

Fakultät für Physik und Astronomie

Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

Masterarbeit

Im Studiengang Physik

vorgelegt von

Metty Gilles Jung

geboren in Wiltz

2022

Entwicklung und Test einer Quelle atomaren Wasserstoffs durch thermische Dissoziation

Die Masterarbeit wurde von Metty Gilles Jung

ausgeführt am

Max-Planck-Institut für Kernphysik Heidelberg

unter der Betreuung von

Herrn Prof. Dr. José R. Crespo López-Urrutia

Entwicklung und Test einer Quelle atomaren Wasserstoffs durch thermische Dissoziation

Um die Reaktion zwischen atomarem Wasserstoff und hochgeladenem Sauerstoff zu messen, braucht man eine Beamline in der sich ein Ionenstrahl mit einem Atomstrahl kreuzt. In dieser Arbeit bauten wir eine atomare Wasserstoffquelle, um den Atomstrahl zu erzeugen und testeten sie. Unsere Quelle beruht auf dem Effekt der thermischen Dissoziation auf heißen Metalloberflächen, in dem Fall benutzten wir Wolfram aufgrund seiner hohen Schmelztemperatur. Das Heizen funktioniert durch das Bombardieren von Wolfram mit Elektronen. In der ersten Testreihe wurde das Heizen getestet und die Temperatur gemessen. Wir stellten fest, dass wir Temperaturen bis zur Schmelztemperatur von Wolfram erreichten. In der nächsten Testreihe nutzten wir ein Quadrupolmassenspektrometer als Detektor, um atomaren Wasserstoff nachzuweisen. Unsere Messungen zeigten uns nicht das gewünschte Ergebnis, daher suchten wir nach einer möglichen Erklärung. Ein anderer Teil der Arbeit bestand darin, die Extraktions-Beamline, die unsere Quelle beinhaltet, zu rekonstruieren und an die FLASH-EBIT anzuschließen.

Development and testing of a source of atomic hydrogen with thermic dissociation

To measure the reaction between atomic hydrogen and highly charged oxygen, a beam line is needed to cross an atomic beam with an ionic beam. We built an atomic hydrogen source in our work to produce the atomic beam, and tested it. Our source uses the dissociation of molecular hydrogen on a hot metal surface. We used tungsten because it has a high melting temperature. We heat up the tungsten by bombarding it with electrons. In our first measurements, we tested if we reach the necessary temperature, and we achieved to reach the melting point of tungsten. In the next measurements, we used a quadrupole mass spectrometer to see if we can detect atomic hydrogen. At the end we could not see what we expected, so we searched for explanations. Another part of the work was to reconstruct the whole extraction beam line, which includes the source, and to connect it to the FLASH-EBIT.

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	9
2	Theoretische Grundlagen	12
2.1	Geschichte atomarer Wasserstoffquellen	12
2.1.1	Woodsche Darstellungsverfahren	12
2.1.2	Langmuirsche Darstellungsverfahren	13
2.1.3	Messung der Dissoziation von Wasserstoff	13
2.1.4	Mechanismus der Produktion atomaren Wasserstoffs an heißem Wolfram	14
2.1.5	Moderne atomare Wasserstoffquellen im Vakuum	15
2.2	Atomare Wasserstoffquelle durch thermische Dissoziation	17
2.3	Wasserstoffaufspaltung auf Metalloberflächen	20
2.4	Dissoziationsgrad	22
2.5	Strahlbildung nach einer Kapillare mit molekularer Strömung	24
2.6	Vakuumeigenschaften	27
3	Experimenteller Aufbau	30
3.1	FLASH-EBIT	30
3.1.1	Funktionsweise einer EBIT	30
3.1.2	Übersicht FLASH-EBIT	31
3.1.3	Elektronenkanone	31
3.1.4	Falle und Magnete	33
3.2	Extraktionsbeamline	34
3.2.1	elektrostatischer Ablenker	35
3.2.2	Gesamtaufbau	36
3.2.3	Sikler-Linse	37
3.2.4	Controller und Wienfilter	38
3.2.5	CEAN Spannungsverteiler	40
3.2.6	Wasserstoffquelle	42

4	Vorbereitungen für die Messungen	47
4.1	Wiederinbetriebnahme der Extraktionsbeamline	47
4.2	Test und Aufbau der Wasserstoffquelle	49
4.3	Pyrometer	54
4.4	Quadrupolmassenspektrometer	57
5	Messung	61
5.1	Bestimmung der Temperatur der Kapillare	61
5.2	Strom-Spannungs-Kurve	64
5.3	Messung von atomarem Wasserstoff	65
5.3.1	Messung mit QMS in vertikaler Stellung	65
5.3.2	Messung mit QMS in horizontaler Stellung	69
5.3.3	QMS um 180° gedreht	71
5.4	Mögliche Ursachen warum wir keine H-Produktion nachweisen	73
5.4.1	Winkelverteilung	73
5.4.2	Ionisierung von H-Atomen	76
6	Zusammenfassung	78
7	Anhang	80

1 Einführung

Gott sprach es werde Licht! Diese biblische Annahme ist nach heutigem Wissensstand mal gar nicht so falsch, wenn man bedenkt, dass das Universum in den frühen Phasen so heiß war, dass selbst Materie nicht lange existieren konnte. Doch das Universum kühlte sich immer weiter ab bis sich baryonische Materie bilden konnte, was dann die Grundbausteine für Sterne und Galaxien war [1]. Die Materie lag dann in Form von Gas vor.

Aufgrund der Schwerkraft bildeten sich zuerst kleinere Strukturen wie Sterne und schwarze Löcher, dann Größere wie Galaxien. Wobei bei den Strukturen wichtig ist, dass sie zuerst in einer Dimension kollabieren und damit eine Scheibe bilden und dann erst unter Reibung eine Kugel bilden. Die Materie die nicht kollabiert ist, findet man immer noch als Gas wieder [2]. Unter anderem entstand zeitgleich mit den anderen Galaxien auch unsere Milchstraße.

Es gibt Galaxien in sehr Unterschiedlichen Formen und Größen. Die Milchstraße z.B. hat eine Ausdehnung von ca. 100 000 Lichtjahren und eine Dicke von 16 000 Lichtjahren, zudem ist sie eine Spiralgalaxie. Das ganze ist eingebettet in einen sphärischen Halo, der aus Kugelsternhaufen und Zwerggalaxien besteht. Die Ausdehnung davon lässt sich nur schwer abschätzen da es keine feste Grenzen hat. Die Größenordnung liegt bei einem Durchmesser von 170 000 Lichtjahren. In der Mitte unserer Galaxie befindet sich ein galaktisches Zentrum, was aus einem supermassiven schwarzen Loch (SMBH) besteht. Aufgrund der sehr heißen Akkretionsscheide ist das Zentrum sehr hell, doch können wir es kaum von der Erde aus sehen, da sich dazwischen interstellaren Staub befindet. Da der Staub durchsichtig im Infrarotbereich ist, können wir es mit den richtigen Teleskopen im Infrarotbereich sehen.

Um das galaktische Zentrum befinden sie sehr viele Sterne dicht gepackt für astronomischen Verhältnisse. Dies sieht man an der Auswölbung einer Galaxie und nennt man Bulge. Der Bulge ist meistens wie ein Ellipsoid geformt. (siehe Abbildung 1) Des weiteren wissen wir, dass aus 95% aus der ursprünglichen baryonischer Materie sich Sterne gebildet haben und 5% liegt immer noch als Gas vor.

Von diesen 5% tritt 1% als Staubteilchen auf [3]. Dieses Gas-Staub Gemisch wird als inter-

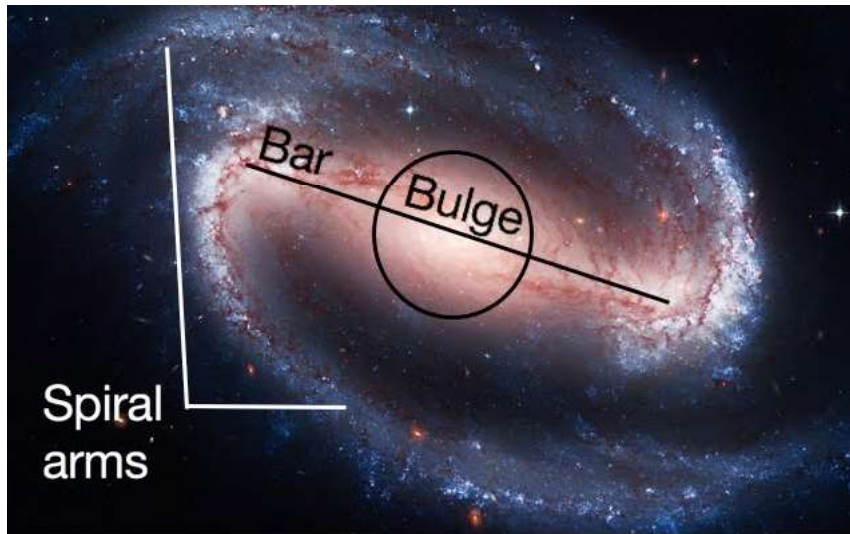


Abbildung 1: Bulge, Bars und Spiralarme from: <https://sites.google.com/a/vt.edu/vt-extragalactic-research/>

stellare Materie beschrieben. In unserer Galaxie kommt dieses Gas nicht gleichmäßig vor, sondern innerhalb der Galaxiescheibe gibt es noch eine Scheibe die viel dünner ist und aus dem Gas-Staub Gemisch besteht. Man spricht oft von Gaswolken. Das Gas besteht aus 90% Wasserstoff und 10% Helium.

Das meiste Wasserstoff-Gas in der interstellare Materie liegt in atomarer Form vor, dies zeigt sich durch die Messung der bekannten 21cm Linie. Diese Linie entsteht durch den Hyperfeinen-Übergang im atomaren Wasserstoff innerhalb der 1s Schale von $F=1$ auf $F=0$, dabei ändert sich die Spinausrichtung vom Elektron im Grundzustand. Wenn das Elektron parallel zum Atomkern ist ($F=1$), ist es in einen energetisch höheren Zustand und wenn es dann umflipppt geht es in den energetisch günstigeren Zustand über, wo es antiparallel zum Kern ist ($F=0$).

Dieses atomare Wasserstoff, was reichlich in der Galaxie vorhanden ist gilt es nun zu untersuchen, da im Weltraum viele Übergänge stattfinden, dessen Spektrallinie wir noch nicht gut kennen.

Natürlich können wir nicht hinfliegen um Experimente zu machen, also müssen wir die Bedingungen hier auf der Erde schaffen. Dies machen wir in unserem Experiment, wo wir vor allem die Reaktion zwischen atomaren Wasserstoff und hochgeladenen Sauerstoff messen wollen.

Den Bau dieses Experiments ist unsere Arbeit. Bei der Reaktion zwischen atomarem Wasserstoff und hochgeladener Sauerstoff findet eine Rekombination statt, d.h. die Sauerstoffionen entziehen den Wasserstoffatome ein Elektron. Dabei fällt das Elektron auf eine Bahn im Sauerstoff und emittiert dabei ein Photon. Diese Emission kann man im Labor nachmessen, wenn man diese Bedingungen reproduziert.

Da der Hauptteil unserer Arbeit darüber bestand eine atomare Wasserstoffquelle zu bauen und testen, wollen wir kurz erläutern wie das in der Vergangenheit getestet wurde. Das wichtigste dabei ist der Dissoziationsgrad, der über unterschiedliche Methoden gemessen werden kann. Eine Methode ist durch das Messen des Spektrums von der Reaktion zwischen H und O^{8+} [4]. Bei diesem Experiment vergleicht man die Reaktion zwischen molekularem Wasserstoff und atomarem Wasserstoff und findet neue Linien.

Eine andere Methode ist das Einsammeln der Wasserstoffatome mit einem reinen Kupferkristall dass in der Richtung (110) abgeschnitten wurde [5]. Diese Oberfläche ist besonders affin für Wasserstoff.

Eine dritte Methode ist die Methode die wir nutzten. In dem Fall wird das atomare Wasserstoff direkt mit einem Quadrupolmassenspektrometer nachgewiesen [6]. Hier wird ein Atomstrahl aus Wasserstoffatome erzeugt und in das Messgerät gerichtet, das muss unter Hochvakuum passieren, damit die Atome nicht mit dem Restgas kollidiert.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Geschichte atomarer Wasserstoffquellen

Die ersten Methoden zur Herstellung von atomarem Wasserstoff wurden von Robert W. Wood und Irving Langmuir entdeckt. Das Langmuir Verfahren, auch bekannt als Langmuir Fackel wird heute noch als Schweißverfahren genutzt und wurde 1924 von ihm entwickelt. Robert Wood entdeckte seine Methode während seiner Forschungsarbeit an der Johns Hopkins Universität.

2.1.1 Woodsche Darstellungsverfahren

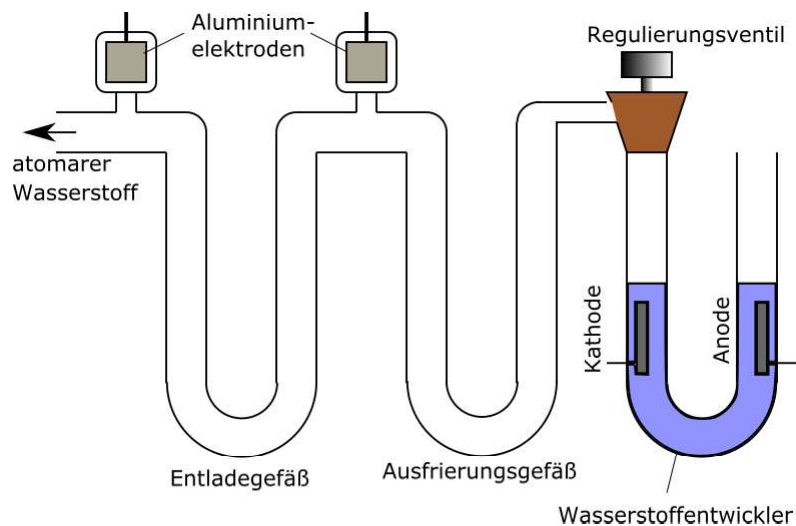


Abbildung 2: Wood Darstellungsverfahren

Um ein Wasserstoffmolekül zu spalten braucht es viel Energie von 4,463 eV, bzw 430.6 kJ/mol [7]. Eine Methode um diese Energie zuzuführen, ist durch das Bombardieren mit Elektronen. Dies wird beim Woodschen Darstellungsverfahren ausgenutzt.

Zuerst wird Wasserstoff durch die Elektrolyse von Wasser erzeugt und fließt dann in das Ausfrierungsgefäß. (siehe Abbildung 2) Das Ausfrierungsgefäß dient dazu den Wasserstoff von Wasserdampf zu befreien. Danach kommt er in das Entladegefäß, wo er dann zu atomarem Wasserstoff gespalten wird. Dies passiert durch das Anlegen einer hohen Spannung von 3000V-4000V an den Alumiumelektroden und es entsteht eine Glimmentladung. In der Theorie erreicht man einen Dissoziationsgrad von 95%. Wichtig ist dass das Gas stän-

dig abgepumpt wird und ein niedriger Druck von unter 1 Torr (=1.333 mbar) erreicht wird [8].

2.1.2 Langmuirsche Darstellungsverfahren

Wesentlich eleganter gelöst hat das Irving Langmuir († 1957) mithilfe einer Düse und 2 Wolframelektroden. Das Prinzip ist sehr einfach: Durch die Düse fließt normaler Wasserstoff und am Ende sind die 2 Elektroden angebracht. Zwischen den Elektroden wird eine Hochspannung angebracht, sodass ein Lichtbogen zu sehen ist. Das Wasserstoff fließt durch den Bogen und wird aufgespalten in atomaren Wasserstoff. (Siehe Abbildung 3) Dieses

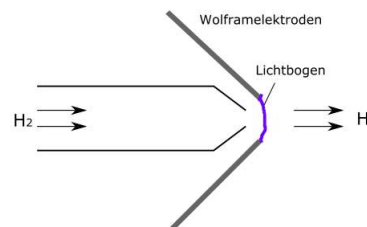


Abbildung 3: Langmuir Darstellungsverfahren

Verfahren kann ausgenutzt werden um zu schweißen, denn die atomare Wasserstoffatome verbinden sich wieder sobald sie auf eine Oberfläche stoßen. Dabei wird die benötigte Energie zum Spalten als Wärme wieder freigegeben.

Man nennt dies Langmuir-Fackel oder Arcatom-Schweißen. 'Arc' bedeutet Bogen und soll auf den Lichtbogen hinweisen. Dieses Schweißverfahren hat die Vorteile, dass das Material nicht oxidiert, weil es von einem Schutzgas umgeben wird; man erreicht hohe Temperaturen bis zu 4000°C und man kann Nicht-leitende Materialien schweißen.

2.1.3 Messung der Dissoziation von Wasserstoff

G. Bryce veröffentlichte 1936 ein Paper über seine Arbeit zur Messung der Dissoziationsrate [9]. Das Ziel war es die Rate zu messen mit welcher Wasserstoff an heißen Wolframoberflächen aufgespalten wird.

Das Experiment bestand aus einem Glasbehälter und einem Wolframfilament innendrin. Der Glasbehälter war mit Wasserstoff gefüllt und zusätzlich von innen mit Molybdänoxid beschichtet. Diese Beschichtung erstellten sie, indem sie den Behälter mit Sauerstoff füllten und ein Molybdändraht verglühen ließen. Die Wände des Glasbehälters waren von

außen mit flüssiger Luft gekühlt und es war ein Druckmessgerät angebracht.

In der Theorie, laut Langmuir, sollte sich der Druck mit der Zeit verringern, wenn der Draht glüht. Dies passiert auf der Annahme, dass das glühende Wolframfilament die Wasserstoffmoleküle aufspaltet, welche dann kollisionsfrei an die Innenwand des Glasbehälters gelangen und dann von der Molybdänoxidschicht absorbiert werden. Der Druck ist gering genug in diesem Fall, sodass man Kollisionen unter den Wasserstoffatome vernachlässigen kann. Dieses Experiment wurde auch mit anderen Oxiden wie Wolframoxid durchgeführt und führten zum gleichen Ergebnis. Das Filament wurde hier auf 1148K bis 1420K erhitzt. Die Ergebnisse ergaben, dass man eine Beziehung zwischen der Dissoziationsrate, Druck und Temperatur des Filaments feststellen konnte wie erwartet. Man bewies die Beziehung, dass $v \propto \sqrt{p} \cdot e^{-\frac{49200}{R \cdot T}}$, wobei v die Dissoziationsrate ist, p der Druck, $R = 1,985 \text{ cal/K}$ und T die Temperatur.

Damit war bewiesen, dass sich Wasserstoff systematisch an heißen Wolframoberflächen aufspalten lässt. Beruhend auf diese Experimente folgte die theoretische Erklärung und Interpretation durch J. K. Roberts.

2.1.4 Mechanismus der Produktion atomaren Wasserstoffs an heißem Wolfram

Diese Arbeit wurde fast zeitgleich mit dem vorherigen eingereicht und von J. K. Roberts geschrieben und basiert auf diese [10].

In dieser Arbeit beschreibt er die 2 Prozesse, wie atomarer Wasserstoff erzeugt wird. Durch die Aufnahme von einem Wasserstoffatome an der Oberfläche wird das Molekül aufgespalten und setzt ein Atom frei (\star). Die Atome in der Oberfläche gasen aus ($\star\star$).

Im Kapitel 2.3 gehen wir genauer darauf ein. Hier reden wir nicht mehr von Dissoziationsrate, sondern von der Produktionsrate. Die Dissoziation und Ausgasung führen aber zur Produktion von atomaren Wasserstoff. Er fand heraus, dass die Produktionsrate proportional zum Wurzel des Druckes ist, unabhängig davon, ob die Wolframoberfläche fast vollständig oder spärlich mit Wasserstoffatome besetzt ist. Dies hat die Konsequenz, dass man in ihrem Experiment nicht bestimmen konnte wie stark die Oberfläche besetzt ist.

2.1.5 Moderne atomare Wasserstoffquellen im Vakuum

Wir gehen ein paar Jahrzehnte in die Zukunft und überspringen alle Zwischenerkenntnisse. Diese sind für unser Experiment nicht wichtig und würde den Rahmen sprengen, das Wichtigste sind die Grundkenntnisse, wie atomarer Wasserstoff entsteht. Inzwischen wurden viele Methoden gefunden, mit denen man atomaren Wasserstoff produzieren kann: thermale Dissoziation, in Plasma durch Radiofrequenzen, durch Mikrowellenstrahlung oder durch elektrischen Entladungen. Die für uns interessante Methode ist die thermale Dissoziation an Wolfram, wobei es zwei Methoden gibt das Wolfram im Vakuum zu erhitzen. In den für uns interessanten Experimenten, werden Kapillaren, welche dünne Röhrchen sind, erhitzt. Dies passiert entweder mit einem Filament aus Wolfram, welches um die Kapillare gewickelt ist oder durch Bombardierung mit Elektronen die mit einer angelegten Spannung auf die Kapillare beschleunigt werden. Durch die Kapillare fließt molekularer Wasserstoff, der dissoziiert wird.

1998 veröffentlichten K.G. Tscherich und V. von Bonin [6] ein Paper über den Aufbau seiner atomaren Wasserstoffquelle und leiteten die Gleichung her für die Winkelverteilung der Teilchens, die die Kapillare verlassen. Das Experiment bestand grundlegend aus einer Kapillare mit einer Länge von 63 mm und einem Durchmesser von 1 mm, dazu einem Wolframfilament, das um die Kapillare gewickelt war, aber diese nicht berührte. Bei Betrieb glühte das Wolframfilament durch Stromzufuhr und zusätzlich lag eine negative Spannung -1,6 kV an, wodurch die Kapillare als Anode diente und mit Elektronen bombardiert wurde. Damit wurde die Kapillare auf bis zu 2600K erhitzt bei einem Strom von 60mA. Die Kapillare wurde mit einem Wärmebeständigen Material fixiert. Die Temperatur der Kapillare wurde mit einem optischen Pyrometer gemessen. Die Teilchenrate wurde mit einem Quadrupolmassenspektrometer (kurz QMA) gemessen für einen Winkelbereich von $\pm 15^\circ$.

Die Herleitung der Berechnung wollen wir hier kurz zusammenfassen. Der Druck ist so gering, dass man kollisionsfreie Teilchen annehmen kann, da die mittlere freie Weglänge viel größer ist als das Experiment, dementsprechend geht man von molekularer Strömung

aus [11]. Sie nutzten die Ergebnisse von vorherigen Berechnungen. Dafür mussten sie

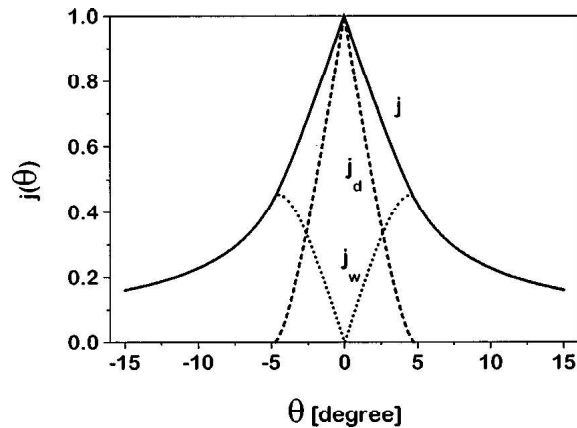


Abbildung 4: Die Winkelverteilung für das Gas, was aus der Kapillare kommt. Die Berechnete Winkelverteilung, auf der y-Achse ist die Strömungsdichte dargestellt und auf der x-Achse der Winkel zur Kapillarachse. Die durchgezogene Linie ist die Zusammensetzung aus den direkten Teilchen und gestreuten Teilchen, die gepunktete Linie repräsentiert die gestreuten Teilchen j_w und die gestrichelte Linie die Direkten j_d .

unterscheiden zwischen den Molekülen die mit der Wand kollidieren j_w und jenen die direkt durchfliegen j_d . Damit setzt sich der Gesamtstrom zusammen wie in Abbildung 4. Sie haben auch herausgefunden, dass die Verteilung dünner und spitzer wird bei geringen Drücken. Damit kommen sie zu der Schlussfolgerung, dass ein großer Teil der Kapillare heiß sein muss, damit der Wasserstoff heiß wird, wenn man bedenkt, dass der direkte Teilchenstrom gar nicht in Kontakt mit der heißen Wand kommt.

Ein Jahr später veröffentlichte K. G. Tscherich ein Paper [12], wo er den Dissoziationsgrad berechnete und experimentell überprüfte. Es handelt sich um das gleiche Experiment wie vorhin beschrieben, jedoch hat man die Arbeit und Berechnungen aufgeteilt in zwei Arbeiten. Für diesen Teil wird noch ein weiterer Teil des Aufbaus relevant, nämlich der Teil vor der Kapillare. Dort hatte man Geräte angebracht um den Druck und Volumenfluss zu messen, dafür braucht man ein Leckventil und Druckmesssonden. Hier wurde ein Kapazitätmanometer benutzt bei höheren Drücken und ein drehender Rotor Messgerät bei kleinen Drücken. Das Produkt aus dem Druck und der Leitfähigkeit ergibt dann den Volumenfluss. Zwischen der Kapillare und dem QMS gibt es eine Blende um den Strahl in einem bestimmten Winkel auswählen zu können.

Zu dem Experiment leitete er den theoretischen Dissoziationsgrad her, dieser ist definiert als der Anteil der gemessenen atomarer und molekularer Wasserstoffteilchen welcher auf-

gespalten wurde. Dafür musste er zuerst die Leitfähigkeit mithilfe der Knudsen Formel berechnen, was molekulare Strömung mit einbezieht. Dies wird relevant bei geringen Drücken. Daraus kann man mit den gemessenen Drücken, der Reaktionsgleichgewichtskonstante und der Temperatur den Dissoziationsgrad berechnen. Im Kapitel 2 gehen wir genau darauf ein. In Abbildung 5 können wir die Messwerte in Form von Punkten sehen und zum Vergleich den theoretischen Verlauf als durchgezogene Linie. Man erkennt eine starke Abhängigkeit zur Temperatur und eine schwache zum Druck.

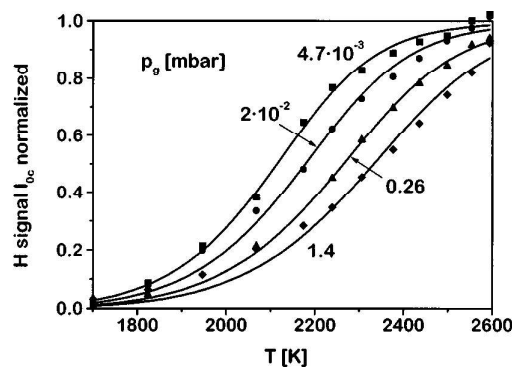


Abbildung 5: Atomarer Wasserstoff Signal im QMS normiert auf das gesamte Signal, gemessen für unterschiedliche Temperaturen der Kapillare und bei unterschiedlichen Drücken. Hier sind die Messergebnisse mit Symbolen dargestellt, welche unterschiedliche Drücke kodieren. Das gesamte Signal ist hier die Summe aus atomaren und molekularen Wasserstoff. Die durchgezogene Linie ist das berechnete Signal.

