

Charakterisierung des "Coating Test Experiments" zur Verbesserung der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit

Diplomarbeit von

Vera Schäfer

An der Fakultät für Physik Institut für experimentelle Kernphysik

Erstgutachter: Zweitgutachter: Betreuender Mitarbeiter:

Prof. Dr. Guido Drexlin Prof. Dr. Ulrich Husemann Sebastian Fischer

14. Mai2013

www.kit.edu

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit versichere ich, die vorliegende Arbeit selbständig angefertigt, alle dem Wortlaut oder Sinn nach entnommenen Inhalte anderer Werke an den entsprechenden Stellen unter Angabe der Quelle kenntlich gemacht und keine weiteren Hilfsmittel verwendet zu haben.

> Vera Schäfer Karlsruhe, den 14. Mai 2013

Inhaltsverzeichnis

In	nhaltsverzeichnis viii						
A	bbildungsverzeichnis xii						
Τŧ	Tabellenverzeichnis xiii						
1	Einleitung 1						
2	Überblick über das Coating Test Experiment und bisherige Messun- gen						
	2.1	Bescha an Tri	ädigung optischer Fenster im Rahmen der Laser-Raman-Spektroskopie tium	13			
		2.1.1	Messprinzip der Laser-Raman-Spektroskopie und Beschreibung des Laser-Raman-Aufbaus	14			
		2.1.2	Beschädigung der optischen Fenster der LARA-Zelle	19			
		2.1.3	Aufbau der Beschichtungen der optischen Fenster	20			
		2.1.4	Mögliche Ursachen für die Beschädigung der optischen Fenster	21			
	2.2	Überb	lick über das Coating Test Experiment	25			
		2.2.1	Überblick über die zu testenden optischen Fenster	25			
		2.2.2	Gezieltes Aussetzen der Proben in Tritiumgas	26			
		2.2.3	Überwachung der Proben mit Hilfe einer Differentialinterferenz- kontrastmessung und eines optischen Mikroskops	28			
		2.2.4	Messprinzip und Versuchsaufbau der Transmissions-/ Reflexions- messungen	29			
	2.3	2.3 Bisherige Messungen und aufgetretene Unstimmigkeiten					
	2.4	Notwe Langz	endigkeit von systematischen Untersuchungen zur Verbesserung der eitstabilität und der Reproduzierbarkeit	38			

3	Unt	Untersuchung und Verbesserung der Langzeitstabilität von COATEX							
	3.1	Beobachtung von Langzeitschwankungen bei Testmessungen mit Referenzproben							
		3.1.1	Überblie	ek über die Referenzproben und ihre Eigenschaften	42				
		3.1.2	Durchfü	hrung erster Langzeitmessungen mit den Referenzproben	42				
	3.2	Syster von C	natische OATEX	Untersuchungen zur Verbesserung der Langzeitstabilität	.tät 43				
		3.2.1	Untersu	chung der Polarisation des Laserstrahls	45				
			3.2.1.1	Einfluss einer inkonstanten Polarisation des Laserstrahls auf das Messergebnis	45				
			3.2.1.2	Einbau eines Polarisationsfilters zur Erzeugung einer konstanten Polarisation	46				
			3.2.1.3	Experimentelle Bestimmung der optimalen Winkelein- stellung für den Polarisationsfilters	48				
			3.2.1.4	Wiederholung der Langzeitmessung bei eingebautem Po- larisationsfilter	48				
		3.2.2	Überprüfung der Photodiodenspannungen auf elektrisches Rau- schen						
			3.2.2.1	Untersuchung des Photodiodenverstärkers auf elektri- sches Rauschen	51				
			3.2.2.2	Untersuchung der Spannungsversorgung der Laserdiode auf elektrisches Rauschen	55				
		3.2.3	Untersu	chung der Temperaturabhängigkeit des Verstärkers	56				
		3.2.4	Abschät	zung der Temperatursensitivität der Photodioden	56				
			3.2.4.1	Aufbau und Funktionsweise einer Photodiode	56				
			3.2.4.2	Abschätzung der Temperaturabhängigkeit des Photodi- odensignals	58				
	3.3	.3 Zusammenfassung der tatsächlichen Ursachen für die Langzeitschwan- kungen und der durchgeführten Modifikationen des Versuchsaufbaus .							
	3.4	4 Anschließende Langzeitmessung mit dem optimierten System							
	3.5	3.5 Bewertung der Ergebnisse und Fazit							
4	Reproduzierbarkeit des Strahlengangs bei Neupositionierung von d tischen Komponenten								
	4.1	Beobachtung von Problemen mit der Reproduzierbarkeit der Messergeb- nisse bei Kalibriermessungen							
		4.1.1	Prinzip	der Kalibrierung mit Referenzproben	68				
		4.1.2	Durchfü	hrung der Messungen	68				

		4.1.3	Messerge	ebnisse und Diskussion	68		
	4.2	System	natische U	Jntersuchungen zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit	69		
		4.2.1	Beobach rung vor	tung von mechanischen Instabilitäten bei Neupositionie- n optischen Komponenten	70		
			4.2.1.1	Das Messprinzip	71		
			4.2.1.2	Durchführung der Messungen	72		
			4.2.1.3	Messergebnisse und Diskussion	72		
		4.2.2	Modifika duzierba	ation des Versuchsaufbaus zur Verbesserung der Repro- arkeit des Strahlengangs	75		
			4.2.2.1	Überblick über die durchgeführten Modifikationen $\ .$.	75		
			4.2.2.2	Erste Modifikation und Messungen zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit	75		
			4.2.2.3	Zweiten Modifikation und Messungen zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit	79		
			4.2.2.4	Zusammenfassung der Ergebnisse	82		
	4.3	Wiede Stabili	rholung d sierung d	ler Kalibrierung mit Referenzproben nach mechanischer es Versuchsaufbaus	82		
		4.3.1	Durchfü	hrung der Messungen	83		
		4.3.2	Messerge	ebnisse und Diskussion	83		
	4.4	Bewer	tung der	Ergebnisse und Fazit	84		
5	Ent	wicklu	ng eines	neuen Designs für COATEX und erste Tests	87		
	 5.1 Anforderungen an das neue Design aufgrund der beobachteten Stabili- tätsprobleme 						
	5.2	Überb	lick über	die neue Versuchsanordnung	88		
	5.3	Einbau	ı der neu	en Versuchsanordnung in die Omegatron-Handschuhbox	92		
	5.4	Erste '	Testmessi	ungen mit der neuen Versuchsanordnung	95		
6	Zus	ammer	nfassung	und Ausblick	99		
\mathbf{A}	Transmissions- und Reflexionsspektren der reflektierenden Graufilter10						
в	Beobachtung von Schwankungen während erster Testmessungen mit Referenzproben 107						
С	Transmissions- und Reflexionsspektren der beiden verwendeten Strahl- teiler 11						
D	Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen bei einer Reflexionsmessung 115						

\mathbf{E}	Untersuchung der Konstantstromquelle auf elektrisches Rauschen	121
F	Experimentelle Bestimmung des Rauschens auf den Photodioden spannungen	- 123
G	Langzeitmessungen mit dem optimierten System	125
н	Ergebnisse einer Kalibriermessung nach erster Modifikation des TR Aufbaus	- 127

I Transmissions- und Reflexionsspektren des dichroitischen Spiegels 129

Abbildungsverzeichnis

1.1	Massenszenarien der Neutrinos	4
1.2	Einfluss der Neutrinomasse auf das Energiespektrum der Zerfallselektronen aus dem Tritium- β^- -Zerfall.	9
1.3	Der Aufbau des KATRIN-Experiments.	10
1.4	Das MAC-E-Filter Prinzip (Magnetic Adiabatic Collimation combined with an Electrostatic Filter).	12
2.1	Vereinfachte, quantenmechanische Darstellung der Streuung von Photo- nen an Molekülen.	14
2.2	Schematische Darstellung der Anregungsformen bei einem zweiatomigen Molekül.	15
2.3	Berechnete Spektrum einer Gasmischung aus allen sechs Wasserstoffiso- topologen.	16
2.4	Fotografie eines typischen Laser-Raman-Aufbaus am Tritiumlabor Karls- ruhe	17
2.5	Vereinfachte, schematische Darstellung des Inner-Loop-Systems des KATRI Experiments.	N- 18
2.6	Fotografie des LARA-Aufbaus und der LARA-Zelle, die sich innerhalb des Appendix einer Handschuhbox befindet.	19
2.7	Fotografie der Laser-Raman-Zelle und eines Fensters mit Beschädigung.	20
2.8	Schematische Darstellung des Aufbaus der optischen Beschichtungen	21
2.9	Schematische Darstellung eines Ventils mit Sitz aus Teflon	23
2.10	Schematische Darstellung des vereinfachten Tritiumkreislaufs des Inner- Loops (Loopino)	24
2.11	Verschiedene in COATEX zu untersuchende Proben	27
2.12	Fotografie des Gestänges und des Probenbehälters zur Lagerung der Proben.	28
2.13	Schematische Darstellung des experimentellen Versuchsaufbaus der Transmi /Reflexionsmessungen	ssions- 30
2.14	Fotografie der Laserdiode 2 (593,5 nm).	31

2.15	Fotografie des Versuchsaufbaus der Transmissions-/Reflexionsmessungen.	33
2.16	Fotografie des TR-Aufbaus (Blick von oben).	33
2.17	Fotografie der Omegatron-Handschuhbox.	34
2.18	Ergebnisse der Voruntersuchung bereits beschädigter eingeschweißter Fenster mit dem DIC-Mikroskop.	35
2.19	Erste DIC-Aufnahme der mittels Sol-Gel-Verfahren beschichteten Probe I5 nach Tritiumbeaufschlagung.	36
2.20	Erste DIC-Messung der mittels EBD-Verfahren beschichteten Probe I4 nach Tritiumbeaufschlagung.	37
2.21	Graphische Darstellung der Messergebnisse aus einer Transmissionsmes- sung mit Laserdiode 2 vor und nach Tritiumbeaufschlagung der Probe I4 (EBD)	38
3.1	Fotografie der verschiedenen reflektierenden Graufilter	42
3.2	Schwankungen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen während einer Langzeitmessung über einen Zeitraum von ca. vier Tagen	44
3.3	Funktionsweise eines Polarisationsfilters.	46
3.4	Schematische Darstellung des TR-Aufbaus mit eingebautem Polarisati- onsfilter.	47
3.5	Monitorphotodiodenspannung bei verschiedenen Winkeleinstellungen des Polarisationsfilters und verschiedenen Laserdioden.	49
3.6	Schwankungen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen während einer Langzeitmessung über einen Zeitraum von ca. fünf Tagen bei ein- gebautem Polarisationsfilter	50
3.7	Hochfrequentes Rauschen auf der Monitorphotodiodenspannung	51
3.8	Ausgangsspannung des Verstärkers bei verschiedenen Eingangsströmen zwischen 0,002 mA und 0,2 mA und unterschiedlichen Verstärkungseinstellungen.	53
3.9	Ausgangsspannung des Verstärkers bei einem Eingangsstrom von $0,002 \text{ mA}$ (Kanal IT) und der Verstärkereinstellung 2 bei einer Messzeit von 10 s.	54
3.10	Ausgangsspannung des Verstärkers bei einer Eingangsstromstärke von 0,003 mA (Kanal IR) und der Verstärkereinstellung 2 über eine Mess- dauer von ca. zwei Tagen	57
3.11	Schematische Darstellung des typischen Aufbaus einer Photodiode	58
3.12	Langzeitschwankungen während einer Messung über einen Zeitraum von ca. sieben Tagen unter Verwendung der Laserdiode 2 (593,5 nm) mit dem optimierten System.	62
3.13	Langzeitschwankungen während einer Messung über einen Zeitraum von ca. sieben Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) und mit dem optimierten System.	64

4.1	Normierten Ergebnisse einer Kalibriermessung unter Verwendung der Laserdiode 1, Durchführung einer Reflexionsmessung und Einstellung der Verstärkung 2 am Photodiodenverstärker	70
4.2	Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus.	71
4.3	Fotografie einer magnetischen Halterung.	72
4.4	Ergebnisse einer Reflexionsmessung nach Neupositionierung der opti- schen Komponenten.	73
4.5	Ergebnisse einer Reflexionsmessung nach einer Öffnung der Abdeckung des Gehäuses in dem der Versuchsaufbau sich befindet	74
4.6	Schematische Zeichnung der Probenhalterung mit einer bzw. zwei ma- gnetischen Halterungen und Fotografie der Probenhalterung mit zwei magnetischen Halterungen.	76
4.7	Ergebnisse einer Reflexionsmessung nach Neupositionierung der Probe auf der Verschiebeeinheit mit Hilfe von zwei magnetischen Halterungen.	77
4.8	Ergebnisse einer Reflexionsmessung bei einem justierten Laserstrahl nach Neupositionierung der optischen Komponenten.	78
4.9	Schematische Zeichnung und Fotografie des modifizierten TR-Aufbaus	80
4.10	Ergebnisse einer Reflexionsmessung unter Neupositionierung der Probe nach Modifikation des Versuchsaufbaus.	81
4.11	Normierte Ergebnisse der Kalibriermessungen über einen Zeitraum von drei Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1, Durchführung einer Re- flexionsmessung und Einstellung der Verstärkung 2 am Photodiodenver- stärker.	84
5.1	Schematische Darstellung der neuen Versuchsanordnung bei Verwendung der Laserdiode 1 bzw. bei Verwendung der Laserdiode 2	89
5.2	Schematische Darstellung der neuen Versuchsanordnung mit Laserdiode 3.	90
5.3	Fotografie der Grundplatte des neuen Versuchsaufbaus mit einem Teil der optischen Komponenten.	91
5.4	Fotografie der neuen, motorisierten Verschiebeeinheit.	92
5.5	Fotografie des neuen Versuchsaufbaus nach Einbau in die Omegatron- Handschuhbox	94
5.6	Überprüfung der mechanischen Stabilität der neuen Versuchsanordnung.	96
5.7	Erste Langzeitmessung mit der neuen Versuchsanordnung über einen Zeitraum von ca. acht Tagen	97
A.1	Transmissionsspektren der verschiedenen reflektierenden Graufilter (ND- Filter).	106
A.2	Reflexionsspektren der verschiedenen reflektierenden Graufilter	106

B.1	Temperaturverlauf innerhalb des Gehäuses, indem sich der Versuchsauf- bau befindet, während erster Reflexionsmessungen mit der Referenzpro- be ND1.0.	109
B.2	Verhältnis der Photodiodenspannungen während erster Reflexionsmes- sungen mit der Referenzprobe ND1.0.	110
C.1	Transmissions- und Reflexionsspektren des Strahlteilers CM1-BS013 der Firma THORLABS.	112
C.2	Transmissions- und Reflexionsspektren des Strahlteilers CM1-BS014 der Firma THORLABS.	113
D.1	Schematische Darstellung des TR-Aufbaus ohne Polarisationsfilter mit Benennung der jeweiligen Strahlintensitäten bei einer Reflexionsmessung.	116
D.2	Transmissionskurve und Kurve für Abschwächungsrate des Polarisati- onsfilters LPVISE100-A	118
E.1	Schaltbild des Testaufbaus zur Untersuchung der Konstantstromquelle auf elektrisches Rauschen.	122
E.2	Spannungsabfall an einem mit einer Konstantstromquelle in Reihe geschalteten 47 k Ω Widerstand für verschiedene eingestellte Stromstärken.	122
G.1	Langzeitschwankungen während einer Messung über einen Zeitraum von ca. sechs Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) mit dem optimierten System.	126
H.1	Normierungsergebnisse der Kalibriermessungen über einen Zeitraum von vier Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1, Durchführung einer Reflexionsmessung und Einstellung der Verstärkung 2 am Photodiodenverstärker.	128
I.1	Transmissions- und Reflexionsspektren des dichroitischen Spiegels für p- und s-polarisiertes Licht	130

