V positiveres Potential als der Referenzdraht gelgegt. Die Elektronenwolke wird dann bevorzugt in Richtung des Signaldrahts geleitet. Das Signal breitet sich nun "zwischen" den Drähten wie auf einer Lecherleitung aus und ist hierbei sehr dispersionsarm.

Die Anschlüsse der Drähte werden durch verdrille Kabelpaare (*twisted pair*) realisiert, welche konstante Impedanzeigenschaften haben. Treten Störsignale auf, welche bei so kleinen Spannungspulsen meist nicht unerheblich sind, bilden sich diese auf beiden Drähten aus. Beim Auskoppeln wird nun die Differenz aus beiden Signalen gebildet, sodass die Störungen aus dem eigentlichen Signal entfernt werden können. Dieses geschieht bereits direkt nach der Durchführung der Anschlüsse aus dem Vakuum in den so genannten Anoden-Boxen, welche die Spannungsverteilung, Signalauskopplung und Differenzbildung ermöglichen. Ähnlich wie bei den MCP-Signalen werden die Anodensignale mit RC-Gliedern ausgekoppelt (Hochpass-Filter) und anschließend verstärkt (siehe hierzu auch Kap. 3.6).

In diesem Versuch wurde der Einbau zweier Hexanoden geplant. Diese haben durch ihre drei Layer zusätzlich die Möglichkeit, Ereignisse, welche nahezu gleichzeitig auftreffen, noch voneinander trennen zu können (Multi-Hit). Sie haben sich als ein Standard-Werkzeug bei einer Coltrims-Messung etabliert.

Eine neuere Entwicklung ist es, den innersten Layer auf ca. 2/3 der üblichen Länge zu verkürzen. Zum einen ist bei diesem Layer der über den Durchmesser von den MCPs abgedeckten Fläche hinausgehende Drahtbereich überflüssig, zum anderen kann durch diese Verkürzung des Drahtes eine kürzere Laufzeit des Signals erzielt werden. Da auf diesem Layer weniger Dispersion vorhanden ist, sind die Signale schmäler; die Messung mit Multi-Hit kann somit weiter verbessert werden.

Es entsteht eine hexagonale Form der Anode, welche zwei verkürzte gegenüberliegende Seiten hat und daher eine gewisse Ähnlichkeit mit dem *Batman*-Logo besitzt, was zur Namensgebung dieser besonderen Hexanode führte. Zudem schafft die Aussparung des Anodenkörpers zusätzlichen Platz. Diese besondere Form war auch Vorgabe und Idee, die Jethüte in Form eines Gegenstückes zu gestalten, sodass der äußerste Jethut sich quasi "in der Anode" befindet (siehe Abb. 3.34). Somit ist es möglich, die Anode auf jeder Höhe des Spektrometers zu positionieren, wobei die Spektrometer- und Detektoreinheit jederzeit demontierbar bleibt. Es kann (theoretisch) nie zum mechanischen Kontakt zwischen der Anode und dem äußeren Jethut bzw. den anderen Spektrometerteilen kommen.

Durch Nachmessen stellte sich heraus, dass der maximale innere Durchmesser der Hauptkammer nur 298 mm beträgt - dies liegt an den Schweißnähten der vakuumseitig geschweißten Rohrabgänge. Um jedoch eine volldeckende Fläche von 123 mm erreichen zu können, musste die Holderplatte auf einem Durchmesser von 291 mm konstruiert werden. Somit blieben zwischen der Anode und der Kammerwand nur etwa 3,5 mm Luft - ebenso beengt sind die Platzverhältnisse am Jethut - hier laufen die Drähte auch nur mit wenigen Millimetern Abstand vorbei. Zum Schutz der Bauteile während des Einbaues der Detektoreinheit wurden daher zwei zusätzliche Aluminium-Abstandshalteringe am Ende des Spektrometers verbaut, welche die Detektoreinheit beim Einbau an die richtige Position entlang führt.

Im Vakuum liegt die elektrische Durchschlaggrenze bei wenigen kV/mm. Der Abstand von der Anode zu anderen Bauteilen, sowie deren isolierte Montage auf der Halteplatte ist daher unbedingt zu beachten.



Abbildung 3.33: **links**: Anodenkörper Batman120L als Rohbauteil, **rechts**: fertige Delay-Line Anode mit Drähten und Keramiken.

Der Anodenkörper (Holder) selbst weist auch einige Neuerungen auf: Da er zunächst als Prototyp und Einzelstück gebaut werden sollte, wurde er anstatt aus Edelstahl, aus Aluminium gefräst - dies hat den Vorteil, dass er deutlich einfacher, schneller und preisgünstiger in der hauseigenen Werkstatt hergestellt werden konnte (siehe Fotografien in Abb. 3.33). Weiterhin wurden außerhalb der aktiven Fläche sechs 30 mm große Löcher in den Körper gefräst, um eine bessere Pumpmöglichkeit zu gewährleisten, da diese Anode einen Großteil des Kammerdurchmessers bedeckt und sich die Turbomolekularpumpen der Targetkammer unterhalb der Anode befinden.

Um, ähnlich wie bei den MCP-Halteringen, mögliche Impedanzsprünge durch unterschiedliche Abstände zu vermeiden, wurde der Anodenholder so flächig abgefräst, dass alle Drähte eines Layers den Abstand von genau 1 mm zu einem anderen Layer und zum Anodenkörper haben. Somit wurde versucht, störende Feldeinflüsse zu minimieren.

Damit die Aussparung des inneren Layers, welche sich auf der Jethut-Seite befindet, etwas vergrößert werden kann, wurden die Enden der Anodendrähte nicht wie herkömmlich an sich gegenüberliegenden Ecken des Hexagons angeschlossen, sondern haben ihren beiden Enden auf jeweils einer Kante des Hexagons. Somit entsteht auf einer Seite der Aussparung ein Draht-Anschluss Paar, welches nicht unter einem 60° Winkel, sondern parallel verläuft und somit die Aussparung um wenige mm vergrößert.

Trotz dieser vielen Tricks stellte sich das Projekt, einen 120 mm vollabdeckenden Detektor in eine Kammer mit nicht ganz 300 mm Durchmesser einzubauen, als sehr ambitioniert heraus - zwischen den Anschlussdrähten der Anode und dem Jethut liegt der Abstand bei unter 3 mm! Dies war auch ein Grund, die Abstände der Jethüte variabel durch die Verwendung von Zwischenringen zu gestalten (siehe Kap. 3.3). Eine Übersicht über die Größenverhältnisse zeigt die Schnittdarstellung in Abb. 3.34.



Abbildung 3.34: Schnitt-Darstellung: Jetsystem und Delay-Line-Anode Batman120L in der Kammer eingebaut. Deutlich werden die Platzverhältnisse in der Hauptkammer. 1: Expansionskammer, 2: Kryostatadapter, 3: differentieller Pump-Ring für 2. Jetstufe, 4: Düse, 5: 1. Jetstufe (Jethut) mit Skimmer, 6: 2. Jetstufe und Skimmer, 7: Batman120L Detektor in der Targetkammer, 8: 1. Jetdump.

# 3.5 Detektorbilder

Interessant bei der ersten Messung waren unter anderem natürlich die Signale, die der in dieser Form noch nie gebaute Batman120L-Detektor liefern würde. Als wichtiger Indikator für eine gut funktionierende Anode wird oft die Darstellungen der Zeitsummen, also die Summe der Laufzeit beider Drahtenden jedes Layers genommen. Je konstanter diese Summe ist, umso exakter kann der Ort bestimmt werden. Oft zeigen die Zeitsummen auch die vielen Störeinflüsse, zu denen es bei Messungen kommen kann.

Beispielhaft für die Funktion des Detektors sind in Abb. 3.35 ein Ortsbild und eine Zeitsumme dargestellt:



Abbildung 3.35: **Oben:** Ortsbild des Rückstoßionendetektors, generiert aus den zwei inneren Layern (v,w). Die schwache, horizontale Linie stellt die Ionisation des Restgases entlang des Photonenstrahls dar. Als heller Punkt im Zentrum ist der "Jetfleck" zu sehen. **Unten:** Zeitsumme des innersten (w), verkürzten Layers.

Das Ortsbild zeigt einen gleichmäßig ausgeleuchteten Detektor. Im Bereich der vielen Ereignisse lassen sich jedoch sehr feine, streifenartige Strukturen erkennen, deren Herkunft bisher noch unbekannt ist, obwohl diese Problematik schon längere Zeit bekannt ist (siehe Abb. 3.35 unten, vertikale Streifen). Die schwach erkennbare, horizontale Linie im Ortsspektrum stellt die entlang des Photonenstrahls generierten Restgas-Ionen dar - hierdurch kann auch die Raumorientierung des Detektors bestimmt werden. Die Darstellung der Zeitsumme des kürzesten Layers zeigt ebenfalls kleinere Unregelmäßigkeiten in Form von kleineren vertikalen Peaks. Besonders am Rand des Detektors sind diese ungewollten Strukturen erkennbar. Auch bei den Zeitsummen der anderen Layer lässt sich dieses Verhalten beobachten, dessen Ursache nicht genau bekannt ist, jedoch viele mögliche Fehlerquellen existieren, wie z.B. Impedanzsprünge oder Einflüsse von elektrischen Störfeldern.

Im Allgemeinen kann jedoch festgehalten werden, dass die neue Batman120L-Anode gut funktioniert. Zunächst befürchtete schlechte Signale, verursacht bspw. durch die im Anodenkörper erstmals gefrästen Löcher außerhalb des aktiven Bereiches, sind ausgeblieben. Die bisher generierten Ortsbilder und Zeitsummen zeigen im Gegensatz zu "normalen" Hex-Anoden keine besonders schlechten oder guten Auffälligkeiten. Der verkürzte innere Layer bringt die positiven Eigenschaften in Form von kürzeren Laufzeiten und Platzersparnis mit sich, ohne negativen Einfluss auf die Gesamtmessung zu haben.

# 3.6 Auslese-Elektronik

Um bei einem Coltrims-Experiment die von den Detektoren registrierten Ereignisse weiterverarbeiten zu können, ist ein gutes Elektronik-System nötig. Die Auslese Elektronik dient nicht nur der Digitalisierung der Daten, sondern muss auch in der Lage sein, eine Vorsortierung zwischen "echten" Ereignissen und Untergrundreaktionen vorzunehmen.