2.2 Atomare Wasserstoffquelle durch thermische Dissoziation

Unsere atomare Wasserstoffquelle wurde von Stepan Dobrodey entwickelt und von uns modifiziert. Diese basiert auf den Effekt, dass das Wasserstoffmoleküle sich aufspalten, wenn sie in Kontakt mit einer sehr heißen Wolframplatte kommen. Dabei sollte die Platte auf über 2000 K erhitzt werden [5].

In diesem Fall fließt das Wasserstoffgas durch eine Kapillare, was ein Wolframrohr mit ca. 1.5 mm Durchmesser ist und welches an der Spitze erhitzt wird. An diesem Punkt kommt der Wasserstoff in Kontakt mit der Wand und wird aufgespalten und fliegt dann in die Rekombinationskammer. Der atomare Wasserstoff darf nicht mehr in Kontakt mit etwas kommen, bevor es auf den Ionenstrahl trifft. Sonst bildet es sich wieder zurück zu Wasserstoffmolekülen.

Zum Erhitzen der Wolframkapillare ist ein Wolframfilament an der Spitze der Kapillare.

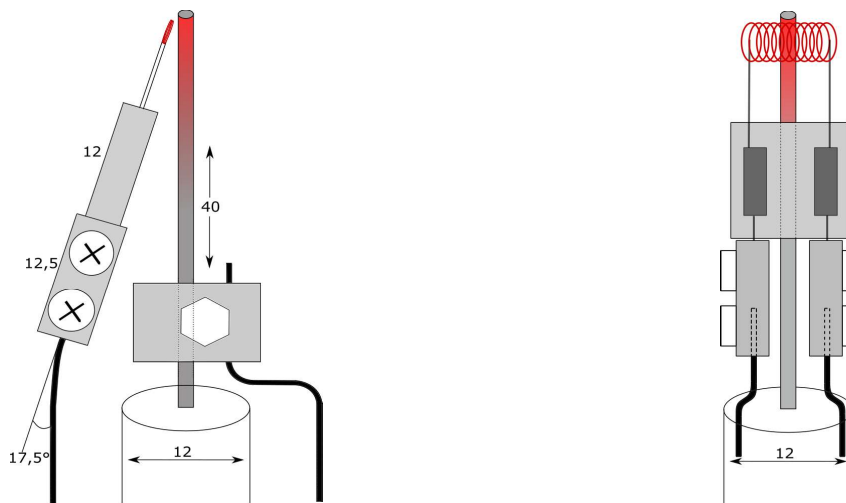


Abbildung 6: Aufbau der atomaren Wasserstoffquelle. Links: Das Filament wird durch einen Edelstahl draht mit Strom versorgt und gehalten. In der Mitte wird die Kapillare vom einem Bornitrit halter gehalten. An der Kapillare ist eine elektrische Verbindung angebracht mit der man auf ihr Hochspannung anbringen kann. Rechts: Das ganz aus einem anderem Winkel.

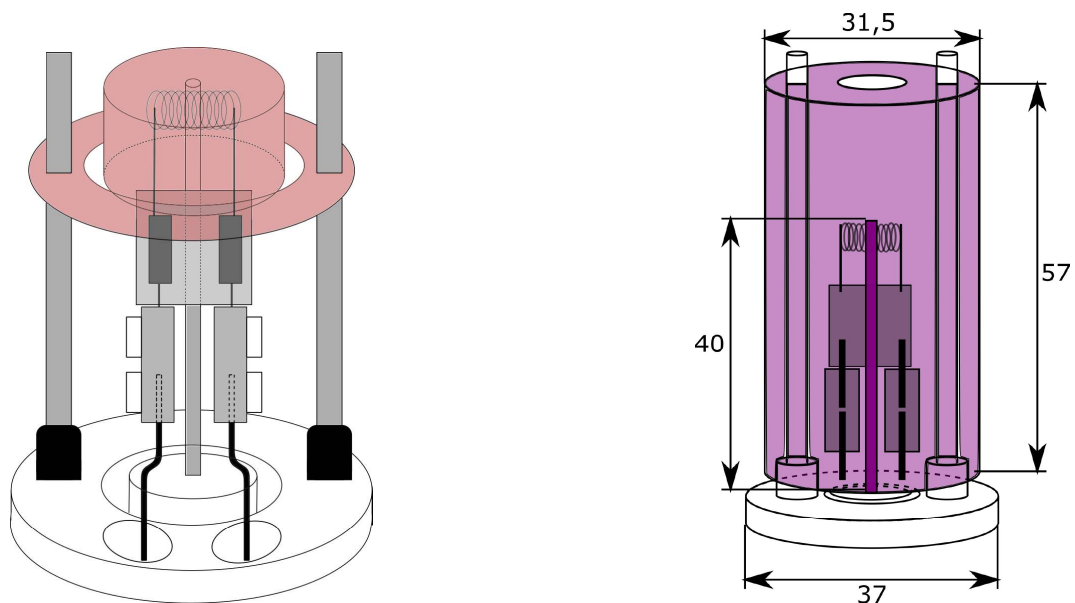


Abbildung 7: Aufbau der atomaren Wasserstoffquelle mit Tantal schild als Hitzeschutz und mit der Basisplatte. Links, nur mit dem ersten Tantal schild. Rechts, mit dem zweiten Schild.

An diesem Filament wird ein Strom angelegt sodass es sich erhitzt und so heiß wird, dass es glüht. In Abbildung 6 ist eine Skizze unserer Kapillare mit dem Filament zu sehen. Zusätzlich wird eine positive Hochspannung an der Kapillare angelegt. Nun passiert folgendes: Das heiße Filament sendet Elektronen aus wenn es glüht, was man auch messen kann. Dieser Effekt wird ausgenutzt wenn wir ein positives Potential an der Kapillare anlegen. Dieses Potential zieht die Elektronen an und beschleunigt sie noch. Es werden auch mehr Elektronen ausgelöst, je stärker das Potential ist. Diese Elektronen bombardieren auf diese Art unsere Kapillare. Die 'Bombardierungsenergie' E hängt von der angelegten Spannung U ab und lässt sich ganz einfach berechnen mittels der Formel: $E = U \cdot q$, wobei q ist die Ladung der Elektronen ist. Auf diese Weise wird die Spitze der Kapillare heiß. Wenn wir noch den Strom I kennen, welchen man leicht messen kann, dann wissen wir auch wie viele Elektronen pro Sekunde auf unsere Kapillare treffen und damit können wir die Leistung berechnen: $P = U \cdot I$. Dies ist die Heizleistung für unsere Kapillare.

Die Hitze wird abgestrahlt und dadurch stellt sich ein Gleichgewicht ein. Dies folgt dem Stefan-Boltzmann-Gesetz

$$P = \sigma AT^4, \quad (1)$$

hier ist σ die Stefan-Boltzmann-Konstante, A ist die Oberfläche und T ist die Temperatur. Damit lässt sich die Temperatur berechnen

$$T = \left(\frac{UI}{\sigma A} \right)^{\frac{1}{4}}. \quad (2)$$

Die Oberfläche lässt sich schwer direkt messen, weil die Temperatur entlang der Kapillare nicht überall gleich ist. Wenn man aber die Temperatur misst für eine bestimmte Spannung und Strom, dann kann man die effektive Oberfläche berechnen. Daraus lässt sich Temperatur für weitere Strom-Spannungen abschätzen. Das Wort 'abschätzen' sollte hier betont werden, weil die effektive Oberfläche sich mit der Temperatur ändert.

Die effektive Oberfläche kann man auch berechnen, wenn man die Wärmeleitfähigkeit benutzt. Das haben wir hier nicht benutzt, weil wir die Temperatur direkt messen können. Daher werde ich das hier nicht herleiten.

2.3 Wasserstoffaufspaltung auf Metalloberflächen

Der Prozess, mithilfe dessen man Wasserstoff auf Metalloberflächen wie Wolfram aufspalten kann ist schon lange bekannt. Schon J. K. Roberts und G. Bryce untersuchten diesen Prozess, was in ihren Arbeiten [9, 10] nachgewiesen wurde. Dabei experimentierten sie mit einer geschlossenen Kammer in der ein Wolframfilament erhitzt wurde auf 1200°C bis 1800°C. Durch die Entstehung von atomarem Wasserstoff veränderte sich der Druck und diesen konnte man berechnen.

Die genaue Reaktion wollen wir im folgenden betrachten. Intuitiv würde man vermuten, dass die kinetische Energie der Wolframatomkerne ausgenutzt wird um die Wasserstoffmoleküle zu spalten, aber genau das ist nicht der Fall, denn dann bräuhete man Temperaturen im Bereich von 40 000 °C, weil Wasserstoffmoleküle eine Bindungsenergie von 4,52 eV [13] haben. Stattdessen passieren zwei verschiedene Reaktionen zwischen dem Wasserstoff und Wolfram wobei das Wolfram nicht verbraucht wird, das Wolfram dient also als Katalysator. Bei der ersten Reaktion wird das Wasserstoffmolekül aufgespalten und ein Atom verbindet sich mit der Metalloberfläche und das andere wird freigesetzt.

Prozess 1:



Je häufiger dies passiert, je mehr ist die Oberfläche mit Wasserstoff bedeckt. Dementsprechend ist die zweite Reaktion:

Prozess 2:



Auf diese Art wird nochmals atomarer Wasserstoff freigesetzt.

Die Energien dieser Prozesse lässt sich nicht genau sagen, denn diese hängt von der Oberflächenbedeckung und dem Druck ab. Um das genau zu verstehen, muss man sich die kristalline Struktur von Wolfram anschauen, dann kann man erkennen, dass es mehrere Möglichkeiten gibt für ein Wasserstoffatom sich zu binden. Der erste Prozess ist leicht exotherm und findet schon bei Raumtemperatur statt. Der zweite Prozess ist mit viel Energieaufwand verbunden und verbraucht 52,6 kcal/mol nach D. Brennan und P. C.

Fletcher [14], dies entspricht $2,2 \cdot 10^5$ J/mol. Beide Prozesse hängen davon ab wie stark die Oberfläche mit Wasserstoffatome bedeckt ist. Bei einer 'leeren' Oberfläche, kann der zweite Prozess nicht stattfinden und bei einer 'gefüllten' Oberfläche ist der erste Prozess unterdrückt. Im Normalfall stellt sich ein Gleichgewicht ein, welcher vom Wasserstoffdruck und Temperatur abhängt. J. K. Roberts hatte 1936 in seinem Paper [10] folgende Gleichung aufgestellt

$$\frac{\Theta}{1 - \Theta} = A \cdot \sqrt{p}, \quad (5)$$

wo Θ für die Bedeckung der Oberfläche mit Wasserstoffatomen steht und ein Wert zwischen 0 und 1 ist. A ist eine Faktor der von der Temperatur abhängt und p ist der Druck. In unserem Fall ist der Druck sehr gering mit weniger als 10^{-6} mbar und daher ist die Oberfläche nur spärlich mit Wasserstoffatomen besetzt. Das hat den Vorteil, dass die meisten Wasserstoffmoleküle mit der Oberfläche reagieren. Auf diese Art erreichen wir einen hohen Dissoziationsgrad. Im Kapitel 2.4 gehen wir genauer darauf ein. Für diesen Fall können wir die Gleichung 5 nähern zu

$$\Theta \sim A \cdot \sqrt{p}. \quad (6)$$

Laut J. K. Roberts ist das Verhältnis gegeben als [10]

$$\Theta \sim \frac{1}{\mu_1} \sqrt{K} \frac{\beta}{\nu} \cdot \sqrt{p}, \quad (7)$$

wobei in dieser Gleichung gilt, dass $\mu_1 = \sqrt{2\pi m_1 k_B T}$ mit m_1 die Masse eines Wasserstoffatoms, k_B die Boltzmann-konstante und T die Temperatur. K ist die Reaktionsgleichgewichtskonstante für die Reaktion $H_2 \rightleftharpoons 2H$ und β die Wahrscheinlichkeit ist¹, dass ein Wasserstoffatom adsorbiert wird, wenn ein Molekül auf die Metalloberfläche trifft. ν ist die Wahrscheinlichkeit für ein gebundenes Wasserstoffatom aus der Metalloberfläche auszugasen.

¹Hier wurde der Buchstabe α aus der Arbeit mit β ausgetauscht um Verwechslung mit dem Dissoziationsgrad zu vermeiden.

2.4 Dissoziationsgrad

Um den Dissoziationsgrad zu berechnen benutzen wir unser Wissen aus dem Kapitel 2.3 über die Reaktion zwischen Metalloberflächen und Wasserstoff. Wir nehmen ein vereinfachtes Modell an, wo wir die Kapillare als virtuelle Kammer betrachten. Das Gas in der Kammer hat die gleiche Temperatur als die Wände, außerdem ist der Druck so niedrig, dass wir molekulare Gasströmung annehmen können. In der Kammer stellt sich dann ein Reaktionsgleichgewicht ein. Dieses Gleichgewicht entscheidet über den Dissoziationsgrad, den wir mit α bezeichnen. Unsere Herleitung stammt aus der Arbeit von K. G. Tscherisch [12].

In der Kammer werden wir die Atomdichte n_1 und Moleküldichte n_2 finden. Dann ist der Dissoziationsgrad

$$\alpha = \frac{n_1}{n_1 + n_2} \quad (8)$$

Wir können α auch schreiben als

$$\alpha = \sqrt{\frac{K_p}{4 \cdot \frac{p_{\text{equ}}}{p_0} + K_p}}, \quad (9)$$

wobei $p_0 = 1$ bar der atmosphärische Druck ist [15]. Hier hängt α nur von der Temperatur T und Gesamtdruck p_{equ} ab. K_p kann nach [16] in ein Diagramm aufgetragen werden und gefitted werden. Dann kommt als Modell heraus

$$\log K_p = 6.304 - \frac{23760\text{K}}{T} \quad (10)$$

Nun definieren wir die gesamte Gasflussrate \dot{N}_g , sowie \dot{N}_1 für die atomare und \dot{N}_2 für die molekulare Flussrate

$$2\dot{N}_g = \dot{N}_1 + 2\dot{N}_2. \quad (11)$$

Um eine Beziehung zwischen der Teilchendichte und Flussrate herzustellen, nutzten wir [17], wo wir von einem molekularen Fluss in der virtuellen Kammer ausgehen. Dann ist die Teilchenzahl die durch den Kapillarquerschnitt passiert

$$\dot{N}_i = \left(\frac{1}{4}n_i\bar{c}_i\right) \cdot FW, \quad (i = 1, 2), \quad (12)$$

wobei \bar{c}_i die mittlere thermische Geschwindigkeit ist, der Teil in den Klammern gibt also die thermische Flussdichte durch eine Kapillarequerschnitt an. F ist dann der Querschnitt und W ist die Wahrscheinlichkeit, dass ein Teilchen diesen Querschnitt verlässt. Uns interessiert nur wie viele Teilchen das Ende der Kapillare verlassen. Für den Fall, dass es sich um molekulare Strömung handelt, ist W für jedes Teilchen gleich. Für die mittlere thermische Geschwindigkeit können wir auch schreiben

$$\bar{c}_i = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m_i}}. \quad (13)$$

Wenn wir Gleichung 11 nehmen und n_2 aus (8) nehmen und dies in (12) einsetzen, dann bekommen wir

$$2\dot{N}_g = \dot{N}_1 + \frac{1-\alpha}{2} \frac{1-\alpha}{2\alpha} n_1 \bar{c}_2 F W. \quad (14)$$

Wir benutzen Gleichung 12 für $i=1$ um FW zu ersetzen

$$2\dot{N}_g = \dot{N}_1 + \frac{1-\alpha}{\alpha} \frac{\bar{c}_2}{\bar{c}_1} \dot{N}_1. \quad (15)$$

Aus Gleichung 13 bekommen wir aufgrund der Unterschiedlichen Massen

$$\frac{\bar{c}_1}{\bar{c}_2} = \sqrt{2} \quad (16)$$

und damit als Lösung

$$\dot{N}_1 = 2\dot{N}_g \frac{\sqrt{2}\alpha}{1-\alpha+\sqrt{2}\alpha}. \quad (17)$$

Beim Normieren muss man beachten, dass aus jeden einkommenden Wasserstoffmolekül, 2 Wasserstoffatome werden. Daher kann \dot{N}_1 bis zu $2\dot{N}_2$ erreichen. Somit erhalten wir für die normierte Intensität

$$I_{1,\text{normalized}} = \frac{\sqrt{2}\alpha}{1-\alpha+\sqrt{2}\alpha}. \quad (18)$$

Wir können in Abbildung 8 sehen, dass der Dissoziationsgrad weniger vom Druck abhängig ist als von der Temperatur. Hier ist ein Druckbereich von drei Größenordnungen zu sehen, während die Temperatur nur in einer Größenordnung aufgetragen ist. Bei unserem Experiment wird der Druck unter 10^{-3} mbar sein, wobei das der Druck im Kapillargefäß

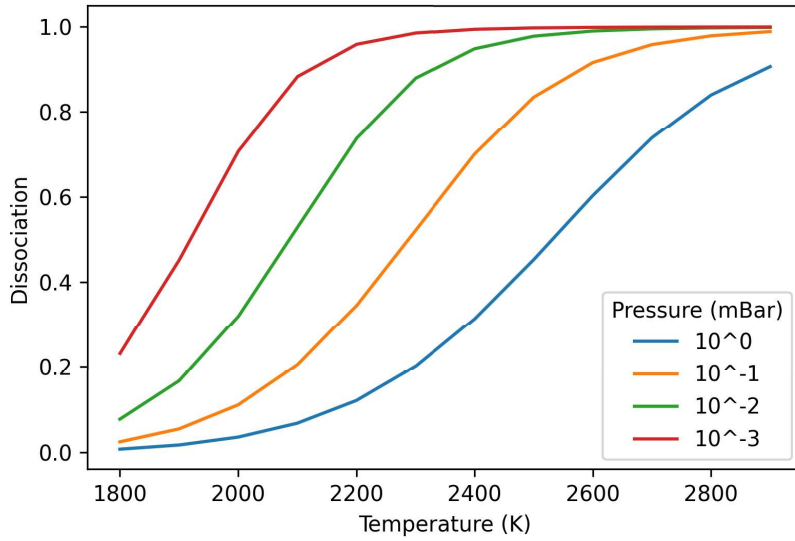


Abbildung 8: Dissoziationsgrad als Funktion der Temperatur für verschiedene Drücke. Auf der y-Achse ist der Dissoziationsgrad aufgetragen und auf der x-Achse die Temperatur der Kapillare.

ist und nicht der Druck in der Kammer. Dieser Druck kann vom Druck in der Kammer abweichen.

2.5 Strahlbildung nach einer Kapillare mit molekularer Strömung

Um den Strahl nach der Kapillare zu berechnen und deren Ausweitung, müssen wir wissen um welche Art der Strömung sich handelt. Die Bedingung für molekulare Strömung lässt sich mithilfe der Knudsen Formel berechnen [18], wobei ich die Formel, für unsere Bedingungen, wie in der Arbeit von K. G. Tcherisch [12] benutzte. So können wir für die Strömungsleitfähigkeit C schreiben

$$C = \frac{\pi R^4}{8} \frac{\bar{p}}{L\eta} + Z \frac{2\pi R^3}{3} \frac{\bar{c}}{L}, \quad (19)$$

wobei R der Radius der Kapillare, \bar{p} der mittlere Druck in der Kapillare, η die Viskosität des Gases, \bar{c} die mittlere thermische Geschwindigkeit, L die Länge der Kapillare und Z ist definiert als

$$Z = \frac{1 + 2y}{1 + 2,47y}, \quad (20)$$

und y ist definiert als

$$y = \sqrt{\frac{8}{\pi}} R \frac{\bar{p}}{\bar{c}\eta}. \quad (21)$$

Die Strömungsleitfähigkeit C sieht aus als würde es von vielen Parametern abhängen, aber dem ist nicht so, denn insgesamt hängt es fast nur von den Dimensionen der Kapillare ab und den Gaseigenschaften. Die einzigen weiteren Parametern die dann noch übrig bleiben sind der Druck und die mittlere thermische Geschwindigkeit. Die mittlere thermische Geschwindigkeit wiederum hängt nur vom Gas und der Temperatur ab. Wir können zusammenfassen, dass wir die Dimensionen unseres Experiments kennen müssen, den Druck und die Temperatur.

Aus Gleichung 19 können wir dann die Bedingungen für molekularen Fluss berechnen. Der erste Term $\frac{\pi R^4}{8} \frac{\bar{p}}{L\eta}$ beschreibt die Leitfähigkeit für nicht molekulare Strömung und der zweite Term $Z \frac{2\pi}{3} \frac{R^3}{L} \bar{c}$ beschreibt demzufolge die molekulare Strömung. Der Faktor Z nähert sich dem Wert 1 und der erste Term verschwindet für molekulare Strömung, demzufolge vereinfacht sind dann die Gleichung zu

$$C = \frac{2\pi}{3} \frac{R^3}{L} \bar{c}. \quad (22)$$

Man spricht auch von molekularer Strömung, wenn die mittlere freie Weglänge deutlich größer ist, als der Kapillarradius. Aus dieser Gleichung geht auch hervor, dass die Leitfähigkeit bei molekularer Strömung nicht vom Druck abhängt.

Für die Berechnung der Winkelverteilung der Teilchen beim Austreten der Kapillaröffnung, wird zwischen zwei Fälle unterschieden, zum einen die Teilchen, die die Kapillare direkt verlassen ohne die Wand zu berühren und zum anderen die Teilchen die mit der Wand interagieren. Dadurch spaltet sich unsere Winkelverteilung auf zu

$$j(\theta) = j_d(\theta) + j_w(\theta), \quad (23)$$

wobei der Index "d" für die direkten und "w" für die gestreuten Teilchen stehen. Für beide Funktionen kommen wir zu dem Ergebnis für die gestreuten Teilchen

$$j_d(\theta) = \cos(\theta) \cdot U(\theta), \quad (24)$$

$$j_w(\theta) = \frac{4}{3\pi} \left(1 - \frac{1}{2l+2}\right) \frac{\cos^2(\theta)}{l \cdot \sin(\theta)} [1 - V(\beta)] + \frac{1}{2l+2} \cos(\theta) [1 - U(\beta)], \quad (25)$$

mit

$$\begin{aligned} U(\beta) &= (2\beta - \sin(2\beta))/\pi, & V(\beta) &= \sin^3(\beta) & \text{wenn } \theta < \arctan\left(\frac{1}{l}\right) \\ U(\beta) &= V(\beta) = 0 & & & \text{wenn } \theta > \arctan\left(\frac{1}{l}\right) \end{aligned} \quad (26)$$

wobei $\cos(\beta) = l \cdot \tan(\theta)$ und $l = \frac{L}{2R}$.

Damit hängt die Funktion nur noch von der reduzierten Länge l ab. In Abbildung 9 links sind die Ergebnisse geplottet.

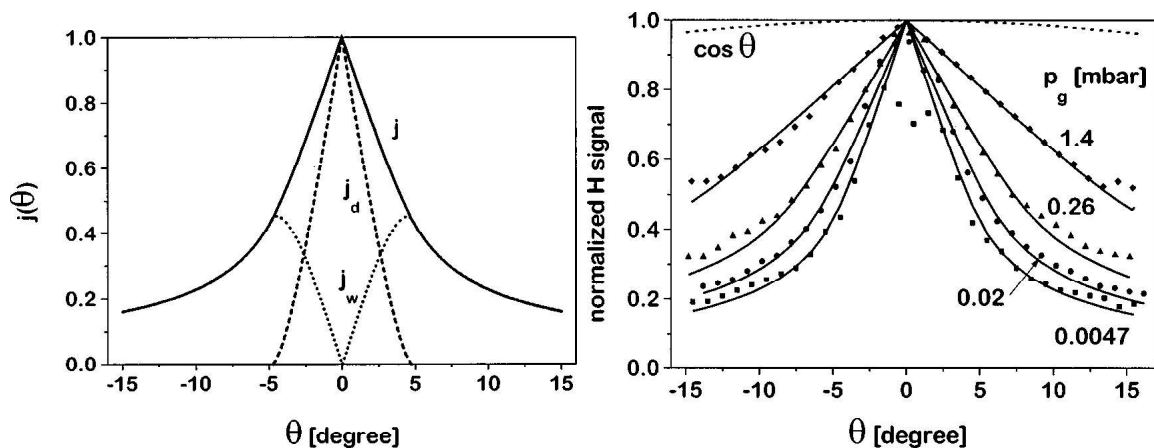


Abbildung 9: Die Winkelverteilung für das Gas, was aus der Kapillare kommt. Links: Die Berechnete Winkelverteilung, auf der y-Achse ist die Strömungsdichte dargestellt und auf der x-Achse der Winkel zur Kapillarachse. Die durchgezogene Linie ist die Zusammensetzung aus den direkten Teilchen und gestreuten Teilchen, die punktierte Linie repräsentiert die gestreuten Teilchen j_w und die gestrichelte Linie die Direkten j_d . Rechts: Auf der y-Achse ist die gemessene Strömungsdichte von atomarem Wasserstoff, normiert auf ihr Maximum. Die x-Achse ist gleich wie links. Die Punkte stellen Messwerte dar und die durchgezogene Linie ist die gefittete Linie mit nur einem freien Parameter.

Man erkennt dass der Verlauf für die direkten Teilchen in der Mitte spitz zulaufen, symmetrisch ist und bei $\pm 5^\circ$ auf null abfällt. Der Verlauf der indirekten Teilchen ist in der Mitte null, auch symmetrisch und hat sein Maximum bei $\pm 5^\circ$. Bei diesen Berechnungen

gehen wir davon aus, dass in der gesamten Kapillare molekulare Strömung herrscht. In unserer Kapillare kann es aber sein, dass nicht in der gesamten Länge molekulare Strömung herrscht, sondern nur in einem Teil am Ende. Dies lässt sich erklären, wenn man sich die Streurate entlang der Kapillare betrachtet. Diese nimmt mit der Länge stetig ab, bei molekularer Strömung wurde angenommen, dass sie linear abnimmt. Dies lässt sich so erklären, dass entlang der Kapillare immer mehr Teilchen den direkten Weg nach außen finden und damit nimmt die Dichte, bzw. Druck ab. Dies lässt aber auch folgern, dass es möglich ist, dass es in der Kapillare einen Punkt gibt, wo die Strömung auf molekular übergeht. Dieser Punkt ist nicht scharf aber man kann ihn zur Vereinfachung definieren. Dann erhält man für die Länge der Kapillare eine effektive Länge L_{eff} . Wir nutzen im Prinzip die gleiche Formeln aber nehmen eine kürzere Kapillare an. Die maximale Winkel Aufspaltung θ_{max} der direkten und das Maximum der indirekten Teilchen ist dementsprechend

$$\theta_{\text{max}} = \arctan \frac{R}{L_{\text{eff}}}. \quad (27)$$

Bei diesem Winkel messen wir die meisten dissoziierten Wasserstoffatome, wenn man annimmt, dass die ganze Kapillare heiß ist.