Tabellenverzeichnis

Überblick über die zwölf Fermionen des Standardmodels der Elementar- teilchenphysik
Überblick über die verwendeten Laserdioden und die dazugehörigen ver- wendeten Spiegel bzw. Strahlteiler
Überblick über die Eigenschaften der verwendeten reflektierenden Grau- filter NDxxB
Eigenschaften der verwendeten Polarisationsfilter
Schwankungen während Langzeitmessungen mit dem optimierten System. 63
Schwankungen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen während Langzeitmessungen mit dem optimierten System
Transmissions- und Reflexionseigenschaften des Strahlteilers CM1-BS013 und des reflektierenden Graufilters ND1.0 bei senkrecht einfallendem La- serlicht mit einer Wellenlänge von 593,5 nm
Rauschen auf den Photodiodenspannungen bei einer Reflexions- bzw. einer Transmissionsmessung unter Verwendung der Laserdiode 1 und 2 vor Austausch des Netzteils und unter Verwendung der Laserdiode 2 nach Austausch des Netzteils

Kapitel 1

Einleitung

In der vorliegenden Arbeit werden systematische Untersuchungen zur Charakterisierung des **COA**ting **T**est **EX**periments (COATEX) durchgeführt, um eine Verbesserung der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit bei der Durchführung der COA-TEX Messungen zu erzielen. Mit Hilfe von COATEX werden verschiedene kommerziell erhältliche optische Beschichtungen auf ihre Beständigkeit gegen Tritium getestet. Diese Beschichtungen werden für die Fenster der Probenzelle der im Rahmen für das **KA**rlsruher **TRI**tium **N**eutrino Experiments (KATRIN) notwendigen **LA**ser-**RA**man-Spektroskopie (LARA) benötigt. Das Ziel des KATRIN-Experiments ist die direkte Bestimmung der Neutrinomasse mit einer Sensitivität von 0,2 eV/c² (C.L.) [KAT04].

In diesem Kapitel wird ein kurzer Überblick über Neutrinos, deren Eigenschaften und mögliche Methoden für deren Massenbestimmung gegeben. Zusätzlich folgt eine kurze Beschreibung des Aufbaus und des Prinzips des KATRIN-Experiments. Im Anschluss daran wird die Notwendigkeit von COATEX für das KATRIN-Experiment diskutiert sowie ein kurzer Überblick über die vorliegende Arbeit gegeben.

Neutrinos und ihre Eigenschaften

Die Postulation des Neutrinos erfolgte im Jahre 1930 durch W.Pauli [Pau30]. Hintergrund für dieses Postulat war, dass das beobachtete kontinuierliche Energiespektrum des β -Zerfalls unter Annahme eines Zweikörperzerfalls nicht mit dem Energieerhaltungsbzw. dem Drehimpulserhaltungssatz zu vereinbaren war. Nur unter der Bedingung, dass zusätzlich zu dem Elektron ein weiteres neutrales Elementarteilchen, welches den Spin 1/2 trägt, aus dem Kern emittiert wird, erfolgt keine Verletzung des Energieerhaltunsbzw. des Drehimpulserhaltungssatzes. Somit handelt es sich entgegen der Annahme eines Zweikörperproblems tatsächlich um ein Dreikörperproblem:

$$n \rightarrow p + e^- + \overline{\nu_e}.$$
 (1.1)

Dieses von Pauli zunächst als Neutron bezeichnete Elementarteilchen trägt ebenfalls einen Teil der bei diesem Zerfall frei werdenden Energie. Erst nach Entdeckung der heutigen als Neutron bezeichneten neutralen Nukleonen [Cha32] erfolgte 1934 durch E. Fermi die Umbenennung dieses Teilchens in Neutrino [Fer34].

Aufgrund der Tatsache, dass Neutrinos nur der schwachen Wechselwirkung unterliegen (siehe hierzu auch Tabelle 1.1), haben diese einen sehr kleinen Wirkungsquerschnitt von ca. $1,1 \cdot 10^{-44}$ cm² [Rei59]. Daher ist der Nachweis von Neutrinos sehr schwierig. Der experimentelle Nachweis des ersten Neutrinos (Elektron-Antineutrino) konnte somit erst im Jahre 1956 durch F. Reines and C.L. Cowan, also 26 Jahre nach der Postulation des Neutrinos durch Pauli, anhand des inversen β -Zerfalls erbracht werden [Rei65]:

$$\overline{\nu_{e}} + p \rightarrow e^{+} + n.$$
 (1.2)

Hierbei wechselwirken die aus einem Kernreaktor stammenden Elektron-Antineutrinos in einem Wassertarget, welchem Cadmium beigemischt wurde, mit Protonen. Unter der Emission eines Positrons erfolgt die Umwandlung des Protons in ein Neutron. Durch die Annihilation des Positrons mit einem im Wassertarget befindlichen Elektron entstehen zwei Photonen, die detektiert werden können. Das Neutron bewegt sich einige Mikrosekunden durch das Wassertarget, bis es von dem in das Wasser beigemischte Cadmium absorbiert wird. Der durch die Adsorption angeregte Cadmium-Kern zerfällt in zwei Photonen, die wiederum detektiert werden können [Ams07].

Das Myon-Neutrino und somit die Existenz einer zweiten Neutrinogeneration konnte im Jahr 1962 von Leon Lederman, Melvin Schwartz and Jack Steinberger durch das AGS-Experiment (Alternate Gradient Synchrotron) in Brookhaven nachgewiesen werden [Dan62]. Die dritte Neutrinogeneration, das Tau-Neutrino, wurde im Jahr 2000 mit dem DONUT-Experiment (Direct Observation of NU Tau) am Fermilab in Chicago nachgewiesen [Kod01].

Neutrinos sind Teil des Standardmodells der Elementarteilchenphysik [Kla97], welches die vereinheitlichte Theorie der elektroschwachen Wechselwirkung mit der Quantenchromodynamik verbindet [Pov06]. Die zwölf fundamentalen Fermionen des Standardmodells, ihre Eigenschaften und die dazugehörigen möglichen Wechselwirkungen sind in Tabelle 1.1 zusammengefasst.

Neutrinooszillationen als Nachweis für eine von Null verschiedene Neutrinomasse

Im Standardmodell der Elementarteilchenphysik werden Neutrinos als masselos angenommen [Per09]. Als im Jahr 1957 Pontecorvo die Existenz von Neutrinooszillationen in Betracht zog [Pon57], wurde damit auch die Möglichkeit einer von Null verschiedenen Neutrinomasse diskutiert. Als Neutrinooszillationen werden periodische Übergänge zwischen den Flavours der Neutrinos (Neutrinoflavours ν_{α} mit $\alpha = e, \mu, \tau$) bezeichnet [Sch97]. Voraussetzung für das Auftreten von Neutrinooszillationen ist jedoch eine von Null verschiedene Neutrinomasse, da im Allgemeinen die Flavoureigenzustände $|\nu_{\alpha}\rangle$ der schwachen Wechselwirkung nicht identisch mit den Masseneigenzustände aus einer linearen Superposition der Masseneigenzustände

$$|\nu_{\alpha}\rangle = \sum_{i=1}^{3} U_{\alpha i} |\nu_{i}\rangle \tag{1.3}$$

[Ams07]. Bei der Mischungsmatrix $U_{\alpha i}$ handelt es sich um eine unitäre 3x3 Matrix. Die Wahrscheinlichkeit, ein Neutrino ν_{α} der Energie E mit dem Flavourzustand α nach

Tabelle 1.1: Überblick über die zwölf Fermionen des Standardmodels der Elementarteilchenphysik. Die zwölf Fermionen werden in Leptonen und Quarks sowie in aufsteigender Masse in drei verschiedene Familien unterteilt. Hierbei werden die unterschiedlichen Arten der Quarks sowie der Leptonen als Flavours (engl. flavour = Geschmack) bezeichnet. Die Vermittlung der elementaren Wechselwirkungen erfolgt über den Austausch von Vektorbosonen (Spin 1). Die Austauschteilchen der schwachen Wechselwirkung (sw) sind die W[±]-Bosonen und das Z⁰-Boson, welchen eine Masse von 80,4 GeV/c² bzw. 91,2 GeV/c² zugeschrieben wird [PDG12]. Bei den Austauschteilchen der elektromagnetischen Wechselwirkung (st) um die acht verschiedenen Gluonen. Weder den Photonen noch den Gluonen wird eine Masse zugeschrieben. Tabelle nach [Pov06].

Fermionen	Familie		elektr.	Spin	schwacher Isospin		Wechsel-	
	1	2	3	Ladung		linkshdg.	rechtshdg.	wirkungen
Loptopop	$ u_{\mathrm{e}}$	$ u_{\mu}$	$ u_{ au}$	0	1/2	1/2	_	sw
Leptonen	e	μ	au	- e	1/2	1/2	0	sw, em
Quarka	u	с	t	+2/3 e	1/2	1/2	0	sw, em, st
QUALKS	d	\mathbf{s}	b	-1/3 e	1/2	1/2	0	sw, em, st

einer Wegstrecke L im Flavourzustand β zu finden, ist gegeben durch

$$P(\nu_{\alpha} \to \nu_{\beta}, L) = |\langle \nu_{\beta} | | \nu_{\alpha}(L) \rangle|^{2}$$
(1.4)

$$= \left| \sum_{i=1}^{3} U_{\beta i}^{*} U_{\alpha i} e^{-i \frac{m_{i}^{2} L}{2E}} \right|^{-1}$$
(1.5)

$$=\sum_{i,j=1}^{3} U_{\alpha i} U_{\alpha j}^{*} U_{\beta i}^{*} U_{\beta j} e^{-i \frac{(m_{i}^{2} - m_{j}^{2})L}{2E}}$$
(1.6)

[Ams07, Sch97]. Durch Umschreiben des Betragsquadrats in eine Doppelsumme wird ersichtlich, dass die Wahrscheinlichkeit einer Änderung des Flavourzustands α in den Flavourzustand β nach Zurücklegen der Strecke L bei konstanter Neutrinoenergie von der Differenz der Massenquadrate ($\Delta m_{ij}^2 = m_i^2 - m_j^2$) abhängig ist. Somit können Neutrinooszillationen nur im Falle einer nichtverschwindenden Neutrinomasse auftreten, da sonst alle $\Delta m_{ij}^2 = 0$ wären.

Der experimentelle Nachweis von Neutrinooszillationen atmosphärischer Neutrinos konnte erstmals im Jahr 1998 anhand des Super-Kamiokande-Experiments (KAMIOKA Nucleon Decay Experiment) erbracht werden [Fuk98]. Mit Hilfe des SNO-Experiments (Sudbury Neutrino Observatory) [SNO02] gelang der experimentelle Nachweis dafür, dass das von R.Davis im Homstake-Experiment beobachtete Defizit im Neutrinofluss der aus Fusionsreaktionen stammenden Sonnenneutrinos [Dav68] ebenfalls auf Neutrinooszillationen zurückzuführen ist.

Aktuelle Werte für die Differenz der Massenquadrate sind nach [PDG12]:

$$\Delta m_{\rm solar}^2 = \Delta m_{21}^2 = (7.5 \pm 0.2) \cdot 10^{-5} {\rm eV}^2 / {\rm c}^4$$
(1.7)

$$\Delta m_{\rm atm}^2 = \Delta m_{32}^2 = (2.32^{+0.12}_{-0.08}) \cdot 10^{-3} \, {\rm eV}^2 / {\rm c}^4 \tag{1.8}$$



Abbildung 1.1: Massenszenarien der Neutrinos. Die Werte der Neutrinomasseneigenzustände $m_i = m_1, m_2, m_3$ sind als Funktion des leichtesten Masseneigenzustands m_1 gegeben. Im Falle eines hierarchischen Massenszenarios ($m_1 \ll m_2 \ll m_3$) ist m_1 klein im Vergleich zur Differenz der Massenquadrate $\Delta m_{ij}^2 = m_i^2 - m_j^2$. Ist im Gegensatz dazu m_1 groß im Vergleich zur Differenz der Massenquadrate entsteht ein quasi-degeneriertes Massenszenario ($m_1 \approx m_2 \approx m_3$). Die Abbildung ist aus [KAT04].

Durch den experimentellen Nachweis von Neutrinooszillatioen war somit bewiesen, dass Neutrinos nicht masselos sein können. Anhand von Neutrinooszillationen ist jedoch lediglich die Bestimmung der Differenz der Massenquadrate möglich. Es kann jedoch noch keine Aussage über die Massenskalen getroffen. Wie in Abbildung 1.1 dargestellt werden zwei unterschiedliche Massenszenarien angenommen ([KAT04]):

- Hierachisches Massenszenario: $m_1 \ll m_2 \ll m_3$
- Quasi-degeneriertes Massenszenario: $m_1 \approx m_2 \approx m_3$

Mögliche Methoden zur Bestimmung der Neutrinomasse

Die Bestimmung der absoluten Neutrinomasse kann über eine indirekte oder eine direkte Messung erfolgen. Zu den indirekten Methoden zählen die Bestimmung der Neutrinomasse über eine kosmologische Abschätzung oder den neutrinolosen Doppel- β -Zerfall. Im Gegensatz dazu zählt zu den direkten Methoden die Bestimmung der Neutrinomasse über Flugzeitstudien oder über eine Untersuchung der Kinematik schwacher Zerfälle. Eine genauere Beschreibung dieser vier Methoden wird im Folgenden gegeben:

Indirekte Methoden

• Bestimmung der Neutrinomasse über kosmologische Beobachtungen. Neutrinos spielen eine große Rolle in der Entwicklung des Universums. Es wird geschätzt, dass vom Urknall ca. 10^{12} mehr Neutrinos als Baryonen übrig sind [KAT04]. Bei einer Dichte von $336/\text{cm}^3$ sind Neutrinos somit die zweithäufigsten Teilchen [KAT04]. Aufgrund dieser hohen Neutrinoanzahl haben sie abhängig von ihrer Masse als heiße dunkle Materie, also leichte Teilchen mit einer relativistischen Geschwindigkeit bei der Entkopplung von der Materie, zur Strukturbildung des Universums beigetragen. Durch Beobachtungen der Entwicklung des Universums können somit Rückschlüsse auf die gesamte Masse aller Neutrinos geschlossen werden. Ebenso führt umgekehrt eine Bestimmung der gesamten Masse aller Neutrinos zu einem besseren Verständnis der Entwicklung des Universums.