Insgesamt liefert jeder Detektor 6 Anoden-Signale sowie ein MCP-Signal. Es sind also 14 Signale vorhanden, welche Raten von mehreren 10 kHz haben können. Trifft ein Teilchen auf den Detektor (so genannter *Hit*), so erzeugt dieser ein elektrisches Signal in Form eines Spanungspulses. Sowohl das Signal des MCPs als auch die Signale der Anode haben diese Gestalt. Da trotz der Verstärkung durch Elektronenvervielfachung in den MCPs die Spannungen im Millivolt-Bereich liegen, sind diese sehr störanfällig. Es ist daher schon beim Zusammenbau des Spektrometers auf eine saubere Verkabelung zu achten. Hierfür werden möglichst kurze Kabel verwendet, welche im besten Fall keinerlei Berührungen mit anderen Bauteilen haben, da insbesondere Hochfrequenzsignale auf Impedanzsprünge sehr sensibel reagieren (siehe auch Kap. 3.4.3).

Die Signale werden aus dem Vakuum mittels elektrischer Durchführungen, welche speziell für UHV-Anwendungen gefertigt wurden, nach außen geführt. Atmosphärenseitig wird jedes Signal zunächst durch so genannte *Koppelboxen* geleitet. Hierbei handelt es sich um einstellbare RC-Glieder, welche zwischen Verstärker und Detektor geschaltet werden. Sie sorgen für ein störungsfreies Auskoppeln der Signale vom Gleichspannungspotential der an die Bauteile angelegten Hochspannung. Durch einen verstellbaren Widerstand können die Signale bereits hier optimiert werden. Zur Begutachtung der Detektorsignale wird meistens ein analoges Oszilloskop mit mindestens 350 MHz Bandbreite benötigt, da auf diesem die extrem kurzen Spannungspulse sehr gut optimiert werden können. Vom Experiment selbst gelangen die Signale nun über Cat6-(Netzwerk) Kabel in das Elektronik-Rack. Hier werden die Spannungspulse zunächst mittels schnellen Vorverstärkern (FAMPs<sup>10</sup>) um den Faktor 100 vergrößert.

Um die Signale jedoch in (digitale) Standard-NIM<sup>11</sup> Signale umzuwandeln, wird ein *Constant Fraction Discriminator* (CFD) benutzt.

Da die pulsförmigen Signale zeitabhängig sind, ist es zunächst nicht möglich mit einer digitalen Logik einen exakten Start- und Endzeitpunkt eines Signals zu de-

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup>FAMP: **F**ast **Amp**lifier - schneller (Vor-)Verstärker

 $<sup>^{11}\</sup>rm NIM$ : Nuclear Instrumentation Modul. Modulares System zur Stromversorgung, welches mit einem negativen Logigpegel (bis -1,6 V ) arbeitet.

finieren.

Ein CFD macht genau dies, indem er aus dem eingehenden unipolaren Puls einen bipolaren Puls generiert. Dies geschieht mittels eines Spannungsteilers, welcher das eingehende Signal in einem Verhältnis von typischer Weise 1:5 auf zwei Signale unterschiedlicher Pulshöhen aufteilt.



Abbildung 3.36: Darstellung der Funktionsweise eines Constant Fraction Discriminators. Links: Generierung des bipolaren Signals, rechts: Verschaltung der zwei Komparatoren [Roent11].

Der kleinere Puls wird invertiert, der größere wird durch ein von außen an das Gerät ansteckbares Kabel-Delay (typische Signallaufzeit im Koaxialkabel:  $5 \frac{ns}{m}$  -Annahme von  $v_{Sig} = 2/3 c_0$ ) verzögert. Im letzten Schritt werden beide Signale wieder addiert, sodass ein bipolares Signal mit einem Nulldurchgang entsteht, welches nun gut von der Elektronik weiterverarbeitet werden kann.

Im zweiten Teil (digitalen) Teil des CFDs arbeiten zwei Komparatoren sowie ein UND-Gatter als Logikmodul. Liegt nun das eigehende Signal über einem eingestellten Schwellenwert (*Threshold*), dann schaltet der Komparator auf "an" und erzeugt ein Normsignal. Der Trigger ist hier also die Anstiegsflanke des Analogsignals. Diese Schwelle kann unter Begutachtung des Signals auf einem Oszilloskop so eingestellt werden, dass sie über dem Rauschen liegt, jedoch auch kleine Pulse noch erfasst werden können. Der zweite Komparator arbeitet mit dem im ersten Schritt erzeugten bipolaren Signal, indem sein eingestellter Referenzwert der so genannte *Walk* ist. Dieser stellt eine Schwelle dar, welche erst den Komparator auf "an" stellen lässt, wenn sie deutlich über dem Rauschen liegt - dieser Punkt kann mit dem Walk gut durch den festgelegten Nulldurchgang des bipolaren Signals festgemacht werden. Die beiden Signale der Komparatoren werden mittels eines UND-Gatters logisch verschaltet, was schließlich das Ausgangssignal des CFDs in Form eines Rechteckpulses ergibt [Roent11]. Im Elektronik-Rack können diese Signale nun bequem bspw. mittels *Logical Fan* Modulen verteilt werden.

Die eigentliche Datenaufnahme geschieht nun mittels eines *Time to Digital Conver*ters (kurz: TDC). Mit ihm ist es möglich, die aus dem CFD generierten Rechteck-Pulse (und somit wohldefinierten Zeitsignale) zu digitalisieren bzw. zu speichern. Da das Ausgangssignal des CFD bereits eine "digitale Logik" - sprich "an" und "aus" hat, ist es mittels des TDCs möglich, dieses mit einer Zeitauflösung von etwa 25 ps zu erfassen. Eine ununterbrochene Digitalisierung würde jedoch enorme, unnötige Datenmengen verursachen. Daher wird der TDC meist im common stop-Modus betrieben. Hierbei dient z.B. das MCP-Signal des Rückstoßionen-Detektors als Triggerkanal. Registriert dieser durch Auftreffen eines Teilchens einen *Hit*, so wird ein bestimmtes Zeitfenster in der Vergangenheit und in der Zukunft geöffnet. Nur in dieser Zeit schreibt der TDC Daten weg. Wird als Trigger das Signal des Rückstoßionen-Detektors verwendet, dann muss die Einstellung des Zeitfensters so gewählt werden, dass weit genug in die Vergangenheit geschaut werden kann, damit die zuerst aus der Wechselwirkung ankommenden Elektronen mit Flugzeiten unter 100 ns aufgenommen werden können.

Bei dem den Trigger auslösenden Ion mit der kürzesten Flugzeit geht man von dem leichtesten Bruchstück des Atoms oder Moleküls aus, welches in Richtung des Detektors gestartet ist. Dieses ist, insbesondere bei Targets aus Kohlenwasserstoff-Verbindungen, häufig das Proton. Handelt es sich jedoch um einen symmetrischen Aufbruch (z.B.:  $N^+$ ,  $N^+$ ), dann trifft kurze Zeit nach dem ersten Ion das zweite auf, welches durch die Coulomb-Explosion entgegengesetzt des Detektors gestartet ist und zunächst "umgelenkt" werden musste. Der TDC muss nun so lange weiter "in der Zukunft" aufnehmen, bis auch das schwerste Teilchen mit der längsten Flugzeit, das Mutterion, auf den Detektor auftrifft. Die Flugzeiten sind von der verwendeten Spektrometerkonfiguration abhängig und müssen zur Einstellung des TDCs vor einem Experiment simuliert oder berechnet werden (siehe Kap. 2.1.7). Als Event wird das aus einem Zeitfenster generiertes Datenpaket bezeichnet, welches schließlich abgespeichert wird. Häufig ist es einem TDC möglich, in einem Event mehrere Hits zu speichern - man spricht hierbei von Multi-Hit TDC. Um innerhalb des Zeitfensters die Position der Hits genau bestimmen zu können, benötigt der TDC ein sehr schnelle Uhr. Die Totzeit zwischen zwei Hits liegt typischerweise in einem Bereich von 5 ns.

Der TDC muss 12 Anodensignale+2 MCP-Signale +1 Bunchmarker-Kanal + ggf. 1 zusätzlichen Triggerkanal, also insgesamt 16 Kanäle besitzen. Die verwendeten TDCs sind auf PCI-Bus basierende Karten mit jeweils acht Eingangskanälen, welche es ermöglichen, die Daten mit einen handelsüblichen PC aufzuzeichnen. Bei Messungen an einer Synchrotron-Anlage werden die Photonen in kleinen Paketen - so genannten Bunches bereitgestellt. Um den genauen Zeitpunkt des Eintreffens eines solchen Photonenpaketes bestimmen zu können, wird ein Marker-Signal vom Synchrotron bereitgestellt - der Bunchmarker. Er muss ebenfalls mit aufgezeichnet werden. Da der Bunchmarker bei jedem Photonenpaket (also in der Regel um die 200 ns - je nach Ausmaß des Elektronen-Speicherringes) ankommt - die Detektion der Bruchstücke aus der Reaktion aber mehrere  $\mu s$  in Anspruch nimmt - werden nur 3 Bunchmarker vor der Reaktion aufgezeichnet. Das Elektron-MCP-Signal wird hierfür mittels Gate and Delay Generator, so verbreitert, dass es schließlich 2-3 Bunchmarker-Signale lang ist und logisch mit dem Bunchmarkersignal über ein UND verschaltet wird. Die Daten aus den TDCs werden im Computer als so genannte List Mode Files (LMFs) abgespeichert. Bei diesem Dateityp werden die Events in Form einer Liste sortiert eingetragen.

Großer Vorteil der LMFs ist es, dass es sich hierbei um Rohdaten handelt, welche später mit unterschiedlichen Programmen immer wieder eingelesen werden können. Die Erzeugung verschiedener Spektren sowie die Auswahl bestimmter Daten sind hier langfristig möglich. Die List Mode Files werden bei einer Messung im Multi-File-Modus erzeugt, welcher nach einer festgelegten Anzahl Events eine neue Datei zu schreiben beginnt. So kann im Falle eines Programm- oder Computerabsturzes der Datenverlust reduziert werden.

Um während eines laufenden Experimentes eine online-Kontrolle der Messung zu haben, wird das Computerprogramm *Cobold* verwendet. In ihm sind bereits diverse Spektren wie z.B. Ortsbilder, Zeitsummen, Flugzeiten etc. vorprogrammiert, anhand deren das Experiment gut optimiert werden kann. Es dient ebenfalls dazu, die Daten der TDCs aufzunehmen und LMFs zu erzeugen.