2.6 Vakuumeigenschaften

Für uns ist es immer wieder von Nutzen, wenn wir die Teilchendichte und mittlere freie Weglänge im Vakuum wissen. Um diese zu berechnen nehmen wir Luft als Gas an. Zur Berechnung der Teilchendichte nutzen wir die thermische Zustandsgleichung für ideale Gase

$$p = nk_{\text{B}}T, \quad (28)$$

hier ist p der Druck, n die Teilchendichte, T die Temperatur und k_{B} die Boltzmann-Konstante.

Für ideale Gase gilt, dass die Teilchendichte nicht vom Stoff abhängt, sondern nur vom Druck und der Temperatur

$$n = \frac{p}{k_{\text{B}}T}. \quad (29)$$

Die mittlere freie Weglänge λ lässt sich durch die Teilchendichte und totalen Wirkungsquerschnitt bestimmen

$$\lambda = \frac{1}{n \cdot \sigma}, \quad (30)$$

wobei hier σ der Wirkungsquerschnitt des Atoms oder Moleküls ist. In unserem Experiment befindet sich in der Regel nicht nur Luft im Vakuum, sondern zum großen Teil Wasser und bei laufender Wasserstoffquelle auch Wasserstoff deren Anteile wir nicht kennen. Die mittlere freie Weglänge hängt vom Stoff ab, so hat Wasserstoff eine höher mittlere freie Weglänge als Wasser, weil Wasserstoff einen Geringeren Wirkungsquerschnitt hat. Aus diesem Grund schätzen wir die Weglänge nur ab, was auch für unsere Experiment genügt, was wir am Ergebnis erkennen werden. In unserem Fall berechnen wir den geometrischen Wirkungsquerschnitt σ_{geom} mit

$$\sigma_{\text{geom}} = \pi \cdot (r_{\text{H}_2} + r_{\text{Vak}})^2. \quad (31)$$

Hier ist r_{H_2} der Van-der-Waals Radius von Wasserstoff und r_{Vak} der Van-der-Waals Radius vom Restgas im Vakuum. Die Größe eines Moleküls, wenn man von harten Kugeln ausgeht, können wir mit dem Van-der-Waals Radius angeben, dieser entspricht für Stickstoff etwa 155 pm, Wasser 300 pm und Wasserstoff 120 pm. Dann ergibt sich für die mittlere freie Weglänge

$$\lambda = \frac{k_B \cdot T}{p \cdot \pi \cdot (r_{\text{H}_2} + r_{\text{Vak}})^2}. \quad (32)$$

Um die mittlere freie Weglänge nach unten hin abzuschätzen, nehmen wir Wassermoleküle als Restgas. In Abbildung 10 sehen wir, dass wir bei 10^{-7} mbar schon eine mittlere freie Weglänge von 1000 m also 1 km haben. Demzufolge können wir davon ausgehen, dass die Atome nicht mit dem Restgas kollidieren.

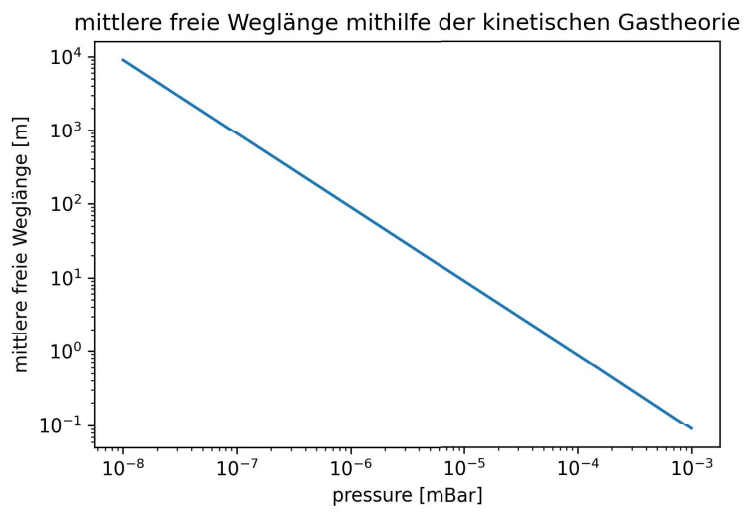


Abbildung 10: Die mittlere freie Weglänge im Vakuum bei Raumtemperatur auf der y-Achse aufgetragen und der logarithmische Druck in mbar auf der x-Achse

3 Experimenteller Aufbau

3.1 FLASH-EBIT

Der Begriff EBIT leitet sich aus dem Englischen "electron beam ion trap" her und ist eine Ionenfalle aus einem Elektronenstrahl, damit können Ionen erzeugt und gefangen werden. Die Ionen werden in der FLASH-EBIT erzeugt und extrahiert. Die FLASH-EBIT ist eine besonders transportable EBIT, die mit einem Container transportiert werden kann. Der Name "FLASH" leitet sich auch aus **F**reie **E**lektronen **L**aser in **H**amburg ab, da sie dort für Experimente verwendet wurde. Zunächst wird das allgemeine Funktionsprinzip dargelegt.

3.1.1 Funktionsweise einer EBIT

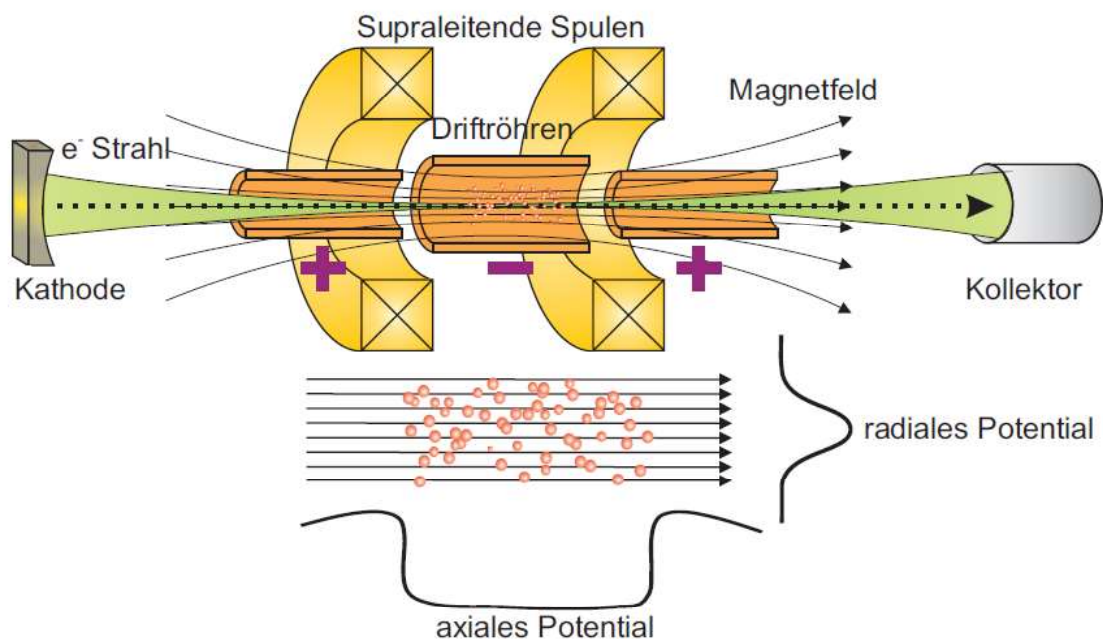


Abbildung 11: Allgemeiner Aufbau einer EBIT. Aus einer Kathode werden Elektronen extrahiert und durch das Magnetfeld komprimiert. Das Magnetfeld wird mit supraleitenden Spulen erzeugt. In der mittleren Driftröhre werden die Atome ionisiert, diese werden durch das axiale und radiale Potenzialtopf gefangen. Nach den Driftröhren wird der Elektronenstrahl vom Kollektor aufgefangen [19].

Der Ausgangspunkt ist eine Elektronenkanone, welche einen Elektronenstrahl erzeugt und in axialer Richtung in das Magnetfeld beschleunigt. Der Elektronenstrahl wird in ein helmholtzartiges Magnetfeld gerichtet und zu einem dünnen und dichten Elektronenstrahl

komprimiert. Dieser wird durch die Driftröhren geleitet und dann weiter zum Kollektor. In Abbildung 11 ist ein allgemeiner Aufbau einer EBIT zu sehen.

Eine EBIT besteht aus mindestens drei Driftröhren: eine mittlere Driftröhre und zwei äußere. In den Driftröhren werden einfallende Atome durch Elektronenstöße ionisiert und sind anschließend positiv geladen. Da man auf den äußeren Driftröhren ein höheres Potenzial angelegt hat als in der Mittleren, sind die Ionen in axialer Richtung gefangen. In radialer Richtung können die Ionen, aufgrund der hohen negativen Ladungsdichte, welche vom Elektronenstrahl verursacht wird, nicht entweichen. Diese beiden Mechanismen erzeugen ein Potenzialtopf in axialer und radialer Richtung für die Ionen.

Wie stark die Ionen ionisiert werden, hängt von der Elektronenenergie ab. Die Elektronenschalen werden stückweise ionisiert, solange die Elektronenenergie höher ist als die Bindungsenergie der noch gebundenen Elektronen. Es kommt zusätzlich zu Rekombinationen mit Elektronen und Ladungsaustausch mit neutralen Atomen, daher hat man ein Gemisch aus verschiedenen Ladungszuständen. Die Helmholtzspulen bestehen aus supraleitenden Spulen, welche ein sehr starkes Magnetfeld erzeugen. Der Kollektor sammelt die Elektronen vom Elektronenstrahl wieder ein.

3.1.2 Übersicht FLASH-EBIT

Die FLASH-EBIT ist in der Lage Elektronenenergien von bis zu 80 keV bei 500 mA zu erreichen, außerdem befindet sich darin ein supraleitender Magnet, der 6 T stark ist. Um die genaue Funktion zu verstehen schauen uns die wichtigsten Bauteile an, wie wir sie in Abbildung 12 sehen können.

3.1.3 Elektronenkanone

Die Elektronenkanone erzeugt freie Elektronen die zu einem 50 μm dünnen Elektronenstrahl gebündelt werden und einen Strom von bis zu 500 mA erreichen. Das Kernelement ist die Kathode, sie besteht aus Wolfram und ist mit Bariumoxid dotiert wodurch die Austrittsarbeit auf 1,2 eV gesenkt ist. Durch das Aufheizen auf 1300 K - 1500 K, werden Elektronen emittiert. An der Kathode ist eine Spannung von bis zu -2 kV angelegt und

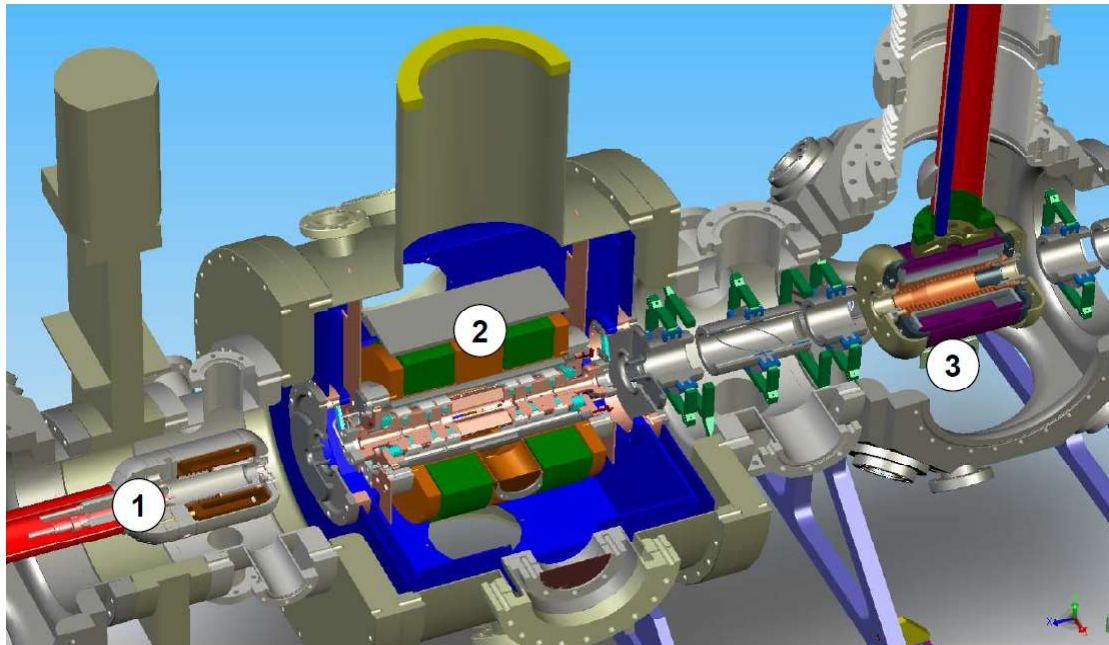


Abbildung 12: Schnitt der FLASH-EBIT. 1) Elektronenkanone ; 2) 9 Driftröhren und Magnete (grün) ; 3) Kollektor [20]. In den Driftröhren befindet sich die Falle.

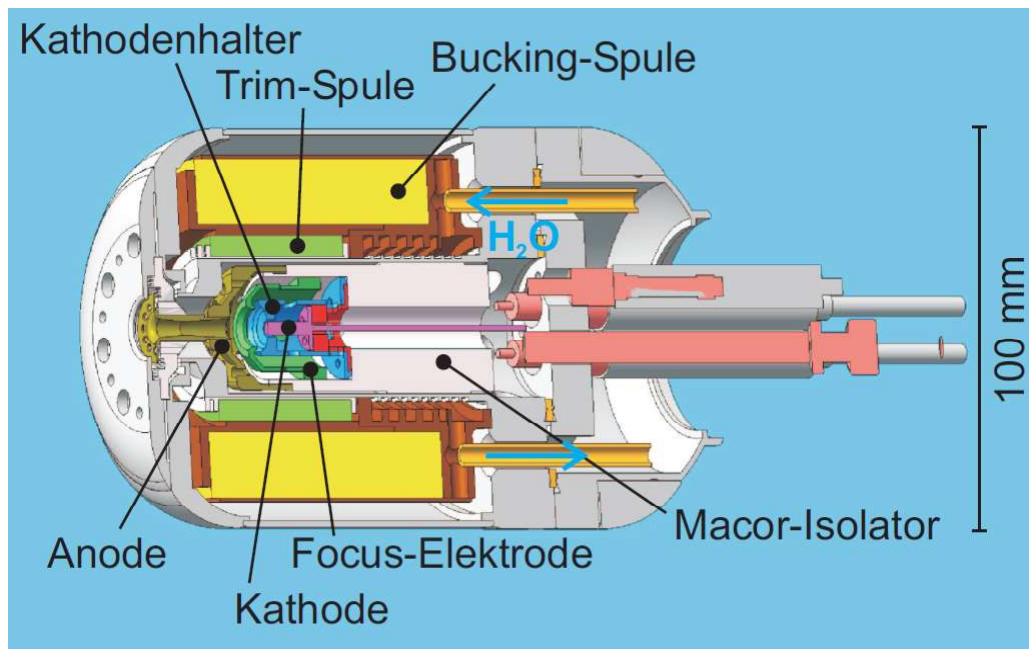


Abbildung 13: Querschnitt der Elektronenkanone der FLASH-EBIT [21]. Die Kanone wird wassergekühlt. Die Kathode emittiert die Elektronen die von der Anode angezogen werden. Die Fokus-Elektrode formt aus den Elektronen einen Strahl.

auf der Fokuselektrode eine höhere Spannung, wodurch die Elektronen ausgesaugt werden. Zudem ist die Kanone wassergekühlt.

Das starke Magnetfeld, das durch die supraleitende Spulen erzeugt wird, ist ein Störfaktor, denn feldfrei emittiert die Kathode am Besten. Daher gibt es in der Elektronenkanone die Bucking-Spule und Trim-Spule, um das äußere Magnetfeld zu kompensieren. Nachdem die Elektronen emittiert sind, werden sie durch die Zunahme der Magnetfeldstärke gebündelt.

3.1.4 Falle und Magnete

Sobald die Elektronen die Kathode verlassen, fliegen sie in das Magnetfeld. Dadurch, dass das Magnetfeld stärker wird und die Elektronen versuchen den Feldlinien zu folgen, muss der Bahnradius abnehmen. Der Magnet ist ein Helmholtzmagnet mit einem möglichst homogenen Magnetfeld in der Mitte. Wenn die Elektronen aus dem Magnetfeld wieder herausfliegen, dehnt sich ihre Bahn wieder aus. Der supraleitende Magnet besteht aus einer Niob-Zinn-Legierung und hat eine Sprungtemperatur von 17 K und muss daher mit flüssigen Helium gekühlt werden. Bei Betrieb fließt ein Strom von 114 A.

Wie wir in Abbildung 12 sehen können, befinden sich die Driftröhren und Magnete zwischen dem Kollektor und der Elektronenkanone. Die Magnete sind grün gefärbt. Im Gegensatz zur EBIT in Abbildung 11 haben wir in der FLASH-EBIT 9 Driftröhren. Die Driftröhren sind elektrisch isoliert und mit Saphir thermisch gekoppelt. Sie können mit unterschiedlichen Spannungen betrieben werden. Dies ermöglicht uns die Falle optimal einzustellen, um möglichst viele Ionen zu fangen und es können Potentiale von bis zu 20 kV angelegt werden.

Wenn die Elektronen aus den Driftröhren wieder herausfliegen, werden sie durch den Kollektor absorbiert. Im Kollektor hat eine Spannung von +3 kV gegenüber der Kathode und ist in der Regel geerdet. Im Kollektor selbst gibt es noch einen Extraktor, der gegenüber dem Rest des Kollektors, auf ein negatives Potential angelegt ist. Dadurch wird sichergestellt, dass keine Elektronen entfliehen. Der Kollektor und ist zylindrisch geformt, wie wir in Abbildung 12 sehen können, damit die Elektronen gestoppt werden, während die Ionen weitergeleitet werden können.

3.2 Extraktionsbeamline

Zuerst wollen wir den geschichtliche Verlauf mit ihren Verbesserungen erläutern bevor wir auf die Details eingehen. Angefangen hatte es 2008, mit der Idee durch Herabsetzen des Potential des Kollektors und durch einseitiges öffnen des Potentialtopfs in den Driftröhren Ionen zu extrahieren. Nachdem die Ionen den Kollektor passieren, werden sie durch Linsen geleitet und durch einen Ablenker um 90° abgelenkt. Es wurden zwei verschiedene Linsen verbaut, zum einen die Einzellinse, was ein Zylinder mit einer angelegten positiven Spannung ist und zum anderen eine Siklerlinse die von G. Sikler entwickelt wurden, siehe Kapitel 3.2.3. Der Ablenker lenkt alle Ionen ab und wurde von Christian Beilmann 2008 entwickelt [22]. Es handelte sich um einen magnetischen Ablenker, den er benutzte um die Ionen in verschiedene Experimente weiterzuleiten. Ein wichtiger Teil seiner Arbeit war die Untersuchung der Rekombination zwischen Ionen und Atomen.

Die nächste Verbesserung kam dann mit Martin C. Simon [20] und René Friedrich Steinbrügge [23] 2010. Ihr Ziel war es die Photoionisation hochgeladener Ionen durch weiche Röntgenstrahlung zu messen. Die Röntgenstrahlung wurden in Berlin im Synchrotronstrahler BESSY II erzeugt und um dieses Experiment durchzuführen, musste man sich den Bedingungen vor Ort anpassen, das bedeutete im diesem Fall, dass man wenig Platz für das Experiment zur Verfügung hatte. Dieser Platz musste ausreichen um die FLASH-EBIT und Extraktionsbeamline aufzubauen, daher musste der Aufbau so kompakt wie möglich sein. Zudem wurde ein neuer Ablenker konstruiert und eingebaut. Dabei handelte es sich um einen elektrostatischen Ablenker, was im Prinzip zwei planparallele Platten sind, wo der Ionenstrahl durch einen Spalt im geneigten Winkel eintritt und durch einen anderen Spalt wieder austritt, siehe Abbildung 14. Der Vorteil von diesem neuen Ablenker war, dass er mit einer vergleichsweise kleinen Spannung betrieben werden kann, zum anderen wird die Fokussierung am Eintrittsspalt am Ausgang wiedergegeben und alle Ionen werden gleich abgelenkt. Hinzu kommt, dass in diesem Ablenker eine Durchbohrung ist, damit die Röntgenstrahlung die Ionenwolke in der EBIT erreichen kann.

Nachdem dem Ionenstrahl um 90° abgelenkt wird, kommt er in einen Wienfilter der von Martin C. Simon eingebaut wurde. Mit dem Wienfilter können Ionen mit unterschiedlichen Ladungs zu Masse Verhältnis separiert werden.

3.2.1 elektrostatischer Ablenker

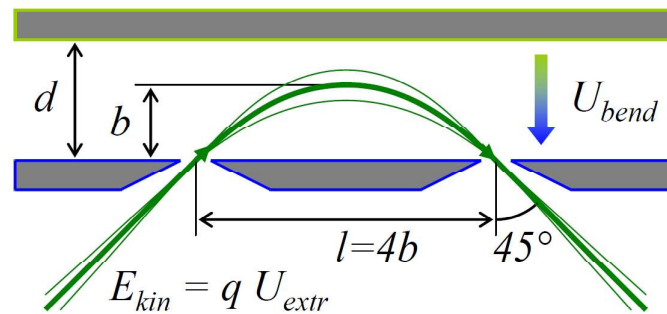


Abbildung 14: Skizze eines planparallelen Ablenkers. 2 planparallele Platten im Abstand von d lenken den einfallenden Strahl durch ein angelegtes Potential U_{bend} ab. Eintrittsspalt und Austrittsspalt sind im Abstand l zueinander. b ist die maximale Höhe, die der Strahl erreicht bei idealen Eintrittswinkel von 45° .

An dem elektrostatischen Ablenker wird eine Spannung U_{bend} angelegt, um die Ionenbahn zu manipulieren. Auf Englisch heißt der Ablenker "Bender", daher steht im Index der Spannung U_{bend} . Die berechnete Spannung U_{bend} gilt aber nur bei optimaler Fokussierung und exakten 45° Eintrittswinkel. Bevor die Ionen in den Ablenker kommen, werden sie alle mit der gleichen Beschleunigungsspannung U_{extr} beschleunigt. Wir nennen diese Spannung Extraktionsspannung. Dadurch haben auch alle Ionen die gleiche kinetische Energie $E_{\text{kin}} = q \cdot U_{\text{extr}}$, bei gleicher Ladung. Dies hat zur Folge, dass der elektrostatische Ablenker die unterschiedliche Masse der gleichgeladenen Ionen nicht unterscheiden kann. Es werden sogar alle Ionen unabhängig von der Ladung gleich abgelenkt, weil die höheren geladenen Ionen zwar mehr kinetische Energie haben, dafür ist aber die Ablenkkraft $F = q \cdot U_{\text{bend}}$ im gleichen Verhältnis größer wird. Die benötigte Ablenkspannung U_{bend} für eine 90° Ablenkung kann leicht hergeleitet werden mit

$$U_{\text{bend}} = U_{\text{extr}} \cdot \frac{d}{2b}. \quad (33)$$

Die benötigte Ablenkspannung wurde in der Arbeit von René Friedrich Steinbrügge durch eine Simulation ermittelt und experimentell geprüft. Dabei kam er auf das Verhältnis

$$U_{\text{bend}} = U_{\text{extr}} \cdot 0.6821. \quad (34)$$

Jan Rudolph [24] baute in seiner Doktorarbeit 2013 einen neuen elektrostatischen Ablenker, der magnetisch Abgeschirmt ist. Das äußere Magnetfeld wird durch eine Metallkonstruktion abgelenkt. Ein Magnetfeld innerhalb der Ablenkers würde zu einer Impulsselektion führen, was zu einer Aufspaltung des Ionenstrahls führt. Mögliche Störfelder entstehen durch elektrische Ströme oder durch die Magnetfelder der FLASH-EBIT.

3.2.2 Gesamtaufbau

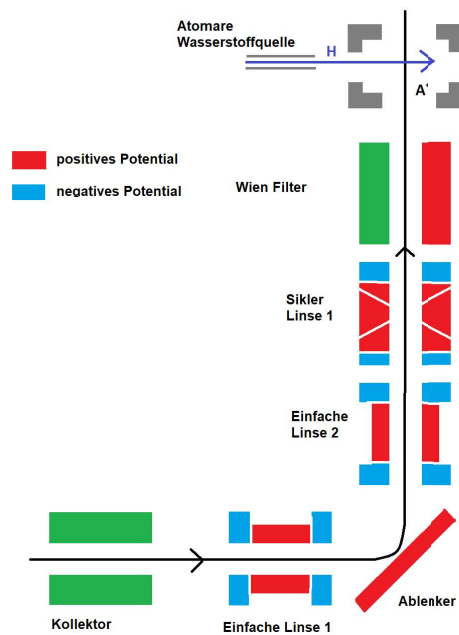


Abbildung 15: Schematischer Aufbau der Extraktionsbeamline. Der Ionenstrahl kommt aus dem Kollektor der FLASH-EBIT und geht dann durch die ganze Extraktionsbeamline.

Der gesamte schematische Aufbau der Extraktionsbeamline ist nochmal in Abbildung 15 zu sehen. Zuerst kommt der Ionenstrahl aus dem Kollektor, der ein Teil der FLASH-EBIT ist. Danach geht er weiter durch eine Einfach-Linse um den Strahl zu fokussieren und wird um 90° abgelenkt. Anschließend kommt ein Linsensystem, bestehend aus zwei Einzellinsen und eine Sikler-Linse, um mögliche astigmatische Effekte zu korrigieren und den Strahl nochmals zu fokussieren. Als nächstes sortiert ein Wienfilter die gewünschten Massen aus und anschließend kreuzt sich der Ionenstrahl mit dem atomaren Wasserstoffstrahl.