Die Bestimmung der Summe der Neutrinomassen über eine kosmologische Abschätzung ist stark modellabhängig. Sie kann z.B. durch Studien über die Fluktuationen der kosmischen Mikrowellenhintergrundstrahlung oder durch eine Messung der Rotverschiebung von Galaxien erfolgen [KAT04]. Bei der kosmischen Hintergrundstrahlung handelt es sich um Strahlung im Mikrowellenbereich, welche ca. 380 000 Jahre nach dem Urknall durch Entkopplung der Strahlung von der Materie entstanden ist. Hintergrund hierfür ist, dass aufgrund der Ausdehnung des Universums und dem damit verbunden Absinken der Temperatur, eine Rekombination von Nukleonen und Elektronen zu hauptsächlich Wasserstoff stattfinden konnte [Kla97]. Aufgrund des Defizits von freien Elektronen konnte keine Thomson-Streuung (elastische Streuung von Photonen an freien Elektronen) mehr stattfinden, wodurch die mittlere freie Weglänge der Photonen vergrößert wurde [Kla97].

Eine detaillierte Vermessung der kosmischen Hintergrundstrahlung erfolgte durch den WMAP-Satellit (Wilkinson Microwave Anisotropy Probe) [WMA10]. Die kosmische Hintergrundstrahlung kann als eine Schwarzkörperstrahlung mit einer Temperatur von 2,73 K und kleinen Temperaturfluktuationen von der Größenordnung 10^{-5} angesehen werden [Per09]. Diese Temperaturfluktuationen spiegeln die Dichtefluktuationen im frühen Universum wieder. Kosmologische Modelle erlauben damit einen Rückschluss auf die Summe der Neutrinomassen. Aus den mit dem WAMP-Satellit aufgenommen Daten konnte eine Obergrenze der Summe der Neutrinomassen von

$$\sum m_{\nu} < 1.3 \text{ eV/c}^2 \quad (95\% \text{ C. L.})$$
 (1.9)

bestimmt werden [Kom11].

Mit Hilfe aktueller Werte aus der Vermessung der kosmischen Hintergrundstrahlung durch den Planck-Satelliten (European Space Agency's Planck satellite) konnte die Obergrenze der Summe der Neutrinomassen auf

$$\sum m_{\nu} < 0.66 - 0.85 \text{ eV/c}^2 \quad (95\% \text{ C. L.})$$
(1.10)

[Pla13] eingeschränkt werden.

Bestimmung der Neutrinomasse über den neutrinolosen Doppel-β-Zerfall. Bei dem neutrinobehafteten Doppel-β-Zerfall (2νββ) findet im Falle eines Doppel-β⁻-Zerfalls innerhalb eines Kerns ein gleichzeitiger Zerfall von zwei Neutronen in zwei Protonen statt, wobei zwei Elektronen und zwei Elektron-Antineutrinos emittiert werden

$$(A,Z) \to (A,Z-2) + 2e^{-} + 2\overline{\nu}_e.$$
 (1.11)

[Pov06]. Hierbei ist A die Massenzahl und Z die Kernladungszahl. Die Leptonenzahl ist bei diesem Zerfall erhalten. Bei dem Gesamtenergiespektrum der beiden Elektronen handelt es sich um ein kontinuierliches Spektrum [Pov06]. Ursache hierfür ist, dass die beiden Elektronen einen unterschiedlichen Anteil der beim Zerfall frei werdenden Energie wegtragen können. Im Gegensatz dazu ist die Reaktionsgleichung des neutrinolosen Doppel- β -Zerfall ($0\nu\beta\beta$ -Zerfalls) im Falle eines Doppel- β -Zerfalls gegeben durch ([Ott08])

$$(A,Z) \to (A,Z-2) + 2e^{-}.$$
 (1.12)

Hierbei zerfällt innerhalb eines Atomkerns ein Neutron unter Aussendung eines Elektrons und eines rechtshändigen Elektron-Antineutrinos (positive Helizität) in ein Proton

$$\mathbf{n} \to \mathbf{p} + \mathbf{e}^- + \overline{\nu}_{\mathbf{e}}.\tag{1.13}$$

Das rechtshändige Elektron-Antineutrino verlässt jedoch nicht den Kern, sondern wird als linkshändiges Elektron-Neutrino (negative Helizität) von einem anderen Neutron absorbiert. Dieses Neutron zerfällt schließlich unter Emission eines Elektrons in ein Proton

$$\nu_{\rm e} + n \to p + e^-. \tag{1.14}$$

Da bei dem ersten β -Zerfall ein Elektron-Antineutrino emittiert wird und beim zweiten Zerfall ein Elektron-Neutrino absorbiert wird ist das Auftreten des $0\nu\beta\beta$ -Zerfalls nur unter der Bedingung möglich, dass das Neutrino ein Mayoranateilchen ist. Dies bedeutet, dass das Neutrino sein eigenes Antiteilchen sein muss ($\nu_e = \overline{\nu}_e$) [Ams07]. Damit das Neutrino bei dem zweiten Zerfall als linkshändiges Teilchen absorbiert werden kann, besteht eine weitere Bedingung darin, dass eine Helizitätsanpassung infolge eines Spinflips stattgefunden haben muss (die Helizität projiziert den Spin auf die Impulsrichtung). Voraussetzung für diesen Spinflip ist jedoch eine nicht verschwindende Neutrinomasse [Ams07]. Beim $0\nu\beta\beta$ -Zerfall handelt es sich im Vergleich zum $2\nu\beta\beta$ -Zerfall um ein monoenergetisches Gesamtenergiespektrum der beiden Zerfallselektronen [Pov06].

Der neutrinoloser Doppel- β -Zerfall ($0\nu\beta\beta$) ist ein im Standardmodell verbotener Zerfall, da dieser Zerfall zu einer Verletzung der Leptonenzahl um zwei Einheiten ($\Delta L = 2$) führt [Kla97]. Eine Beobachtung eines solchen Zerfalls deutet somit auf eine Physik jenseits des Standardmodells hin [Ott08].

Die Zerfallsrate $\Gamma_{0\nu\beta\beta}$ des $0\nu\beta\beta$ -Zerfalls ist von der sogenannten effektiven Majorana-Neutrinomasse m_{ee} abhängig

$$\Gamma_{0\nu\beta\beta} = \mathcal{G}^{0\nu\beta\beta} \left| \mathcal{M} \right| m_{ee}^2 \tag{1.15}$$

[Kla
97]. Hierbei ist ${\rm G}^{0\nu\beta\beta}$ ein Phasenraumfaktor und M
 das Kernmatrixelement. Die effektive Majorano-Neutrinomasse ist als kohärente Summe der Masseneigenzustände m
į gegeben

$$m_{ee}^{2} = \left| \sum_{j=1}^{3} U_{ej}^{2} m_{i} \right|^{2}$$
(1.16)

[Ott08]. Bei den U_{ei} handelt es sich um komplexe Elemente der Neutrinomischungsmatrix, welche die Majoranaphase enthalten. Damit kann bei Beobachtung eines neutrinolosen Doppel- β -Zerfalls über die Zerfallsrate auf die effektive Majorana-Neutrinomasse geschlossen werden.

Aktuelle Resultate stammen aus dem EXO-200-Experiments, bei welchem der Zerfall von ¹³⁶Xe untersucht wurde. Durch EXO-200 konnte eine Obergrenze der effektiven Mayorana-Neutrinomasse von $m_{ee} < 0,14$ - $0,38 \text{ eV/c}^2 (90\% \text{ C.L})$ ermittelt werden [EXO12].

Zu erwähnen ist noch, dass die Bestimmung der Neutrinomasse über den $0\nu\beta\beta$ -Zerfall ebenfalls modellabhängig ist.

Direkte Methoden

• Bestimmung der Neutrinomasse über Flugzeitstudien. Eine große Neutrinoquelle erschließt sich aus einer Supernovaxplosion vom Typ II am Ende der Lebenszeit massereicher Sterne, welche einen Eisen-Kern aufweisen [Sch97]. Während des Kollaps erfolgt durch eine Umwandlung von Protonen in Neutronen infolge eines Elektroneneinfangs eine Freisetzung von Elektron-Neutrinos.

$$e^- + p \to n + \nu_e \tag{1.17}$$

[Sch97]. Dieser Prozess wird auch als Deleptonisierung bezeichnet und dauert nur wenige Millisekunden [Kla97]. Die Freisetzung eines weitaus größeren Anteils an Neutrinos aller Flavour erfolgt jedoch bei der Abkühlung des bei der Deleptonisierungsphase entstanden Neutronensterns infolge der Neutrinopaarerzeugung. Das für diesen Prozess benötigte Elektron-Positron-Paar wird z.B. durch energiereiche Photonen erzeugt

$$\gamma \to e^+ + e^- \to \nu_{\alpha} + \overline{\nu}_{\alpha} \qquad (\alpha = e, \mu, \tau)$$
 (1.18)

[Kla97]. Dieser Prozess überdauert mehrere Sekunden. Bei einer Supernovaexplosion vom Typ II wird ca. 99% der frei werdenden Energie von den Neutrinos weggetragen [Kla97].

Die Bestimmung der Neutrinomasse erfolgt über Flugzeitstudien. Die Flugzeit T eines Neutrinos zur Erde, welches zur Zeit t_{SN} von der Supernova emittiert wurde und zur Zeit t_E auf der Erde detektiert wurde, ist gegeben durch

$$T = t_E - t_{SN} = \left(\frac{L}{c}\right) \left[1 + \left(\frac{m_{\nu}^2 c^4}{2E_{\nu}^2}\right)\right]$$
(1.19)

[Per09]. Hierbei wurde angenommen, dass $m_{\nu}^2 c^4 \ll E_{\nu}^2$. Somit ist die Flugzeit des Neutrinos von der zurückgelegten Strecke L, der Energie E_{ν} und der Neutrinomasse m_{ν} abhängig, wobei c die Lichtgeschwindigkeit ist. Werden zwei verschiedene Neutrinos mit unterschiedlichen Energien $E_{\nu 1} > E_{\nu 2}$ betrachtet, ergibt sich bei massebehafteten Neutrinos aufgrund der verschieden großen Energien ein Laufzeitunterschied von

$$\Delta t_{\rm E} = \Delta t_{\rm SN} + \left(\frac{{\rm Lm}_{\nu}^2 c^4}{2c}\right) \left[\frac{1}{{\rm E}_{\nu 1}^2} - \frac{1}{{\rm E}_{\nu 2}^2}\right]$$
(1.20)

[Per09], wobei $\Delta t_E = \Delta t_{E1} - \Delta t_{E2}$ die Differenz der Ankunftzeiten der beiden Neutrinos auf der Erde ist und $\Delta t_{SN} = \Delta t_{SN1} - \Delta t_{SN2}$ die Differenz der Entstehungszeiten der beiden Neutrinos. Um schließlich die Neutrinomasse m_{\nu} bestimmen zu können, ist eine Messung von Δt_E und der beiden Neutrinoenergien nötig. Des Weiteren muss L eine bekannte Größe sein. Δt_{SN} ist jedoch ein unbekannter Parameter. Somit ist es für die Bestimmung der Neutrinomasse nötig, eine Abschätzung von Δt_{SN} vorzunehmen. Daher ist diese Methode ebenfalls modellabhängig [Sch97].

Bei der Supernova SN1987A im Jahre 1987 wurden etwa 10^{58} Neutrinos emittiert [Per09]. Anhand von Flugzeitstudien konnte hier eine obere Grenze der Neutrinomasse von 5,7 eV/c² (95% C.L.) ermittelt werden [Lor02].

• Bestimmung der Neutrinomasse über die Kinematik schwacher Zerfälle. Eine Methode zur direkten Bestimmung der Neutrinomasse besteht in der Analyse geladener Zerfallsprodukte aus schwachen Zerfällen [KAT04]. Somit kann die Neutrinomasse m_{ν} modellunabhängig z.B. über die Kinematik des β -Zerfalls bestimmt werden [Pov06]. Wie bereits erwähnt, wird bei diesem Zerfall ein Neutron unter Aussendung eines Elektrons und eines Elektron-Antineutrinos in ein Proton umgewandelt. Der allgemeine Kern- β^- -Zerfall ist gegeben durch

$${}^{A}_{Z}X \rightarrow {}^{A}_{Z+1}Y + e^{-} + \overline{\nu}_{e}$$

$$(1.21)$$

[Dem10]. Die bei diesem Zerfall frei werdende Energie verteilt sich auf drei Teilchen: Tochterkern, Elektron und Elektron-Antineutrino. Zur Erzeugung eines massiven Neutrinos wird Energie benötigt, welche der Größe der Ruhemasse des Neutrinos entspricht. Diese Energie, die zur Erzeugung eines massiven Neutrinos benötigt wird, steht somit den Zerfallsprodukten als kinetische Energie nicht mehr zur Verfügung. Dadurch wird das Energiespektrum der Elektronen von der Neutrinomasse beeinflusst [Kla97]. Das Energiespektrum der Elektronen bei nicht verschwindender Neutrinomasse, kann über Fermies Goldene Regel [Pov06] berechnet werden zu

$$\frac{dN}{dE} = C \cdot F(Z,E) \cdot p_e \cdot (E + m_e c^2) (E_0 - E) \sqrt{(E_0 - E)^2 - m_\nu^2 c^4} \cdot \Theta(E_0 - E - m_\nu c^2)$$
(1.22)

[KAT04]. Hierbei entspricht E der kinetischen Elektronenenergie, m_e der Elektronenmasse, p_e dem Impuls des Elektrons, E_0 der Endpunktsenergie (also der maximalen kinetischen Energie des Elektrons bei verschwindender Neutrinomasse) und als m_{ν} wird die Neutrinomasse bezeichnet. Des Weiteren bezeichnet F(Z,E) die Fermifunktion [Pov06]. Durch die Stufenfunktion Θ wird die Energieerhaltung gewährleistet. Die Konstante C ist gegeben durch

$$C = \frac{G_{\rm F}^2}{2\pi^3} \cos^2 \theta_{\rm C} \, |M|^2$$
 (1.23)

[KAT04], wobei G_F die Fermi-Konstante, θ_C der Cabibbo-Winkel und M das Kernmatrixelement ist [Pov06]. Der Einfluss der Neutrinomasse macht sich jedoch nur am Endpunkt des Energiespektrums der Zerfallselektronen bemerkbar. Somit kann durch eine genaue Vermessung der Form des Spektrums im Bereich des Endpunkts und durch einen Vergleich mit einem theoretisch berechneten Energiespektrum bei verschwindender Neutrinomasse (m_{ν} = 0) auf die Masse des Neutrinos geschlossen werden. In Abbildung 1.2 ist der Einfluss der Neutrinomasse auf

13.7



Abbildung 1.2: Einfluss der Elektron-Antineutrinomasse auf das Energiespektrum der Zerfallselektronen aus dem Tritium- β^- -Zerfall. In Abbildung a ist das gesamte Energiespektrum der Elektronen aus dem Tritium- β -Zerfall gezeigt. In Abbildung b ist der Bereich um den Endpunkt vergrößert dargestellt. Hier ist das Energiespektrum der Elektronen sowohl für den Fall einer verschwindenden Neutrinomasse (m_{\nu} = 0) als auch für den Fall eines massiven Neutrinos (m_{\nu} = 1 eV/c²) gezeigt. Es ist deutlich zu erkennen, dass das Energiespektrum der Elektronen am Endpunkt von der Masse des Elektron-Antineutrinos beeinflusst wird. Darstellung aus [KAT04, Stu10a].

das Energiespektrum der Zerfallselektronen aus dem Tritium- β^- -Zerfall gezeigt, da für eine Bestimmung der Neutrinomasse aus der Kinematik schwacher Zerfälle besonders der Tritium- β^- -Zerfall

$${}^{3}\mathrm{H} \rightarrow {}^{3}\mathrm{He}^{+} + \mathrm{e}^{-} + \overline{\nu}_{\mathrm{e}} \tag{1.24}$$

geeignet ist [Pov06]. Der realtive Anteil der β -Zerfälle ist proportional zu einem Faktor $(1/E_0)^3$ [KAT04]. Um eine möglichst große Anzahl an Zerfällen zu erhalten ist somit ein β -Emitter mit einer geringen Endpunktsenergie E_0 von Vorteil. Daher ist Tritium als β -Emitter besonders geeignet, da dieses mit $E_0 = 18,6$ keV die zweitniedrigste Endpunktsenergie besitzt. Des Weiteren weist Tritium eine relativ kurze Halbwertszeit von 12,3 Jahren auf [KAT04], wodurch eine hohe spezifische Quellaktivität gewährleistet wird. Die Elektronenkonfiguration des Tritiumatoms sowie die des Tochterkerns ist sehr einfach. Dies vereinfacht die Berechnungen von Korrekturen wie z.B Wechselwirkungen der Zerfallselektronen mit der Tritium-quelle [KAT04]. Da es sich bei dem Tritium- β^- -Zerfall um einen übererlaubten Zerfall handelt, sind keine Korrekturen des Kernmatrixelemnts zu berücksichtigen [KAT04].