# Kapitel 4

# Messungen mit Synchrotronstrahlung

Der erste Einsatz für die neue Reisekammer war am SOLEIL-Synchrotron geplant. Es handelte sich hierbei um einen Auswärts-Einsatz mit begrenzter Messzeit, weshalb im Vorfeld eine Vielzahl von Tests durchgeführt werden mussten. Zunächst wurden alle Vakuumbauteile geliefert. Erst nach und nach wurde die Erstellung der Komponenten des Jetsystems sowie der Detektoren in Auftrag gegeben, sodass der Aufbau der Kammer in verschiedenen Abschnitten durchgeführt wurde. Es konnten also immer nur bestimmte Tests in einer jeweiligen Aufbauphase getätigt werden. Der komplette Aufbau mit allen Bauteilen wurde erst kurz vor Beginn der Strahlzeit fertiggestellt. Insbesondere das neue, in dieser Form noch nie gebaute Jetsystem sowie die Batman120L-Anode mussten so gut wie möglich getestet werden.

Um jedoch "reale" Messbedingungen zu haben, welche am Institut in Frankfurt nicht immer simuliert werden können und aus Zeitgründen auch nicht durchführbar waren, wurden auch in der Aufbauwoche am Soleil einige Testmessungen durchgeführt.

# 4.1 Experimentelle Parameter

In Tabelle 4.1 sind die experimentellen Parameter des kompletten Experimentaufbaus zusammengetragen, mit welchen die in dieser Arbeit beschriebenen Messungen durchgeführt wurden. Insbesondere die geometrischen und elektrischen Größen des Spektrometers und der Detektoren sind für die Berechnung der Flugzeiten, Orte und daraus der Impulse wichtig.

Größe	Wert [Einheit]	Sonstiges
Durchmesser Düse	$30 \ \mu m$	
Radius Helmholtzspulen	$70\ cm$	
Spulenstrom für CHBrClF	50,3 A	Spannung: $5,56 V$
B-Feld für CHBrClF	9,8 Gauss	bei CHBrClF - Messung
E-Feld $(e^-)$	$8,4 \frac{V}{cm}$	bei CHBrClF - Messung
E-Feld (Recoil)	$143 \frac{V}{cm}$	bei CHBrClF - Messung
Durchmesser Skimmer 1	$300 \ \mu m$	Material: Cu
Durchmesser Skimmer 2	$300 \ \mu m$	Material: Ni
Abstand Skimmer 1 -2	22,7  mm	
Abstand Düse - Skimmer 1	5-12 mm	
Abstand Skimmer 2 - Target	103 mm	
Größe Jet in der Targetzone	Ø 1,17 mm	
Länge Spektrometer $e^-$	138 mm	Widerstände: 100,5 $k\Omega$
Länge Spektrometer Ion	81 mm	Widerstände: 100,5 $k\Omega$
Abstand Spektrometerplatten	5 mm	Plattenstärke: $0,2 mm$
aktive Fläche Detektor $e^-$	85 mm	Batman90
aktive Fläche Detektor Recoil	125 mm	Batman120L
$e^-$ Spektrometer	-116 V / 0 $\mu A$	bei CHBrClF - Messung
Recoil Spektrometer	-1160 V / 256 $\mu A$	bei CHBrClF - Messung
$e^-$ FRONT	-50 V / 120 $\mu A$	bei CHBrClF - Messung
$e^-$ ANODE	$+2200~{ m V}~/~0~\mu A$	bei CHBrClF - Messung
Recoil FRONT	-2200 V / $42\mu A$	bei CHBrClF - Messung
Recoil ANODE	$+$ 200 V/ 42 $\mu A$	bei CHBrClF - Messung
Rate $e^-$ -Detektor	$25 \ kHz$	bei CHBrClF - Messung
Rate Recoil-Detektor	$5 \ kHz$	bei CHBrClF - Messung

Tabelle 4.1: verschiedene experimentelle Parameter

Um eine Coltrims-Messung durchführen zu können, bedarf es eines geeigneten Projektils. Dieses muss sowohl einen sehr kleinen Fokus im  $\mu m^2$ -Bereich mit hoher Intensität haben, als auch vom Energiebereich so einstellbar sein, dass z.B. Resonanzen in dem zu untersuchenden Molekül gezielt angesteuert werden können. Zur Untersuchung von chiralen Molekülen ist es ebenso wichtig, die Polarisation verstellen zu können.

Als geeignete Lichtquelle für die Ionisation kommen daher ein Laser oder eine Synchrotronquelle in Frage. Aufgrund der vielfältigen Möglichkeiten, die nur die Synchrotronstrahlung zulässt, wurde das Experiment an einer solchen Anlage mit Elektronenspeicherring durchgeführt. Da eine solche Anlage eine Fläche von mehreren hundert Quadratmetern in Anspruch nimmt, existieren in Europa nur einige wenige davon.

Die Messungen am SOLEIL fanden an der Beamline Sextants statt. Diese hat einen einstellbaren Energiebereich von 50 - 1700 eV (durch Verwendung eines von zwei

Undulatoren) und liegt somit im Bereich der weichen Röntgenstrahlung. Die Polarisation des Lichtes ist links/rechts zirkular und horizontal/vertikal linear wählbar. Der Photonenfluss ist mit ca.  $2 \cdot 10^{13}$  Photonen/s angegeben.

Die Anlage wurde im 8-Bunch-Modus betrieben. Dies bedeutet, dass nicht ein kontinuierlicher Strom von Elektronen sich im Ring befindet, sondern diese in Paketen (Bunches) injiziert werden. Diese gebündelten Pakete bestehen aus ca.  $10^{10}$ Elektronen und haben einen Abstand von 150 ns. Die Länge des entstehenden Photonenblitzes beträgt einige 10 ps! Dieser Betriebsmodus ist für unser Experiment von großer Wichtigkeit, da der Zeitpunkt der Reaktion genau bestimmt werden muss - hierfür muss der Zeitpunkt des eintreffenden Bunches bekannt sein und zwischen zwei Reaktionen genügend Zeit bleiben, um diese als getrennte Reaktionen identifizieren zu können. Jedoch kommt es aufgrund der meist geringen Wechselwirkungsquerschnitte sowie einer begrenzten Jetdichte nur bei einem kleinen Teil der Bunche zu einer Reaktion mit dem Targetgas.

Der Speicherring wurde im *Top-Up-Modus* betrieben, was bedeutet, dass kontinuierlich Bunches aus dem Beschleunigungsring in den Speicherring aufgefüllt werden. Es muss also nicht, wie früher üblich, nach einigen Stunden eine neue Injektion gestartet werden, wenn der Strahlstrom im Speicherring abgefallen ist. Es steht somit, über mehrere Bunches integriert, ein konstanter Strahlstrom zur Verfügung.

## 4.2 Kalibrationsmessungen

Da aus jedem Einsatz des Experiments und den Messungen unter verschiedensten Bedingungen auch verschiedene experimentelle und geometrische Parameter folgen, müssen Kalibrationsmessungen getätigt werden. Zwar sind die "Hardware"-Parameter bspw. durch Ablesen von Spannungen oder Ausmessen der Spektrometerlängen bekannt (siehe Kap. 4.1), jedoch müssen die deutlich exakteren Werte aus experimentellen Messungen gewonnen werden. Diese werden meist mit einem Target durchgeführt, dessen Eigenschaften schon oft untersucht wurden und daher Erfahrungswerte vorhanden sind - in unserem Fall ist dies Stickstoff. Die aus den Kalibrationsmessungen gewonnenen Daten bilden die Basis, auf welcher später die noch unbekannten Ergebnisse der eigentlichen Messsubstanz bewertet werden können. Kalibriert werden muss bei einer Coltrims-Messung:

- der Zeitnullpunkt der Messung
- das elektrische und magnetische Feld (Energiekalibrierung)
- die Ortsnullpunkte von Elektronen- und Rückstoßionendetektor
- die Orientierung der Detektoren im Raum
- die Photonenenergie der Beamline (Beamline Offset)

Weiterhin müssen die bereits in Kapitel 3.4.3 beschriebenen differentiellen Nichtlinearitäten, welche die vom Aufftreffort auf dem Detektor abhängigen Zeitsummen beschreiben, mittels einer Zeitsummenkorrektur berichtigt werden. Hierbei geschieht die endgültige Umrechnung von Signallaufzeiten in Ortsinformationen.

### Zeitnullpunkt und magnetisches Feld

Das Bunchmarkersignal des Synchrotrons liefert zwar einen recht genauen Zeitabstand der Bunches, jedoch ist der genaue Zeitpunkt des Eintreffen eines Lichtblitzes in der Targetzone zunächst unbekannt. Um später jedoch eine genaue Flugzeit-Berechnung von Elektronen und Rückstoßionen durchführen zu können, ist diese Information unverzichtbar. Die Zeitstruktur einer Messung ist in Abb. 4.1 dargestellt.



Abbildung 4.1: Zeitlicher Verlauf der Signale einer Coltrims-Messung [MHon13].

Die Elektronenflugzeit kann mathematisch mittels der Modulo-Funktion (Divisionsrest) beschrieben werden:

$$e_{tof}(roh) = mod\left(e_{MCP}, t_{BS}\right) \tag{4.1}$$

Bezeichnet man den zeitlichen Abstand aus Bunchmarkersignal und tatsächlichem Eintreffen der Synchrotronstrahlung in der Targetzone mit  $t_0$  so gilt:

$$e_{tof} = e_{tof}(roh) - t_0 \tag{4.2}$$

 $t_0$  kann nun aus der unter Kapitel 3.4.1 beschriebenen Wiggle-Messung berechnet werden, welche schon für die Kalibration des Magnetfeldes in diesem Kapitel diente. Da die Reaktionszone auf der Achse des Spektrometers liegt, müssen die Elektronen zum Zeitpunkt  $e_{tof} = 0$  auch den Gyrationsradius  $r_{Gyr} = 0$  haben es handelt sich also um den nullten Knoten im Wiggle-Spektrum. Dessen zeitliche Position kann nun z.B. durch Auftragen der Knotenpunkte und fitten mittels linearer Regression berechnet werden (siehe Abb. 4.2).



Abbildung 4.2: Linearer Fit der Knotenpunkte der Elektronen-Gyrationen im magnetischen Feld. Die hieraus gewonnene Zeitnullpunktsverschiebung beträgt 5,58 ns.

Es ergibt sich ein Offset von  $t_0 = 5,58 ns$ . Nun kann auch die Flugzeit der Rückstoßionen korrekt angegeben werden:

$$r_{tof} = r_{MCP} - e_{MCP} + e_{tof} \tag{4.3}$$

#### elektrisches Feld

Das durch Anlegen einer Spannung an die Spektrometerplatten erzeugte elektrische Feld kann anhand der Geometrie abgeschätzt werden (siehe Tabelle 4.1). Zur genaueren Bestimmung wird nun das KER-Spektrum (siehe Kap. 2.1.6) der Kalibrationsmessung mit Stickstoff betrachtet (siehe Abb. 4.3).