3.2.3 Sikler-Linse

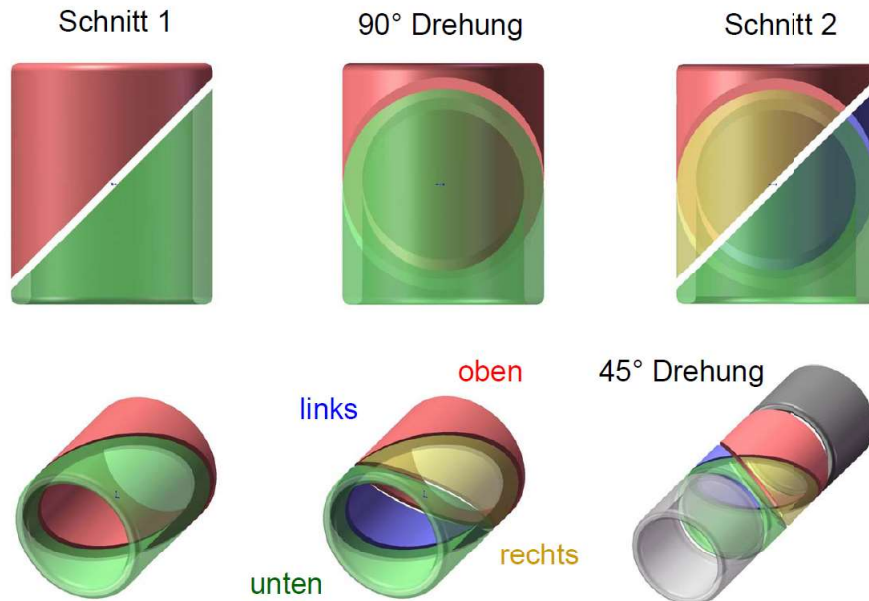


Abbildung 16: Der Aufbau einer Sikler-Linse [23]. Das mittlere Teil einer Einzellinse wird diagonal geschnitten, um 90° gedreht und nochmal diagonal geschnitten. Ober zu sehen ist die Draufsicht, unten die entsprechende 3d- Darstellung. In rot ist die obere Elektrode, in grün das Untere, in blau das Linke und in gelb das Rechte.

Eine Siklerlinse ist eine modifizierte Einzellinse, die von G. Sikler entwickelt wurde [25], daher schauen wir uns zuerst die Einzellinse an. Diese besteht aus drei hintereinander gelegten Zylindern und durch das anlegen einer Spannung wirkt sie wie eine Streu- oder Sammellinse für einen Ionenstrahl, der durch die Mitte der Zylinder geht. Die äußeren Zylindern werden meistens geerdet, während auf dem mittleren ein Potential angelegt wird, daher ist der mittlere Teil eine Elektrode. Auf die Ionen wirkt dann ein radialsymmetrisches Potential entlang ihrer Bewegungsrichtung. Dadurch erhält man einen Fokuspunkt, der von der gewählten Spannung abhängt.

Bei der Sikler-Linse hat man die mittlere Linse wie in Abbildung 16 über die Diagonale geschnitten, dann um 90° gedreht und dann nochmal in der Diagonale geschnitten. Dadurch erhält man aus der mittleren Linse vier Elektroden, die wieder in die ursprüngliche Position gebracht werden, aber so, dass sie sich nicht berühren. Nun hat man eine obere Elektrode, eine Untere, eine Linke und ein Rechte, an welche man unterschiedliche Spannungen anlegen kann. Wenn man auf die linke eine Spannung U_{hor} anlegt und auf die

Rechte $-U_{\text{hor}}$, dann kann man den Strahl in horizontaler Achse verschieben. Das Gleiche gilt für die obere und untere Elektrode, wo man die Spannung U_{ver} bzw $-U_{\text{ver}}$ anlegt, um den Strahl in der vertikalen Dimension zu verschieben. Damit die Sikler-Linse als Linse funktioniert, addiert man auf alle vier Elektroden die gleiche Spannung U_{foc} hinzu. Die äußere Elektroden werden wie bei der Einzellinse in der Regel geerdet. Als letztes hat man noch die Möglichkeit astigmatische Effekte zu korrigieren, indem man an einer dieser Elektroden noch zusätzlich eine kleine Spannung hinzu addiert.

3.2.4 Controller und Wienfilter

Der Wienfilter ist von der Marke *Colutron* und vom Typ *Model 600-B*. Die Firma *Colutron* gibt es seit September 2013 nicht mehr und deren Support wurde von der Firma *Beam Imaging Solution* übernommen. Der Wienfilter erlaubt es uns die Ionen nach Masse und Ladung zu unterscheiden und basiert auf dem Prinzip, dass man auf ein geladenes Teilchen zwei entgegengerichtete Kräfte wirken lässt. In die eine Richtung wirkt eine elektrische Kraft und in die andere eine Magnetische. Wenn beide Kräfte im Gleichgewicht sind, dann spürt das Ion in der Summe keine Kraft. Für diese Situation muss das elektrische und magnetische Feld senkrecht zueinander sein, aufgrund der Lorentzkraft $\vec{F} = q \cdot \vec{E} + q \cdot (\vec{v} \times \vec{B})$.

Durch Nullsetzen der Kraft bekommt man

$$v = \frac{E}{B}. \quad (35)$$

Nur Teilchen mit dieser Geschwindigkeit v können den Wienfilter kräftefrei passieren. Da die Ionen mit der gleichen Extraktionsspannung U_{ext} beschleunigt werden, gilt für ihre Geschwindigkeit

$$v = \sqrt{\frac{2qU_{\text{ext}}}{m}}. \quad (36)$$

Dementsprechend entscheidet nur das Verhältnis $\frac{q}{m}$ ob das Teilchen kräftefrei durchfliegen kann.

Obwohl das Prinzip sehr einfach ist, ist die Umsetzung mit einigen Schwierigkeiten ver-

bunden. Die größte Schwierigkeit ist es homogene Felder zu erzeugen. Daher hat dieser Wienfilter einige Besonderheiten:

1) Das elektrische Feld wird nicht einfach durch zwei Platten erzeugt, sondern es besteht aus zwei Hauptelektroden und viele Unterteilungen, die aus kleineren Platten bestehen, diese werden "Shims" genannt (siehe Abbildung 17 links). Die Shims sind so angebracht, dass sie ein fast perfektes homogenes Feld im Zentrum erzeugen. Die Spannung die angebracht werden muss, lässt sich leicht errechnen und ist für jeden Shimp unterschiedlich. Durch diese Shims lassen sich auch äußere Kräfte kompensieren indem man bei laufenden Betrieb deren Spannung justiert.

2) Die Spulen zur Erzeugung der magnetischen Felder sind leicht geneigt, sodass sie ein leicht inhomogenes Feld erzeugen. Dies hat den Effekt dass eine schwache Linse in der Achse senkrecht zur Feldlinie entsteht (siehe Abbildung 17 rechts). Wenn zum Beispiel das Teilchen etwas nach links abweicht, wo das magnetische Feld stärker ist, dann wird es wieder in das Zentrum beschleunigt und wenn das Teilchen nach rechts abweicht nimmt die magnetische Feldstärke ab und die elektrische Feldstärke dominiert, sodass es wieder ins Zentrum beschleunigt wird.

3) Die Spulen können mit Wasser gekühlt werden, wodurch eine Feldstärke von bis zu 0,3 T erreicht werden kann. Je stärker das magnetische und damit auch elektrische Feld ist, je feiner ist die Aufspaltung, da die Ionen die nicht das richtige $\frac{q}{m}$ -Verhältnis haben, stärker abgelenkt werden. Dies wird besonders wichtig bei schweren Ionen, je massenreicher deren Atomkern ist, desto weniger unterscheidet sich das $\frac{q}{m}$ -Verhältnis für Isotope.

Damit die Elektrode eine homogenes Magnetfeld in der Mitte erzeugen, wird in der Regel auf die eine Hauptelektrode die Hauptspannung U_0 angelegt und die andere geerdet. Die Hauptspannung wird in 8 gleichmäßigen Abständen aufgeteilt und auf die Shims von der geladenen Hauptelektrode her absteigend angebracht. In Abbildung 17 würde das bedeuten, dass wir auf die linke Hauptelektrode ein Potential von U_0 anbringen und von links nach rechts die Spannung auf die Shims anbringen: $\frac{7}{8}U_0, \frac{6}{8}U_0, \frac{5}{8}U_0, \frac{4}{8}U_0, \frac{3}{8}U_0, \frac{2}{8}U_0, \frac{1}{8}U_0$.

Damit die Shims mit unterschiedlichen Spannungen betrieben werden können, gehört zum Wienfilter noch ein Controller, welcher nichts anderes als ein Multi-Spannungsteiler ist,

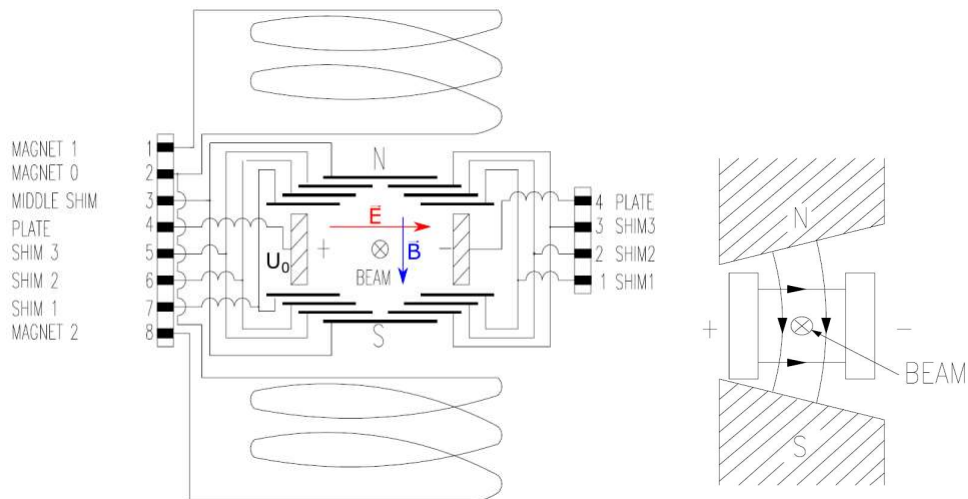


Abbildung 17: Elektrisches Schema des Wienfilters und des inhomogenen Magnetfelds. Links: Im Schema des Wienfilters sind die Shims eingezeichnet und die Hauptelektroden, wobei die negative in der Regel geerdet ist, während die positive auf das Potential U_0 gebracht wird. Das magnetische und elektrische Feld stehen senkrecht zueinander. Oben und unten befinden sich die Spulen und der Ionenstrahl befindet sich in der Mitte und läuft in die Ebene hinein. Rechts: Die Inhomogenität des Magnetfeldes ist übertrieben dargestellt, oben und unten ist der Nord- bzw. Südpol. Die Elektroden für das elektrische Feld ist hier vereinfacht mit zwei Platten dargestellt.

welcher die Spannungen in einen weiteren Verteiler mit den Hochspannung-Anschlüssen weiterleitet. In Abbildung 18 sehen wir beide Teile und im Anhang befindet sich der Schaltplan der Controllers. Der Controller hat keine SHV-Anschlüssen sondern eine Schnittstelle mit allen Spannungen, daher brauchen wir den Verteiler, der im Prinzip nur ein Adapter ist.

3.2.5 CEAN Spannungsverteiler

Um die ganze Beamline zu betreiben sind acht verschiedene Hochspannungen notwendig, vier davon braucht die Siklerlinse, der Ablenker eine, die Einfach-Linsen brauchen insgesamt zwei und der Controller vom Wienfilter eine. Alle diese Spannungen haben eins gemeinsam, nämlich dass sie kaum Strom brauchen und daher können sie alle mit einem Gerät versorgt werden, ohne das es überhitzt. Unsere Spannungsquelle hat 12 Ausgänge und kann auf bis zu 40 Ausgänge erweitert werden. Sie ist von der Marke C.E.A.N., wie in Abbildung 18 zu sehen ist. Es kann lokal betrieben werden, aber es dauert dann lange die Spannungen zu ändern, daher steuern wir es mit einem Computer. Dafür mussten

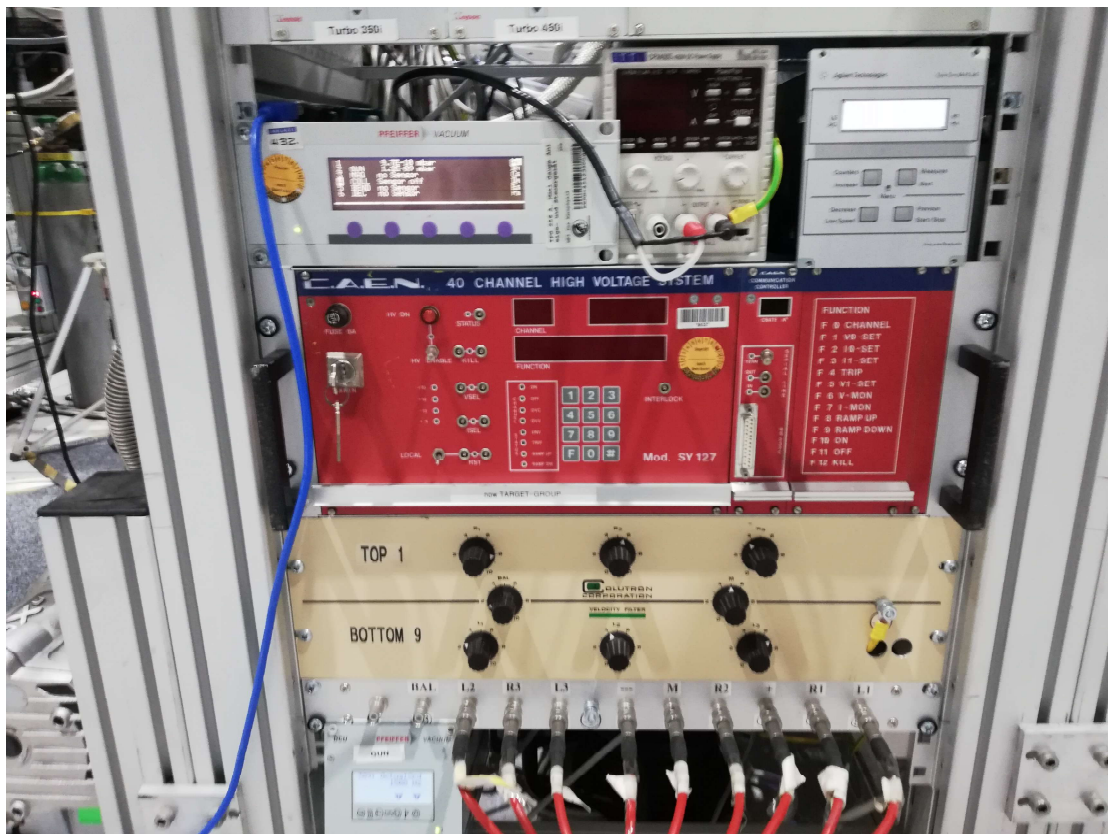


Abbildung 18: Unten ist der Kontroller mit den 8 Regler um die Spannung an den Shims aufzuteilen. Man sieht die Schrift "TOP 1" für die oberen Shims und umgekehrt für "BOTTOM 9". Darunter ist der Verteiler mit der Schnittstelle um die HV-Spannungen mit dem Wienfilter zu verbinden. Oben ist der rote Spannungsverteiler von der Marke C.E.A.N. .

wir zuerst ein Programm schreiben und nutzten einen seriellen Anschluss. Da unser PC keinen seriellen Anschluss hat, benutzten wir einen Adapter.

3.2.6 Wasserstoffquelle

Die atomare Wasserstoffquelle wurde von Stefan Dobrodey entwickelt und von der Werkstatt hergestellt. In Abbildung 19 sehen wir eine Übersicht der gesamten Kammer wie sie ursprünglich geplant war. An der Gesamtstruktur hat sich nichts geändert, jedoch an der Wasserstoffquelle. Die ursprüngliche Idee war es die Kapillare mit einem umwickelten Wolframdraht zu erhitzen, dies wurde im Rahmen dieser Arbeit von mir umgebaut, sodass die Kapillare durch Elektronenbombardement erhitzt wird, wie in Kapitel 2 beschrieben wird. In Abbildung 20 sehen wir die Konstruktion von S. Dobrodey. Des Weiteren wurde der erste Tantalschild verkleinert und auf das neue Filament zugeschnitten. Gleichgeblieben ist der Bornitrihalter, der sehr temperaturbeständig ist und gleichzeitig eine sehr guter Isolator. Der Bornitrihalter steckt fest in einem Rohrstück, von wo das Wasserstoff kommt. Die Kapillare ist mit drei Hitzeschilde aus Tantal umgeben. Eine Basisplatte die von zwei Stahldrähte gehalten wird, trägt das Ganze. Die elektrischen Leiter bestehen aus 1,4 mm dicken Edelstahldrähte. In der Basisplatte sind zwei Gewindestangen angebracht um die Tantalschilde zu tragen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde nicht die ganze Extraktionsbeamline in Betrieb genommen, sondern wir haben alle Vorbereitungen dazu unternommen und uns auf die Produktion von atomaren Wasserstoff konzentriert. Die atomare Wasserstoffquelle wurde nicht dort eingebaut, wo sie später in Betrieb nehmen werden, sondern die Extraktionsbeamline wurde erweitert, um die Wasserstoffquelle zu testen und zu messen. Dazu wurde ein Kreuzstück angebracht, wo oben ein Quadrupolmassenspektrometer angebracht ist und unten die Wasserstoffquelle. Zusätzlich wurde eine Turbopumpe angebracht.

In der fertigen Version (Abbildung 19), wird die Wasserstoffquelle mit einer Wasserstoffflasche betrieben und einem Nadelventil um den Druck zu regulieren. Die produzierten atomaren Wasserstoffatome strömen in die Gaszelle wo sie sich mit dem Ionenstrahl kreuzen. Der Ionenstrahl kommt von der EBIT und fliegt hier von der Gaszelle in die Gas-

kammer. Die Kammer selbst ist ein Gehäuse aus dem Kunststoff PTFE² mit Öffnungen senkrecht zum Ionenstrahl und Wasserstoffstrahl, sodass man die Reaktion beobachten kann, z.b. mit einem EUV Spektrometer. Dies ist in Abbildung 21 deutlicher zu sehen. Eine Öffnung von 6mm lässt den Ionenstrahl wieder austreten.

²PTFE = Polytetrafluorethylen

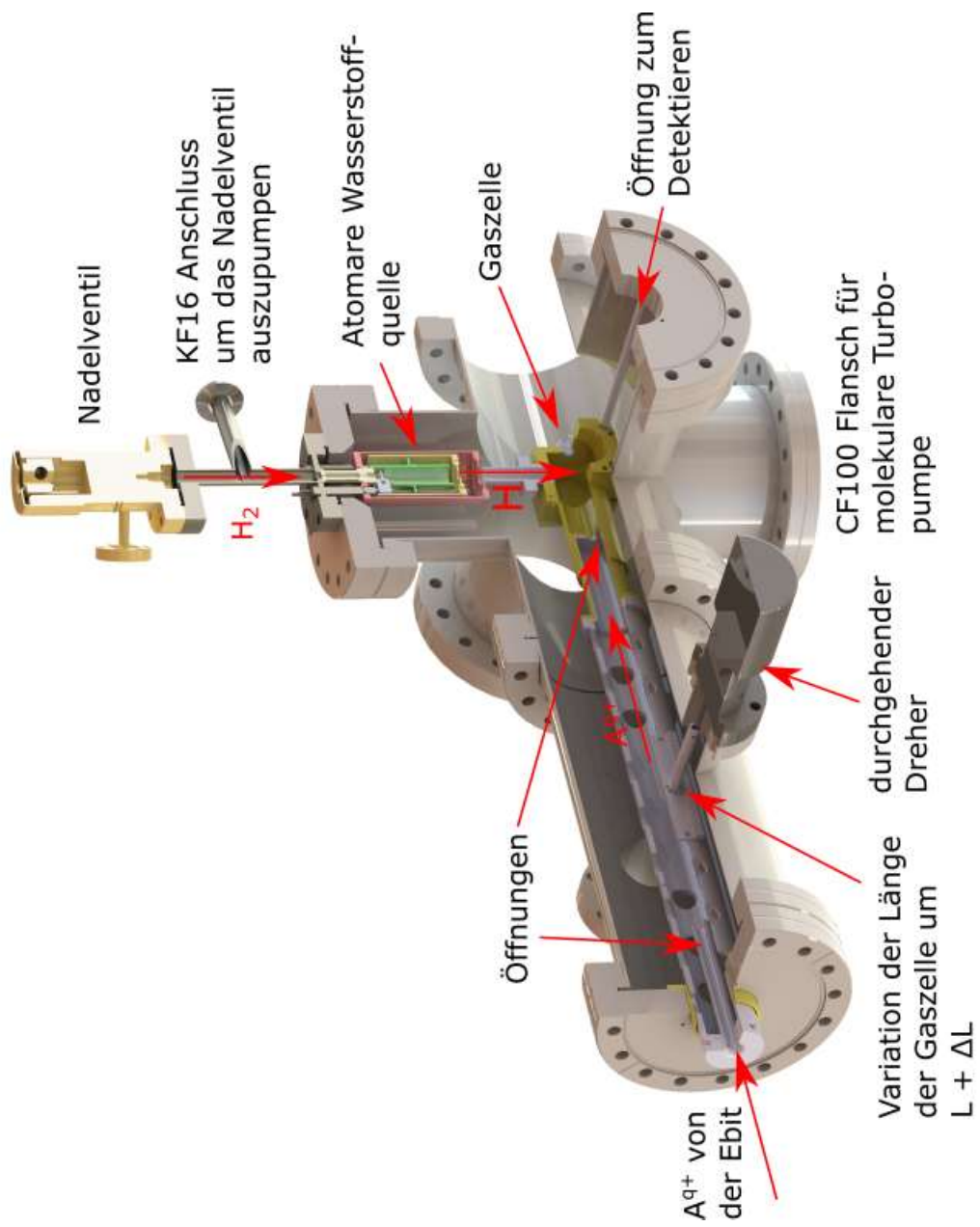


Abbildung 19: Gesamtbild der Kammer mit der atomaren Wasserstoffquelle

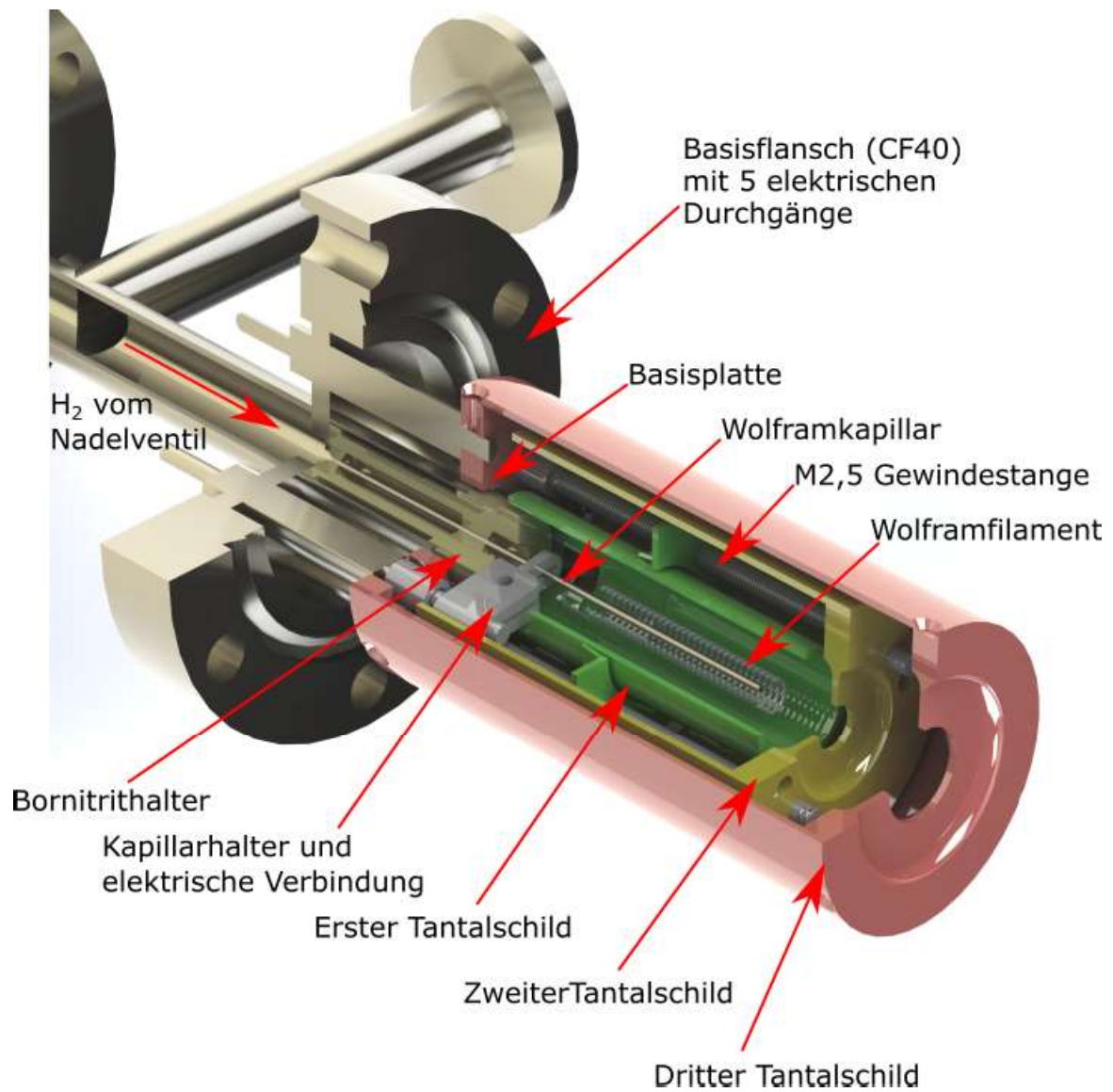


Abbildung 20: Die Wasserstoffquelle so wie sie von Stefan Dobrodey entwickelt worden ist.