Anhand von Experimenten wie Mainz und Troitsk konnten durch Untersuchung des β -Elektronen Spektrums folgende Obergrenzen für die Neutrinomasse ermittelt werden

$$m_{\nu e} < 2.3 \text{ eV/c}^2 (95\% \ C. \ L.)$$
 Mainz (1.25)

$$m_{\nu e} < 2.05 \text{ eV/c}^2 (95\% C. L.)$$
 Troitsk (1.26)

[PDG12].

Das **KA**rlsruhe **TRI**tium Neutrino Experiment (KATRIN) [KAT04], welches sich noch im Aufbau befindet, ist ein Experiment der nächsten Generation zur Bestimmung der Neutrinomasse über die Kinematik schwacher Zerfälle, in dem der Tritium- β -Zerfall ausgenutzt wird. Ziel des KATRIN-Experiments ist die direkte Bestimmung der Neutrinomasse mit einer Sensitivität von 0,2 eV/c² (C.L.). Im Folgenden wird ein kurzer Überblick das KATRIN-Experiments gegeben.

Überblick über das KATRIN-Experiment

Der Aufbau des KATRIN-Experiments ist in Abbildung 1.3 gezeigt. Im Folgenden wird eine kurze Beschreibung der Hauptkomponenten von KATRIN gegeben. Als Grundlage hierfür dient der KATRIN Design Report [KAT04]:

- Das Calibration und Monitoring System. Das Calibration und Monitoring System dient der Kalibrierung von z.B. der Spektrometerspannung und zur Untersuchung systematischer Effekte. Mit Hilfe des Rear-Detektors findet z.B. auch eine Überwachung der Quellaktivität statt.
- Die Tritiumquelle. Die fensterlose, gasförmige Tritiumquelle (WGTS: Windowless Gaseous Tritium Source) befindet sich in einem 10 m langen Rohr, welches einen Innendurchmesser von 9 cm aufweist. Das molekulare Tritiumgas (T = 30 K), welches eine isotopische Reinheit von mehr als 95% aufweist, wird in die Mitte des Quellrohrs mit einer konstanten Rate eingespeist. Das molekulare Tritiumgas wird an beiden Enden des Quellrohrs durch zwei differentielle Pumpeinheiten (DPS1-R und DPS1-F) wieder abgepumpt. Durch diesen Prozess wird ein zeitlich konstantes Dichteprofil (Säule) an Tritiummolekülen erzeugt [Bab12]. Um keine Störungen dieser konstanten Säule durch äußere Einflüsse hervorzurufen, gibt es kein Fenster zwischen Quelle und Detektor (fensterlose Tritiumquelle). Die Elektronen, welche durch den Tritium- β^- -Zerfall entstehen, werden durch ein magnetisches Feld (B = 3,6 T) zu beiden Enden des Quellrohrs geleitet.
- Das Transportsystem. Die aus dem Tritium-β⁻-Zerfall emittierten Elektronen werden adiabatisch durch das Transportsystem zum Spektrometersystem geleitet. Da der maximale Tritiumfluss in das Vorspektrometer 10⁻¹⁴ mbar l/s nicht überschreiten darf, findet in dem Transportsystem eine weitere Reduktion des Tritiumflusses um einen Faktor 10¹¹ statt (Tritiumfluss wurde bereits durch die DPS1-F verringert). Über die differentiellen Pumpstrecke DPS2-F erfolgt eine Reduktion des Tritiumfluss um einen Faktor 10⁵. Die sich an die differentielle



Abbildung 1.3: Der Aufbau des KATRIN-Experiments. Insgesamt weist KATRIN eine Länge von 70 m auf. Allein das Hauptspektrometer beträgt bei einem Durchmesser von 10 m eine Länge von 24 m [KAT04] (Darstellung aus [Sch13]).

Pumpstrecke anschließende kryogene Pumpstrecke CPS erzielt eine weitere Reduktion des Tritiumfluss um einen Faktor 10^7 .

- Das Spektrometersystem. Das Spektrometersystem besteht aus einem kleineren Vorspektrometer und dem Hauptspektrometer. Beide Spektrometer basieren auf dem Prinzip eines MAC-E-Filters (Magnetic Adiabatic Collimation combined with an Electrostatic Filter) [Kru83] (siehe Abbildung 1.4). Das kleinere Vorspektrometer dient als Filter, um niederenergetische Elektronen mit einer Energie unterhalb von 18,3 keV zu reflektieren. Diese niederenergetischen Neutrinos liefern keinen Beitrag zur Bestimmung der Neutrinomasse. Somit gelangen in das Hauptspektrometer nur Elektronen, welche Energien knapp unterhalb der Endpunktsenergie des Energiespektrums des Elektronen aus dem Tritium- β^- -Zerfall aufweisen. Dort findet die Vermessung der Form des Energiespektrums der Zerfallselektronen nahe dem Endpunkt statt. Die Energieauflösung beträgt hierbei 0,93 eV.
- Der Detektor. Die Elektronen, welche das Spektrometersystem passieren können, werden vom Detektor gezählt. Der Detektor ist eine segmentierte PIN-Diode mit 148 Pixeln und einem Durchmesser von 9 cm [KAT13]. Bei dem Design des Detektors wurde berücksichtigt, dass eine Energieauflösung von $\Delta E < 600$ eV möglich ist. Eine Reduktion des Untergrunds auf nur wenige mHz erfolgt durch eine passive und eine aktive Abschirmung. Außerdem ist der Detektor für Testmessungen mit einer Elektronenkanone in der Lage Zählraten von bis zu einem MHz zu verarbeiten.

COATEX im Rahmen des KATRIN-Experiments

Die Überwachung der isotopischen Reinheit des Tritiumgases mit einer Präzision von 0,1% wird mit Hilfe eines **LA**ser-**RA**man-Systems (LARA) am Tritiumlabor Karlsruhe vorgenommen. Die für die LARA-Messungen verwendete Probenzelle zeichnet sich durch vier beschichtete Fenster aus. Im Rahmen von LARA-Messungen, bei denen die Probenzelle ca. drei Monate einer Tritiumgasmischung mit einer Reinheit von mehr als 98% und einem Tritiumpartialdruck von 138 mbar ausgesetzt war, konnten jedoch an allen vier Fenstern Beschädigungen festgestellt werden [Fis11]. Aufgrund dieser Beschädigungen ist es wahrscheinlich, dass die geforderte Präzision von 0,1% bei der für das KATRIN-Experiment relevanten Bestimmung der Gaszusammensetzung beeinträchtigt wird. Dadurch wäre es möglich, dass die Bestimmung der Neutrinomasse mit einer angestrebten Sensitivität von 0,2 eV/c^2 (90% C.L.) nicht erreicht werden kann.

Zur Untersuchung dieser Beschädigungen wurde im Jahre 2011 am Tritiumlabor Karlsruhe das **COA**ting **T**est **EX**periment (COATEX) entwickelt und in Betrieb genommen [Sch11]. COATEX dient zum Test verschiedener, kommerziell erhältlicher, Beschichtungen auf ihre Beständigkeit gegen Tritium. Bei der Deutung der ersten mit COATEX durchgeführten Messungen ergaben sich jedoch Unstimmigkeiten, welche auf eine fehlende Reproduzierbarkeit bei der Durchführung der COATEX-Messungen zurückzuführen waren.

Daher wurden im Rahmen dieser Arbeit systematische Untersuchungen zur Charakterisierung von COATEX durchgeführt, um eine Verbesserung der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit bei der Durchführung der COATEX Messungen zu erzielen.



Abbildung 1.4: Das MAC-E-Filter Prinzip (Magnetic Adiabatic Collimation combined with an Electrostatic Filter). Oben: Die aus dem Tritium- β^- -Zerfall emittierten Elektronen werden anhand eines magnetischen Führungsfeldes von der Tritiumquelle (links) zum Spektrometer (rechts) geleitet. Hierbei bewegen sich die Elektronen auf Zyklotronbahnen entlang des Führungsfeldes. Die resultierende Raumwinkel beträgt hier nahezu 2π . Die Erzeugung des Magnetfeldes erfolgt über zwei supraleitende Magnete. Zwischen den beiden supraleitenden Magneten (Solenoide) fällt das magnetische Feld um mehrere Größenordnungen ab. Infolge dieser Magnetfeldvariationen geht der ursprüngliche transversale Impuls der Elektronen in eine longitudinale Richtung über. Dies ist in der Abbildung unten dargestellt. Somit werden die von der Quelle ursprünglich isotrop emittierten Elektronen zu einem Elektronenstrahl parallel zum Magnetfeld und parallel zum elektrischen Feld transformiert. Das durch zylindrische Elektroden erzeugte Potential U_0 kann nur von Elektronen überwunden werden, welche genügend Energie aufweisen. Niederenergetische Elektronen werden reflektiert. Die Elektronen, welche das Potential U_0 überwinden konnten werden beschleunigt und zum Detektor geleitet. Nach [KAT04], Darstellung aus [Sch11].

Die vorliegende Arbeit ist somit folgendermaßen gegliedert. Zunächst erfolgt ein Überblick über das Coating Test Experiment und die bisherigen durchgeführten Messungen. Im Anschluss daran werden verschiedene systematische Untersuchungen vorgestellt, anhand derer eine Untersuchung der Langzeitstabilität des Versuchsaufbaus vorgenommen wurde. Außerdem werden Möglichkeiten zur Verbesserung der Langzeitstabilität aufgezeigt. In Kapitel 4 wird der Begriff der mechanischen Reproduzierbarkeit aufgegriffen und dessen Bedeutung für COATEX anhand verschiedener systematischer Untersuchungen ausführlich diskutiert. Ein neues Design von COATEX wird in Kapitel 5 vorgestellt. Erste Testmessungen geben Aufschluss darüber, ob durch den neu konzipierten Versuchsaufbau eine Verbesserung der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit bei der Durchführung der Messungen erzielt werden konnte. Im Letzten Kapitel werden die wichtigsten Ergebnisse dieser Arbeit nochmals zusammengefasst und ein Ausblick auf zukünftige Arbeiten gegeben.

Kapitel 2

Überblick über das Coating Test Experiment und bisherige Messungen

Das COAting Test EXperiment (COATEX) ist ein Experiment zum Test optischer Beschichtungen auf ihre Beständigkeit gegen Tritium. Dieses Experiment ist notwendig, da im Rahmen der Laser-Raman-Spektroskopie am Tritiumlabor Karlsruhe (TLK) Beschädigungen an den optischen Fenstern der verwendeten Probenzelle aufgetreten sind. COATEX dient sowohl der Untersuchung des Verlaufs dieser Beschädigungen nach einem weiterem Aussetzen der Fenster in eine Tritiumumgebung als auch dem Test kommerziell erhältlicher optischer Beschichtungen auf ihre Beständigkeit gegen Tritium.

In diesem Kapitel werden zunächst die physikalischen Grundlagen der Laser-Raman-Spektroskopie an Tritium dargelegt. Des Weiteren werden die Beschädigungen der optischen Fenster beschrieben und es werden mögliche Ursachen für das Auftreten dieser Beschädigungen diskutiert. Im Anschluss daran erfolgt ein Überblick über das Coating Test Experiment.

Erste Messungen mit COATEX ergaben jedoch Unstimmigkeiten bei der Deutung der Messergebnisse. Dies ist ein Hinweis darauf, dass es mit dem bisherigen Versuchsaufbau nicht möglich ist, Messungen reproduzierbar durchzuführen. Daher wird im letzten Abschnitt dieses Kapitels die Notwendigkeit einer Charakterisierung von COATEX zur Verbesserung der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit diskutiert, die gleichzeitig Grundlage dieser Arbeit ist.

2.1 Beschädigung optischer Fenster im Rahmen der Laser-Raman-Spektroskopie an Tritium

Im Rahmen der LAser-RAman-Spektroskopie (LARA) an Tritium kam es zu einer Beschädigung optischer Fenster der verwendeten Probenzelle [Stu10a, Fis11]. Bevor in diesem Abschnitt die entstandenen Beschädigungen jedoch genauer beschrieben werden, werden zunächst die physikalischen Grundlagen der Laser-Raman-Spektroskopie behandelt, auf denen das Messprinzip der LARA-Messungen beruht. Im Anschluss daran folgt eine detaillierte Beschreibung des LARA-Aufbaus. Zuletzt werden mögliche Ursachen für das Auftreten der Beschädigungen an den LARA-Fenstern diskutiert.

2.1.1 Messprinzip der Laser-Raman-Spektroskopie und Beschreibung des Laser-Raman-Aufbaus

Mit Hilfe der Laser-Raman-Spektroskopie wird die Bestimmung der für das KATRIN-Experiment relevante Tritiumgaszusammensetzung ermöglicht.