Abbildung 4.3: Kalibrationsmessungen mit dem Stickstoff-Aufbruchs  $N^++N^+$ . Die Photonenenergie betrug 419 eV bei zirkularer Polarisation. Links: KER-Spektrum von [SSeme10]. Rechts: gemessenes KER-Spektrum vor der E-Feld Kalibrierung.

Der hierbei betrachtete Aufbruch ist von der Form:

$$N_2 + \gamma = N^+ + N^+ + 2e^- \tag{4.4}$$

Das eingesetzte Synchrotronlicht hatte zirkulare Polarisation; die Photonenenergie betrug 419 eV. Durch die Wechselwirkung wird ein Elektron der K-Schale entfernt (Photoelektron - siehe Abb. 4.4). Unter dem anschließenden Auger-Zerfall wird ein weiteres, hochenergetisches Elektron emittiert. Da das elektrische Feld in Flugzeitrichtung anliegt, werden zur Kalibration nur Ereignisse der kinetischen Energie der  $N^+$ - Ionen, welche in dieser Richtung aufbrechen, betrachtet. Das elektrische Feld muss nun so angepasst werden, dass die Lage der Peaks im KER-Spektrum mit denen aus der sehr präzisen Messung von [MLund96] übereinstimmen.



Abbildung 4.4: Gemessene Energieverteilung des Photoelektrons der Stickstoffkalibrationsmessung mit 419 eV.

### Ortsnullpunkte

Die Mittelpunkte der Detektoren liegen technisch bedingt nicht mit dem Reaktionsort exakt auf einer Linie. Ebenso bewegen sich die Teilchen des Gasjets mit hoher Geschwindigkeit senkrecht zur Flugzeitrichtung. Durch dieses *Jetoffset* verschiebt sich der Nullpunkt des Detektors im Gegensatz zum "Nullpunkt" des Reaktionsortes geringfügig. Dies kann bei genauem Hinsehen in Abbildung 3.35 erkannt werden. Um nun Elektronen und Rückstoßionen bei verschiedenen Energien "gleichmäßig" auf den Detektoren abbilden zu können, müssen die Verteilungen aus oben beschriebener Messung mit  $N_2$  kalibriert werden. Hierzu werden zwei Winkel definiert:  $\theta \left[-\frac{\pi}{2}, +\frac{\pi}{2}\right]$  beschreibt den zwischen Flugzeitachse und Detektoroberfläche eingeschlossenen Winkel,  $\phi \left[0, 2\pi\right]$  den planaren Winkel auf der Detektoroberfläche.

Um hiermit die Ortsnullpunkte kalibrieren zu können, müssen die Elektronenenergien bzw. die KERs gegen  $cos(\theta)$  und  $\phi$  aufgetragen einen konstanten Verlauf zeigen. In Abbildung 4.5 ist dies dargestellt.



Abbildung 4.5: Kalibration zur Bestimmung der Ortsnullpunkte mit Stickstoff. **Oben:** Elektronenenergie gegen  $\theta$  und  $\phi$  aufgetragen. **Unten:** analog hierzu KER gegen beide Winkel aufgetragen. (Für die Definition der Winkel siehe Text).

### Detektororientierung

Die Montage der Detektoren sowie des Spektrometers geschieht per Hand durch Festklemmen der Halter an den Spektrometerstangen. Eine exakte geometrische Ausrichtung der Detektoren zueinander ist daher schwierig. Die Orientierung des internen Detektor-Koordinatensystems von Elektronen- und Rückstoßionendetektor sowie deren Ausrichtung im Raum (zum Laborsystem) sind daher unbekannt. Um diese herauszufinden zu können, bietet zunächst die Restgaslinie und das Jetoffset, zu sehen in Abbildung 3.35, eine grobe Orientierung.

Betrachtet man die Einfachionisation von Stickstoff, so entstehen ein Photoelektron und ein einfach geladenes Stickstoffion. Unter Annahme der Impulserhaltung tragen beide Teilchen den Impuls in entgegengesetzte Richtung. Nun muss die Orientierung der Detektoren so korrigiert werden, dass der Impuls des Rückstoßions in einer Richtung gegen den Impuls des Elektrons in der selben Richtung aufgetragen eine Winkelhalbierende des Impuls-Diagramms ergibt. Ist dies für alle Richtungen geschehen, dann kann ein Polardiagramm erzeugt werden, welches die Winkelverteilung der Photoelektronen bei im Raum festgehaltener Molekülachse des  $N_2$  darstellt (Abb. 4.6).



Abbildung 4.6: Polardarstellungen der Winkelverteilung der Photoelektronen des  $N^+ + N^+$ - Aufbruchs. Die Molekülachse ist hierbei horizontal fixiert. Die Energie der Photonen beträgt 419 eV bei zirkularer Polarisation. **links:** berechnete Winkelverteilung von [NACherp09], **rechts:** gemessene Daten der Soleil-Strahlzeit.

Nur im Falle einer korrekten Kalibration beider Detektoren stellt sich diese Verteilung dar. Zur Überprüfung kann dieser Plot ebenso mit bisherigen Ergebnissen von [TJahn02, MSchoe08, TWeb01] verglichen werden.

### Beamline-Offset

Wichtig ist es, die Energie der Synchrotronstrahlung ganz genau zu kennen. Dies kann mit einer Messung an  $N_2$ -Molekülen durchgeführt werden. Hierbei wird die Energie der Beamline kontinuierlich in einem Bereich von 400 eV bis 403 eV gescannt. In diesem Energiebereich sind bei Stickstoff mindestens 4 Resonanzen von sehr hoher Güte (wenige 100 meV) bekannt.

Sie liegen bei:  $\nu = 0$  : E = 400.880 eV,  $\nu = 1$  : E = 401.114 eV,  $\nu = 2$  : E = 401.341 eV,  $\nu = 3$  : E = 401.563 eV [Feifel04].

Bei diesen Energien wird das 1s-Elektron des  $\pi$ -Oribitals in verschiedene Vibrationslevels resonant angeregt, wodurch es Energie absorbiert. Die Lage dieser Energie-Absorptions-Peaks kann nun mittels des durchgeführten Scans vermessen, mit den bereits bekannten Werten verglichen und so das Offset der Beamline ermittelt werden. Im Fall unserer Beamline Sextans am Soleil-Synchrotron konnten



wir fast kein Offset feststellen (siehe Abb. 4.7).

Abbildung 4.7:  $\pi^*$ - Resonanz des  $N_2$ . **Oben:** Berechnung mit Messpunkten nach [Feifel04], **unten**: Beamline-Scan am Soleil.

## 4.3 Eigenschaften chiraler Moleküle, CHBrClF

Während der Strahlzeit am SOLEIL wurde insbesondere die Substanz Bromchlorfluormethan (CHBrClF) untersucht. Bei diesem Stoff handelt es sich um ein schnell verdampfendes Halogenid in flüssiger Form. Im Zentrum dieses Moleküls sitzt das Kohlenstoffatom von welchem aus symmetrisch die Bindungspartner Brom, Chlor, Fluor sowie das Wasserstoffatom der Methylgruppe sitzen - das Molekül hat die Gestalt eines Tetraeders (siehe Abb. 4.8).

Tauschen nun zwei Bindungspartner ihren Platz, so existieren zwei verschiedene, spiegelbildliche Formen des Moleküls. Dies ist eine Form von *Händigkeit* (also links- und rechtshändig) oder Chiralität.

Allgemein bezeichnet man in der Chemie die Tatsache, dass eine Verbindung mit gleicher Summenformel in unterschiedlichen Konstitutionen (geometrischen Anordnungen) auftreten kann, als *Isomerie*. Eine Sonderform dieser Isomerie ist die *Enatiomerie* - hierzu zählen die erwähnten spiegelbildlichen Moleküle, welche aber selbst keine Symmetrieachse im Molekül besitzen. Ein aus dem Alltag bekanntes Beispiel von Enatiomeren sind "linksdrehende" und "rechtsdrehende" Milchsäuren.



Abbildung 4.8: Modell des Bromchlorfluormethans. Quelle: M.Pitzer

Enatiomere haben fast identische physikalische Eigenschaften, verhalten sich jedoch chemisch sehr unterschiedlich, weshalb sie nur schwierig voneinander unterschieden werden können. Eine Möglichkeit stellt die *optische Aktivität* dar, welche bedeutet, dass die Moleküle die Polarisationsebene von einfallendem Licht drehen können. Dies ist jedoch nicht mit der Bestimmung der Händigkeit identisch. Für die Benennung eines Moleküls nach seiner räumlichen Anordnung wird die *Cahn-Ingold-Prelog-Konvention* (CIP-Regel) verwendet. Diese ordnet die Atome nach ihrer Priorität (Ordnungszahl) um das chirale Zentrum. Ein kreisförmiges Abzählen der Prioritäten gegen den Uhrzeigersinn definiert die S-Konfiguration (linkshändig) und im Uhrzeigersinn eine R-Konfiguration (rechtshändig). Somit ist die Geometrie des Moleküls eindeutig bestimmt.

In der Natur kommen chirale Moleküle nur in jeweils einer Händigkeit vor. Wird jedoch eine Verbindung im Labor synthetisiert, so liegt sie als *Racemat*, also ein 1:1 Gemisch aus der (R) und (S) - Form, vor.

Bei der Herstellung von Chemikalien (z.B. in der Pharmazie) versucht man jedoch, aufgrund der verschiedenen chemischen Eigenschaften, durch Racematspaltung nur einen Stoff zu gewinnen. Das besondere an einem Racemat ist jedoch, dass es als Mischung optisch nicht aktiv ist. Um jedoch eine Aussage zur Chiralität treffen zu können, musste jedes Molekül quasi "einzeln" untersucht werden. Ziel der COLTRIMS-Messung war es, die Moleküle so aufzubrechen, dass bestimmt werden kann, welche Aufbrüche zu linkshändigen und welche zu rechtshändigen Enatiomeren gehören.

Die hierfür eigens synthetisierte Probe bestand aus 40 ml durchsichtiger Flüssigkeit. Aufgrund deren hohen Dampfdruckes von 600 mbar bei Raumtemperatur konnte einfach durch Öffnen der Gaszuleitungen einer Verbindung zur Düse hergestellt werden, sodass die Probe "von selbst" mit einem Druck von 0,6 bar expandierte und ein konstanter Jet erzeugt wurde.