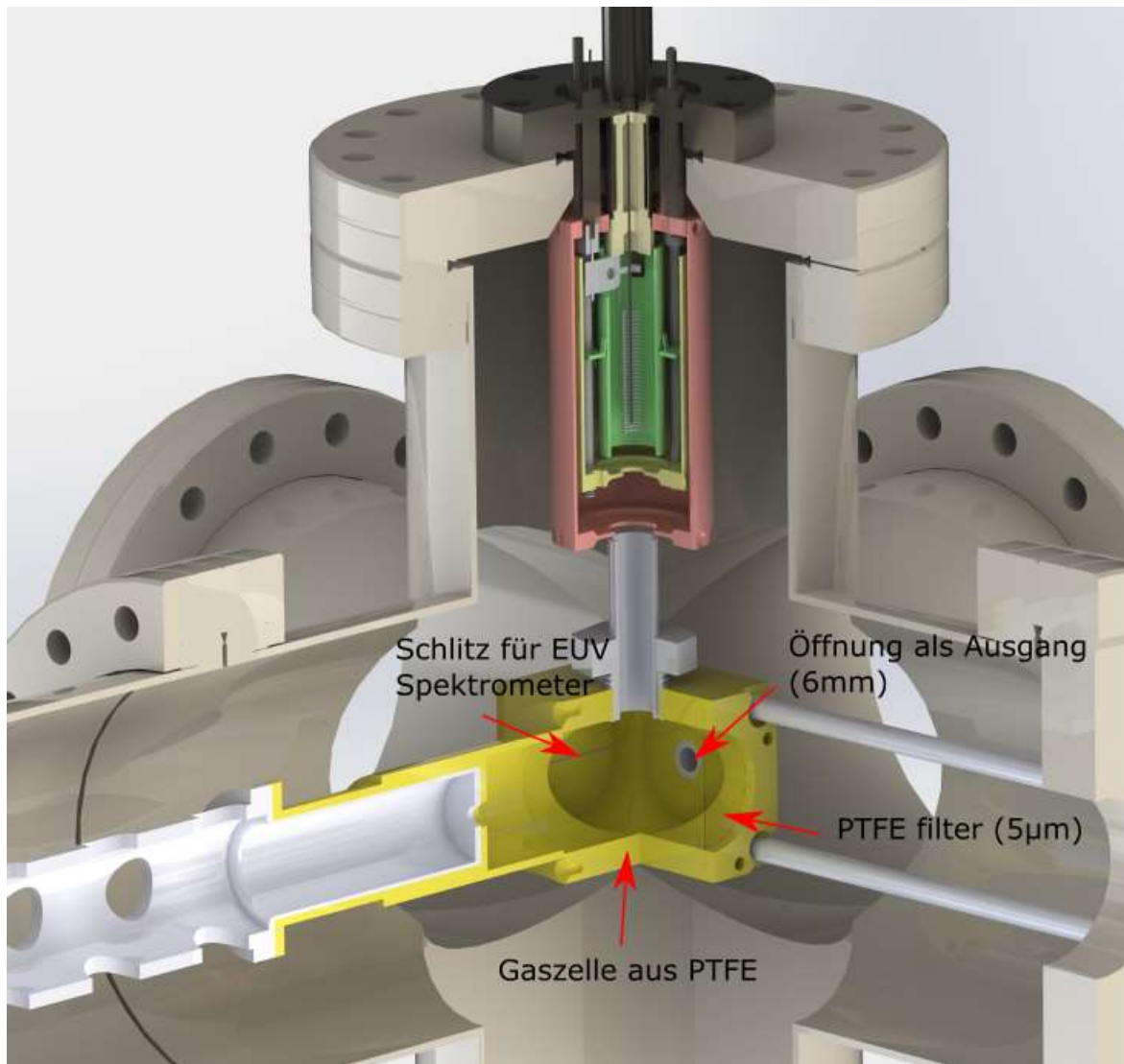


Abbildung 21: Die Gaszelle in welcher der Ionenstrahl mit dem atomaren Wasserstoff reagiert

4 Vorbereitungen für die Messungen

4.1 Wiederinbetriebnahme der Extraktionsbeamline

Die Beamline stand einige Jahre außer Betrieb und musste saniert werden. Als erstes wurden alle elektrische Verbindungen überprüft, auf diese Art konnten wir festhalten, welcher Stecker, außen am Gehäuse, zu welchen Teil im Inneren führt. Der Controller für den Wienfilter wurde auf elektrische Fehler geprüft, alle Steckverbindungen zwischen dem Wienfilter und Controller wurden gekennzeichnet.

Die ganze Beamline wurde an die EBIT angebracht, sodass Ionen vom Kollektor extrahiert werden können. Die ganze Kammer für die Wasserstoffquelle wurde eingebaut, ohne die Wasserstoffquelle selbst. Es wurde, wie in Kapitel 3.2.6 erwähnt, die Beamline durch ein Kreuzstück erweitert, in welcher die Wasserstoffquelle eingebaut wurde. Zum Messen der Temperatur wurde ein Fenster so eingebaut, sodass wir die Kapillare direkt sehen können und mit einem Spiegel und einem Pyrometer die Temperatur messen können. Zuletzt wurde das Quadrupolmassenspektrometer (QMS) eingebaut.

Es wurden neue Turbopumpen angebracht, insgesamt vier Stück. Zwei Turbopumpen sind von der Marke *Leybold* und es sind zwei verschiedene Modelle: 350i und 450i. Die 350i Pumpe hat einen DN 100 CF Anschluss, während der 450i einen DN 160 CF Anschluss hat. Diese Turbopumpen werden mit dem gleichen Standardcontroller geregelt und mit einer Drehzahl von 1000Hz betrieben. Die dritte Turbopumpe ist von der Marke *adixen* und hat einen DN 160 CF Anschluss, sie läuft mit 500Hz. Als letztes haben wir eine kleine Turbopumpe der Marke *Pfeiffer* am QMS angebracht mit einem DN 63 CF Anschluss, sie kann mit einer höheren Drehzahl betrieben werden, weil der Rotor kleiner ist und läuft mit 1500Hz. Die Turbopumpen schafften nur einen Druck von 10^{-7} mbar, was für unsere Gebrauch viel zu hoch war. Deshalb heizten wir das ganze Experiment aus und kamen anschließend auf einen Druck von etwa $2 \cdot 10^{-9}$ mbar. Das Vorvakuum wird mit einer Scrollpumpe erreicht und beträgt hier etwa 10^{-2} mbar.

Des weiteren wurde das Gestell umgebaut, damit die ganze Konstruktion stabiler steht. In Abbildung 22 sehen wir einen vorher/nachher-Vergleich. Es wurde eine Schiene angebaut, welche geerdet ist, damit werden alle Geräte sowie die Konstruktion geerdet. Damit wir nicht die Übersicht verlieren mit allen Kabeln, wurden noch Kabelkanäle angebracht.

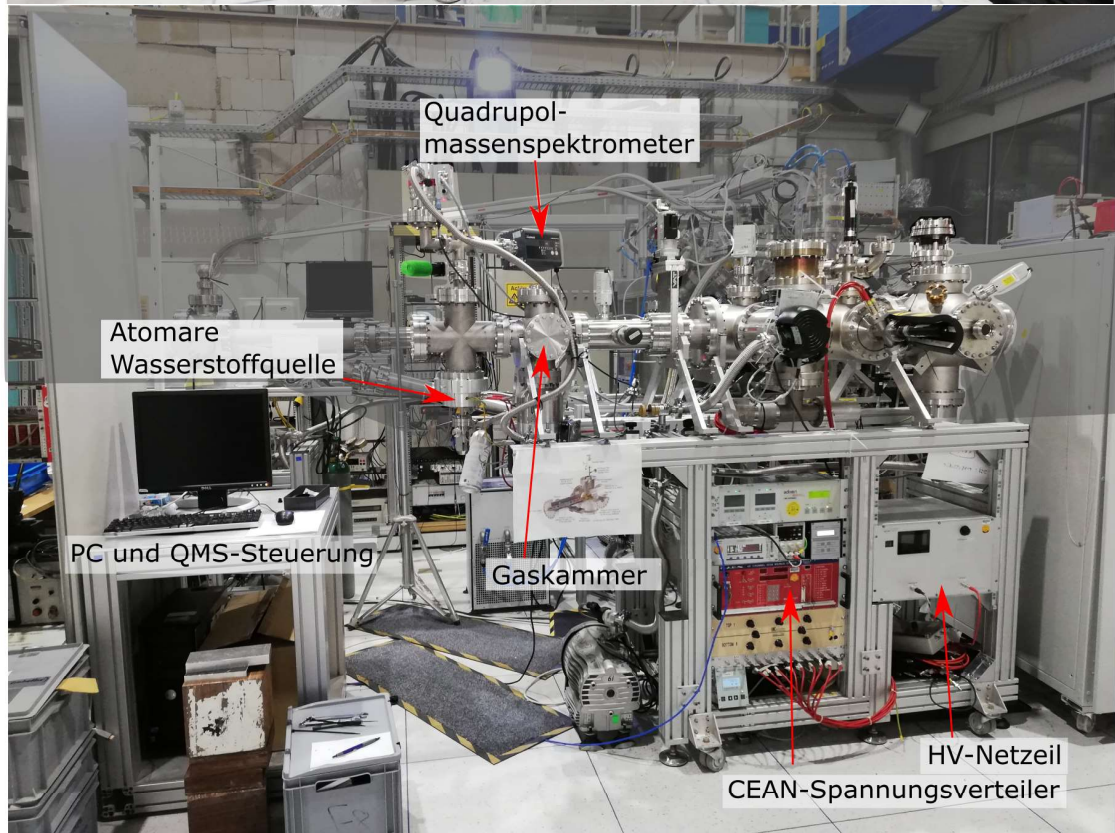
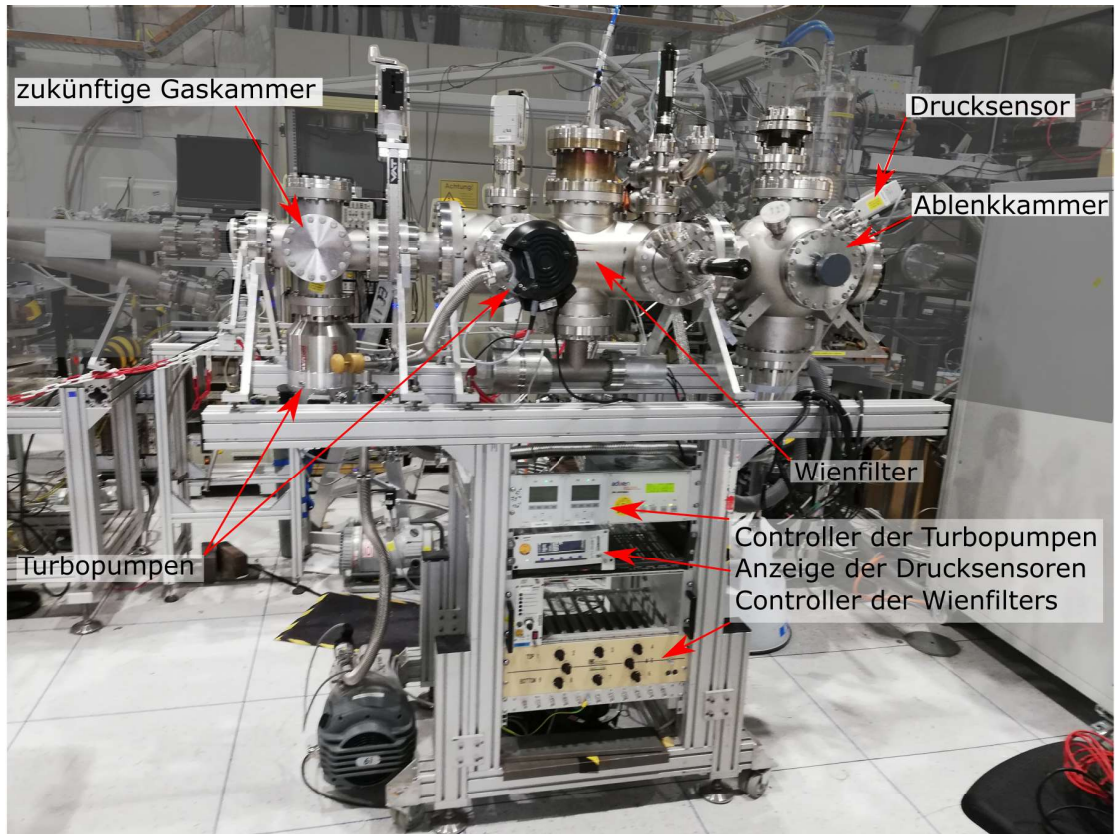


Abbildung 22: Ein Vorher-/Nachervergleich nach meinem Umbau. Oben sehen wir die Beamline vor dem Anschluss an die EBIT. Die Gaskammer ist noch nicht eingebaut. Unten die Beamline nachdem Sie angeschlossen wurde, das Gestell wurde erweitert und die Gaskammer wurde eingebaut, außerdem sind einige elektrische Gerät hinzugekommen.

Es fehlte noch ein Netzteil um die Kapillare zu heizen, welches wir in der Elektronikwerkstatt herstellen ließen. Es handelt sich um ein sehr leistungsstarkes Netzteil, welches eine Spannung vom 1,1 kV bei 0,5 A schafft, dies entspricht einer Leistung von 550 W.

4.2 Test und Aufbau der Wasserstoffquelle

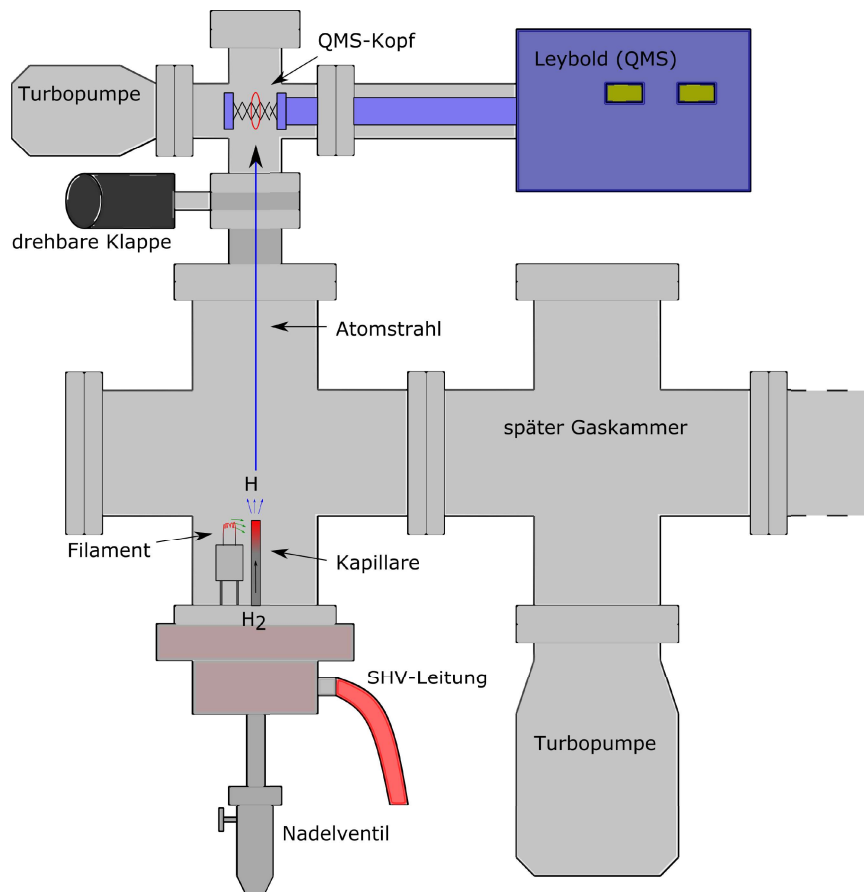


Abbildung 23: Schematischer Aufbau. In einem Kreuzstück wurde die atomare Wasserstoffquelle und getestet. Sie ist vergrößert dargestellt. Mit der drehbaren Klappe, kann der Strahl unterbrochen werden. Im QMS-Kopf wird der Atomstrahl eingefangen und in den QMS geleitet, wo er detektiert wird.

Die atomare Wasserstoffquelle wurde nicht zusammengebaut wie ursprünglich geplant, sondern wir haben sie modifiziert wie in Kapitel 2 schon erwähnt. Es wird nicht mehr mit einem unwickelten Filament erhitzt, stattdessen durch Elektronenbombardement mit einem kleineren Filament. Der Kapillarhalter wurde auch ersetzt, da die Kapillare bereits stark im Bornitrit verankert ist und der Halter umständlich ist anzubringen ohne die Kapillare zu zerstören. Stattdessen wurde eine einfache Verbindung mit einem Streifen

Wolfram hergestellt, dieser wurde noch mit einem Tantalstück festgeklemmt. Das Filament haben wir einer Holgenlampe entnommen, dafür standen uns drei Sorten von Halogenlampen zur Verfügung, Eine von 100 W, von 150 W und von 250 W. Wir haben alle getestet und uns am Ende für die 250 W entschieden, weil sie die größte Oberfläche hat, was zu einem größeren Strom führt, wenn sie als Kathode betrieben wird. Die ersten Tests wurde in der späteren Gaskammer durchgeführt, diese war zu diesem Zeitpunkt noch nicht eingebaut. Später wurden weitere Tests in einem Kreuzstück daneben gemacht (siehe Abbildung 23). Wie in Abbildung 24 links, war die Kapillare mit dem Bornitrithalter in einer provisorischen Halterung angebracht. Mit einem Wolframdraht wurde eine elektrische Verbindung hergestellt und das Filament wurde 3mm von der Kapillarspitze befestigt.

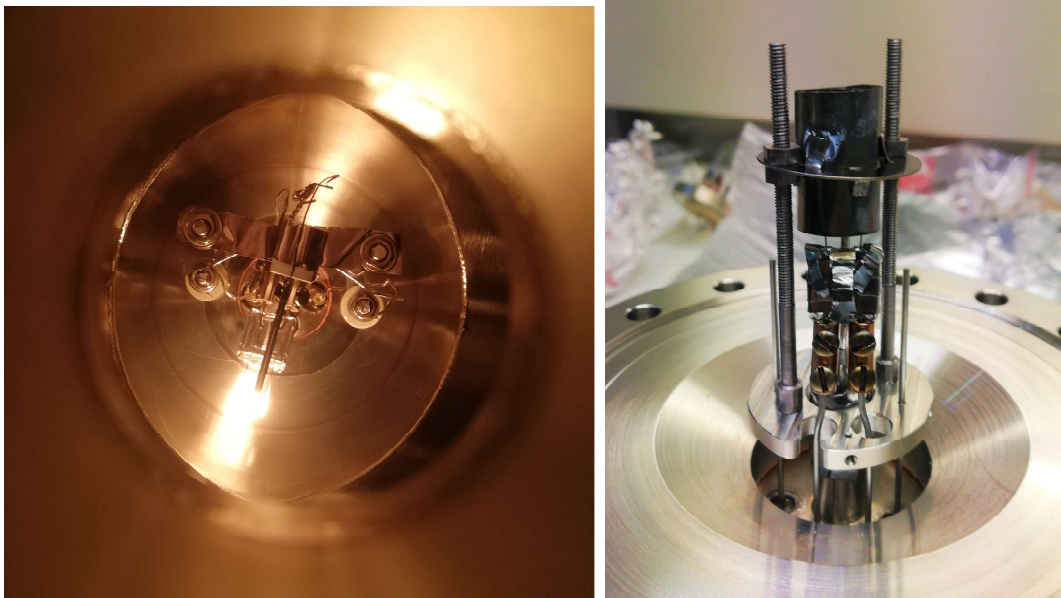


Abbildung 24: Links: Die glühende Kapillare im unserem ersten Versuch. Rechts: Die Wasserstoffquelle mit nur dem ersten Tantalschild.

Anschließend testeten wir die Kapillare mit verschiedene Hochspannungen in Kombination mit dem Filament, welches mit unterschiedlichen Spannungen betrieben wurde. Uns fiel auf, dass der Elektronenstrom vom Bombardement eine Hysterese hat, d.h. ab einer Spannung von 14 V am Filament ändert sich der Strom nicht mehr signifikant. Das Filament kann mit bis zu 25 V und 10 A betrieben werden, was der maximalen Leistung von 250W beträgt. Wir wollen aber die Temperatur des Filaments gering halten, damit das Wolfram nicht verdampft, daher entschieden wir uns für 14 V und 6 A, was einer

Heizleistung von 92,4 W entspricht. Den Elektronenstrom vom Bombardement regelten wir indem wir die Spannung an der Kapillare veränderten, dabei ist das Filament im Vergleich zur Kapillare geerdet. In der ersten Testreihe hatten wir ein Netzteil mit einer maximalen Spannung von 650 V und in Abbildung 24 links sehen wir die Kapillare glühen.

Bevor wir mit den Tests weiter machen, muss noch erläutert werden wie die Kapillare hergestellt wurde. Diese wurde von uns selbst aus einem dünnen Wolframblech mit einer Dicke von $25\ \mu\text{m}$ gemacht. Von diesem Blech wurde ein Stück abgeschnitten und zu einem dünnen Rohr gerollt. Der Vorgang ist in Abbildung 25 dargestellt. Das musste per Hand

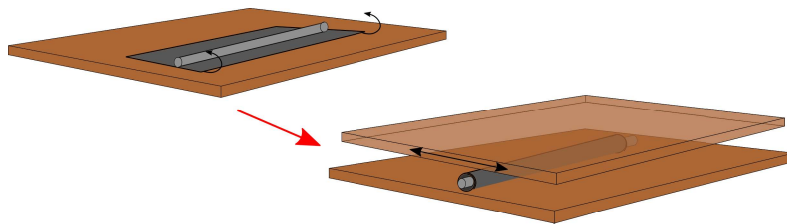


Abbildung 25: Der Prozess des Rollen der Kapillare dargestellt. Die Unterlage besteht aus Korken, die Stange aus Edelstahl und das Stück Blech aus Wolfram.

gemacht werden und beanspruchte viel Feingefühl, denn Wolfram ist spröde und bricht leicht. Für das Rollen wurde zuerst eine Korken-Platte als Unterlage hingelegt und darauf das Stück Wolfram mit einer Höhe von 60mm und einer Breite von 10mm hat. Auf dieses Blech wurde eine Stange aus Edelstahl mit einem Durchmesser von 1mm daraufgelegt und dann hat man das Wolfram um diese Stange gewickelt. Danach hatte das gerollte Blech noch nicht den richtigen Durchmesser, daher wird im nächsten Schritt eine zweite Korken-Platte auf das gerollte Blech gelegt und dann wird es vorsichtig zwischen den beiden Platten gerollt. Je mehr Druck man ausübt, desto kleiner wird der Durchmesser, aber gleichzeitig steigt das Risiko, dass es bricht. Auf diese Art stellten wir Kapillare mit einem Durchmesser von 2 mm bis zu 1,4 mm her. Diese Kapillare steckten wir in den Bornitrihalter und dieser klemmten wir in unserer provisorischen Halterung fest. Das Filament wurde 3 mm von der Kapillare angebracht und elektrisch mit einem Wolframdraht verbunden.

Bei den ersten Tests konnten wir zwar alles durch ein Fenster in der Kammer be-

obachten, aber um die leuchtende Kapillare besser zu erkennen, nutzten wir eine Linse und projizierten unseren Versuch auf einem Schirm. In Abbildung 26 ist die Projektion schematisch dargestellt. In Abbildung 27 links sehen wir ein Foto der Projektion bei einer 3-fachen Vergrößerungen. In diesem Bild kann man erkennen, dass die Kapillare dunkler ist als das Filament, daraus folgt, dass sie kälter ist.

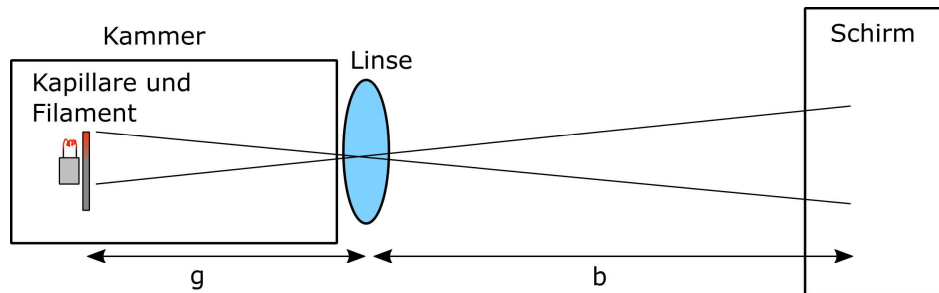


Abbildung 26: Eine Projektion des Filaments und Kapillars mithilfe eine Linse und einem Schirm. Der Strahlengang ist schematisch gezeigt, wobei g die Gegenstandsweite ist und b die Bildweite. Die Linse erzeugt eine Projektion.

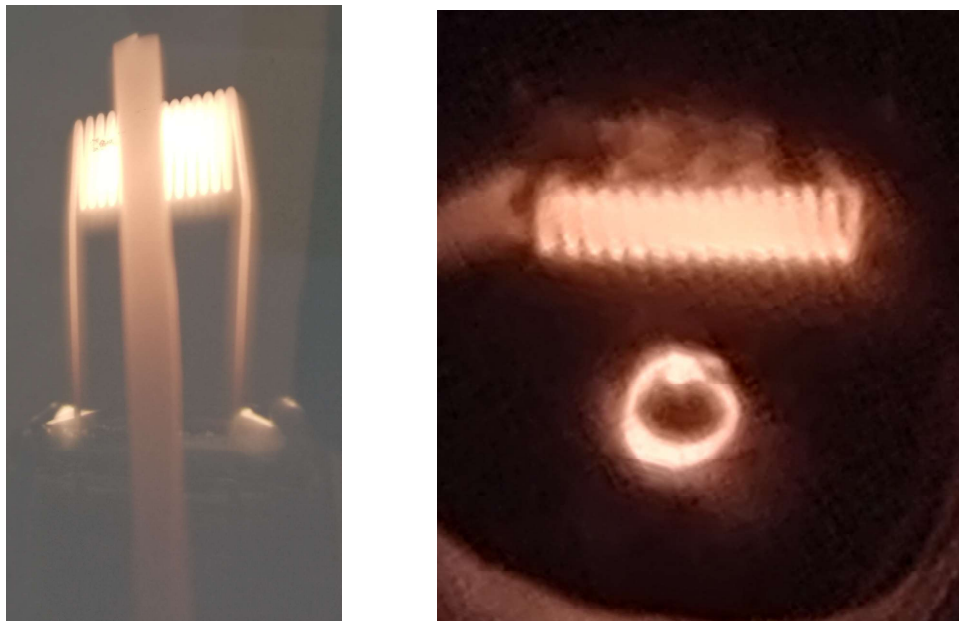


Abbildung 27: Links: Ein Foto einer Projektion am Schirm. Rechts: Ein Foto der Kapillare und vom Filament von oben.

Diesen Versuchsaufbau nutzten wir um erste Temperaturmessungen zu machen und das Stromspannungs-Verhalten zu verstehen, was wir im Kapitel 5 ausführlich beschreiben. Nachdem wir erfolgreich die ersten Tests durchgeführt haben, bauten wie die Wasserstoffquelle zusammen, aber nur mit dem ersten Tantalschild. Diesen schnitten wir noch

kürzer, damit das neue Filament nicht in Kontakt mit dem Schild kommt. In Abbildung 24 rechts sehen wir die zusammengebaute Wasserstoffquelle. Beim Zusammenbau wurde die Basisplatte eingebaut und der Bornitrihalter in das Rohrstück der Wasserstoffquelle eingesteckt und anschließend die Quelle an die Kammer befestigt. Zudem schlossen wir eine Wasserstoff-Flasche an das Nadelventil an. Nach dem Zusammenbau sah das Ganze wie in Abbildung 23 aus.

Bevor das QMS eingebaut wurde, hatte wir noch einige Temperatur-Messungen durchgeführt. Dabei wurden Bilder von oben gemacht wie in Abbildung 27 rechts zu sehen ist. Im Anhang gibt es noch ein Fotoalbum mit allen hier nicht gezeigten Fotos.