Messprinzip der Laser-Raman-Spektroskopie

Das Prinzip der Laser-Raman-Spektroskopie beruht auf einer inelastischen Streuung von Photonen an Molekülen [Ram29]. Die verschiedenen quantenmechanischen Streuvorgänge sind vereinfacht in Abbildung 2.1 dargestellt. Während des Streuvorgangs können Moleküle durch ein einfallendes Photon zu Rotations- und/oder Schwingungsanregungen angeregt werden (siehe Abbildung 2.2). Infolge einer solchen Molekülanregung findet ein Energieübertrag statt. Dieser Energieübertrag führt zu einer Änderung der Wellenlänge des gestreuten Photons (siehe Abbildung 2.1) [Lon02]. Da die verschiedenen Moleküle unterschiedliche Anregungsenergien besitzen, erhält man das sogenannten Raman-Spektrum, indem die Intensität in Abhängigkeit der Wellenlänge des gestreuten Photons aufgetragen wird (siehe Abbildung 2.3). Die Q₁-Zweige der Stokes-Raman-Streuung, hervorgerufen durch eine Schwingungsanregung, sind charak-



Abbildung 2.1: Vereinfachte, quantenmechanische Darstellung der Streuung von Photonen an Molekülen. Vor dem Streuvorgang befindet sich das Molekül in einem Anfangszustand $|i\rangle$. Trifft ein einfallendes Photon auf das Molekül, wird dieses in einen Zwischenzustand $|r\rangle$ angehoben. Anschließend nimmt es unter Aussendung eines gestreuten Photons den Endzustand $|f\rangle$ ein. Als Rayleigh-Streuung wird ein Streuvorgang bezeichnet, bei dem der Energiezustand des Moleküls vor und nach der Streuung identisch ist. Somit erfolgt auch keine Wellenlängenänderung des gestreuten Photons. Es handelt sich hierbei um eine elastische Streuung. Bei der Stokes-Raman-Streuung weist das Molekül nach dem Streuvorgang einen höheren Energiezustand auf als zuvor. Die Wellenlänge des Photons wird hierbei zu einer größeren Wellenlänge verschoben. Im Gegensatz dazu weist das Molekül bei der Anti-Stokes-Raman-Streuung nach dem Streuvorgang einen geringeren Energiezustand auf. Die Wellenlänge des Photons wird hierbei zu einer kürzeren Wellenlänge verschoben. Bei der Stokes-Raman- und bei der Anti-Stokes-Raman-Streuung handelt es sich um inelastische Streuvorgänge (nach [Lon02], Darstellung nach [Stu10a]).

teristisch für die sechs verschiedenen Wasserstoffisotopologe (T_2 , DT, D₂, HT, HT, H₂). Wasserstoffisotopologe sind zweiatomige Wasserstoffmoleküle. Die Atome der Wasserstoffmoleküle bestehen alle jeweils aus einem Proton, jedoch einer verschiedenen Anzahl an Neutronen. Im Raman-Spektrum sind die sechs Wasserstoffisotopologe deutlich voneinander getrennt erkennbar. Mit Hilfe dieser der Laser-Raman-Spektroskopie ist es somit möglich, die verschiedenen Wasserstoffisotopologe nachzuweisen und anhand der Höhe der einzelnen Zweige im Raman-Spektrum und der Übergangswahrscheinlichkeiten Aussagen über die Gaszusammensetzung zu treffen [Stu10a, Stu10b].



Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Anregungsformen bei einem zweiatomigen Molekül. Sind zwei Moleküle starr miteinander gekoppelt, findet, im Falle einer Anregung, eine Rotation um deren Massenschwerpunkt statt. Sind die beiden Moleküle nicht starr miteinander gekoppelt, sondern durch eine Feder verbunden, entsteht bei Anregung des zweiatomigen Moleküls eine Schwingung entlang der horizontalen Achse der Feder. Dies wird als Schwingungsanregung bezeichnet. Eine Kombination von Rotations- und Schwingungsanregung wird Rotationsschwingungsanregung genannt.



Abbildung 2.3: Berechnete Spektrum einer Gasmischung aus allen sechs Wasserstoffisotopologen. Bei der Simulation dieses Spektrums wurde angenommen, dass die Molekülanregung durch einen Laserstrahl mit einer Wellenlänge von 532 nm stattfindet (äquivalent zur Wellenlänge des Lasers im LARA-Aufbau). Die deutlich voneinander getrennten Q_1 -Zweige sind charakteristisch für die sechs verschiedenen Wasserstoffisotopologe und liegen in einem Wellenlängenbereich von 610 nm bis 685 nm. Die Q_1 -Zweige entstehen durch eine Schwingungsanregung der Moleküle bei einer Stokes-Raman-Streuung. Die im selben Wellenlängenbereich weniger intensiven Zweige sind die O_1 - und S_1 -Zweige. Diese entstehen ebenfalls infolge einer Stokes-Raman-Streuung und einer hierbei hervorgerufenen Schwingungsanregung der Moleküle. Ebenso finden die S_0 -Zweige im Bereich von 532 nm bis 570 nm ihren Ursprung in einer Stokes-Raman-Streuung. Bei der Molekülanregung handelt es sich allerdings um eine reine Rotation. Der Q_0 -Zweig bei einer Wellenlänge von 532 nm, welcher durch eine Rayleigh-Streuung hervorgerufen wird, ist nicht dargestellt (Abbildung aus [Stu10a]).

Der Laser-Raman-Aufbau

Ein typischer Laser-Raman-Aufbau am Tritiumlabor Karlsruhe ist in Abbildung 2.4 gezeigt. Da mit Hilfe der Laser-Raman-Spektroskopie die Reinheit des Tritiumgases überwacht werden soll, wird die LARA-Zelle in den inneren Tritiumkreislauf (Inner-Loop-System) des KATRIN-Experiments eingebunden [Bab12]. Abbildung 2.5 enthält eine vereinfachte Darstellung des Inner-Loops. Die LARA-Zelle ist die einzige Komponente des gesamten LARA-Aufbaus, welche mit Tritium in Kontakt kommt. Deshalb ist es nötig, sie in einer Handschuhbox unterzubringen, welche als zweite Hülle dient, um einen sicheren Umgang mit Tritium zu gewährleisten. Näheres zum Zweihüllenund Tritiumrückhaltesystem am Tritiumlabor Karlsruhe kann in [Bes08] nachgelesen werden. Eine Justierung der optischen Komponenten innerhalb einer Handschuhbox wäre jedoch äußerst schwierig. Deshalb wird nicht der gesamte Laser-Raman-Aufbau innerhalb einer Handschuhbox (siehe Abbildung 2.6), in der Teile des Inner-Loops und ein vereinfachter Kreislauf des Inner-Loops (LOOPINO) untergebracht sind [Fis11].



Abbildung 2.4: Fotografie eines typischen Laser-Raman-Aufbaus am Tritiumlabor Karlsruhe. Die Abbildung zeigt einen geöffneten LARA-Aufbau (Abbildung aus [Mir11]). Zur Anregung der Gasmoleküle wird hierbei ein Laser verwendet, der eine maximale Leistung von 5W besitzt. Die Wellenlänge des Laserslichts beträgt 532 nm. Der ausgesandte Laserstrahl gelangt über verschiedene optische Komponenten zu der sogenannten LARA-Zelle [Eng92], welche das zu untersuchende Gas enthält. Der rote Pfeil deutet das gestreute Licht an. Dieses wird zunächst in eine Glasfaser eingekoppelt und erreicht über diese das Spektrometer und die CCD, welche dazu dient, das Raman-Spektrum aufzunehmen. Eine genauere Beschreibung der verwendeten optischen Komponenten und deren Funktionsweisen kann in [Mir11] nachgelesen werden.



Abbildung 2.5: Vereinfachte, schematische Darstellung des Inner-Loop-Systems des KATRIN-Experiments. Das Gas wird von der Tritiumquelle des KATRIN-Experiments abgepumpt und zu einem Palladium-Silbermembran-Filter geleitet. Dieser Filter ist nur für Wasserstoffisotope durchlässig [KAT04]. Verunreinigungen wie Methane oder Zerfallsprodukte (He) werden herausgefiltert und in den Outer-Loop eingespeist, der den äußeren Tritiumkreislauf darstellt [Fis11]. Der Outer-Loop dient zur Aufbereitung von verunreinigten Gasen und umfasst die gesamte Infrastruktur des Tritiumlabors Karlsruhe. Genaueres zum Outer-Loop kann in [Stu10a] nachgelesen werden. Nach Aufbereitung der Gase kann Tritium mit einer Reinheit von mehr als 95% [KAT04] in das Inner-Loop-System zurückgeführt und in einen Einlassbehälter eingespeist werden. Dort wird es mit dem Gas aus dem Inner-Loop zusammengeführt, das den Palladium-Silbermembran-Filter passieren konnte. Ausgehend von dem Einlassbehälter durchströmt das Tritiumgas die LARA-Zelle. Die Überwachung der Gaszusammensetzung findet mit dem in Abbildung 2.4 gezeigten LARA-Aufbau statt. Nach Durchströmen der LARA-Zelle wird das Tritiumgas über einen druckkontrollierten Einlassbehälter zurück zur Tritiumquelle geleitet (Darstellung in Anlehnung an [Bab12, Fis11]).

2.1. Beschädigung optischer Fenster im Rahmen der Laser-Raman-Spektroskopie an Tritium 19



Abbildung 2.6: Fotografie des LARA-Aufbaus und der LARA-Zelle, die sich innerhalb des Appendix einer Handschuhbox befindet. Links in der Abbildung ist der LARA-Aufbau außerhalb der Handschuhbox gezeigt. Da die LARA-Zelle mit Tritium in Kontakt kommt, befindet sie sich in einem Appendix einer Handschuhbox, die Tritiumkreisläufe enthält. Dieser Appendix ist in der Abbildung rechts oben dargestellt. Rechts unten ist die LARA-Zelle innerhalb des Appendix zu sehen (Abbildung der LARA-Zelle aus [Fis10]).

2.1.2 Beschädigung der optischen Fenster der LARA-Zelle

Wie in Kapitel 2.1.1 erwähnt, ist die Laser-Raman-Zelle (Abbildung 2.7) das einzige Element des Laser-Raman-Aufbaus, welches mit Tritium in Kontakt kommt. Die LARA-Zelle besteht aus einem würfelförmigen Vakuumbehälter mit zwei Zuleitungen. Dadurch kann die LARA-Zelle an den Inner-Loop Kreislauf des KATRIN-Experiments angeschlossen werden. Dies ermöglicht eine Durchflutung der LARA-Zelle mit Tritiumgas. An allen vier Seitenflächen der LARA-Zelle sind in Flansche eingeschweißte Fenster angebracht. Die Fenster bestehen aus UHV-dichtem Quarzglas und sind zusätzlich mit Antireflexionsbeschichtungen überzogen. Die Beschichtungen der beiden LARA-Fenster, die einem direkten Kontakt des Laserstrahl ausgesetzt sind, sind dementsprechend auf eine Wellenlänge von 532 nm ausgelegt. Die Beschichtungen der beiden anderen Fenster der LARA-Zelle sind Breitbandantireflexionsbeschichtungen, welche auf einen Wellenlängenbereich von 450 – 750 nm optimiert sind [Sch11]. Die LARA-Zelle wurde nach dem Design von U. Engelmann hergestellt [Eng92].

Nachdem die LARA-Zelle ca. drei Monate einer Tritiumgasmischung mit einer Reinheit von mehr als 98% bei einem Partialdruck von 183 mbar ausgesetzt war, wurde eine Beschädigung an allen vier optischen Fenstern der LARA-Zelle festgestellt [Fis11]. Ein solcher Schaden ist in Abbildung 2.7 zu sehen. Die Beschädigungen sind als schwarze Punkte zu erkennen. Eine Folge dieser Beschädigungen ist eine Intensitätsreduktion des Laserstrahls beim Passieren der LARA-Fenster. Dadurch entsteht ebenfalls eine Intensitätsminderung des gestreuten Lichts [Sch11], da dieses infolge der Beschädigungen



Abbildung 2.7: Fotografie der Laser-Raman-Zelle und eines Fensters mit Beschädigung. In der Abbildung ist links eine Fotografie der LARA-Zelle und rechts ein beschädigtes Laser-Raman-Fenster gezeigt. Die Beschädigungen sind hier deutlich als schwarze Punkte erkennbar [Sch11]. Abbildung des beschädigten Fensters aus [Sch11]

absorbiert werden kann. Dies würde wiederum zu einer Veränderung der spektralen Effizienz von LARA führen. Somit wäre keine Kalibrierung [Rup12] und dadurch auch keine Quantifizierung mehr möglich.

Für das KATRIN-Experiment sind alternierened Messphasen und Phasen zur Kalibrierung über einen Zeitraum von fünf Jahren geplant. Der Anteil der Messzeit innerhalb eines Jahres soll hierbei 0,6 Jahre betragen. Dies ist notwendig, damit nach fünf Jahren die gesamte Laufzeit des KATRIN-Experiments insgesamt drei Jahre beträgt [KAT04]. Für die KATRIN-Messungen ist es somit von entscheidender Bedeutung, dass die beschichteten Fenster einem Langzeitbetrieb von mehr als sechs Monaten standhalten. Dies ist nötig, um die Anzahl der Fensterwechsel möglichst gering zu halten. Außerdem wäre eine Unterbrechung der KATRIN-Messung aufgrund eines notwendigen Austauschs der Fenster ausgeschlossen, da dies mit einem erheblichen Zeitverlust verbunden wäre. Aus diesem Grund ist es nötig, eine Beschichtung zu finden, die einem Langzeitbetrieb des KATRIN-Experiments standhält.

Zur Untersuchung verschiedener Beschichtungen auf ihre Beständigkeit gegen Tritium wurde am Tritiumlabor Karlsruhe das Coating Test Experiment (COATEX) entwickelt [Sch11]. Bevor jedoch ein Überblick über dieses Experiment gegeben und das Messprinzip vorgestellt wird (siehe Kapitel 2.2), wird zunächst der typische Aufbau der Beschichtungen der Laser-Raman-Fenster beschrieben und es werden mögliche Ursachen für die Entstehung der Beschädigungen diskutiert.

2.1.3 Aufbau der Beschichtungen der optischen Fenster

Der typische Aufbau der Beschichtungen, die mit Hilfe von COATEX auf ihre Tritiumbeständigkeit getestet werden sollen, ist in Abbildung 2.8 schematisch dargestellt. Die oberste Schicht besteht immer aus einer Siliziumdioxid-Schicht (Quarz). Danach



Abbildung 2.8: Schematische Darstellung des Aufbaus der optischen Beschichtungen.

wechseln sich Schichten aus Metalloxid und Siliziumdioxid ab. Das eigentliche Fenster der LARA-Zelle ist ebenfalls aus Siliziumdioxid (Quarzglas) hergestellt.

2.1.4Mögliche Ursachen für die Beschädigung der optischen Fenster

Bei der Suche nach möglichen Ursachen für eine Beschädigung der LARA-Fenster müssen die Bedingungen betrachtet werden, denen die beschichteten Laser-Raman-Fenster ausgesetzt wurden. Daher werden hier drei Effekte vorgestellt, die zur Beschädigung der Fenster beitragen könnten:

- Beschädigung durch Grobvakuum
- Beschädigung durch ionisierende Strahlung
- Beschädigung durch Wasserstoffumgebung

Eine detailliertere Beschreibung dieser drei vorgestellten Beschädigungsmechanismen ist in [Sch11] nachzulesen. Des Weiteren ist eine Beschädigung der beschichteten Fenster durch die Entstehung von Fluorwasserstoff möglich. Zudem erfolgt in diesem Abschnitt ebenfalls eine Begründung für die mögliche Entstehung von Fluorwasserstoff.