Es wurde ebenso untersucht, ob das jeweilige Molekül einen *Circulardichroismus* aufweist. Dies ist eine besondere Eigenschaft optisch aktiver Moleküle, bei Einstrahlung von zirkular polarisiertem Licht dieses unterschiedlich zu absorbieren. Demnach müssten die Photoelektronen bei Einstrahlung von links-oder rechtszirkular polarisiertem Licht auf links- oder rechts- chirale Moleküle eine andere Verteilung zeigen. Hierfür ist es allerdings zwingend notwendig, nur ein bestimmtes Enatiomer zu betrachten. Das Molekül muss in 4 oder 5 Fragmente aufbrechen, wofür jedem Bindungspartner des Moleküls ein Elektron entfernt werden muss, sodass es zur Coulomb-Explosion kommen kann.

Um dieses technisch umsetzen zu können, benötigt man die Ionisationsschwellen der einzelnen Atome des Moleküls. Bereits bekannte Ionisationsenergien und Wirkungsquerschnitte von einzelnen Atomen sind in Tabelle 4.2 dargestellt.

Atom (Elektron)	Ionisationsenergie [eV]	Wirkungsquerschnitt $[cm^2]$
C (1s)	290,9	$9,0\cdot 10^{-19}$
F (1s)	687,6	$4, 0 \cdot 10^{-19}$
Cl(2p)	208,2	$3,5\cdot 10^{-19}$
Cl (2s)	266,3	$5,0\cdot 10^{-18}$
Br (3d)	80,6	$6,5\cdot 10^{-18}$
Br(3p)	185,2	$7,5\cdot 10^{-19}$
Br (3s)	242,9	$2,0\cdot 10^{-19}$
Br(2p)	1557	

Tabelle 4.2: Ionisationsenergien und Wirkungsquerschnitte der einzelnen Bindungspartner im CHBrClF für verschiedene Elektronenkonfigurationen. Werte entnommen aus [XRay01, JJYeh85, IMBand79].

Ebenfalls zu beachten sind die relativen Ionisationswahrscheinlichkeiten der Atome des Moleküls, da es bei bestimmten Energien nicht nur gezielt zur Ionisation des gewünschten Atoms kommen kann. Tabelle 4.3 gibt eine Übersicht über die prozentualen Wahrscheinlichkeiten bei verschiedenen Energien.
Energie [eV]	C 1s	C 2s	C 2p	F 1s	F 2s	F 2p
80	0	8	5	0	10	52
132,3	0	3	1	0	4	14
151,4	0	2	1	0	4	10
200	0	1	0	0	2	5
300	11	0	0	0	1	1
600	9	0	0	0	1	1
800	6	0	0	23	1	0
1041	6	0	0	23	1	0

Energie [eV]	Br 3s	Br 3p	Br 3d	Cl 2s	Cl 2p	Cl 3s	Cl 3p
80	0	0	0	0	0	5	14
132,3	0	0	66	0	0	2	7
151,4	0	0	74	0	0	2	5
200	0	8	75	0	0	1	4
300	3	9	38	4	29	1	2
600	5	19	32	7	23	1	1
800	5	18	21	6	15	1	1
1041	6	21	19	7	14	1	1

Tabelle 4.3: Relative Ionisationswahrscheinlichkeiten [%] für verschiedene Elektronen des Moleküls bei unterschiedlichen Photonenenergien. Werte basieren auf [JJYeh85, IMBand79, XRay01].

Es wurde beschlossen, das Fluor (1s)-Elektron gezielt anzuvisieren, um ein gutes Signal zu Untergrund-Verhältnis zu erhalten. Sein Ionisationslevel liegt bei 687,6 eV. Um ein Photoelektron mit einer gut messbaren Energie zu bekommen, wurde als Projektilenergie 710 eV gewählt - dies lässt folglich Photoelektronen mit einer Energie von etwa 23 eV erwarten, welche in guter Auflösung auf dem Detektor dargestellt und gut von möglichen TS1-Elektronen (siehe Kap. 2.1.5), welche meist exponentiell verteilt sind, unterschieden werden können.

Wird das Fluoratom durch Entfernen des 1s-Elektrons ionisiert, können andere Elektronen des Atoms bzw. Moleküls diese Lücke füllen, wodurch es zu einem kaskadenartigen Energieaustausch zwischen den Bindungspartnern kommt. Es kann sich hierbei sowohl um Auger-Zerfall-Kaskaden als auch TS1-Prozesse handeln. Schließlich wird das Molekül hierdurch so instabil, dass es zur Coulomb-Explosion kommt und das Molekül fragmentiert.

### 4.4 CHBrClF-Messungen

Neben der Zuordnung von Ereignissen mit links- oder rechtshändigen Molekülen wurde weiterhin untersucht, ob sich Eigenschaften des zirkularen Dichroismus' zeigen, also welche Änderungen die Einwirkung von links oder rechts zirkular polarisiertem Licht auf links- oder rechtshändige Moleküle hat. Deshalb war besonders interessant, ob sich in der Verteilung des (ersten Photo-) Elektrons Dichroismuseffekte zeigen würden. Da unsere Probe als Racemat vorlag, konnte als beeinflussbare Größe nur das einfallende Licht gesteuert werden. Ein vorangegangenes Experiment zeigte bereits, dass es mit der gewählten Strategie möglich ist, einen Fünf-Teilchen-Aufbruch zu erzeugen [MPitz13]. Aus der Verteilung der 5 verschiedenen Fragmente auf dem Detektor sowie deren Flugzeit sollte es möglich sein, die Chiralität des aufbrechenden Moleküls rekonstruieren können.

Um systematische Fehler zu minimieren, wurde jede Stunde die Polarisation der Beamline gedreht und ein neues List-Mode-File geschrieben. Weiterhin hätte dies im Falle einer schnell ausgehenden Probe den Vorteil gehabt, bei beiden Polarisationen gleich viel Datensätze zu haben. Dieser Fall trat zum Glück nicht ein, da das Gasrecycling-System (siehe Kap. 3.3.3) sehr gut funktionierte und es uns ermöglichte die Probe mehrmals zu verwenden.

#### 4.4.1 PIPICo-Spektren

Mit dem so genannten *PIPICo-Spektrum* kann bereits während der Messung kontrolliert werden, ob die angestrebte Reaktion stattfindet. PIPICo steht für eine Photo-Ion-Photo-Ion-Coincidence - Messung. In diesem Fall also ein Koinzidenz-Messung von 5 Teilchen - die Verteilung der Summenflugzeit von 3 Teilchen wird gegen die Flugzeit der 2 anderen Fragmente aufgetragen. Demnach entspricht eine diagonale Linie der Impulserhaltung in Flugzeitrichtung. Die Flugzeit eines Ions ist zum einen von dessen Masse und Ladung abhängig, zum anderen mit welcher Energie und in welcher Orientierung das Molekül Coulomb-explodierte. Die Länge dieser Linie ist also ein Maß für die frei werdende kinetische Energie der Ionen (*KER*). Abbildung 4.9 zeigt vier PIPICo-Spektren für 2, 3, 4 und 5 Teilchen Aufbrüche des CHBrClF-Moleküls.



Abbildung 4.9: PIPICo-Spektren der CHBrClF-Messung. **Oben links** das zwei-Teilchen-PIPICO. **Oben rechts** das PI3CO. Dargestellt ist die Summe der Flugzeiten der ersten beiden Teilchen auf der Abszisse, die Ordiante zeigt die Flugzeit des dritten Teilchens. **Unten links:** PI4CO. Bei ca. 4700 ns Flugzeit ist bereits der Aufbruchskanal des CHBrClF zu erkennen, welcher sich **unten rechts** im PI5CO nun sehr deutlich abbildet. Es handelt sich definitiv um den in Koinzidenz gemessenen 5-Teilchen Aufbruch.

Bereits wenige Minuten nach dem Start der Messung wurde die Linie des 5-Teilchen Aufbruchs im Online-Spektrum sichtbar. Es stellte sich schließlich für diesen Aufbruch eine Reaktionsrate von etwa 1000-2000 Events pro Stunde ein.

#### 4.4.2 Enatiomere von CHBrClF

Diese Messung sollte zeigen, dass es möglich ist, Ereignisse aus dem Aufbruch eines links-chiralen Moleküls von einem rechts-chiralen Molekül aus einer Racemat-Probe zu unterscheiden.

Die fünf verschiedenen Fragmente des Moleküls  $C^+$ ,  $H^+$ ,  $Br^+$ ,  $Cl^+$ ,  $F^+$  - wurden

in Koinzidenz mit deren Elektronen gemessen. Hierbei problematisch ist allerdings die Tatasche, dass es sich bei den Ionen um verschiedene Isotope mit unterschiedlichen Massen und demnach unterschiedlichen Flugzeiten handelt. So können z.B.  $^{79}Br^+$  und  $^{81}Br^+$  oder  $^{35}Cl^+$  sowie  $^{37}Cl^+$ - Ionen auftreten. Die Zuordnung der Isotope kann mittels der aufsummierten Impulse der 5 Fragmente geschehen. Diese Summe aller Flugzeiten ist in Abbildung 4.10 dargestellt.



Abbildung 4.10: Summenimpulse aller 5 Fragmente aus CHBrClF zur Isotopenbestimmung.

Um die Händigkeit des Moleküls eindeutig festzulegen, wurde ein Winkel  $\theta$  definiert, welcher aus den Impulsvektoren von Brom, Chlor und Fluor gebildet wird.

Es ist:

$$\cos(\theta) = \vec{p}_F \cdot (\vec{p}_{Cl} \times \vec{p}_{Br}) (|\vec{p}_F| |\vec{p}_{Cl} \times \vec{p}_{Br}|)^{-1}$$
(4.5)

Anschaulich definieren die Impulsvektoren von Chlor und Brom eine Ebene und  $\theta$  beschreibt den Emissionswinkel des Fluors relativ zu dieser Ebene. Für  $\theta > 0$  liegt entsprechend der CIP-Regel rechtshändiges CHBrClF und für  $\theta < 0$  linkshändiges CHBrClF vor, wie in Abbildung 4.11 dargestellt.



Abbildung 4.11: Definition des Winkels  $\theta$  anhand der Impulsvektoren. Links ist das S-CHBrClF-Enatiomer zu sehen, rechts das R-CHBrClF-Enatiomer [MPitz13].

Im Folgenden sind lediglich Ergebnisse für links zirkular polarisiertes Licht, sowie die Isotope  ${}^{79}Br^+$ ,  ${}^{35}Cl^+$ ,  $({}^{19}F^+$ ,  ${}^{12}C^+$  und  ${}^{1}H^+$ ) dargestellt.