4.3 Pyrometer

Zur Messung der Temperatur nutzen wir das Gerät Mikropyrometer, von Pyro-Werk Hannover. Da es diese Firma seit 1972 nicht mehr gibt, muss dieses Gerät mindestens 50 Jahre alt sein. (siehe Abbildung 29) Um zu verstehen wie man mit dem Messgerät misst, muss man wissen wie das Gerät funktioniert. Ein Kernteil davon ist das Objektiv wie in Abbildung 29 oben links zu sehen ist. Es besteht aus einem optischen Linsensystem um den Fokus auf einen bestimmten Punkt einer Oberfläche einzustellen. Nach dem Linsensystem geht das Licht durch eine Kammer mit einem glühenden Draht und fällt dann ins Auge. Der Beobachter sieht wie in Abbildung 28, einen glühenden Draht vor der heißen Oberfläche. Das Ganze sieht er in rot, weil sich ein Rotfilter im Linsensystem befindet. Die Temperatur und damit die rote Farbe des Drahtes kann mit dem Messgerät eingestellt werden. Falls die Temperatur des Drahtes die gleiche ist wie der Oberfläche, dann haben beide den gleichen Rotton und der Draht ist auf der Oberfläche nicht zu erkennen. Die Temperatur des Drahtes wird am Messgerät angezeigt und kann dann abgelesen werden.

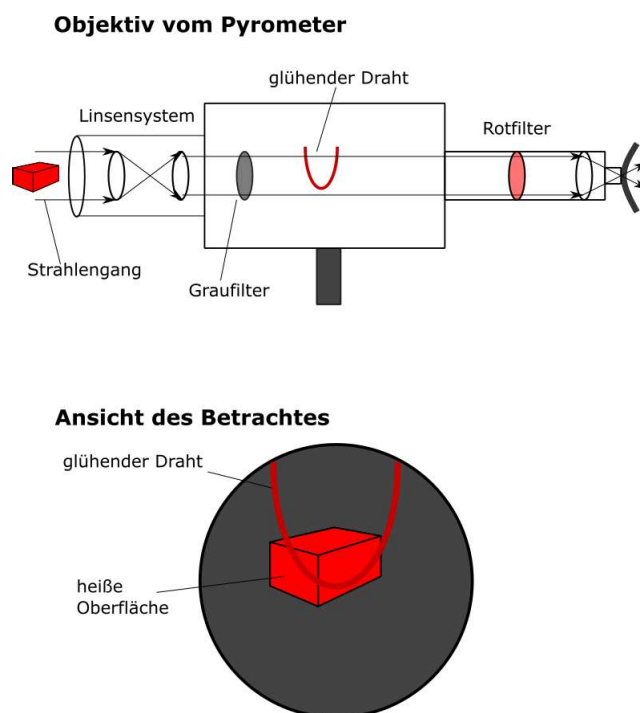


Abbildung 28: Oben: der Strahlengang im Pyrometer. Unten: Das Bild, das man sieht, wenn man durch das Objektiv schaut.

Mit dieser Methode können wir nur Temperaturen bis $1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ messen, weil zum einen sonst der Draht schmelzen kann und zum anderen sättigt die Farbe im Rotbereich, sodass

wir keinen Farbunterschied mehr erkennen können. Aus diesem Grund sind im Objektiv, zwischen dem Linsensystem und glühenden Draht, Graufilter eingebaut. Diese verdunkeln das fokussierte Objekt, wodurch es aus der Sicht des Betrachters kälter erscheint, aber wir müssen jetzt eine andere Temperaturskala verwenden. Diese Skala ist im Messgerät mit eingezeichnet und mit einem Hebel kann man den Zeiger auf diese Skala wechseln. Insgesamt gibt es nur zwei Temperaturskalen im Messgerät: Einmal mit Graufilter und einmal ohne. Damit können Temperaturen im Bereich von 650 °C bis 1450 °C bzw 1400 °C bis 2000°C gemessen werden.

Im Objektiv gibt es noch einen zweiten Graufilter, welcher eine Temperatur von 2000 °C bis 5000 °C abdecken soll. Das Problem ist nur, dass unser Messgerät nicht dafür ausgelegt worden ist, weil die Skala dafür fehlt. Das ist problematisch, weil wir die Kapillare auf weit über 2000 °C erhitzen wollen, im Idealfall knapp unter der Schmelztemperatur. Unsere Idee war es daher die Skala für den zweiten Graufilter selbst zu erstellen, was im Kapitel Messung erklärt wird, weil wir dafür eine Messreihe durchgeführt haben.



Abbildung 29: Im ersten Bild ist die gesamte Apparatur zu sehen. Oben rechts nur das Objektiv; links unten das Messgerät selbst und unten rechts das Markenschild.

4.4 Quadrupolmassenspektrometer

In unserem Aufbau zum Test der Produktion von atomarem Wasserstoff wurde ein Quadrupolmassenspektrometer (QMS) eingebaut. Unser Massenspektrometer, von der Marke *Leybold*, Modell *Leyspec 200s*, wird auch Restgasanalysator genannt, weil es das Restgas in Hochvakuum charakterisiert. Ein QMS besteht aus einer Kathode und einer Anode, einer Fokussierplatte, einen Quadrupol mit Wechselspannung und einem Faradaycup-Detektor (Abbildung 30).

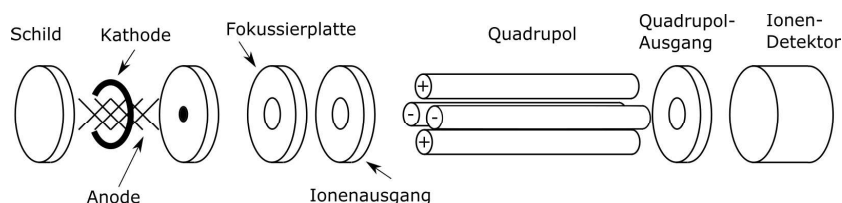


Abbildung 30: Skizze vom allgemeinen Aufbau eines Quadrupolmassenspektrometers. Zwischen der Kathode und Anode werden die Atome ionisiert und von der Fokussierplatte angezogen und in den Quadrupol gelenkt. Dort werden die unerwünschten Massen aussortiert und was übrig bleibt wird mit einem Ionendetektor gemessen.

Die Kathode besteht aus einem Drahtring, der erhitzt wird und Elektronen emittiert, welche von der Anode angezogen und beschleunigt werden. Die Anode ist ein zylinderförmiges Gitternetz wie in der Abbildung 31 oder in der Skizze 30. Die beschleunigten Elektronen ionisieren die Moleküle und Atome im Restgas. Die Ionen werden dann zur Fokussierplatte hin beschleunigt und extrahiert. Anschließend werden sie fokussiert und in den Quadrupol geleitet. Im Quadrupol werden alle Ionen die nicht das gewünschte Masse zu Ladung Verhältnis haben aussortiert und der Rest bleibt wird im Faradaycup-Detektor gemessen.

Der Quadrupol wird mit einer Wechselspannung betrieben, deren Frequenz entscheidet, welche Ionen darin bleiben und welche herausfliegen. Die Ionen mit einer stabilen Bahn bewegen sich auf einer sinusförmigen Kurve bis zum Faradaycup-Detektor. Der Faradaycup-Detektor misst einen Strom und damit die Teilchenrate.

Als nächstes haben wir den Quadrupolmassenspektrometer installiert, mit dem wir die produzierten atomaren Wasserstoffatome messen. Dementsprechend ist das Gerät in der Kapillarachse angebracht. Das Gerät wird mit einem PC mithilfe eines Programms gesteuert, das mit dem Gerät mitgeliefert wurde. In Abbildung 32 sehen wir einen Screenshot

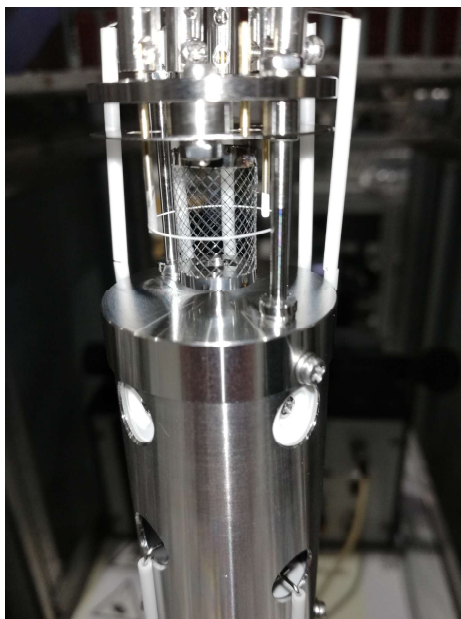


Abbildung 31: Der Kopf der Quadrupol Massenspektrometers. Zu erkennen ist die gitternetzartige zylindrische Kathode mit einer positiven Spannung. Um diese Kathode herum ist ein Ring, welcher das Filament ist und die Elektronen emittiert.

des Programms. Wie wir sehen können, messen wir mit unserem Programm den zeitlichen Verlauf der Teilchenrate für die unterschiedlichen Massen. Die Teilchenrate wird als Druck im Diagramm dargestellt. Das Gerät ist mit einem LAN Anschluss verbunden und ist auf Remote eingestellt. Alternativ könnte man das Messgerät auch auf Lokal einstellen um Messungen ohne PC durchzuführen.

Als Nächstes werden folgende Einstellungen im Programm vorgenommen, dabei ist die Beschleunigungsspannung an der Anode nicht wählbar auf 50 V voreingestellt. Wir wählen die Skala für die Teilchenrate in [mbar] und im Verhältnis zum Gesamtdruck, als Detektor wählen wir den Farradaycup (FC) aus und die Messzeit pro Masse pro Zeiteinheit wird auf 200 ms gesetzt. Es ist noch ein zweiter Detektor installiert, ein Elektron-Multiplier-Detektor. Dieser misst unterschiedliche Drücke und ist genauer, aber da der Faradaycup einen größeren Anwendungsbereich hat, entschieden wir uns für diesen.

Die Massen werden wie vorhin erwähnt durch das Verhältnis Ladung zu Masse gemessen, dementsprechend wählen wir die Massen, die wir messen wollen. Das Messgerät geht davon aus, dass alle Teilchen einfach ionisiert werden, d.h. sie haben alle eine Ladung von $+1e$. Alleine basierend auf dieser Annahme stoßen wir bereits auf praktische Probleme, denn für manche Massen gibt es mehrere Atome oder Moleküle, z.B. CO und N₂, beide

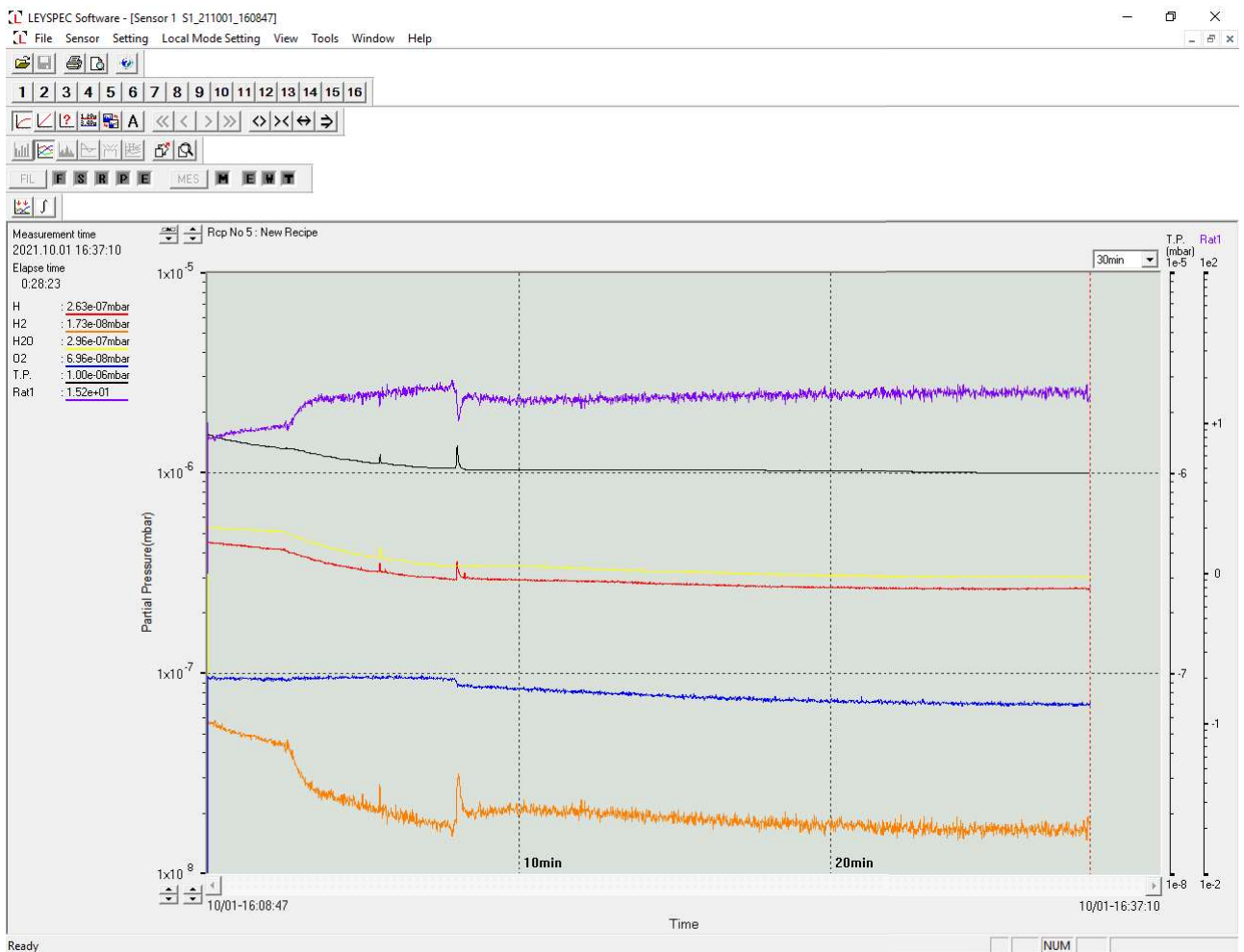


Abbildung 32: Ein Screenshot vom Programm mit dem wir den Quadrupolmassenspektrometer steuern. Zu erkennen sind ganz links die Massen die wir messen, der Druck sowie Rat1, was für "Ratio1" steht und das Verhältnis $\frac{H}{H_2}$ darstellt. Links vom Diagramm ist die Skala für den Druck der Atome und Moleküle, rechts davon sind die Skalen für den Gesamtdruck und Rat1. Die x-Achse stellt den zeitlichen Verlauf dar.

haben eine molekulare Masse von 28 u. Deshalb können wir bei dieser Messreihe nicht zwischen beiden Moleküle unterscheiden. Jedoch gibt es ein Trick um trotzdem dieses Signal zu identifizieren: Man weiß, dass bei einer Beschleunigungsspannung von 50 V, die Moleküle nicht nur ionisiert werden können, sondern auch aufgespalten. In diesem Fall wissen wir, dass CO nicht in unserem Restgas vorkommt, sondern nur durch die Aufspaltung: $\text{CO}_2 \rightarrow \text{CO} + \text{O}$ detektiert wird, also müssten wir auch CO_2 detektieren. Durch diese Überprüfung können wir unterscheiden ob es sich um CO oder N_2 handelt. Für unsere Experiment sind folgende Massen mit der atomaren Masseneinheit interessant: 1 u (H), 2 u (H_2), 17 u (OH), 18 u (H_2O) und 32 u (O_2). Zudem lassen wir uns das Verhältnis H zu H_2 anzeigen, was hier als Rat1 gekennzeichnet ist, weil unsere Erwartung ist, dass wir damit die Produktion von atomarem Wasserstoff nachweisen können.

5 Messung

5.1 Bestimmung der Temperatur der Kapillare

Bevor wir untersuchen konnten, ob wir atomaren Wasserstoff nachweisen, mussten wir sicher gehen, dass alle andere Effekte ausgeschlossen sind. Wir begannen damit, die Temperatur der Kapillare zu messen. Unglücklicherweise konnten wir nur Temperaturen bis 2000 °C messen. Wie in Kapitel 4.3 schon erwähnt, gibt es im Objektiv einen Graufilter für einen Temperaturbereich von 2000°C bis 5000°C, aber es gibt keine Skala dafür am Messgerät.

Um die dritte Skala zu erstellen, nutzten wir die zweite (1400 °C - 2000 °C) als Vorlage, um eine Relation zwischen der Angezeigten Temperatur und der tatsächlichen Temperatur zu erstellen. Dadurch können wir eine Tabelle oder Diagramm erstellen, in der wir die Temperatur ablesen können. Um dieses Diagramm zu erstellen brauchen wir eine Referenztemperatur, die wir gut kennen. Dazu eignete sich eine Widerstandsmessung am Wolframfilament, welche unsere Kathode ist. Wir wissen, dass der spezifische Widerstand von Wolfram temperaturabhängig ist und dafür benutzten wir bereits bekannte Daten. Eine Tabelle davon ist im Anhang.

Genau genommen haben wir die relative Änderung des Widerstandes gemessen und verglichen, dementsprechend gilt für die Temperatur T

$$T = \frac{R - R_i}{R_0 - R_i} \cdot T_0, \quad (37)$$

wobei T_0 die Raumtemperatur ist, R_0 den Widerstand bei Raumtemperatur und R_i den Widerstand der Leitungen bis zum Filament. Den Leitungswiderstand R_i muss man abziehen, wenn man nur den Widerstand vom Filament wissen will. Daraus haben wir ein Diagramm erzeugt mit dem Verhältnis der Skala zur Temperatur wie in Abbildung 33. Anschließend führten wir weitere Temperaturmessungen durch.

Die gemessene Temperatur stellte sich als falsch heraus, da die Kapillare jedes mal schmolz bevor wir ansatzweise an die Grenze der Schmelztemperatur kamen nach unserer Skala. Wir konnten jedoch beobachten, dass wir die Heizleistung hochstellten, aber die

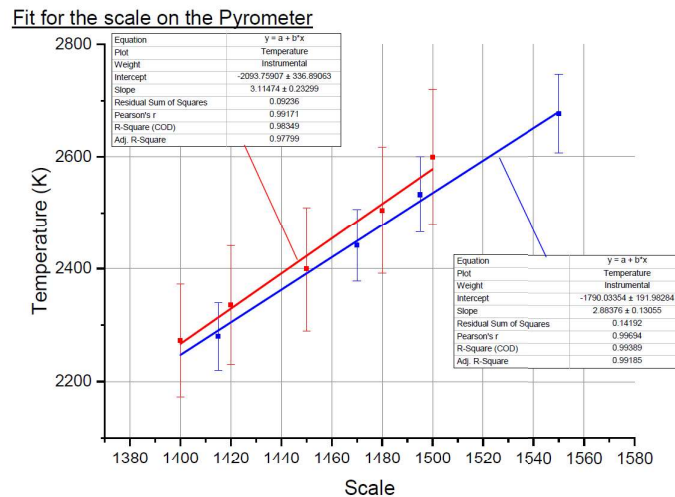


Abbildung 33: Auf der y-Achse ist die tatsächliche Temperatur und auf der x-Achse ist die angezeigte Temperatur der zweiten Skala am Messgerät. Hier wurde 2 Messreihen mittels Widerstandsmessung durchgeführt. Die Fehlerbalken sind Ablesefehler am Messgerät.

Temperatur sich kaum erhöhte. Daraus schlussfolgern wir, dass die Temperaturmessung nicht mehr ab 2000 °C funktioniert oder zu ungenau ist. Das kann folgende Gründe haben:

- Die Messung folgt nach Augenmaß wie wir in Kapitel 4.3 erklärt haben und man muss sehr genau hinsehen um einen Unterschied in der Rotfarbe zu sehen.
- Der dritte Graufilter ist nicht fein genug da er einen Temperaturbereich von 3000 °C abdeckt im Gegensatz zu 600 °C bei den anderen Filtern.
- Der Strahlengang wurde an einem Spiegel reflektiert, wodurch ein Teil des Spektrum verloren geht.

Obwohl wir die Temperatur nicht bestimmen konnten, fanden wir heraus, dass wir die Kapillare nicht mit über 100 W erhitzen sollen, weil wir dann nah an der Schmelztemperatur sind.

Die benötigte Temperatur damit atomarer Wasserstoff produziert wird, wurde bereits in der Arbeit von K. G. Tscherich [12] berechnet und ist in Abbildung 34 dargestellt. Dabei sehen wir, dass bereits bei einer Temperatur von 2200 K ein Dissoziationsgrad von ca. 65 % erreicht wird, bei $4.7 \cdot 10^{-3}$ mbar. Wir arbeiten jedoch im Hochvakuum bei ca. 10^{-7} mbar, was bedeutet, dass unser Druck in der Kapillare noch viel niedriger ist und damit der Dissoziationsgrad höher wie wir in Kapitel 2.4 hergeleitet haben. Hinzu kommt,

dass wir die Temperatur bis 2000 °C und damit 2273 K messen konnten. Es soll aber noch angemerkt sein, dass jede Kapillare seine eigener Temperatur-Leistungskurve hat. Diese wird dann mithilfe des Stefan-Boltzmann-Gesetz gefitted (Gleichung 1).

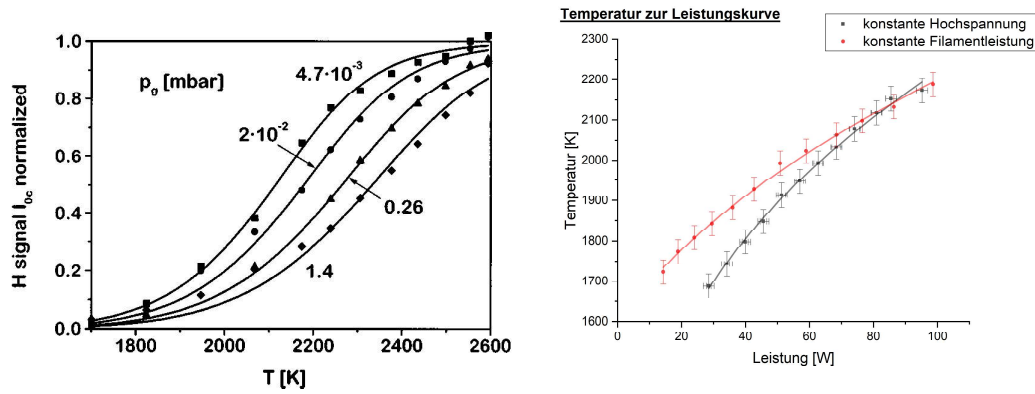


Abbildung 34: links: Dissoziationsgrad von Wasserstoff bei verschiedenen Drücke und Temperaturen nach K. G. Tscherich [12]. Rechts: Temperatur der Kapillare für verschiedene Leistungen. Rot: Die Hochspannung an der Kapillare wurde variiert; Schwarz: Die Leistung am Filament (Kathode) wurde variiert. Die Fehlerbalken sind Ablesefehler.

5.2 Strom-Spannungs-Kurve

Die Kapillare wurde durch das Prinzip des Elektronenbombardement aufgeheizt. Dafür war eine Mindestspannung nötig um die Elektronen von der Kathode zu extrahieren. In diesem Fall bestand die Kathode aus einem Wolframfilament, das auf über 2000 °C erhitzt wurde indem man einen Strom durchfließen lässt. Das Filament wurde mit 14 V und 6,6 A betrieben, was einer Leistung von 92,4 W entspricht. In unserem Experiment fiel uns auf, dass der Elektronenstrom in Abhängigkeit zur Heizleistung des Filaments eine Hysterese hat. Ab einer Heizleistung von 92,4 W veränderte sich der Elektronenstrom nur noch geringfügig.

Als nächstes untersuchten wir das Verhältnis des Elektronenstroms an der Kapillare und die angelegte Hochspannung. In Abbildung 35 ist eine Strom-Spannungs-Kurve sowie eine Leistungs-Spannungs-Kurve aufgetragen für die gleiche Kapillare, aber zu unterschiedliche Zeiten. In dunkelblau und schwarz sind die Kurven zu sehen, bevor die Kapillare teilweise

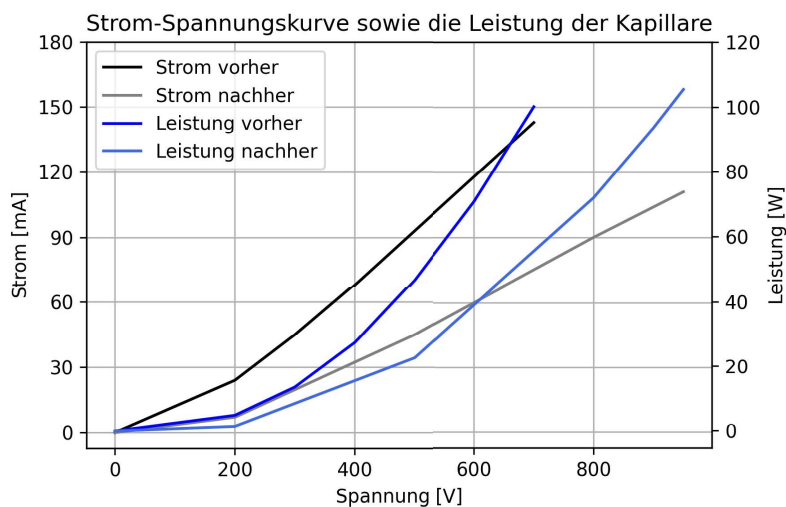


Abbildung 35: Strom-Spannungs-Kurve und Leistungs-Spannungs-Kurve. Die linke y-Achse gibt den Elektronen-Strom in mA an, die Rechte die Leistung in W. Auf der x-Achse ist die Spannung an der Kapillare aufgetragen. In dunkelblau und schwarz sind der Strom und die Leistung für eine Kapillare aufgetragen, bevor sie teilweise abgeschmolzen ist. Im leichten Blauton und grau sind die Kurven für den Fall nachdem die Kapillare geschmolzen ist. Die Ströme und Leistungen sind geringer geworden bei gleicher Spannung

abgeschmolzen sind und in leichten Blauton und grau für danach. Die Strom-Spannungs-Kurve hat sich verändert und man braucht nach dem Abschmelzen eine höhere Spannung um auf den gleichen Strom bzw. Leistung zu kommen. Die Ströme sollten sich wie lineare

Funktionen verhalten, die keine Ursprungsgeraden sind. Dies hat den Grund, dass für den Strom eine Mindestspannung erforderlich ist. In unserem Fall wurde der Strom erst ab 200 V gemessen, dementsprechend haben wir nicht den Schnittpunkt mit der x-Achse eingezeichnet. Die Leistung verhält sich wie eine quadratische Funktion ab dem Moment an dem der Strom zunimmt.

Das Strom-Spannungs-Verhältnis ist für uns ein Indikator dafür ob sich die Geometrie der Kapillare verändert hat. Sie muss nicht zwangsläufig abgeschmolzen sein, sondern kann auch ihre Entfernung zum Filament ändern. Dies lässt sich damit einfach erklären, denn durch die Veränderung der Geometrie verändert sich der elektrische Feld und wenn das Feld größer wird, wird auch der Elektronenstrom größer und umgekehrt.