Beschädigung durch Grobvakuum

Wie schon in Kapitel 2.1.2 erwähnt, wird die LARA-Zelle über eine Zuleitung an den Inner-Loop Kreislauf angeschlossen und somit mit Tritium durchflutet. Hierbei herrscht ein Gesamtdruck von 150 – 200 mbar. Diese Größenordnung gehört zum Bereich des Grobvakuums.

A. K. Burnham et al. [Bur00] und Xu Shi-Zhen [SZ08] haben festgestellt, dass bei einer Laserbestrahlung einer in Vakuumumgebung befindlichen Probe ein beschleunigtes Wachstum von Punktdefekten im Glas entsteht. Eine Folge davon ist die Bildung einer substöchiometrischen SiO₂-Schicht. Dies bedeutet eine Verminderung des Sauerstoffgehalts in der SiO₂-Schicht. Infolge dessen kommt es daher neben einer Verminderung der Transmission zu einer Erhöhung der Photolumineszens und der Absorption.

Des Weiteren deuteten Experimente von T.M.Stephan [Ste93] auf eine Bildung einer Kohlenwasserstoffschicht auf den Fenstern in einer Vakuumungebung hin. Dies würde ebenfalls zu einer Verminderung der Transmission sowie zu einer Steigerung der Fluoreszenz und der Streuung führen.

Beschädigung durch ionisierende Strahlung

Eine weitere Tatsache ist, dass die LARA-Fenster, wegen der Radioaktivität des Tritiumgases, ständig ionisierender β -Strahlung ausgesetzt sind. Dies ergibt sich aus einer Betrachtung des Tritium- β -Zerfalls

$${}^{3}\mathrm{H} \rightarrow {}^{3}\mathrm{He}^{+} + \mathrm{e}^{-} + \overline{\nu_{\mathrm{e}}}.$$
 (2.1)

Während des Tritium- β -Zerfalls kommt es zu einer Freisetzung von Elektronen, welche maximal eine Energie von 18,6 keV besitzen [KAT04].

Aussagen über den Einfluss von ionisierender Strahlung liefern insbesondere die Arbeiten von R. A. B. Devine [Dev94], als auch die von J. R. Pitts und A.W. Czandern [Pit86]. Bei der Untersuchung der Auswirkung von ionisierender Strahlung auf amorphes SiO₂ stellte R.A.B. Devine eine Verdichtung des SiO₂ fest. Es finden hierbei Verdichtungen von ungefähr 3 - 4% statt. Eine Änderung der Verdichtung des SiO₂ führt zu einer Veränderung des Brechungsindexes um bis zu 1% [Dev94]. Dies hätte wiederum eine Änderung der optischen Eigenschaften der Fenster, wie z.B. eine Änderung der Reflexionseigenschaften, zur Folge [Fis12].

J. R. Pitts und A. W. Czandern entdeckten bei einer Untersuchung des Einflusses ionisierender Strahlung auf SiO₂-Fenster das Auftreten von substöchiometrischem SiO₂ [Pit86], was eine Verminderung des Sauerstoffgehalts in der SiO₂-Schicht bedeutet. Dies verursacht wiederum Transmissionsverluste und eine Erhöhung der Photolumineszens sowie der Absorption. Hierbei ist noch zu erwähnen, dass bei diesem Experiment der Energiebereich der Elektronen (0,25 – 8 keV, [Pit86]), mit denen die Fenster bestrahlt wurden, in einer ähnlichen Größenordnung lag, wie die Elektronen sie aus dem Tritium- β -Zerfall aufweisen.

Beschädigung durch Wasserstoffumgebung

Bei dem Tritiumgasgemisch, welches die LARA-Zelle durchströmt, handelt es sich nicht um reines molekulares Tritium. Das Gasgemisch weist lediglich eine Tritiumreinheit von ca. 95% auf [Fis11]. Aus diesem Grund kann eine Beschädigung der Fenster durch Wasserstoffumgebung eine weitere mögliche Ursache darstellen.

Die Arbeitsgruppe von A. Ibarra [Iba07] untersuchte den Diffusionsprozess von Deuterium bei Proben aus Quarzgläsern, in welche Deuterium implantiert wurde. Hierbei wurde festgestellt, dass das Aussetzen der Proben in eine ionisierende Strahlung den Diffussionsprozess von Deuterium beschleunigt [Iba07]. Im Gegensatz dazu ergaben Experimente von J. D. Fowler et al [Fow77], dass ionisierende Strahlung keine Auswirkungen auf den Diffusionsprozess hat. Sie stellten bei T₂-Diffusionsexperimenten lediglich eine erhöhte Diffusion von T₂ durch Verunreinigungen in den Proben fest [Fow77].
Beschädigung durch Entstehung von Fluorwasserstoff

Außer der möglichen Entstehung einer Beschädigung der Fenster infolge von Grobvakuum, ionisierender Strahlung und einer Wasserstoffumgebung, kann ebenfalls durch die Entstehung von Fluorwasserstoff (HF) [Wib95], eine Beschädigung der Fenster hervorgerufen werden.

Fluorwasserstoff entsteht bei einer Reaktion aus molekularem Fluor und molekularem Wasserstoff [Wib95]:

$$F_2 + H_2 \rightarrow 2HF$$
 (2.2)

Da während LARA-Messungen die LARA-Zelle jedoch mit einem Gasgemisch durchflutet wird, welches eine Tritiumreinheit von mehr als 98% aufweist [Fis11], ist die Entstehung von Fluorwasserstoff durch eine Verbindung aus Tritium und Teflon entscheidend. Wie bereits erwähnt, ist Tritium ein Wasserstoffisotop. Das chemische Verhalten von Isotopen ist jedoch sehr ähnlich, da für die Chemie hauptsächlich nur die Elektronen und der Aufbau der Elektronenhülle eine Rolle spielen [Sch08]. Daher kann die Reaktionsgleichung 2.2 ebenfalls für Tritium aufgestellt werden:

$$F_2 + T_2 \rightarrow 2TF$$
 (2.3)

In der vereinfachten Version des Inner-Loops, welcher LOOPINO genannt wird, wurde ein Ventil identifiziert, in welchem Teflon verbaut ist (siehe Abbildung 2.9). Somit entspricht dieses Ventil nicht den Anforderungen des Tritiumlabors Karlsruhe, welche durch die "Technischen Liefe- und Abnahmebedingungen" (TLAs) definiert sind. Unter anderem ist durch die TLAs festgelegt, dass Armaturen aus nicht rostenden Stählen herzustellen sowie metallisch dichtend auszuführend sind [TLA11]. In Abbildung 2.10 ist eine schematische Darstellung von LOOPINO gezeigt. Das Teflon-Ventil ist hier mit einem Pfeil gekennzeichnet. Teflon ist ein Polymer aus Fluor und Kohlenstoff. Die Summenformel für Teflon lautet C_2F_4 [Fes02].

Bei 25°C beträgt die mittlere Bindungsenergie von Kohlenstoff (C) und Flour (F) ca. 452 $\frac{kJ}{mol}$ [Bud11]. Unter Verwendung der Avogadrokonstante ergibt sich, dass zur Auf-



Abbildung 2.9: Schematische Darstellung eines Ventils mit Sitz aus Teflon. Durch Herabschrauben des Ventilsitzes ist es möglich den Gasfluss durch das Ventil zu regeln. Der Sitz des Ventils, welcher direkt mit dem Tritiumgas in Kontakt kommt, besteht aus Teflon. Somit ist eine Bildung von Fluorwasserstoff möglich.



Abbildung 2.10: Schematische Darstellung des vereinfachten Tritiumkreislaufs des Inner-Loops (Loopino). Das Tritiumgasgemisch wird hier von einem druckkontrollierten Einlassbehälter abgepumpt und zur LARA-Zelle geleitet. Nach Durchfluten der LARA-Zelle erfolgt eine Rückführung des Tritiumgasgemischs in den druckkontrollierten Einlassbehälter. Diese Rückführung geschieht über ein teflonhaltiges Ventil.

lösung einer Bindung eine Energie von 4,7 eV benötigt wird:

452000
$$\frac{J}{mol} = 7.5 \cdot 10^{-19} \frac{J}{Bindung}$$
 (2.4)

$$=4.7 \frac{\text{ev}}{\text{Bindung}}$$
(2.5)

Des Weiteren liegt bei 25°C die mittlere Bindungsenergie von Wasserstoff (H) und Fluor (F) bzw. von Tritium (T) und Fluor (T) bei ca. 565 $\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ [Bud11]. Somit ergibt sich durch eine äquivalente Rechnung wie oben, dass zum Auflösung einer H-F-Bindung bzw. einer T-F-Bindung eine Energie von 5,9 eV benötigt wird.

Bei dem Tritium- β -Zerfall (siehe Gleichung 2.1) werden jedoch Elektronen freigesetzt, welche eine maximale Energie von 18,6 keV aufweisen. Aufgrund dieser zur Bindungsenergie von C – F bzw. T – F vergleichsweise hohen Energie kann somit die Verbindung aus Kohlenstoff und Fluor aufgelöst werden und eine Bindung aus Tritium und Fluor entstehen.

Wie in Abschnitt 2.2.1 bereits erwähnt bestehen die Fenster der LARA-Zelle aus SiO₂. Diese Fenster sind zusätzlich alternierend mit SiO₂-Schichten und Metalloxid-Schichten beschichtet. Die oberste Schicht besteht immer aus SiO₂. Fluorwasserstoff hat eine äußerst aggressive Wirkung auf SiO₂. Bei einer Reaktion aus Fluorwasserstoff und SiO₂

$$SiO_2 + 4HF \rightarrow SiF_4 + 2H_2O$$
 (2.6)

[Ger06] kommt es daher unter Bildung von gasförmigen Siliziumtetrafluorid (SiF₄) und Wasser (H₂O) zu einer Auflösung des SiO₂ und somit zu einer Auflösung der Fenster (siehe auch [DOE93].

Aufgrund der Tatsache, dass das Ventil in LOOPINO Teflon enthält, ist somit die Entstehung von Fluorwasserstoff möglich, wodurch eine Beschädigung der Laser-Raman-Fenster hervorgerufen werden könnt. Diese Erklärung ist zwar sehr wahrscheinlich, dennoch kann nicht ausgeschlossen werden, dass für die beobachteten Beschädigungen noch andere Ursachen in Betracht kommen. Um jedoch eine Beschädigung der Fenster infolge der Entstehung von Fluorwasserstoff auszuschließen, wurde das teflonhaltige Ventil im LOOPINO-Kreislauf durch ein voll-metallisches Ventil ersetzt.

2.2 Überblick über das Coating Test Experiment

Wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben wurde, nachdem die LARA-Zelle ca. drei Monate einer Tritiumgasmischung mit einer Reinheit von mehr als 98% bei einem Partialdruck von 183 mbar ausgesetzt war, eine Beschädigung an allen vier optischen Fenstern der LARA-Zelle festgestellt [Fis11]. Zur Untersuchung des aufgetretenen Schadens wurde 2011 am Tritiumlabor Karlsruhe das Coating Test Experiment entwickelt und in Betrieb genommen [Sch11]. Des Weiteren sollen mit Hilfe des Experiments weitere, kommerziell erhältliche Beschichtungen, auf ihre Beständigkeit gegen Tritium getestet werden. Nach Möglichkeit soll mit Hilfe von COATEX eine geeignete Beschichtung für die Fenster der LARA-Zelle gefunden werden, die einem Langzeitbetrieb des KATRIN-Experiments standhalten.

In diesem Abschnitt werden zunächst die verschiedenen Beschichtungstypen vorgestellt, die mit Hilfe von COATEX auf ihre Tritiumbeständigkeit getestet werden. Im Anschluss daran werden drei verschiedenen Überwachsmethoden vorgestellt, mit denen die Proben, nach einer gezielten Aussetzung in eine Tritiumumgebung, auf eine mögliche Beschädigung untersucht werden können. Dazu zählen eine Differentialinterferenzkontrastmessung und eine Oberflächenuntersuchungen der Proben mit Hilfe eines optischen Mikroskops. Diese beiden Methoden werden in Abschnitt 2.2.3 vorgestellt. Die dritte Möglichkeit, eine mögliche Beschädigung zu erkennen, liegt in der Durchführung von Transmissions-/Reflexionsmessungen. Bei dieser Methode deutet eine Veränderung der Transmissions- oder Reflexionseigenschaften der zu untersuchenden Probe auf eine Beschädigung hin. Eine detailliertere Beschreibung des Messprinzips und Versuchsaufbaus erfolgt in Abschnitt 2.2.4.

2.2.1 Überblick über die zu testenden optischen Fenster

Bei den zu testenden Proben handelt es sich um beschichtete SiO_2 -Fenster. Die Beschichtung dieser Proben fand mit unterschiedlichen Verfahren statt:

- Elektronenstrahldeposition (EBD) [LAS13a]
- Ionenstrahlgeschütze Deposition (IAD) [LAS13b]
- Ionenstrahlsputtern (IBS) [LAS13c]
- Magnetronsputtern (MS) [LAS13d]
- Sol-Gel-Verfahren [Tho96]

Die ersten vier Beschichtungsverfahren basieren auf einer Verdampfung des Beschichtungsmaterials in einer Vakuumumgebung und wurden von der Firma LASEROPTIK durchgeführt [LAS13e]. Das Sol-Gel-Beschichtungsverfahren wurde am Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL) durchgeführt [LLN13]. Die mit diesem Beschichtungsverfahren hergestellte Beschichtung basiert auf porösem SiO₂ [Tho96].

Mit Hilfe von COATEX soll die Beschichtungsmethode identifizieren werden, welche am geeignetsten ist und somit eine Beschichtung gefunden werden, welche am wenigsten anfällig für eine Beschädigung infolge des Aussetzens der Probe in eine Tritiumumgebung ist.

Mit jedem dieser fünf verschiedenen Beschichtungsverfahren werden jeweils drei SiO₂-Scheiben beschichtet, die einen Durchmesser von einem Zoll aufweisen. [Sch11]. Zusätzlich zu den fünf beschichteten Proben, die jeweils in dreifacher Ausführung vorliegen, gibt es jeweils eine unbeschichtete SiO₂-Scheiben der Firma THORLABS. Die unbeschichtete Probe dient zur Überprüfung, ob bei Tritiumbeaufschlagung der Proben nur die Beschichtungen angegriffen werden, oder auch die SiO₂-Scheiben an sich von der Beschädigung betroffen sind. Die SiO₂-Scheiben werden jeweils in eine Probenhalterung eingesetzt und mit Hilfe von Sicherungsringen fixiert. Aufgrund der Tatsache, dass die Proben jederzeit aus ihrer Halterung entnommen werden können, werden diese als nicht eingeschweißt bezeichnet. Wie bereits erwähnt ist jede dieser sechs nicht eingeschweißten Proben dreimal vorhanden [Sch11].