Abbildung 4.12: Darstellung des  $cos(\theta)$  als Indikator für die Händigkeit der Moleküle von CHBrClF. Links im negativen Bereich zu sehen ist der zum S-Enatiomer gehörende Peak, rechts der Peak des R-Enatiomers. Die Counts unter den Peaks wurden aufsummiert, damit eine bessere Vergleichbarkeit erkennbar wird. Die Gesamtsumme bezieht sich auf alle im Spektrum gemessenen Counts.

Gut zu erkennen ist in dieser Darstellung die gute Lokalisierung und Schärfe der Peaks. Die Aufteilung nach links- und rechtshändigen Molekülen beträgt in der Messung fast exakt 50:50. Ebenso handelt es sich um eine Messung mit sehr geringem Untergrund. Es zeigt sich im entgegengesetzten Fall mit rechts zirkular polarisiertem Licht die selbe Verteilung des Chiralitätswinkels, wie es aufgrund der vorliegenden Racemat-Probe zu vermuten war.

Anstatt den Chiralitätswinkel über Br, Cl und F zu bestimmen, kann anstelle des Fluor-Atoms auch jede andere Kombination von Ionen zum Aufspannen der Ebene und zur Bestimmung von  $\theta$  aus den Impulsvektoren verwendet werden. In Abb. 4.13 ist der Fall dargestellt in welchem, wie zuvor  $Br^+$  und  $Cl^+$  die Ebene definieren, jedoch das  $H^+$ zur  $\theta$ - Messung verwendet wird.



Abbildung 4.13:  $cos(\theta)$ -Verteilung des CHBrClF-Moleküls bei links zirkular polarisiertem Licht. Die negativen Werte auf der linken Seite sind dem S-Enatiomer, die rechten positiven Werte dem R-Enatiomer zurgehörig. Das Proton wurde für die Definition des Chiralitätswinkels verwendet.

Åhnlich wie schon zuvor bei laserinduzierter Ionisation und Fragmentation ist die hier gezeigte Verteilung deutlich breiter als die Darstellung mit den Atomen Br, Cl und F (Abb. 4.12) - im Vergleich zur Ionisation mit einem Laser ist sie jedoch deutlich schmäler.

Dies lässt sich durch die im Vergleich zum Fluor-Atom wesentlich geringere Masse des Protons erklären. Bei den einzelnen Ionisationsprozessen (deren genauer Ablauf bisher unbekannt ist) kommt es vor der Coulomb-Explosion zum Energieaustausch. Dies wirkt sich besonders auf das leichteste der Atome, das Wasserstoffatom aus. Da ein Laser während der gesamten Pulslänge Teilchen ionisieren kann, sind 45 fs noch zu lange, um das Wasserstoffatom während den mehreren Ionisationsschritten so im Raum zu fixieren, dass es nicht zu einer so starken Impulsverbreiterung kommt.

Wird hingegen Synchrotronstrahlung als Lichtquelle benutzt, so finden die Prozesse der Photoionisation und die Sekundärprozesse deutlich schneller statt. Eine anschauliche Darstellung der Impulse des links- und rechtshändigen Moleküls ist in Abb. 4.14 zu finden.



Abbildung 4.14: Darstellung der Linearimpulse beim 5-Teilchen-Aufbruch von Bromchlorfluormethan. Links ist das S-CHBrClF-Enatiomer zu sehen, rechts das R-CHBrClF-Enatiomer. Zur besseren Darstellung wurden die Impulse des  $H^+$ -Ions mit dem Faktor 2 multipliziert.

Die farblich zu den jeweiligen Atomen passenden Kugeln, stellen den Impuls dieses Atoms bei der Fragmentation dar. Die Darstellung wurde auf den Impuls des Kohlenstoff-Atoms normiert. Der lineare Impuls des Kohlenstoff-Atoms bildet die x-Achse, die Summenimpulse von Chlor und Brom spannen die x-y-Ebene auf, von welcher aus alle anderen Impulse relativ hierzu zu sehen sind. Die Grafik stellt gut dar, wie die rekonstruierten Impulse der Fragmente auf dem Detektor (darunter liegende Kreisscheibe) dem jeweiligen Enatiomer zugeordnet werden können.

Der Wunsch, aus dem entstehenden Aufbruch des Bromchlorfluormethan-Moleküls, ein Photoelektron zu finden - evtl. erst nach gründlicher Durchsicht und Auswertung der Daten - konnte bisher leider nicht erfüllt werden. Als Grund hierfür wird vermutet, dass es zu Ionisationen in inneren Schalen der Atome kommt. Dies ist wohl vor allem bei Brom (3p) und Br (3d) der Fall, da hier die Wirkungsquerschnitte fast so groß sind, wie für das F (1s) (siehe Tabelle 4.2). Da deren Ionisationsschwellen bei 185 eV (Br 3p) und 81 eV (Br 3d) liegen, werden schnelle Photoelektronen mit 525 eV bzw. 630 eV erzeugt. Die hierbei entstehenden Innervalenzlöcher sorgen durch Augerzerfall wiederum für die Entstehung von weiteren Elektronen. Auch existieren Elektronen aus den vermuteten TS1-Prozessen. All dies machte es uns (bisher) unmöglich, das erste (Photo-) Elektron aus den Daten zu identifizieren, welches aus der Fluor (1s)-Ionisation stammt.

### 4.5 Verbesserungen

In Hinsicht auf kommende Experimente müssen die beim ersten Einsatz gewonnenen Erkenntnisse genutzt werden, um Verbesserungen am experimentellen Aufbau durchführen zu können.

Am Soleil musste aufgrund des verwendeten Detektor-Prototyps der Batman120L-Anode mit einem Anodenkörper als Aluminium anstatt Edelstahl die Ausheiztemperatur gering gehalten werden. Da Aluminium einen höheren Ausdehnungskoeffizienten als Edelstahl und Kupfer hat, könnte es bei zu hoher Ausheiztemperatur zum Verziehen des Körpers und somit zur Überdehnung, und nach dem Abkühlen zu einer Berührung der Drähte kommen. Es war uns daher nicht möglich, die sonst verwendete Ausheiztemperatur von über 100°C einzustellen. Dementsprechend konnte kein so gutes Endvakuum wie bei vorangegangen Experimenten in der Hauptkammer erreicht werden (siehe auch Kap. 3.2.6). Die nächste Detektorgeneration für diese Kammer ist in einer Edelstahl-Ausführung geplant, da sich dieser Detektortyp hier hervorragend bewährt hat.

Neben den noch auf der Strahlzeit verwendeten Viton-Flachdichtungen in den Boden- und Deckelflanschen der Hauptkammer wird als Grund für das noch nicht erreiche Zielvakuum im Bereich  $10^{-10}mbar$  vermutet, dass die unten positionierte, fast den ganzen Hauptkammerdurchmesser ausfüllende Anode, die zwei darunter montierten Turbomolekularpumpen von der Jetebene "abtrennt" - dies ist gut in Abbildung 3.34 zu erkennen.

Da Turbomolekularpumpen nicht im laminieren Strömungsregime arbeiten, ist der bis zur Reaktionszone führende Querschnitt entscheidend. Um hier mehr Pumpquerschnitt zu erhalten, wurden die kreisförmigen Aussparungen in den Anodenkörper gefräst. Weiterhin würde es helfen, die Pumpleistung näher an die Stelle zu bringen, an welcher das gute Vakuum nötig ist - also auf Höhe des Wechselwirkungsbereiches. Allerdings ist dies aufgrund der derzeitig verwendeten Anzahl von Flanschen auf dieser Ebene nicht zu verwirklichen.

Um trotzdem einen niedrigeren Enddruck zu erlangen, bestehen weitere Möglichkeiten, dieses Experiment mit zusätzlicher Pumpleistung zu erweitern. Das verbaute Kryopanel ( $LN_2$ -Kühlfalle) zeigte nicht ganz die erhoffte Wirkung, das Vakuum um mindestens einen Faktor 3 zu verbessern - es bietet jedoch die Möglichkeit der Installation einer Titan-Sublimationspumpe, welche in Kombination mit dem Kühlmantel Restgasmoleküle binden kann. Diese Eigenschaft eines *Getters*, welche z.B. zur Erhaltung des Vakuums in Elektronen-Röhren eingesetzt wurde, nutzen auch Non-evaporable-Getterpumps (NEG), welche durch Erhitzen das Gettermaterial aktivieren können und Restgasmoleküle ähnlich wie ein Schwamm in sich binden können. Mit einem solchen Pumpentyp wurden bereits in anderen Coltrims-Aufbauten Vakua im Bereich von  $10^{-11}mbar$  erzeugt. Sie können ebenfalls optional an die hier beschriebene Vakuumkammer montiert werden.

Die Möglichkeit, mit diesem Aufbau Kohlenwasserstoffe sowie eine Vielzahl von weiteren organischen Verbindung während den ersten Strahlzeiten untersuchen zu können, stellte sich erst nach Fertigstellung des Aufbaus dar. Besonders reaktive und korrosive Gase und Flüssigkeiten haben andere Anforderungen an das Jetsystem und dessen Zuleitungen. Dies ist zu bedenken, möchte man z.B. das Targetgas nach solchen Stoffen wieder auf ein hochreines Inertgas umstellen, welchen zusätzlich gekühlt werden soll.

Daher wurde bereits bei einer kleinen Überarbeitung des Experiments eine zweite, parallele Gaszuleitung und Düse vorgesehen. So bietet nun z.B. die Leitung für hochreine Gase Möglichkeiten für eine mehrfache Filterung und Vorkühlen in flüssigem Stickstoff; die andere Leitung ist mit einer Heizschlange versehen und kann an das Gasrecycling-System angeschlossen werden. Großer Vorteil hierbei ist, dass die Leitung für kalte und "saubere" Gase nicht durch Kohlenwasserstoff-Verbindungen verunreinigt wird. Um dies konsequent fortzusetzen, wurde ein Kryostatadapter konstruiert, welcher zwei Düsen gleichzeitig aufnehmen kann. Diese sind dauerhaft mit den entsprechenden Leitungen verbunden. Der Wechsel einer Targetsubstanz, welcher meistens auch eine andere Düsengröße erfordert, kann also ohne ein Belüften der Kammer in wenigen Minuten durchgeführt werden, wobei die Gasleitung unabhängig voneinander mit verschieden Gasen ohne die Gefahr der Verunreinigung betrieben werden können. Hierzu muss lediglich der Kryostatadapter in der vertikalen Richtung verfahren werden, sodass jeweilige Düse auf die Jetachse gebracht wird.