5.3 Messung von atomarem Wasserstoff

5.3.1 Messung mit QMS in vertikaler Stellung

Der QMS wurde hier nicht wie in Abbildung 22 horizontal eingebaut, sondern zuerst vertikal. Den Wasserstoffstrahl führte direkt in das Gerät ohne mit der Wand zu kollidieren. Wir maßen über die Zeit die Drücke verschiedener Stoffen, dabei kann es sich um Atome oder Moleküle handeln. Das Messergebnis ist in Abbildung 36 links zu sehen. Für uns interessant war atomarer Wasserstoff (H), molekularer Wasserstoff (H_2) und Wasser (H_2O). In dieser Versuchsreihe haben wir die Heizleistung an der Kapillare schrittweise von 10 W auf 107 W hochgefahren, dann wieder runter auf 31 W und wieder hoch auf 75 W. Wir wissen dass unsere Kapillare über 2200 K heiß ist bei 107 W aufgrund unseren Temperaturmessungen. Wir sehen wie das Verhältnis H zu H_2 mit der Leistung und dementsprechend mit der Temperatur hoch- und runter geht.

Zu glauben, dies läge am Dissoziationsgrad wäre ein Trugschluss, denn man sieht wie der Wasserdruck sich ebenfalls mit der Leistung mitbewegt. Die Idee dieses Experiments war es die Heizleistung zu verstellen und zu warten bis sich die Drücke equilibriert und sich nur noch langsam verändern. Aus diesem Grund haben wir die Drücke nach einer Wartezeit gemittelt wie in Abbildung 36 rechts zu sehen ist. Uns fällt auf, dass bei der gleichen Heizleistung und damit Temperatur, das Verhältnis H zu H_2 nicht immer gleich ist, dabei scheint der Wasserdruck eine große Rolle zu spielen. So hatten wir bei 78 W

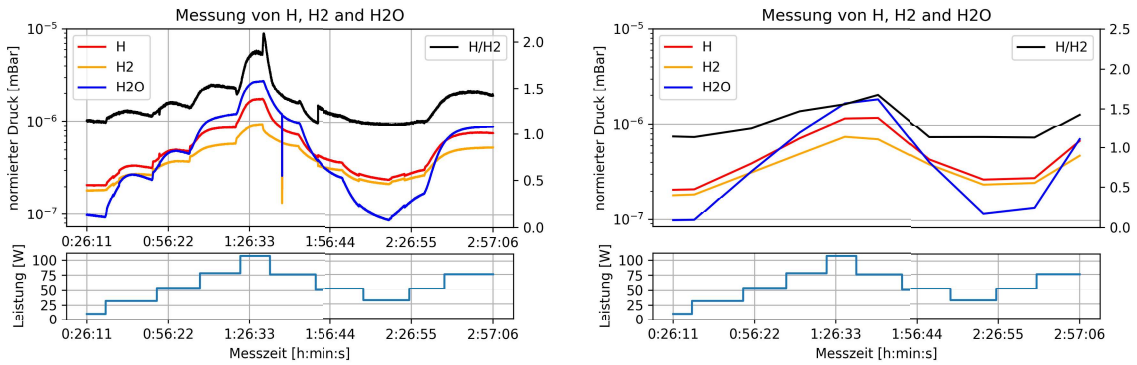


Abbildung 36: Beide Diagramme zeigen die Messung von atomarem Wasserstoff(H), molekularer Wasserstoff(H₂), Wasser(H₂O) und dem Verhältnis H zu H₂. Die linke y-Achse beschreibt die Signalrate in der Einheit des Druckes und die Rechte das Verhältnis H/H₂. Auf der x-Achse ist die Zeit eingezeichnet, wobei die ersten 26 Minuten rausgeschnitten sind. Unter den Diagrammen ist noch die Heizleistung der Kapillare aufgetragen. Im rechten Diagramm ist der gemittelte Druck für verschiedene Zeiten aufgetragen.

ein Verhältnis von 1,5 und später bei 76 W ein Verhältnis von 1,34. Auffällig ist, dass der Wasserdruck beim zweiten Fall tiefer war. Das gleiche konnte wir an mehreren Stellen beobachten. Dies veranlasste uns zu der Annahme, dass ein Teil der Wassermoleküle bei der Ionisation am QMS aufgespalten werden zu Hydroxid und atomarem Wasserstoff, was bei einer Beschleunigungsspannung von 50 V zu erwarten ist



Zudem ist uns noch aufgefallen, dass es immer ein Grunddruck an atomarem Wasserstoff gibt den wir messen, wie wir bei 10 W im Diagramm sehen. Bei 10 W ist die Kapillare dunkel und viel zu kalt um Wasserstoff zu dissoziieren. Der Grund dafür, dass wir H sehen, liegt daran, dass auch H₂ sich im QMS aufspaltet zu



Als nächstes maßen wir die Wasseraufspaltung indem wir das Verhältnis OH zu H₂O messen. Da OH nicht im Restgas vorkommt, muss es durch die Ionisation am QMS entstehen. Um den Wasserdruck zu verändern, heizten wir das Experiment mit dem Filament mit verschlossener Wasserstoffflasche. Um zu sehen ob das Verhältnis unter verschiedene Bedingungen gleich bleibt, haben wir die Heizleistung zu allen Extremen verändert, auch

die Kapillare hatten wir geheizt. In Abbildung 37 sehen wir das Diagramm dazu. Der Wasserdruck ist hier normiert auf den Gesamtdruck aufgetragen und es ist zu erkennen, dass sich der Hydroxiddruck im gleichen Maße ändert. Dies ergibt sich auch aus dem Fit, wo wir einen Mittelwert von $(2,429 \pm 0,034) \cdot 10^{-1}$ für das Verhältnis der beiden Drücke sehen.

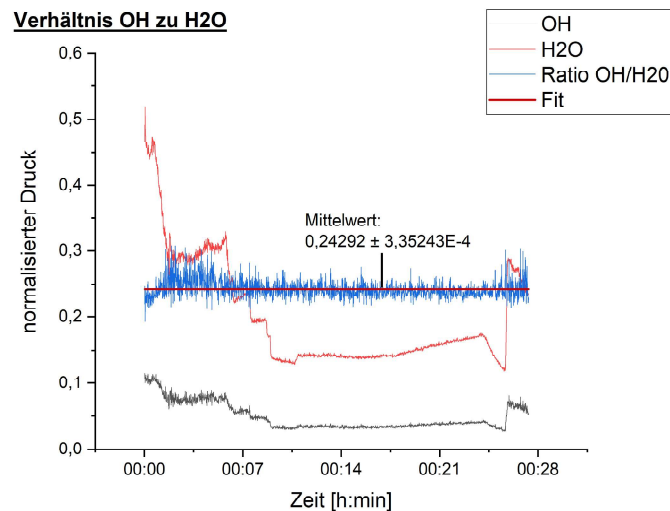


Abbildung 37: Das Verhältnis von Hydroxid (OH) und Wasser (H₂O) ist hier dargestellt. Auf der Ordinate ist die Teilchenrate als Druck normiert auf den Gesamtdruck, auf der Abzisse ist die Messzeit eingetragen. Das Verhältnis wurde mit einer konstanten Funktion gefittet.

Die Beobachtung, dass der Wassergehalt sich stark mit dem Aufheizen verändert, zeigte uns, dass das Experiment nicht gut ausgeheizt ist. Daher bestand unser nächster Schritt darin einen guten Druck zu erzeugen und das Wasser möglichst gut auszupumpen. Dies gelang uns so gut, dass wir einen Punkt erreichten, wo sich der Wassergehalt nicht mehr mit der Kapillartemperatur veränderte. Zwischenzeitlich haben wir auch eine neue Kapillare eingebaut die dünner ist und dementsprechend weniger Leistung braucht um auf die gleiche Temperatur zu kommen. In Abbildung 38 sehen wir links die auf dem Gesamtdruck normierten Drücke mit dem Verhältnis H zu H₂. Der Grund, warum wir die Drücke normieren, ist, dass wir dann keine logarithmische Skala nehmen müssen und der Druck dann auch null sein kann. Außerdem hat eine Größe die man leicht interpretieren kann. Dies macht auch Sinn, wenn wir uns in Abbildung 38 das Diagramm rechts anschauen. Hier wurde der atomare Wasserstoffgehalt korrigiert, indem wir den Anteil, der von der

Aufspaltung von H_2 und H_2O im QMS kommt, abgezogen haben.

In dieser Versuchsreihe haben wir die Leistung der Kapillare von 0 W auf 84 W hochge-

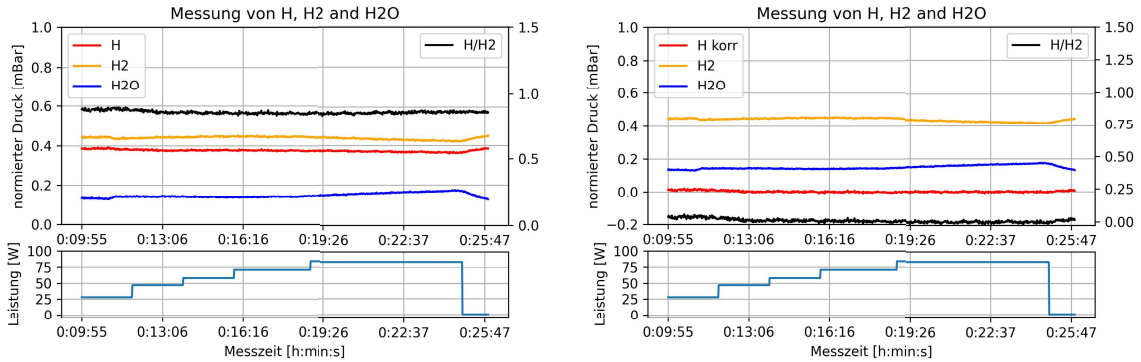


Abbildung 38: Beide Diagramme zeigen die Messung von atomarem Wasserstoff(H), molekularer Wasserstoff(H_2), Wasser(H_2O) und dem Verhältnis H zu H_2 . Die linke y-Achse beschreibt die Signalrate in der Einheit des Druckes, normiert auf den Gesamtdruck und die Rechte das Verhältnis H/H_2 . Auf der x-Achse ist die Zeit eingezeichnet und unter den Diagramme ist die Heizleistung der Kapillare aufgetragen. Im linken Diagramm ist sind die direkten Messwerte ohne Korrektur aufgetragen und im Rechten ist das H-Signal korrigiert.

fahren bis zur 18te Minute und wieder zurück auf 0 W bei der 25te Minute. Das hoch- und runterfahren der Spannung erfolgt nicht sofort sondern kann bei großen Spannungsunterschiede bis zu einige Minuten dauern. Wir hätten erwartet, dass sich das Verhältnis mit der Leistung erhöht, aber dies konnten wir nicht beobachten. Dies wird noch deutlicher in Abbildung 38 rechts im Diagramm, in der wir den atomaren Wasserstoffdruck korrigiert haben, d.h. wir haben den Teil abgezogen, der durch die Aufspaltung von H_2 bzw. H_2O kommt. In diesem Fall wurde der OH-Druck mitgemessen und da wir aus der Gleichung 38 wissen, dass für jedes Hydroxid-Molekül ein Wasserstoffatom entsteht, konnten wir einfach den OH-Druck abziehen. Für den Teil der von H_2 kommt, benutzten wir einen Grundwert. Dieser wird gemessen wenn die Kapillare kalt ist und der H_2O -Anteil am geringsten ist. In diesem Fall bekommen wir den kleinsten Wert für das Verhältnis $\frac{H}{H_2}$ den wir in dieser Messung gemessen haben. So kommen wir auf die Ergebnisse im Diagramm rechts. Es ist zu erkennen, dass, mit einer kleiner Schwankungsbreite, der atomare Wasserstoffanteil im ganzen Experiment null ist oder so klein, dass wir ihn nicht messen können. Hier soll noch erwähnt werden, dass wir die Nulllinie der rechten Skala nicht auf die gleiche Höhe gebracht haben, wie die Skala auf der linken Seiten, weil sich sonst die H-Linie und die

H/H₂-Linie überdecken würden.

Damit kommen wir zu dem Schluss, dass wir keine atomare Wasserstoffproduktion in der Quelle beobachten konnten, daher verbesserten wir unser Experiment im nächsten Kapitel.

5.3.2 Messung mit QMS in horizontaler Stellung

Uns fiel auf, dass der Teilchenstrahl aus der Kapillare nicht direkt vom QMS eingefangen wird. Im Kapitel 4.4 sehen wir in den Abbildungen 31 und 30, dass im QMS-Kopf eine Platte ist. Diese verhindert dass die atomare Wasserstoffatome direkt in den QMS gelangen. Unsere Hoffnung war es, dass die Dichte an atomarem Wasserstoff in der Kammer zunimmt, bevor sie wieder rekombinieren. Aber es scheint so, dass sie bei Kontakt mit Metalloberflächen sehr schnell rekombinieren. Um diesen Effekt auszuschließen haben wir den QMS neu eingebaut und zwar so, dass der Kopf senkrecht zum Teilchenstrahl ist und dieser direkt vom Spektrometer ionisiert wird. Wir haben auch ein Fenster eingebaut und können die Kapillare und den QMS-Kopf sehen, wie in Abbildung 39 zu sehen ist. Ein

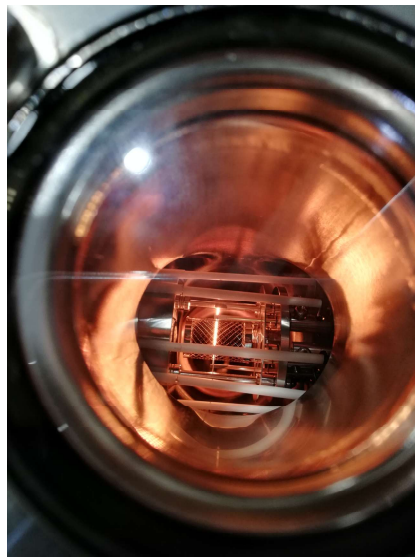


Abbildung 39: Laufende QMS Kathode. Das Foto wurde von oben gemacht und 50cm unter der Kathode befindet sich die Wasserstoffquelle.

weiterer Vorteil war, dass wir die Temperatur mit dem Pyrometer wieder messen konnten und damit sicher waren, dass die Kapillare heiß genug war.

Jedoch führten diese Veränderungen nicht zu besseren Ergebnissen, immer wenn das Verhältnis $\frac{H}{H_2}$ anstieg, war das mit einem Wasseranstieg verknüpft. Uns fiel noch auf, dass die Wasserstoff-Aufspaltung im QMS nicht immer gleich ist, von Experiment zu Experiment

änderte sie sich.

Im QMS ist als Detektor zusätzlich ein Elektron-Multiplier (SEM) eingebaut, der viel sensitiver ist. Es kann also sein, dass wir nicht genau genug messen. Als erstes betrieben wir den Elektron-Multiplier bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen und stellten fest, dass wir bei einer Spannung von über 2 kV kein Signal mehr messen. Bei einer Spannung von 1,2 kV hatten wir die besten Ergebnisse und dies entsprach auch der Standardeinstellung. In Abbildung 40 sehen wir die Ergebnisse. Wir haben die Kapillarleistung wieder

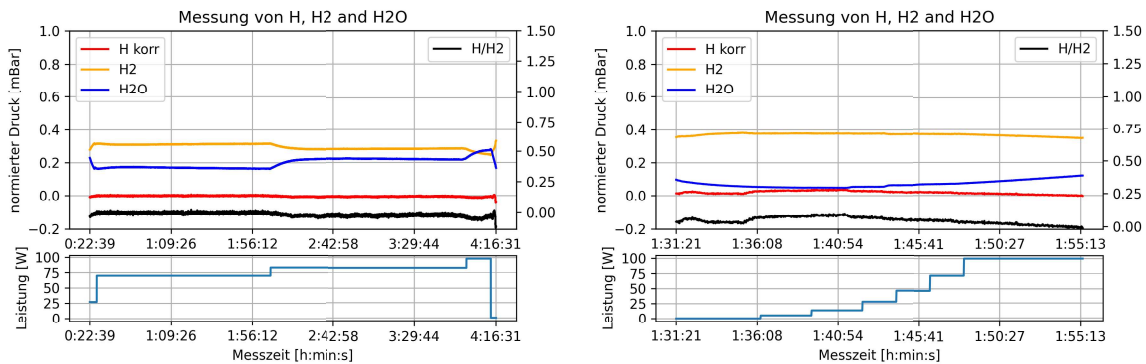


Abbildung 40: Beide Diagramme zeigen die Messung von atomarem Wasserstoff(H), molekularer Wasserstoff(H₂), Wasser(H₂O) und dem Verhältnis H zu H₂. Die linke y-Achse beschreibt die Signalrate in der Einheit des Druckes, normiert auf den Gesamtdruck und die Rechte das Verhältnis H/H₂. Auf der x-Achse ist die Zeit eingezeichnet und unter den Diagrammen ist die Heizleistung der Kapillare aufgetragen. In beiden Diagrammen ist das H-Signal korrigiert. Bei diesen Messungen wurde der SEM-Detektor benutzt bei einer Beschleunigungsspannung von 1,2 kV.

schrittweise von 0 W auf 100 W hochgefahren. Die Messungen haben deutlich weniger Schwankungen, wegen des besseren Detektors. Im linken Diagramm ist zu sehen, dass der atomare Wasserstoffanteil während der gesamten Messung null bleibt. Wohingegen im rechten Diagramm sehen wir, anhand der roten Kurve, dass ein wenig atomaren Wasserstoff, zu sehen ist. Daher schauen wir uns das Diagramm genauer an. Der Wasseranteil ist geringer in der Messung. Dies hat die Ursache, dass wir vorher den Wasseranteil ausgepumpt haben. Die rote Kurve steigt kurz bei 0W an und nochmal bei 5 W, bleibt bis 28 W konstant und fällt langsam bis zum Ende ab. Dies entspricht nicht unseren Erwartungen, denn der atomare Wasserstoff-Anteil sollte mit der Leistung steigen. Es ist sehr außergewöhnlich, dass wir ein Signal bei 0 W sehen. Der Anteil davon ist sehr gering gegenüber den anderen Stoffen, daher ist es möglicherweise nicht von der Kapillare produziert wor-

den, sondern andere Effekte können eine Rolle gespielt haben. Einer dieser Effekte könnte sein, dass die Wasserstoffaufspaltung im QMS nicht immer gleich ist, sondern von der Konzentration abhängt und daher kann sogar mit der Wasserkonzentration korrelieren.

5.3.3 QMS um 180° gedreht

Die Kathode des QMS ist ein Draht, der zum glühen gebracht wird. Die Anode ist ein zylindrisches Gitternetz, wie im Kapitel 4.4 erklärt wurde. Der Draht der Kathode ist ringförmig um das ganze Gitternetz, aber es glüht nur eine Hälfte. Dieser Teil war bisher nach unten gerichtet, also zur Wasserstoffquelle hin. Als nächsten Schritt haben wir den QMS um 180° gedreht, sodass sich der glühenden Drahtteil auf der oberen Seite befindet. Die Idee dahinter ist, dass die Teilchen die von der Wasserstoffquelle kommen, aufgrund ihrer schneller thermischen Geschwindigkeit, nicht vom QMS aufgenommen werden können. Es können nur Teilchen aus bestimmten Richtungen gemessen werden, was für ein Restgasanalysator genügt. Das Ergebnis war das gleiche, wir konnten kein eindeutiges H-Signal sehen, das mit der Temperatur der Kapillare korreliert. Der Wassergehalt im Vakuum wurde so gut ausgegast, dass der Wasserdruck nicht über $5 \cdot 10^{-8}$ mbar stieg, was hier ein sehr geringer Druck ist.

Um sicher zu gehen, dass die Kapillare heiß genug war, haben wir den Strom so lange aufgedreht, bis die Wolframkapillare schmolz. In Abbildung 41 oben sehen, wie sich die Drücke der gemessenen Stoffe verhalten. Wir erreichten eine Leistung von 275 W. Dabei stieg der Wasserdruck stark an und unser Experiment wurde so warm, dass wir die Stahlkammern nicht mehr von außen anfassen konnten. Der Wasserstoffdruck sank nicht, wie es das Diagramm suggeriert, sondern alle Drücke stiegen stark an, aber der Wasserdruck dominierte nach 8 Minuten. Bei einer maximalen Leistung von 275 W veränderte wir nicht mehr die Beschleunigungsspannung an der Kapillare, aber da sie von oben nach unten teilweise schmolz und verdampfte, veränderte sich der Strom und Leistung. Wie wir in Kapitel 5.2 gesehen haben, wissen wir das eine Veränderung des Strom-Spannungs-Verhältnisses auch mit einer Veränderung der Geometrie zusammenhängt. In diesem Fall nahm die Leistung dadurch von 275 W auf 250 W ab und die Spannung betrug dabei 1000 V und der Strom 275 mA bzw 250 mA. Die extremen Bedingungen störten unser Messgerät, weil sich Wolframdampf im QMS-Kopf absetzte. Immer wenn das passierte,

dauerte es ein paar Messstunden bis es sich wieder normalisierte. Daher ist die Messung nicht so sauber wie bei den anderen Messungen, dennoch können wir ausschließen atomaren Wasserstoff eindeutig gesehen zu haben.

Das Abschmelzen der Kapillarspitze kann auch von Nutzen für unsere Experiment sein,

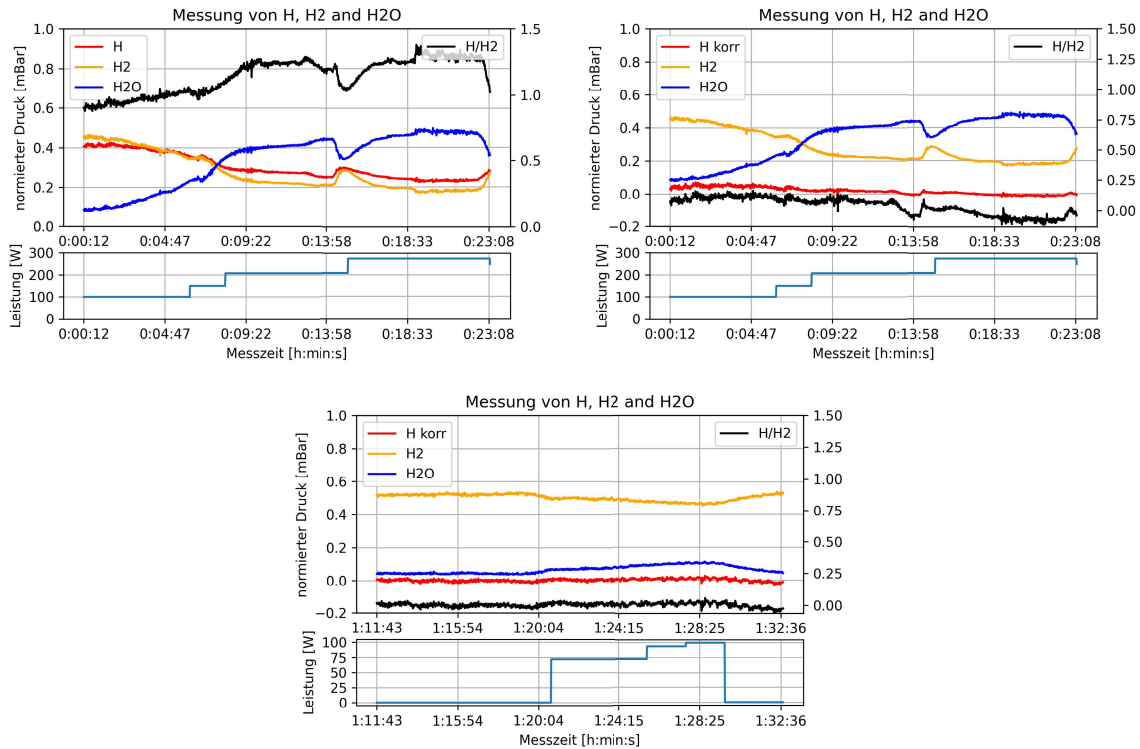


Abbildung 41: Alle Diagramme zeigen die Messung von atomarem Wasserstoff(H), molekularem Wasserstoff(H₂), Wasser(H₂O) und dem Verhältnis H zu H₂. Die linke y-Achse beschreibt die Signalrate in der Einheit des Druckes, normiert auf den Gesamtdruck und die rechte das Verhältnis H/H₂. Auf der x-Achse ist die Zeit eingezeichnet und unter den Diagramme ist die Heizleistung der Kapillare aufgetragen. Im rechten und unterem Diagramm wurde das H-Signal korrigiert. Die oberen Diagramme zeigen die Messung, in der wir die Heizleistung auf das Maximum gebracht haben. Das Untere zeigt die folgende Messung danach.

denn jetzt werden die Elektronen über die Kapillaröffnung beschleunigt. Dadurch wird das austretende Gas mit Elektronen bombardiert, was zu einer Aufspaltung der H₂-Moleküle führt und beruhend auf dem Prinzip der Langmuirsche Fackel, wie wir in Kapitel 2.1.2 gesehen haben. In Abbildung 41 unten ist das Diagramm der letzten Messung. Der Wassergehalt ist hier sehr niedrig. Über 90 % vom Gesamtdruck sind molekularer und atomarer Wasserstoff, wobei im Diagramm der atomare Anteil korrigiert wurde. Die Kapillarleistung wurde wieder schrittweise bis 105,5 W hochgefahren, jedoch veränderte sich der

atomare Wasserstoffgehalt wieder nicht.

5.4 Mögliche Ursachen warum wir keine H-Produktion nachweisen

Es kann viele Gründe haben, warum wir keine Produktion von atomarem Wasserstoff sehen und es kann eine Kombination von mehreren sein. Wir wollen alle physikalisch begründen. In diesem Fall muss unterschieden werden zwischen dem Fall, dass wir keinen messen können und dem, dass wir keinen produzieren. Wir haben keine Erklärung dafür, dass wir keine produzieren, denn die Bedingungen sind theoretisch gegeben. Entsprechend wollen wir hier darauf eingehen, was die Gründe sein könnten, weshalb wir keinen atomaren Wasserstoff detektieren.

Dazu schauen wir uns die benötigte Temperatur an. Die benötigte Temperatur hängt vom Druck ab und da wir bei sehr niedrigen Drücken arbeiten, brauchen wir keine hohe Temperatur, wie wir in Kapitel 2.4 bewiesen haben. Die Berechnungen beruhen auf den Arbeiten von K. G. Tscherich und V. von Bonin [6]. Sie erreichten Dissoziationsgrade von über 90% bei einer Temperatur von 2600 K bei einem Druck zwischen 0,16 mbar und $4,7 \cdot 10^{-3}$ mbar. Eine andere Arbeit [5] erreichte fast vollständige Dissoziation bei einer Temperatur zwischen 1800 K bis 2000 K, aber bei einem deutlich geringeren Druck von 10^{-6} mbar. Wir hatten einen Druck der zwischen 10^{-6} mbar und 10^{-8} mbar lag. Die Temperatur war mindestens 2270 K und wir gingen in die Extreme bis das Wolfram schmolz, wofür eine Temperatur von 3695 K nötig ist. Trotzdem konnten wir keinen atomaren Wasserstoff nachweisen.