Zusätzlich zu den nichteingeschweißten Proben werden insgesamt sechs Fenster untersucht, die äquivalent zu den Fenstern der LARA-Zelle bereits in einen CF16-Flansch eingeschweißt wurden [Sch11]. Die Beschichtung der eingeschweißten Fenster fand jeweils mit Elektronenstrahldeposition statt. Die Beschichtungstypen dieser Fenster wurden entsprechend der Beschichtungen der LARA-Fenster gewählt. Es gibt zwei neue eingeschweißte Fenster mit einer Antireflexionsbeschichtung, die auf eine Wellenlänge von 532 nm optimiert sind und zwei neue eingeschweißte Fenster mit einer Breitbandantireflexionsbeschichtung. Außerdem sollen noch zwei beschädigte eingeschweißte Fenster untersucht werden, wobei eines dieser Fenster eine Antireflexionsbeschichtung und das andere eine Breitbandantireflexionsbeschichtung besitzt. Mit Hilfe der bereits beschädigten Fenster soll der weitere Verlauf der Beschädigung nach erneuter Tritiumbeaufschlagung der Proben überprüft werden [Sch11].

In Abbildung 2.11 sind die verschiedenen Proben nochmals zusammengefasst dargestellt. Zu erwähnen ist, dass die zu untersuchenden Fenster auf unterschiedliche Wellenlängen ausgelegt sind.

Weitere Details zu den verschiedenen Beschichtungsverfahren, der Herstellung eingeschweißter Fenster sowie eine Beschreibung der optischen Eigenschaften der Fenster, sind in [Sch11] nachzulesen.

2.2.2 Gezieltes Aussetzen der Proben in Tritiumgas

Zur Beaufschlagung der Proben mit Tritium werden vier aus Edelstahl gefertigte Behälter benutzt. In diesen Behältern können die Proben auf einem Gestänge gelagert werden. Anschließend werden die Behälter mit einem Tritiumgasgemisch befüllt, um die Proben mit Tritium zu beaufschlagen. Die Behälter können dicht verschlossen werden, damit ein Austreten des Tritiumgases nicht möglich ist. Die Leckrate liegt hier, gemäß der "Technischen Liefer- und Abnahmebedingungen (TLA)" des Tritiumlabors 0

Probe	Beschichtungsverfahren	Wellenlänge (nm)	Hersteller	Probenanzahl
	Ionenstrahlgestützte Deposition	580: teilweise R	LASEROPTIK	3
	Elektronenstrahldeposition	580 – 680: R > 80% 900 – 1070: höchste R	LASEROPTIK	3
	Ionenstrahlsputtern	930 – 980: höchste T 1030 – 1064: höchste R	LASEROPTIK	3
0,	Magnetronsputtern	1064: höchste R	LASEROPTIK	3
	Sol-Gel-Verfahren	580: AR	LLNL	3
	Unbeschichtet	300 – 1300: T > 90%	THORLABS	3
Ô.	Antireflexionsbeschichtung	532: R < 0,5%	LASEROPTIK	2 neue Fenster
Ö.	Antireflexionsbeschichtung	532: R < 0,5%	LASEROPTIK	1 beschädigtes Fenster
0.	Breitbandantireflexions- beschichtung	450 -750: R < 1%	LASEROPTIK	2 neue Fenster
0.	Breitbandantireflexions- beschichtung	450 -750: R < 1%	LASEROPTIK	1 beschädigtes Fenster

Abbildung 2.11: Verschiedene in COATEX zu untersuchende Proben. Bei den ersten sechs Proben handelt sich um nicht eingeschweißte Proben, wobei die ersten fünf mit unterschiedlichen Verfahren beschichtet wurden und die sechste Probe unbeschichtet ist. Die letzten vier Proben sind, entsprechend der Fenster der LARA-Zelle, in einen Flansch eingeschweißte Fenster. Bei den Angaben der Wellenlängen steht R für Reflexion, T für Transmission und AR für Antireflexionsbeschichtung, wobei die angegebenen optischen Eigenschaften für einen senkrechten Lichteinfall gelten. Die einzelnen Abbildungen der Proben und die dazugehörigen Angaben sind aus [Sch11] entnommen.

Karlsruhe, unter $1 \cdot 10^{-9}$ mbar l/s und die integrale Leckrate liegt unter $1 \cdot 10^{-8}$ mbar l/s [Sch11]. Auf einem Gestänge ist die Lagerung von insgesamt sechs Proben möglich. In Abbildung 2.12 ist links eine Fotografie des Gestänges zur Lagerung der Proben gezeigt. Rechts ist der Probenbehälter abgebildet, in den das Gestänge eingebaut wird. Der Probenbehälter selbst besitzt zwei Fenster. Diese Fenster dienen dazu, auch ohne Öffnung des Probenbehälters schon frühzeitig eine Beschädigung zu erkennen. Dazu muss jedoch eine der Proben um 90° zu den restlichen Proben verdreht in das Gestänge eingebaut werden.

Eine genauere Beschreibung des Probenbehälters und der Vorgehensweise zur Tritiumbeaufschlagung der Proben ist in [Sch11] nachzulesen.

2.2.3 Überwachung der Proben mit Hilfe einer Differentialinterferenzkontrastmessung und eines optischen Mikroskops

Eine Differentialinterferenzkontrastmessung und eine Oberflächenuntersuchung mit Hilfe eines optischen Mikroskops stellen zwei Möglichkeiten zur Untersuchung der Proben auf eventuelle Beschädigungen dar. In diesem Abschnitt werden beide Überwachungsmethoden kurz vorgestellt.

Untersuchung der Proben durch Differentialinterferenzkontrastmessung

Die Untersuchung der Proben durch Differentialinterferenzkontrastmessung [Lan68] wird nicht am Tritiumlabor vorgenommen. Das DIC-Mikroskop (DIC: differential interference contrast) ist eine bereits bestehende Apparatur am Fusionsmateriallabor des



Abbildung 2.12: Fotografie des Gestänges und des Probenbehälters zur Lagerung der Proben. Links in der Abbildung ist das Gestänge, das zur Lagerung der Proben dient. Rechts ist der Probenbehälter abgebildet, in welchen das Gestänge eingesetzt wird. Die beiden Fenster dienen dazu, eine Beschädigung schon frühzeitig während der Tritiumbeaufschlagung der Proben zu erkennen. Dazu wird die zweite Probe, im Vergleich zu den anderen Proben, um 90° verdreht auf das Gestänge aufgebracht (Abbildung aus [Sch11]).

Karlsruher Institut für Technologie [Fus13], welches sich ebenfalls in einer Handschuhbox befindet. Zur Untersuchung der Proben müssen diese in ihrem Probenbehälter zum DIC-Mikroskop am Fusionsmateriallabor transportiert werden. Der Probenbehälter darf erst vor Ort innerhalb einer Handschuhbox zur Entnahme der Proben geöffnet werden.

Das Bild, das mit Hilfe des DIC-Mikroskops erzeugt werden kann, stellt eine 1000-fache Vergrößerung des ursprünglichen Bildes dar. Somit können schon frühzeitig Beschädigungen in einer Größenordnung von wenigen Mikrometern erkannt werden. Des Weiteren ist es mit Hilfe des DIC-Mikroskops möglich Tiefeninformationen zu erhalten, die ansonsten verloren gehen würden. Somit kann sogar ein, durch eine Beschädigung hervorgerufenes, Ablösen der Beschichtungen erkannt werden. Weitere Details zum optischen Aufbau und der Funktionsweise des Mikroskops sind in [Sch11] nachzulesen.

Oberflächenuntersuchung der Proben mit Hilfe eines optischen Mikroskops

Zusätzlich zur Differentialinterferenzkontrastmessung wird die Probenoberfläche mit Hilfe eines optischen Mikroskops untersucht. Das optische Mikroskop befindet sich im Vergleich zum DIC-Mikroskop in einer Handschuhbox direkt am Tritiumlabor. Ein Transport der Proben ist folglich nicht notwendig. Ein Anschaffungsgrund für dieses Mikroskop war vor allem die leichte Bedienung, die aufgrund der Unterbringung innerhalb einer Handschuhbox nötig ist. Ein weiterer Vorteil ist die 3,1 Megapixel Kamera, die direkt am Mikroskopkopf angebracht ist [Sch11].

Im Vergleich zum DIC-Mikroskop weist das Bild, welches mit dem optischen Mikroskop aufgenommen werden kann, lediglich einen Vergrößerungsfaktor von 7-180 auf [Sch11]. Dies reicht jedoch aus, um größere Beschädigungen an den Proben zu erkennen.

Der optische Aufbau des Mikroskops und eine detailliertere technische Informationen zur Unterbringung des Mikroskops innerhalb der Handschuhbox können ebenfalls in [Sch11] nachgelesen werden.

2.2.4 Messprinzip und Versuchsaufbau der Transmissions-/ Reflexionsmessungen

Eine weitere Möglichkeit zur Feststellung einer Beschädigung der optischen Fenster besteht in der Durchführung von Transmissions-/Reflexionsmessungen (TR-Messungen). Das Messprinzip beruht hierbei auf einem Vergleich von Messungen, welche vor und nach Tritiumbeaufschlagung der in Abschnitt 2.2.1 vorgestellten Proben durchgeführt wurden. Daher werden bei Anwendung dieser Methode zunächst die Transmissionsund Reflexionseigenschaften der Proben ermittelt. Anschließend erfolgt eine Tritiumbeaufschlagung der Proben. Danach werden die Proben wieder mittels Transmissions-/Reflexionsmessungen auf ihre optischen Eigenschaften überprüft. Eine Veränderung der Transmissions- oder Reflexionseigenschaften würde auf eine Beschädigung der optischen Beschichtungen hinweisen.

Ein solches Transmissions-/Reflexionsexperiment wurde am Tritiumlabor Karlsruhe entwickelt und in Betrieb genommen [Sch11]. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 2.13 schematisch dargestellt. Um ein von den Schwankungen der Laserleistung unabhängiges Messergebnis zu erhalten, wird im Falle einer Transmissionsmessung das Verhältnis von Monitorphotodiodensignal zu Transmissionsphotodiodensignal gebildet. Im Gegensatz



Abbildung 2.13: Schematische Darstellung des experimentellen Versuchsaufbaus der Transmissions-/Reflexionsmessungen. Der Laserstrahl einer Laserdiode erreicht über einen Spiegel den Strahlteiler, welcher den Laserstrahl in zwei Anteile von annähernd gleicher Intensität teilt. Der eine Teil wird in einem Winkel von 90° reflektiert und anschließend von einer Photodiode detektiert. Diese dient zur Überwachung der Laserleistung und wird deswegen auch Monitorphotodiode genannt. Der andere Teil des Laserstrahls wird transmittiert und trifft auf die Probe. Diese befindet sich auf einer Verschiebeeinheit, mit der es möglich, ist die Probe schrittweise sowohl in horizontaler- (x-Richtung) als auch in vertikaler Richtung (y-Richtung) zu verfahren. Dadurch wird ein Abrastern der gesamten Probenoberfläche mit dem Laserstahl ermöglicht. Der hierbei transmittierte Anteil wird von der Transmissionsphotodiode detektiert. Der von der Probe reflektierte Anteil trifft wieder auf den Strahlteiler, wird dort in einem 90° Winkel reflektiert und schließlich von der Reflexionsphotodiode detektiert (eigene Darstellung nach [Sch11]).

dazu wird im Falle einer Reflexionsmessung das Verhältnis von Monitorphotodiodensignal zu Reflexionsphotodiodensignal gebildet. In Folgendem wird dies als das Verhältnis der Photodiodenspannungen M-PD/R-PD bzw. M-PD/T-PD bezeichnet.

Wie in Kapitel 2.2.1 dargestellt, gibt es sechs verschiedene nicht eingeschweißte Proben, welche jeweils dreimal vorhanden sind. Des Weiteren gibt es zwei neue eingeschweißte Fenster mit einer Antireflexionsbeschichtung und zwei neue eingeschweißte Fenster mit einer Breitbandantireflexionsbeschichtung. Zusätzlich sollen noch zwei bereits beschädigte eingeschweißte Fenster untersucht werden, wobei eines dieser Fenster eine Antireflexionsbeschichtung und das andere eine Breitbandantireflexionsbeschichtung aufweist. Die Probe, die mit Hilfe von Transmissions-/Reflexionsmessungen auf Beschädigungen überprüft werden sollen, sind nicht alle auf dieselbe Wellenlänge ausgelegt. Insgesamt werden drei verschiedene Wellenlängen benötigt. Dementsprechend stehen dem Experimentator zur Untersuchung der Proben auch drei verschiedene Laserdioden mit unterschiedlichen Wellenlängen zur Verfügung. Laserdiode 1 und Laserdiode 2 weisen Wellenlängen im sichtbaren Bereich auf und Laserdiode 3 eine Wellenlänge im infraroten Bereich. Aufgrund der unterschiedlichen Wellenlängen der Laserdioden werden auch zwei verschiedene Spiegel und zwei verschiedene Strahlteiler benötigt, wobei es jeweils einen für die Laserdioden mit Wellenlängen im sichtbaren Bereich sowie jeweils einen für die Laserdiode mit einer Wellenlänge im infraroten Bereich gibt. In Tabelle 2.1 sind die verwendeten Laserdioden und die dazugehörigen verwendeten Spiegel bzw. Strahlteiler nochmals aufgelistet. In Abbildung 2.14 ist eine Fotografie der Laserdiode 2 gezeigt.

Zusammenfassend gibt es bei dem TR-Aufbau also drei Laserdioden, zwei Spiegel und zwei Strahlteiler. All diese Komponente müssen je nach Wahl der zu untersuchenden Probe ausgewählt und auf dem TR-Aufbau positioniert werden. Um jeweils eine neue Justierung des Strahlengangs zu vermeiden, werden die Laserdioden, die Spiegel und die Strahlteiler mit Hilfe von magnetischen Halterungen direkt auf der Grundplatte des Versuchsaufbaus befestigt. Die verschiedenen Proben werden zunächst auf eine Probenhalterung geschraubt. Die Probenhalterung selbst besitzt wiederum einen magnetischen Fuß, mit dem sie auf der Verschiebeeinheit angebracht werden kann. Die magnetischen



Abbildung 2.14: Fotografie der Laserdiode 2 (593,5 nm). Die Laserdiode ist in einen Kupferblock eingefasst, auf dessen Oberseite sich ein Peltierelement befindet. Abhängig von der angelegten Stromrichtung wird Wärme von der unteren Hälfte des Peltierelements zur oberen Hälfte geführt. Dies bedeutet eine Erwärmung der Oberseite und somit eine Temperaturdifferenz zwischen Ober- und Unterseite. Die kalte Seite des Peltierelements dient zur Kühlung der Laserdiode. Der Lüfter, der auf der Oberseite des Peltierelements angebracht ist, d.h. der warmen Seite, dient zur Kühlung dieser Seite. Über einen Temperaturcontroller findet die Reglung des Peltierelements statt. Der Pt100 - Sensor ändert entsprechend der aktuellen Temperatur seinen Wiederstand. Das Sensorsignal wird über den Messumformer in ein Stromsignal umgewandelt und an den Temperaturcontroller weitergegeben. Damit ist der momentane Temperaturwert bekannt (Istwert). Durch einen Vergleich des Istwerts der Temperatur mit dem Sollwert der Temperatur kann der bestehende Temperaturunterschied durch das Peltierelement ausgeglichen werden.