Als problematisch stellte sich im Strahlzeitbetrieb die Kompensation des Erdmagnetfeldes durch Verkippung der Helmholtzspulen heraus. Beide Spulen sind durch feste Verbindungsstücke dauerhaft zusammengehalten, um die Helmholtzgeometrie aufrecht zu erhalten. Dementsprechend sind die Verstell-Möglichkeiten begrenzt und es kann zum mechanischen Kontakt zwischen Teilen der Spulen und dem Kammergestell kommen. Insbesondere bei kleinen Magnetfeldern muss das Spulenpaar um einige Grad verkippt werden, um die Inklination des Erdmagnetfeldes auszugleichen, was konstruktionsbedingt nicht immer möglich ist. Um dies zu verbessern, wurden im Durchmesser größere Spulenpaare konstruiert, welche in entsprechend größerem Abstand voneinander montiert werden können und in Kombination mit einer Modifikation des Kammergestells mehr Einstellungsspielraum ermöglichen. Sollte dies dennoch nicht genügen, können Kompensationsspulen verwendet werden. Diese Spulen, bestehend aus zwei Paaren, werden im Idealfall ebenfalls in Helmholtz-Geometrie in beiden Raumrichtungen senkrecht zu den Hauptspulen montiert. Mit Hilfe von ihnen kann das Hauptmagnetfeld mit deren Kompensationsfeld durch geschickte Einstellung so überlagert werden, dass das Beitrag des Erdmagnetfeldes ebenfalls vollständig ausgeglichen werden kann.

### Kapitel 5

### Zusammenfassung und Ausblick

Hauptbestandteil dieser Masterarbeit war es, ein neues COLTRIMS-Experiment zu entwerfen und zu bauen. Den gesamten Aufbau mit allen dazugehörigen Komponenten wie verschiedensten Vakuumkomponenten sowie Detektoren und Elektronik unter realen Messbedingungen zu testen, bildete schließlich den Abschluss des praktischen Teils. Sowohl einige Kalibrationsmessungen mit dem neuen Aufbau, als auch die ersten Ergebnisse der Messungen mit der chiralen Substanz Bromchlorfluormethan wurden hier vorgestellt.

Ein Großteil der Projektarbeit bestand darin, Überlegungen für die vielen verschiedenen Bauteile anzustellen, diese mit Rücksprache erfahrener Gruppenmitglieder zu verbessern und schließlich zu konstruieren und zu zeichnen.

Den Plan, ein neues Experiment zu entwerfen, welches in vielen Details eine Weiterentwicklung zu bisherigen Aufbauten darstellt und vom Handling her für außer-Haus Einsätze ausgelegt werden sollte, konnte verwirklicht werden. Die Hauptkammer mit einem Durchmesser von 300 mm im DN 300CF Standard kann nun Detektoren mit einer vollabdeckenden Fläche von 120 mm aufnehmen. Trotz der beengten Platzverhältnisse im Inneren der Kammer ist es möglich, ein beliebig langes bzw. Spektrometer zu verwenden. Die komplette Detektoreinheit, welche sich inkl. der Verkabelung auf einem CF300 Clusterflansch befindet, kann mit wenigen Handgriffen aus der Kammer ausgebaut werden, ohne die Expansionskammer, Jethüte und Turbomolekularpumpe zu entfernen.

Dies ist durch die erstmalige Verwendung der neuen Delay-Line Anode mit verkürztem inneren Layer in der Größe 120L möglich geworden. Die ganze Geometrie des neu entworfenen Jetsystems setzte die Verwendung dieses Anodentyps voraus. Die Expansionskammer wurde auf CF250 vergrößert - die Jet-Performance, welche maßgeblich von der Verwendung der größeren Turbomolekularpumpe und des neuen zweistufigen Jetsystems abhängt, konnte überzeugen. Die erste Messung mit dieser neuen Kammer am SOLEIL-Synchrotron verlief sehr erfolgreich.

Das dort hauptsächlich verwendete Target, CHBrClF, wurde über mehrere Tage untersucht. Dabei konnte am Anfang der gewünschte Aufbruch des Moleküls in 5 Teilchen in Koinzidenz gemessen werden. Die Unterscheidung der Moleküle, ob links- und rechtshändig, konnte anhand der Erfahrungen einer vorangegangenen Messung schnell durchgeführt werden und zeigt eine gute Statistik. Leider noch nicht gefunden werden konnte das zu dem 5-Teilchen Aufbruch gehörende Photoelektron.

Bereits bei einer weiteren Strahlzeit im Januar 2014 am BESSY in Berlin wurde der neue Aufbau erfolgreich eingesetzt. Hierfür wurden schon Verbesserungen entworfen und umgesetzt, welche das Arbeiten mit Coltrims vereinfachen, wie z.B. ein zweifaches, getrenntes Düsensystem.

Ein Ausblick in die Zukunft gibt das neue COLTRIMS-Projekt am *European XFEL* in Hamburg. Diese Anlage arbeitet nach dem Prinzip des freien Elektronen Lasers und wird bei ihrer Inbetriebnahme im Jahr 2017 eine der stärksten Quellen für Röntgenstrahlung weltweit sein. Die finanziellen Weichen konnten hierfür bereits gestellt werden, sodass ein weiteres Coltrims-Experiment, diesmal als feste Endstation, an einer internationalen Forschungsanlage in Betrieb gehen kann.

In der bereits gebauten Experimentierhalle sind vorerst drei Beamlines geplant, von denen an einer ein COLTRIMS-Experiment fest installiert sein wird. Dieser Aufbau wird dem hier beschriebenen in einigen Punkten wie 300 mm Hauptkammer Durchmesser, 120 mm Detektorgröße ähnlich sein, jedoch sollen die durch diese Arbeit gewonnenen Erkenntnisse zu Verbesserungen der nächsten Coltrims-Kammer genutzt werden.

Das System soll noch modularer als bisher gestaltet werden. Insbesondere die Expansion des Gasjets soll durch mehrere verwendbare Systeme mit der Targetkammer kompatibel sein. Sowohl das hier neu gebaute zweistufige Jetsystem für einen dichten Jet, als auch ein neues 4-stufig differentielles System, bestehend aus kleineren Pumpen und insgesamt 4 verschiedenen Blenden, soll zum Einsatz kommen. Hierzu sind bereits diverse Tests in der Arbeitsgruppe aktuell in Betrieb wie z.B. die durch Piezo-Motoren gesteuerte Blendenverstellung, welche den Jetstrahl räumlich verkleinern kann. Ebenso befindet sich ein System aus mehreren hintereinander angeordneten, geschlitzten, schnell rotierenden Scheiben im Aufbau, welches in den Gasjet hineingefahren werden kann, um gezielt eine Geschwindigkeits-Selektion der Teilchen vorzunehmen. Auch der Anschluss eines komplett andersartigen Systems der Gas-Teilchenbeschleunigung ist denkbar und muss vorgesehen werden.

Ein modifizierter Coltrims-Aufbau mit einem Massen-selektiven Gittersystem in der Expansion wird im Herbst diesen Jahres erstmals eine Strahlzeit in Hamburg am Vorexperiment des XFEL, dem *FLASH*, absolvieren und erste Ergebnisse zur Messung an einem freien Elektronen Laser liefern.

## Kapitel 6

## Anhang

### 6.1 Konstruktionszeichnungen

Hauptkammer Kryostatadapter Hex-Montageplatte Dumpröhrchenhalter Spektrometer-Montage-Halter doppelte Kryostatadapter Jetdump komplett Jetdump Zylinder Jetdump CF100 doppel-Flansch Jetdump Röhrchen Jethut 1.Stufe Jethut 2.Stufe Jethut Edelstahl CF250 Flansch Aluminium-Pump-Ring Flexlink Spule Flexlink Pumpenschlitten Batman120L Holder MCP-Halteplatte Spektrometerplatten für 120 mm Detektor Gitterspannrahmen für 120 mm Detektor MCP-Montageringe für 120 mm MCP's

# Literaturverzeichnis

[AStau01]	A. Staudte: D2 in ultrakurzen, hochintensiven Laserpulsen, Diplomarbeit, Institut f ür Kernphysik, Frankfurt am Main, (2001)
[BergSch03]	Bergmann, Schaefer, <i>Lehrbuch der Experimentalphysik</i> , Band 4, Bestandteile der Materie, 2.Auflage, de Gruyter, (2003)
[DesyPh14]	DESY Photon Science, Internetseite des DESY - Rese- arch/Students@Teaching/Primers/Synchrotron Radiation, (2014)
[Feifel04]	Feifel et al., A quantitative analysis of the N $1s \rightarrow \pi^*$ photoab- sorption profile in N2: new spectroscopical constants for the core-excited state, Chem. Phys. Lett. 383, 222-229, (2004)
[GBru89]	G. Brusdeylins, J. P. Toennies und R. Vollmer, XII. Symposion on Molecular Beams, Book of Abstracts, Perugia, (1989)
[GSco88]	G. Scoles, D. Bassai, U. Buck and D. Lainé, Atomic and Mo- lecular Beam Methods, Volume I, Oxford University Press, New York/Oxford, (1988)
[HSann09]	H.Sann, Photodoppelionisation von Wassermolekülen, Diplomarbeit, Institut für Kernphysik Frankfurt, (2009)
[IMBand79]	I.M. Band et al., Photoionisation Cross Sections and Pho- toelectron Angular Distributions for X-Ray Line Energies in the Range 0.132-4.509 keV, Targets $1 \le Z \le 100$ , Atomic Data and Nuclear Tables 23, 443-505 (1979)
[JJYeh85]	J.J. Yeh, I. Lindau, Atomic Subshell Photoionisation Cross Sections and Asymmetry parameters: $1 \le Z \le 103$ , Atomic Data and Nuclear Tables 32, 1-155 (1985)

[KBethge90]	K. Bethge, G. Gruber, <i>Physik der Atome und Moleküle</i> , VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, (1990)
[KBlaum07]	Vorlesungs-Skript: Massenspektrometrie und Teilchenfallen, Klaus Blaum, Universität Mainz (2007)
[LFou08]	L.Foucar: Auslese von Delaylinedetektoren mit Hilfe von Transientenrekordern, Dissertation, Institut für Kernphysik Frankfurt, (2008)
[LSchmi00]	L.Schmidt, Effekte molekularer Symmetrien in der Elektro- nenemission bei langsamen $He^{2+}$ - He Stößen: Eine kine- matisch vollständige experimentelle Untersuchung, Disser- tation, Institut für Kernphysik Frankfurt, (2000)
[LSchmi11]	L.Schmidt, <i>Spannungsversorgung MCP-Detektoren</i> , Kurz- anleitung für die Arbeitsgruppe, Institut für Kernphysik Frankfurt, (2011)
[LSchmi13]	L.Schmidt: <i>Turbopumpentest</i> , Institut für Kernphysik Frankfurt, (2013)
[MAch99]	M. Achler, Doktorarbeit, Universität Frankfurt am Main, (1999)
[MHon13]	M.Monig, Photon Induced Fragmentatioin of Ethyl- Trifluoroacetate, Masterarbeit, Institut für Kernphysik Frankfurt, (2013)
[Mill88]	D.R. Miller, Atomic and Molecular Beam Methods, Oxford University Press, New York, 14, (1988)
[MKrems05]	M.Krems et al.: Channel electron multiplier and channelpla- te efficiencies for detecting positive ions, Review of Scientific Instruments 76, 093305; doi: 10.1063/1.2052052, (2005)
[MLund96]	M. Lundqvist et al., Doppler-free kinetic energy release spectrum of $N2+2$ , Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics, 29(8):1489, (1996)
[MPitz13]	M.Pitzer et al., Direct Determination of Absolute Molecular Stereochemistry in Gas Phase by Coulomb Explosion Ima- ging, Science, 341, 1096, (2013)