5.4.1 Winkelverteilung

Im Kapitel 2 haben wir gesehen, dass für die Produktion von atomarem Wasserstoff ein niedriger Druck und hohe Temperatur nötig sind. Diese Bedingungen haben wir nach unseren Berechnungen sehr gut erfüllt und wir sollten einen hohen Dissoziationsgrad erreichen. Jedoch muss die Winkelverteilung noch mit berücksichtigt werden und in den Messungen von K. G. Tscherich in Abbildung 42 können wir sehen, dass bei einem Winkel von 0° , bei einem niedrigen Druck, ein Minimum in der Messreihe zu sehen ist. Dies hat den Grund,

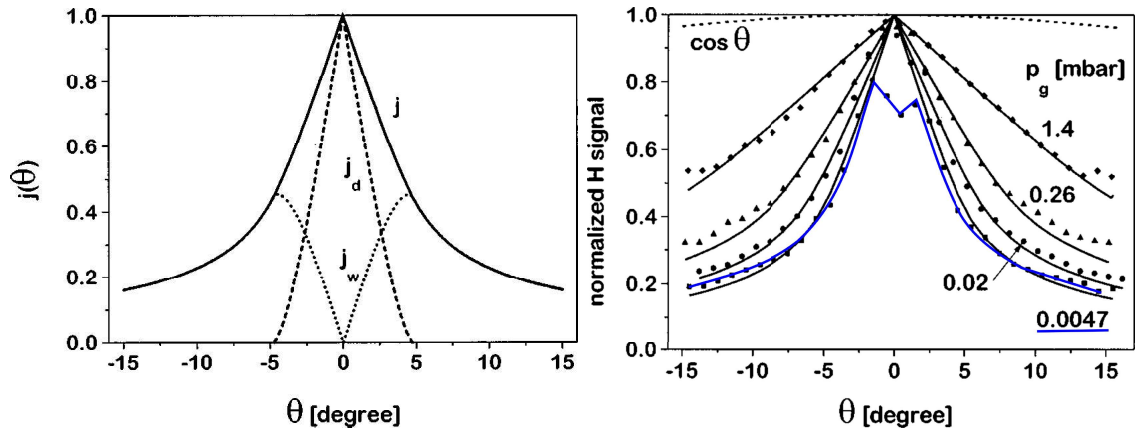


Abbildung 42: Die Winkelverteilung für das Gas, was aus der Kapillare kommt. Links: Die Berechnete Winkelverteilung, auf der y-Achse ist die Strömungsdichte dargestellt und auf der x-Achse der Winkel zur Kapillarachse. Die durchgezogene Linie ist die Zusammensetzung aus den direkten Teilchen und gestreuten Teilchen, die gepunktete Linie repräsentiert die gestreuten Teilchen j_w und die gestrichelte Linie die Direkten j_d . Rechts: Auf der y-Achse ist die gemessene Strömungsdichte von atomarem Wasserstoff, normiert auf ihr Maximum. Die x-Achse ist gleich wie links. Die Punkte stellen Messwerte dar und die durchgezogene Linie ist die gefittete Linie mit nur einem freien Parameter. Die blaue Kurve stellt die Messdaten, bei einem Druck von 0,0047 mbar, dar.

dass der Anteil an direkten molekularen Wasserstoff bei kleinen Winkeln höher ist und der Anteil an gestreuten Wasserstoff geringer, daher nimmt der Dissoziationsgrad an der Stelle ab, weil man muss bedenken, dass die direkten Moleküle nicht dissoziiert werden können, da sie nicht mit der Wand kollidieren. Zusätzlich ist die Bedingung für molekulare Strömung bei niedrigen Drücken eher erfüllt als bei Hohen und daraus folgt, dass ab einer gewissen Länge die Strömung in der Kapillare molekular wird. So kann es sein, dass wir nur in der Spitze molekulare Strömung haben. Wenn der Druck aber sehr niedrig ist, ist die Strömung überall molekular. In unserem Fall ist der Druck so niedrig, dass es sich auf jeden Fall um molekulare Strömung in der gesamten Kapillare handelt, was die Berechnung einfach macht, aber gleichzeitig das Problem mit sich bringt, dass der Anteil an direkten Wasserstoffmoleküle maximal ist. Bei nicht molekularer Strömung kommt es zu mehr Stößen zwischen den Molekülen, was zu mehr Stöße mit der Wand führt. Aus diesem Grund hatte K. G. Tscherich in seiner Arbeit vorgeschlagen, dass die Kapillare um mindestens 33 mm erhitzt werden muss und in unserem Fall, war nur die Spitze von 5 mm heiß. Dieser Effekt wäre kein Problem, wenn wir das Messgerät nicht in Sichtlinie zu Kapillare anbringen, sondern in einem Winkel dazu. Im Idealfall wäre der Winkel wie aus

Kapitel 2.5: $\Theta = \arctan \frac{2R}{L_{\text{eff}}}$, wo R der Innenradius der Kapillare ist und L_{eff} die Länge der heißen Spitze. Wenn nicht die ganze Kapillare heiß ist, dann gibt es auch indirekte Moleküle die mit der kalten Innenwand kollidieren, aber nicht dissoziiert wurden. Unsere Kapillaren hatten einen Innenradius von etwa 0,8 mm und eine heiße Spitze von etwa 5 mm, damit kämen wir auf einen idealen Winkel von 18° .

Um der Sache theoretisch nachzugehen, nutzten wir die Gleichung 25 aus dem Kapitel 2.5 und vergleichen die theoretische Ergebnisse für unser Experiment mit den vorgeschlagenen Parametern. Dazu berechnen wir die reduzierte Länge $l_{\text{eff}} = \frac{L_{\text{eff}}}{2R}$. Diese wäre für den idealisierten Fall $l_{\text{eff}} = 33$ und in unserem Experiment $l_{\text{eff}} = 2,5$. Es soll dazu erwähnt werden, dass dies für den Fall gilt, dass der Dissoziationsgrad 100% ist, außerdem sind unsere Parametern nicht immer gleich, denn je heißer die Kapillare ist, desto größer ist l_{eff} . Daher betrachten wir auch den optimistischen Fall, wo 10 mm der Kapillarspitze heiß ist, dann bekommen wir für $l_{\text{eff}} = 6,6$. In Abbildung 43 sehen wir die Ergebnisse

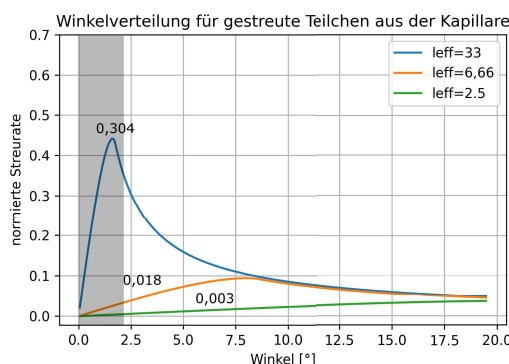


Abbildung 43: Winkelverteilung für verschiedene Parameter. Auf der y-Achse ist der Anteil an dissoziierten Wasserstoff und auf der x-Achse der Winkel vom Lot der Kapillare aus. Es sind 3 Kurven für 3 verschiedene Parametern eingezeichnet. Der graue Bereich gibt den Bereich an, über welchen Integriert wurde und die Ergebnisse stehen an den jeweiligen Kurven.

mit diesen Parametern. In unserem Experiment ist die Distanz zwischen der Kapillare und dem QMS-Kopf 50 cm und der Ionisierungsbereich hat eine Ausdehnung von 2 cm, dementsprechend kommen wir auf einen Winkel von $2,29^\circ$ wo die Atome gemessen werden können. In unserem Diagramm haben wir über diesen Bereich integriert und kamen zu den Ergebnisse, die im Diagramm an den zugehörigen Kurven stehen. Es stellt sich raus, dass für $l_{\text{eff}} = 33$ wir einen Anteil von 0,304 sehen würden und für unser Experiment

$l_{\text{eff}} = 2,5$ einen Anteil von 0,003. Das ist deutlich weniger als im idealen Fall und selbst für den optimistischen Fall $l_{\text{eff}} = 6,6$ kommen wir auf nur 0,018 was ca. ein Faktor von 16 kleiner ist als im Idealfall. Ein Teil der indirekten Moleküle stoßen mit der kalten Innenwand und werden nicht dissoziiert im Gegensatz zum Idealfall bei $l_{\text{eff}} = 33$. Damit kommen wir zu dem Ergebnis, dass wir in unserem Experiment genauer messen müssten, um atomaren Wasserstoff zu sehen oder den Winkel ändern müssten. Wenn wir nicht von 0° bis $2,29^\circ$ integrieren würden, sondern nur um das Maximum herum, dann wäre der gemessene Anteil größer.

5.4.2 Ionisierung von H-Atomen

In der letzten Messung war die Kapillare abgeschmolzen, wodurch die Elektronen vom Bombardement über die Kapillaröffnung beschleunigt werden. Es besteht die Möglich-

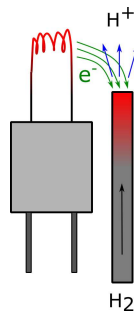


Abbildung 44: Die Atome oder Moleküle, die aus der Kapillare kommen, werden durch das Elektronenbombardement ionisiert

keit, dass auch bei der noch ganzen Kapillare, der Elektronenstrom bereits zum Teil über die Öffnung strömt. Dies ließe sich damit begründen, dass die elektrische Feldlinien an den Kanten am dichtesten sind, in diesem Fall wäre das die Öffnung der Kapillare. Damit haben wir eine Langmuir-Fackel im Vakuum und spalten damit die Wasserstoff-Moleküle auf. Aufgrund des Vakuums, werden die Wasserstoffatome auch ionisiert und kommen als Ionen in den QMS wie in Abbildung 44. Die Kathode im QMS ist mit einer Spannung von +50 V geladen und übt auf die Ionen eine Kraft gegen ihre Bewegungsrichtung aus, so ist es möglich, dass sie nicht zu Anode hin beschleunigt werden, sondern zurück zur Kapillare. Ihre thermische Energie beträgt dabei 0,13 eV und ist ein Bruchteil der Kathodenspannung. Erst wenn die Atome zwischen der Kathode und Anode ionisiert werden, können sie detektiert werden. Zudem muss man bedenken, dass die Kapillare auch positiv

geladen ist, in diesem Fall mindestens 500 V und bis zu 1000 V, dies sollte die Ionen so stark beschleunigen, dass sie nicht mehr von der Kathode abgebremst werden können. Die Kathode bräuchte eine Spannung die ähnlich groß wäre wie die Spannung an der Kapillare. Diese Ionen fliegen einfach durch den QMS-Kopf und können nicht detektiert werden.

6 Zusammenfassung

Zusammengefasst haben wir eine Beamline, die Jahre lang außer Betrieb war, wieder funktionsfähig gemacht. Die Beamline wurde zudem an die FLASH-EBIT angeschlossen, sodass theoretisch Ionen extrahieren werden können. Ziel dieser Arbeit war es die atomare Wasserstoffquelle zu bauen und testen. Für alle Teile in der Beamline, wofür Hochspannung nötig sind, wurden Netzteile angebracht und Hochspannungs-Kabeln verlegt. Alle Spannungen können mit einem PC gesteuert werden, bis auf das Netzteil von Filament und Kapillare. Demzufolge haben wir unsere Beamline voll funktionsfähig gemacht.

Die atomare Wasserstoffquelle wurde von dem Doktorand Stefan Dobrodey entwickelt und in der Werkstatt angefertigt worden. Wir bauten alles zusammen, aber modifizierten die Kapillarheizung um, indem wir sie mit Elektronenbombardement heizen. Dazu mussten wir nicht viel ändern, weil die Kapillare bereits eine elektrische isolierte Verbindung hatte und mit Hochspannung betrieben werden konnte. Für die Kathode brauchten wir nur noch ein kleines Filament, welches wir einer 250 W Halogenlampe entnahmen.

Das Heizen der Kapillare testen wir, bevor wir alles zusammenbauten und wir sahen, dass sie heiß wurde. Mit einem Pyrometer konnten wir Temperaturen bis zu 2000 °C messen, jedoch schmolz uns mehrmals die Kapillare, als wir uns an die Schmelztemperatur herantasteten. Damit wussten wir, dass sie heiß genug ist für die thermische Dissoziation von Wasserstoff. Um die Produktion von atomarem Wasserstoff zu messen, benutzten wir ein Quadrupolmassenspektrometer. In der ersten Messung konnten wir atomaren Wasserstoff sehen, aber es stellte sich heraus, dass es einen anderen Ursprung hatte. Unsere Vermutung war, dass der atomare Wasserstoff durch die Aufspaltung von Wasser- und Wasserstoff-Moleküle im QMS entstand. Dies konnten wir durch weitere Messungen nachweisen. Als Nächstes wurde uns klar, dass der QMS-Kopf eine Schutzplatte hat, sodass der Wasserstoffstrahl nur indirekt, durch Stöße mit der Wand, in den Massenspektrometer gelangen konnte. Der Kontakt mit Metalloberflächen lässt Wasserstoffatome schnell wieder zu Moleküle rekombinieren, daher änderten wir die Position vom QMS, um den Atomstrahl direkt in den Ionisationsbereich des QMS auszurichten. Doch wir maen nicht das gewünschte Ergebnis und stellten uns die Frage, ob es fundamentale Gründe gibt, weshalb wir kein H-Signal sehen können. Dazu haben wir zwei Hauptvermutungen. Die

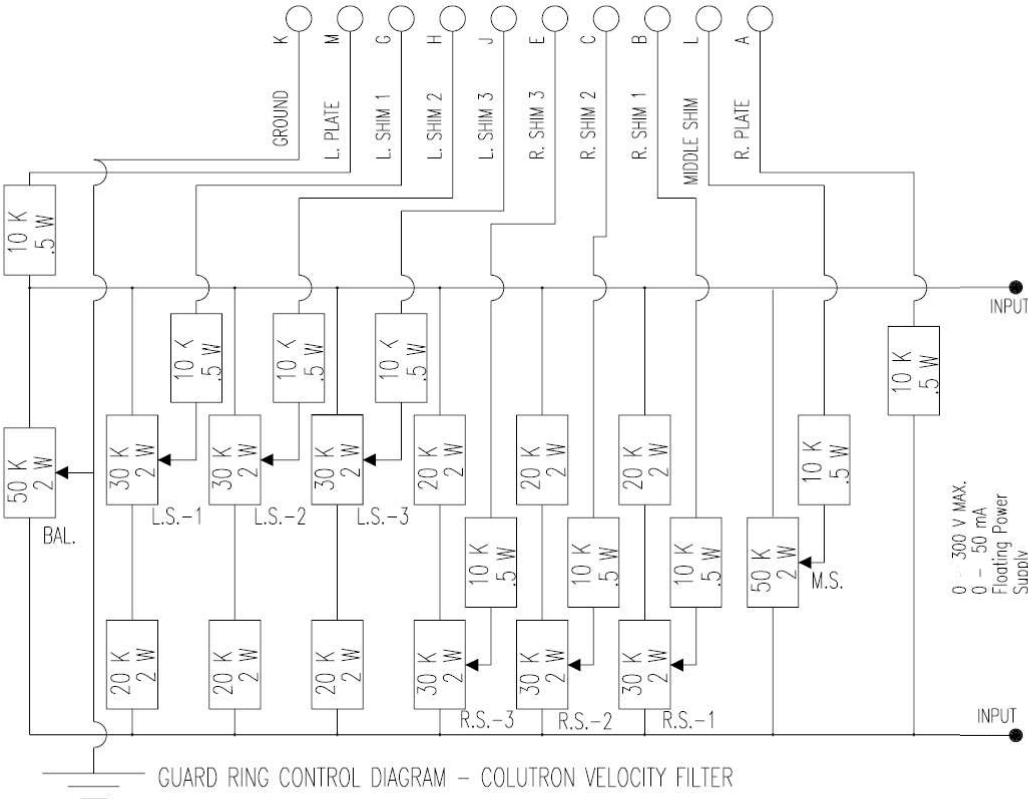
Erste ist, dass wir größtenteils nur Teilchen messen, die nicht mit der inneren Kapillarwand in Kontakt gekommen sind, also direkte Moleküle der Kapillare. Das konnten wir durch Berechnungen bestätigen, in diesem Winkelbereich wäre der atomare Anteil so gering, dass er unter der Messgenauigkeit liegt. Die zweite Vermutung war, dass das Elektronenbombardement nicht nur direkt auf die äußere Kapillarwand trifft, sondern auch über die Öffnung strömt. Dies würde zu einer Ionisation vom Wasserstoff führen, egal ob Moleküle oder Atome. Die ionisierten Atome könnten nicht mehr nachgewiesen werden, weil sie durch die hochgeladene Kapillare so stark beschleunigt werden, dass sie durch den QMS-Kopf durchfliegen. Am Ende kann es auch eine Kombination aus beiden Effekten sein.

Es stellt sich die Frage, wie man diese Probleme umgehen kann. Der erste Ansatz wäre, dass man die Kapillare nicht direkt mit dem QMS-Kopf ausrichtet, sondern auf den idealen Winkel. Auf diese Weise würde man mehr indirekte, thermisch dissoziierte Moleküle sehen. Zum anderen müsste man die Position des Filaments ändern und in die Mitte stellen, sodass ein größerer Teil der Kapillare heiß wird. Dazu müsste man vermutlich ein größeres Filament benutzen. Das tiefersitzende Filament hätte den weiteren Vorteil, dass der Elektronenstrom über der Kapillaröffnung geringer ist.

Sollte sich mit weiteren Messen Wasserstoff-Atome nachweisen lassen, dann kann man von der FLASH-EBIT Ionen extrahieren und mit den H-Atomen reagieren lassen. Mit einem Detektor könnte man anschließend das Spektrum messen von der Reaktion zwischen atomarem Wasserstoff und hochgeladene Ionen.

7 Anhang

Schaltplan des Controllers des Wien-Filters



Resistivity of tungsten as a function of temperature

Opracował na podstawie danych literaurowych [1] Eligiusz Pawłowski

Original data [1]			Errors of approximation					
R/R _{300K}	Temp	Resistivity	Approx polynom	approx error	Approx linear	approx error	Approx power	approx error
	[K]	μΩ·cm	[K]	[K]	[K]	[K]	[K]	[K]
0,885	273	5,00	295,7	22,7	381,3	108,3	268,1	-4,9
0,972	293	5,49	313,2	20,2	396,0	103,0	289,6	-3,4
1,000	300	5,65	318,9	18,9	400,9	100,9	296,6	-3,4
1,425	400	8,05	404,2	4,2	473,1	73,1	397,5	-2,5
1,869	500	10,56	492,7	-7,3	548,7	48,7	497,6	-2,4
2,342	600	13,23	586,1	-13,9	629,1	29,1	599,7	-0,3
2,850	700	16,10	685,7	-14,3	715,5	15,5	705,4	5,4
3,361	800	18,99	785,1	-14,9	802,5	2,5	808,7	8,7
3,883	900	21,94	885,7	-14,3	891,3	-8,7	911,3	11,3
4,407	1000	24,90	985,7	-14,3	980,4	-19,6	1011,9	11,9
4,973	1100	28,10	1092,8	-7,2	1076,8	-23,2	1118,4	18,4
5,657	1200	31,96	1220,6	20,6	1193,0	-7,0	1244,1	44,1
6,035	1300	34,10	1290,7	-9,3	1257,4	-42,6	1312,6	12,6
6,581	1400	37,18	1390,8	-9,2	1350,2	-49,8	1409,9	9,9
7,142	1500	40,35	1492,8	-7,2	1445,6	-54,4	1508,7	8,7
7,699	1600	43,50	1593,1	-6,9	1540,4	-59,6	1605,5	5,5
8,280	1700	46,78	1696,5	-3,5	1639,2	-60,8	1705,0	5,0
8,850	1800	50,00	1796,9	-3,1	1736,1	-63,9	1801,6	1,6
9,434	1900	53,30	1898,6	-1,4	1835,5	-64,5	1899,4	-0,6
10,030	2000	56,67	2001,3	1,3	1937,0	-63,0	1998,3	-1,7
10,619	2100	60,00	2101,6	1,6	2037,2	-62,8	2094,9	-5,1
11,221	2200	63,40	2202,9	2,9	2139,6	-60,4	2192,7	-7,3
11,832	2300	66,85	2304,4	4,4	2243,5	-56,5	2290,9	-9,1
12,457	2400	70,38	2406,9	6,9	2349,7	-50,3	2390,6	-9,4
13,067	2500	73,83	2505,9	5,9	2453,6	-46,4	2487,2	-12,8
13,696	2600	77,38	2606,4	6,4	2560,5	-39,5	2585,7	-14,3
14,336	2700	81,00	2707,5	7,5	2669,5	-30,5	2685,4	-14,6
14,989	2800	84,69	2809,2	9,2	2780,6	-19,4	2786,2	-13,8
15,628	2900	88,30	2907,4	7,4	2889,3	-10,7	2884,1	-15,9
16,283	3000	92,00	3006,5	6,5	3000,7	0,7	2983,8	-16,2
16,945	3100	95,74	3105,3	5,3	3113,3	13,3	3083,8	-16,2
17,619	3200	99,55	3204,4	4,4	3228,0	28,0	3185,0	-15,0
18,283	3300	103,30	3300,4	0,4	3340,9	40,9	3283,9	-16,1
18,973	3400	107,20	3398,7	-1,3	3458,3	58,3	3386,2	-13,8
19,664	3500	111,10	3495,5	-4,5	3575,7	75,7	3487,8	-12,2
20,354	3600	115,00	3590,6	-9,4	3693,2	93,2	3588,8	-11,2
20,726	3655	117,10	3641,2	-13,8	3756,4	101,4	3642,9	-12,1

Literatura

References

1. H. A. Jones, A Temperature Scale for Tungsten, Phys. Rev. 28, July 1926, p.202-207.
2. P. D. Desai, T. K. Chu, H. M. James and C. Y. Ho, Electrical Resistivity of Selected Elements, J. Phys. Chem. Ref. Data 13, 1069 (1984).
3. Resistivity of Tungsten, The Physics Factbook Edited by Glenn Elert, <http://hypertextbook.com/facts/2004/DeannaStewart.shtml>

Erklärung:

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst habe und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den 14. April 2022



.....

Literatur

- [1] S. D. M. White und M. J. Rees. „Core condensation in heavy halos: a two-stage theory for galaxy formation and clustering.“ In: *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society* 183 (1978), S. 341–358. DOI: 10.1093/mnras/183.3.341.
- [2] Adi Zolotov und Beth Willman et al. „The Dual Origin Of Stellar Halos.“ In: *Astrophysics Journal* 702 (2009), S. 1058–1067. DOI: 10.1088/0004-637X/702/2/1058.
- [3] Richard-Heinrich Giese. „Einführung in die Astronomie (1981)“. In: Wissenschaftliche Buchgesellschaft. Kap. 6.-7.1.
- [4] M. A. Leutenegger et al. „Characterization of an atomic hydrogen source for charge exchange experiments“. In: *Rev. Sci. Instrum.* 87 (2016). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4959919>.
- [5] U. Bischler und E. Bertel. „Simple source of atomic hydrogen for ultrahigh vacuum applications.“ In: *Journal of Vacuum Science & Technology* (1993). DOI: 10.1116/1.578754.
- [6] K. G. Tschersich und V. von Bonin. „Formation of an atomic hydrogen beam by a hot capillary“. In: *Journal of applied physics* 84.6 (1998). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.368619>.
- [7] C. F. Cheng. „Dissociation Energy of the Hydrogen Molecule at 10^{-9} Accuracy“. In: *PHYSICAL REVIEW LETTERS* 121, 013001 (2018).
- [8] Holleman und Arnold F. „Lehrbuch der anorganischen Chemie (1995)“. In: de Gruyter. Kap. 4, S. 59–60.
- [9] G. Bryce. „The Dissociation of hydrogen by tungsten“. In: *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society* 32 (1936), S. 648–652.
- [10] J. K. Roberts. „The mechanism of the production of atomic hydrogen by hot tungsten“. In: *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society* 32 (1936), S. 653–656. DOI: <https://doi.org/10.1017/S0305004100019393>.
- [11] B. B. Dayton. „Transitional 3rd National Vacuum Symposium“. In: *Vak.-Tech.* 7.7 (1958), S. 5.

- [12] K. G. Tscherich. „Intensity of a source of atomic hydrogen based on a hot capillary“. In: *Journal of applied physics* 87.5 (1999). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.372220>.
- [13] T. L. Cottrell. *The Strength of Chemical Bonds, 2nd edition*. (1958).
- [14] D. Brennan und P. C. Fletcher. „The atomization of hydrogen on tungsten“. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 250 (1959), S. 389–408. DOI: <https://doi.org/10.1098/rspa.1959.0071>.
- [15] Landolt-Börnstein. „Transportphänomene II, Kinetik, 6te Edition (1968)“. In: Kap. 26.
- [16] I. Barin. *Thermochemical Data of Pure Substances, third edition*. (1995).
- [17] W Steckelmacher. „Knudsen flow 75 years on: the current state of the art for flow of rarefied gases in tubes and systems“. In: *Reports on Progress in Physics* 49.10 (1986), S. 1083–1107. DOI: [10.1088/0034-4885/49/10/001](https://doi.org/10.1088/0034-4885/49/10/001).
- [18] Loeb Leonard B. „Kinetic Theory of Gases 2nd edition (1934)“. In: Kap. 78. Flow in Tubes for Rarefied Gases, Knudsen’s Equation, S. 290–300.
- [19] C. Beilmann. „Beobachtung resonanter Elektroneneinfangprozesse höherer Ordnung in hochgeladenem Krypton.“ In: *Diplomarbeit, Universität Heidelberg & Max-Planck-Institut für Kernphysik* (2008).
- [20] Martin C. Simon. „Photoionisation hochgeladener Ionen durch weiche Röntgenstrahlung in einer Elektronenstrahl-Ionenfalle“. In: *Dissertation, Universität Heidelberg & Max-Planck-Institut für Kernphysik* (2008).
- [21] S. W. Epp. „Röntgen-Laserspektroskopie hochgeladener Ionen in einer EBIT am Freie-Elektronen-Laser FLASH.“ In: *Dissertation, Universität Heidelberg & Max-Planck-Institut für Kernphysik* (2007).
- [22] Christian Beilmann. „Beobachtung resonanter Elektroneneinfangprozesse höherer Ordnung in hochgeladenem Krypton“. In: *Diplomarbeit, Universität Heidelberg & Max-Planck-Institut für Kernphysik* ().

- [23] René Friedrich Steinbrügge. „Weiterentwicklung eines Geschwindigkeitsfilters zur Beobachtung ladungsändernder Prozesse hochgeladener Ionen“. In: *Diplomarbeit, Universität Heidelberg & Max-Planck-Institut für Kernphysik* (2010).
- [24] Jan Rudolph. „Fluoreszenzspektroskopie an K-Schalen-Übergängen hochgeladener Eisenionen“. In: *Dissertation, Universität Heidelberg & Max-Planck-Institut für Kernphysik* (2013).
- [25] G- Sikler et al. „An einzel lens with a diagonal-slit central electrode to combine steering and focusing of a low energy ion beam“. In: (2010). DOI: <https://doi.org/10.48550/arXiv.1007.1592>.