[MSchoe02]	M.Schöffler, Entwicklung und Aufbau eines Abbildungssys- tems zur Messung von Elektronen jenseits niedriger Energi- en, Diplomarbeit, Institut für Kernphysik Frankfurt, (2002)
[MSchoe06]	M.Schöffler, Grundzustandskorrelation und dynamische Pro- zesse untersucht in Ion-Helium-Stößen, Dissertation, Insti- tut für Kernphysik Frankfurt, (2006)
[MSchoe08]	M. Schöffler et al., Ultrafast Probing of Core Hole Localiza- tion in N2, Science, 320:920, (2008)
[MUnv92]	M. Unverzagt, Entwicklung eines Strahlprofilmonitors für den ESR, Diplomarbeit, Institut für Kernphysik Frankfurt, (1992)
[MWai11]	M. Waitz, Transferionisation in schnellen $D^+ - H_2 - Stö\beta en$ , Master-Arbeit, Institut für Kernphysik Frankfurt, (2011)
[NACherp09]	N.A. Cherepkov et al., Separation of Auger transitions into different repulsive states after K-shell photoionisation of N2 Molecules, Phys. Rev. A 80, 051404(R), (2009)
[NAL02]	National Aerospace Laboratory of Japan, http://www.nal.go.jp/fluid/eng/mosaic/detail/e3_3/ (2002)
[OJag94]	O. Jagutzki: Entwicklung eines Rückstoßionenimpulsspek- trometers zur Untersuchung der Dynamik in Heliumatomen, Doktorarbeit, Institut für Kernphysik, Frankfurt am Main, (1994)
[Pfei09]	Pfeiffer Vakuum: Vakuum Technology Know How (2009)
[PSchag74]	P. Schagen: Advances in image pick-up and display, Academic Press, New York, 1, (1974)
[SSeme10]	S.K. Semenov et al., Auger decay of $1\sigma_g$ and $1\sigma_u$ hole states of the $N_2$ molecule: Disentangling decay routes from coinci- dence measurements, Physical Review A 81, 043426, (2010)
[Roent11]	RoentDek Handels GmbH: <i>MCP Delay Line Detektor</i> <i>Manual, CoboldPC User Manual, CFD Manual</i> (2011), http://roentdek.com/manuals

[TJahn02]	T. Jahnke et al., Circular Dichroism in K-Shell Ionization from Fixed-in-Space CO and N2 Molecules, Phys. Rev. Lett., 88:073002, (2002)
[TJahn05]	T.Jahnke, Interatomic Coulombic Decay - Experimentelle Untesuchung eines neuartigen, interatomaren Abregungsme- chanismus, Dissertation, Institut für Kernphysik, Frankfurt am Main, (2005)
[TWeb01]	T. Weber et al., K-shell photoionization of CO and N2 : is there a link between the photoelectron angular distribution and the molecular decay dynamics?, J. Pjys. B: At. Mol. Opt. Phys., 34:3669-3678, (2001)
[TWeb03]	Th. Weber: Untersuchung der verschränkten Bewegung frei- er Elektronenpaare emittiert aus Ein- und Zweizentren Coulomb-Potentialen in Phtoabsorptionsprozessen, Disser- tation, Institut für Kernphysik, Frankfurt am Main, (2003)
[Vacug]	Vacuum Guide: <i>Wälzkolbenpumpe</i> , http://www.vacuum-guide.com/deutsch/pumpen/hw-waelzkolben.htm
[VMerg94]	V. Mergel, Diplomarbeit, Universität Frankfurt am Main, (1994)
[Wiki1]	Wikipedia-Artikel <i>MCP</i> , http://de.wikipedia.org/wiki/Multi_Channel_Plate
[Wiki2]	Wikipedia-Artikel <i>Scrollverdichter</i> , http://de.wikipedia.org/wiki/Scrollverdichter
[WKr74]	F.Wuilleumier, M.O.Krause, Photoionisation of neon bet- ween 100 and 2000 eV: Single and multiple processes, an- gular distributions, and subshell cross sections, Physical Re- view A, Volume 10, Number 1, (1974)
[Wutz06]	Jousten (Hrsg.), Wutz: <i>Handbuch Vakuumtechnik</i> , Vieweg Verlag (2006)
[XRay01]	Center for X-Ray Optics and Advanced Light Source, La- wrence Berkeley National Laboratory, <i>X-Ray Data Booklet</i> , Second edition, January 2001

### Danksagung

Diese schriftliche Ausarbeitung, welche mittlerweile "Master-Thesis" genannt wird, stellt nur *einen* Teil meiner Masterarbeit in der der Arbeitsgruppe dar. Ein Großteil meiner Masterarbeit bestand aus den Aufgaben Konzeption, Konstruktion und deren praktische Umsetzung beim Zusammenbau. Ein komplettes COLTRIMS-Setup von null an aufzubauen und es schlussendlich auf einer Strahlzeit unter "ernsten" Messbedingungen einzusetzen, war ein hartes Stück Arbeit und kostete einige Nerven; jedoch bin ich mir auch der "Ehre" bewusst, welche mir hier ein stückweit zu Teil wurde, dieses Projekt durchführen zu können.

Dass es sich hierbei um Teamarbeit handelt, versteht sich fast von selbst - dass es sich jedoch um solch ein klasse Team handelt, wie das der Atomphysiker der Uni Frankfurt, ist keineswegs selbstverständlich.

An dessen Spitze steht Prof. Reinhard Dörner, welchem mein erster Dank gilt. Er sorgt immer für einen reibungslosen Ablauf aller Geschäfte im Institut. Für alle Probleme hat er zu jeder Zeit ein offenes Ohr und weiß immer über alle Tätigkeiten bescheid. Danke für die tolle Unterstützung.

Eine bestimmte Person hat an dem Gelingen des hier beschriebenen Projektes mindestens so viel Anteil wie alle anderen beteiligten Personen (inkl. mir) zusammen - mein Betreuer Dr. Markus Schöffler.

Er musste unzählige Male meine Fragen ertragen und hat sie immer mit größter Geduld und enormer Kompetenz beantwortet. An nahezu jeder Überlegung war er mit beteiligt und steuerte viele gute Ideen und clevere Lösungen bei. Er steuerte die in dieser Arbeit gezeigten Spektren bei, welche aus den am Soleil gewonnenen Daten erzeugt wurden. Auch außerhalb der Universität bei Reisen nach Hamburg und Berlin, beim Skatabend, Filmabend oder Robo-Rallye spielen ist er immer ein netter, lustiger, zuverlässiger und stets gut gelaunter Kollege und Freund. Markus, vielen Dank für Alles!

Viele Ideen und Lösungen kamen auch von meinem Büro-Kollegen Dr.Lothar Schmidt. Er weiß auf jede Frage die passende Antwort und wartet immer mit vielen Hintergrundinformationen auf. Bei ihm gibt es für ein Problem immer mehrere Lösungen, unter denen immer wieder Querdenker-Ansätze dabei sind. Die überaus informativen und amüsanten "Präsentationen" seiner Ideen sind jedes Mal ein Highlight! Unweigerlich beteiligt sind daran auch die zwei anderen Kollegen im Büro: Dr.Till Jahnke und Sven Schössler helfen freiwillig oder unfreiwillig immer bei Problemen mit - Besten Dank!

Ein weiterer Ideengeber, welcher besonders in der Praxis eine wichtige Anlaufstelle

darstellt, ist Markus Waitz. Viele Stunden haben wir am Experiment geschraubt und "gebastelt". Bei fast jedem größeren Arbeitsschritt war und ist mir seine Meinung wichtig, da er im praktischen Umgang mit dem Experiment bescheid weiß, wie kaum ein zweiter. Zudem ist er in Sachen Arbeits- und Ordnungsmethoden ein Vorbild. Im Team der Strahlzeit am Soleil im Oktober 2013 war er ebenfalls ein zentraler Punkt - sorgte er doch für die Planung und Durchführung des Transportes des gesamten Equipments mittels Sattelzug. (An dieser Stelle sei noch angemerkt, dass das Verrutschen der Detektoren natürlich keineswegs auf sein Konto geht. :-) Der gesamten Crew der Strahlzeit am Soleil sei an dieser Stelle herzlich gedankt. Ohne die vielen helfenden Hände wäre es nie zu einer Messung gekommen. Ein dickes Dankeschön an Helena, Markus, Markus, Christoph, Christian, Flo, Florian, Carl, Stefan, Jasper, Tobi, Andi und Kevin. In die schnelle Auswertung der Messdaten involviert war auch Martin Pitzer, welcher dankenswerterweise einige wichtige Plots erstellt hat.

Hendrik Sann und Tobias Bauer sei an dieser Stelle für die nette Einführung und Hilfestellung mit dem anfangs neuen CAD-Programm Inventor gedankt.

Ebenso wichtige Beiträge zur Fertigstellung des Experiments lieferten die Teams der beiden Werkstätten Feinmechanik und Schlosserei. Viele Teile entstanden hier und oft wurden gemeinsame Ideen und Verbesserungen mit den Mitarbeitern der Werkstätten entwickelt. Vielen Dank für die Unterstützung und die Geduld.

Gleiches gilt für alle Mitglieder der Atomphysik-Arbeitsgruppe - an jeder Stelle findet man zu jeder Zeit freundliche Hilfe. Ohne diese Basis wären Experimente dieser Komplexität wohl nicht möglich.

Außerhalb der Universität geht ein ganz besonderer Dank an meine Familie, bestehend aus Mama, Pappa und Bolek. Ohne diesen festen Bezugspunkt außerhalb der Uni und außerhalb von Frankfurt ist es für mich unvorstellbar, all diese Aufgaben zu meistern. Vielen, vielen Dank für euren so wichtigen Anteil an allem, was ich tue.