Laserdiode (LD)	Wellenlänge in nm	Spiegel (S)	Strahlteiler (ST)
1	532	S 1 (400 – 750 nm)	ST 1 (400 – 700 nm)
2	$593,\!5$	S 1 (400 – 750 nm)	ST 1 (400 – 700 nm)
3	1064	S 2 (750 – 1100 nm)	ST 2 (700 – 1100 nm)

Tabelle 2.1: Überblick über die verwendeten Laserdioden und die dazugehörigen verwendeten Spiegel bzw. Strahlteiler. Der Wellenlängenbereich, auf den die Spiegel bzw. die Strahlteiler optimiert sind, ist jeweils in Klammern angegeben.

Halterungen sind in dem schematischen dargestellten TR-Aufbau in Abbildung 2.13 zu erkennen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde festgestellt, dass diese magnetischen Halterungen ein Schwachpunkt des TR-Aufbaus sind. Dies wird jedoch erst in Kapitel 4 ausführlich diskutiert werden. Die Typennummer und die Eigenschaften der magnetischen Halterung können ebenfalls in Kapitel 4 nachgelesen werden.

In Abbildung 2.15 ist eine Fotografie des TR-Aufbaus gezeigt. Damit bei der Durchführung der Messungen die Messergebnisse nicht durch Umgebungslicht verfälscht werden, befindet sich der komplette TR-Aufbau in einem lichtdichten Gehäuse, dessen Deckel abgenommen werden kann. Die verschiedenen optischen Komponenten sind auf der Grundplatte des TR-Aufbaus befestigt. Um Vibrationen durch z.B. das Verfahren der Verschiebeeinheit während der Messungen zu verringern, stehen die Grundplatte sowie der gesamte TR-Aufbau auf Gummifüßen. Auf der rechten Seite des Gehäuses ist ein Transimpedanzverstärker angebracht (siehe Vergrößerung auf der rechten Seite der Abbildung 2.15). Dieser dient dazu, das eingehende Stromsignal der Photodioden in ein Spannungssignal umzuwandeln und gleichzeitig zu verstärken. Das Stromsignal der Monitorphotodiode wird hierbei um einen Faktor 2000 $\frac{V}{A}$ verstärkt. Im Gegensatz dazu kann zwischen zwei Verstärkungsformen für das Stromsignal der Transmissions- oder das der Reflexionsphotodiode ausgewählt werden (Faktor 100 000 $\frac{V}{A}$ bzw. 5000 $\frac{V}{A}$). Mit dem oberen Schalter kann durch Einstellung von T oder R die Durchführung einer Transmissions- oder einer Reflexionsmessung ausgewählt werden. Auf der linken Seite des Gehäuses befindet sich ein Umschalter (siehe Vergrößerung auf der linken Seite der Abbildung 2.15). Der untere Schalter dient dazu, zwischen den Peltierelementen der verschiedenen Laserdioden zu wählen und die dazugehörigen Lüfter in Betrieb zu nehmen. Der obere Schalter wählt die an den Laserdioden angebrachten Pt100 Temperatursensoren aus, welche zur Überwachung der Laserdiodentemperatur dienen.

In Abbildung 2.16 ist eine Fotografie des TR-Aufbaus mit Blick von oben gezeigt.

Eine detailliertere Produktbeschreibung der einzelnen optischen Komponenten sowie der technischen Umsetzung des TR-Aufbaus kann in [Sch11] nachgelesen werden.

Nach Beaufschlagung der Proben mit Tritium sollen die Proben mit Hilfe von TR-Messungen und dem optischen Mikroskop auf eine mögliche Beschädigung untersucht werden. Um hierbei einen sicheren Umgang der mit Tritium beaufschlagten Proben zu gewährleisten und einen Schutz des Experimentators vor einer Kontamination zu bieten, wurde COATEX in der sogenannten Omegatron-Handschuhbox des Tritiumlabors Karlsruhe untergebracht. Eine Fotografie der Handschuhbox ist in Abbildung 2.17 gezeigt. Auf dem links zu sehenden Computer ist eine Software installiert, die zur Datenaufnahme dient. Während einer Messung können die ausgegeben Spannungssignale



Abbildung 2.15: Fotografie des Versuchsaufbaus der Transmissions-/Reflexionsmessungen (nach [Sch11]).

der Monitorphotodiode und die der Transmissions- bzw. die der Reflexionsphotodiode auf dem Computer angezeigt werden. Zusätzlich findet eine Aufzeichnung der Laserdiodentemperatur, sowie der Gehäuseinnentemperatur statt. Zur Erfassung der Gehäuseinnentemperatur ist ein weiterer Pt100 Temperatursensor innerhalb des Gehäuses angebracht. Des Weiteren dient der Computer zur Ansteuerung der Schrittmotoren, die



Abbildung 2.16: Fotografie des TR-Aufbaus (Blick von oben). Im rechten Bild ist der Strahlengang der Laserdiode 1 eingezeichnet. Links ist die Probe auf der Verschiebeeinheit aus einem anderen Blickwinkel zu sehen. Im Hintergrund ist die Transmissionsphotodiode zu erkennen (nach [Sch11]).



Abbildung 2.17: Fotografie der Omegatron-Handschuhbox. Der TR-Aufbau und das optische Mikroskop sind innerhalb der OMEGATRON Handschuhbox untergebracht ist. Des Weiteren ist das Tritiumrückhaltesystem und der Computer zu sehen, der zur Messdatenaufnahme dient.

zum Verfahren der Probe auf der Verschiebe
einheit dienen [Sch11]. Im Hintergrund ist das Tritiumrückhalte
system (TRS) zu erkennen. Die Funktionsweise eines TRS kann in [Bes
08] nachgelesen werden.

2.3 Bisherige Messungen und aufgetretene Unstimmigkeiten

In diesem Abschnitt erfolgt eine Zusammenfassung der bisherigen mit COATEX durchgeführten Messungen an mit Tritium beaufschlagten Proben. Außerdem werden aufgetretene Unstimmigkeiten der Messungen dargelegt, welche die Grundlage für diese Arbeit bilden.

Bevor die eigentlichen Messreihen an mit Tritium beaufschlagten Proben stattfanden, wurden zunächst zwei bereits beschädigte eingeschweißte Fenster mit dem DIC-Mikroskop am Fusionsmateriallabor untersucht. In Abbildung 2.18 ist ein Bild der Beschädigung gezeigt, welches während der Voruntersuchung mittels DIC-Mikroskop aufgenommen wurde. Die Voruntersuchung war notwendig, um einen Überblick über den bereits entstanden Schaden zu erhalten, bevor eine weitere Tritiumbeaufschlagung der beschädigten Fenster erfolgte. Des Weiteren diente eine solche Voruntersuchung dazu, charakteristische Merkmale der Beschädigung zu erkennen. Dieses Wissen konnte dazu genutzt werden, bei einer erneuten Untersuchung der Proben nach einer Tritiumbeaufschlagung eine Beschädigung zu identifizieren.

Nach einer Tritiumbeaufschlagung der Proben in Probenbehälter I von ca. 17 Tagen



Abbildung 2.18: Ergebnisse der Voruntersuchung bereits beschädigter eingeschweißter Fenster mit dem DIC-Mikroskop. Bei dem hier untersuchten Fenster handelt es sich um ein eingeschweißtes Fenster, welches eine Breitbandantireflexionsbeschichtung besitzt. Links ist eine Übersichtsaufnahme des gesamten eingeschweißten Fensters gezeigt. Die Beschädigungen sind hier als dunkle, oftmals runde Flecken erkennbar. Die helle Färbung direkt um den Rand resultiert daraus, dass die Beschichtungen nicht bis an den Rand hinreichen. Auffällig ist auch, dass die Beschädigungen zum Rand hin zunehmen. In dem rechten Bild ist eine Detailansicht der Beschädigung gezeigt. Die hier gezeigten Beschädigungen sind meist annähernd rund und haben einen helleren Punkt in deren Mitte. Ausgehend von der Mitte der Beschädigung bilden sich Ringe mit unterschiedlichen Färbungen (Abbildung aus [Sch11]).

wurden erste Untersuchungen der Proben vorgenommen [Sch11]. Das Tritiumgasgemisch, das zur Beaufschlagung der Proben verwendet wurde, wies eine Reinheit von mindestens 95% auf. Der Partialdruck innerhalb des Probenbehälters lag bei 185 mbar. Es erfolgt eine kurze Zusammenfassung der ersten Messergebnisse. Eine detailliertere Beschreibung der Messergebnisse kann in [Sch11] nachgelesen werden

Ergebnisse der ersten Untersuchungen der neuen, unbeschädigten Proben mittels optischen Mikroskops

Durch eine Oberflächenuntersuchung der Proben, die mit Hilfe des optischen Mikroskops durchgeführt wurden, wurden keine Anzeichen für eine Beschädigung festgestellt. Das bedeutet jedoch nicht, dass bei keiner der Proben eine Beschädigung aufgetreten ist. Die Beschädigungen waren nach einer Tritiumbeaufschlagung der Proben von 17 Tagen lediglich zu klein, um mit dem optischen Mikroskop erkannt zu werden [Sch11].

Ergebnisse der ersten Untersuchungen der neuen, unbeschädigten Proben mittels DIC-Mikroskop

Bei ersten Untersuchungen mittels DIC-Mikroskop nach einer Tritiumbeaufschlagung der Proben von 17 Tagen konnte eine hellere Färbung am Rand der Proben beobachtet werden. Wie durch die Voruntersuchung bereits festgestellt, liegt dies daran, dass die

Beschichtung der Proben nicht bis zum Rand hinreicht. Mit Hilfe des DIC-Mikroskops können Strukturen erfasst werden, die eine Größe von weniger als 10 μ m besitzen. So wurden auf den Proben befindliche Staubpartikel, Verschmutzungen, Kratzer oder sogar Wassertröpfchen identifiziert, die sich aufgrund der Handhabung der Proben innerhalb einer Handschuhbox auf den Proben angesammelt haben [Sch11].

Bei Betrachtung der einzelnen Proben mittels DIC-Mikroskop ist besonders die poröse Struktur der Probe I5 aufgefallen, die links in Abbildung 2.19 gezeigt ist. Hierbei handelt es sich um die Probe, die mittels Sol-Gel-Verfahren beschichtet wurde. Aufgrund der porösen Struktur der Beschichtung und der Verschmutzungen, die sich zwischen den Strukturen abgelagert haben, ist es schwieriger eine Beschädigung eindeutig zu identifizieren. Rechts in Abbildung 2.19 ist eine vergrößerte Aufnahme der Probenoberfläche I5 gezeigt. Aufgrund der charakteristischen Struktur einer Beschädigung, die sich ausgehend von einem Punkt zu einem meist runden Fleck auszubreiten scheint, können die mit Pfeilen angezeigten Stellen auf eine Beschädigung hinweisen [Sch11].

In Abbildung 2.20 ist eine DIC-Aufnahme der Probe I4 gezeigt, welche mittels Elektronenstrahldeposition beschichtet wurde. Nach einer Tritiumbeaufschlagung von 17 Tagen ist bereits eindeutig eine Beschädigung zu erkennen. Hierbei handelt es sich nicht um eine einzelne Beschädigung. Die Beschädigungen sind auf der gesamten Probenoberfläche verstreut [Sch11].

Bei den anderen vier nicht eingeschweißten Probentypen sind nach einer Tritiumbeaufschlagung von 17 Tagen keine Beschädigungen mittels des DIC-Mikroskops erkennbar. Dennoch ist es möglich, dass Beschädigungen existieren. Um eine Beschädigung mittels DIC-Mikroskop nachweisen zu können, müssen sie eine Mindestgröße von wenigen Mikrometern besitzen.



Abbildung 2.19: Erste DIC-Aufnahme der mittels Sol-Gel-Verfahren beschichteten Probe I5 nach Tritiumbeaufschlagung. Links ist der Randbereich der Probe I5 dargestellt. Auffällig ist hier die poröse Struktur dieser Beschichtung. Zudem sind auch Schmutzpartikel erkennbar, die sich auf der Oberfläche angesammelt haben. Rechts ist eine vergrößerte Aufnahme der Probe I5 dargestellt. Die mit Pfeilen angezeigten Stellen weisen die charakteristische Struktur einer Beschädigung auf, die sich ausgehend von einem Punkt zu einem meist runden Fleck ausbreitet. Dies könnten Anzeichen für eine mögliche Beschädigung sein (nach [Sch11]).



Abbildung 2.20: Erste DIC-Messung der mittels EBD-Verfahren beschichteten Probe I4 nach Tritiumbeaufschlagung. Links in der Abbildung ist zu erkennen, dass sich die Beschädigungen bereits nach einer Tritiumbeaufschlagung von 17 Tagen über die gesamte Probe erstreckt. Rechts ist eine Vergrößerung einer einzelnen Beschädigung gezeigt. Die Beschädigung weist die charakteristische Struktur der bereits beobachteten Beschädigungen auf. Ausgehend von einem Punkte in der Mitte erstreckt sich die Beschädigung zu einem runden Fleck (nach [Sch11]).

Ergebnisse der ersten Untersuchungen der Proben mittels TR-Messungen

An dieser Stelle ist zunächst zu erwähnen, dass im Falle der TR-Messungen es nicht immer eindeutig möglich war, eine Aussage darüber zu treffen, ob die zu untersuchende Probe eine Beschädigung aufweist. Bereits hier zeigten sich relativ große Schwankungen der Messergebnisse von über 50% nach mehrmaliger Wiederholung einer Messung. Da die wiederholten Messungen ohne Veränderung der äußeren Bedingungen durchgeführt wurden, dürfen solche Schwankungen nicht auftreten [Sch11]. Dies ist bereits ein Hinweis darauf, dass es mit dem aktuellen Versuchsaufbau nicht möglich ist, Messungen reproduzierbar durchzuführen. Die Notwendigkeit von reproduzierbaren TR-Messungen, die die Grundlage dieser Arbeit bildet, wird in Abschnitt 2.4 noch genauer behandelt werden.

Bei Probe I6 handelt es sich um die unbeschichtete Probe. Eine Untersuchung dieser Probe mittels TR-Messungen ergab kein Anzeichen einer Beschädigung [Sch11].

Lediglich bei Probe I4 (EBD) konnte eine eindeutige Beschädigung mittels TR-Messungen nachgewiesen werden [Sch11]. Als Bespiel ist in Abbildung 2.21 eine graphische Darstellung der Messwerte einer Messung vor und nach Tritiumbeaufschlagung der Probe gezeigt. Die hier dargestellten Messergebnisse stammen von einer Transmissionsmessung. Es handelt sich also um das Verhältnis der Photodiodenspannungen M-PD/T-PD. Zur Bestrahlung der Proben wurde die Laserdiode 2 (593,5 nm) verwendet. Links in der Abbildung sind die Messwerte vor und rechts in der Abbildung die Messwerte nach Tritiumbeaufschlagung der Probe dargestellt. Bei dieser Messung lag der Mittelwert von allen Messwerten vor Tritiumbeaufschlagung der Probe bei ca. 16,8 und nach Tritiumbeaufschlagung bei ca. 18,5. Da das Verhältnis der Photodiodenspannungen M-PD/T-PD betrachtet wird, bedeutet ein höherer Mittelwert ein Sinken des Tansmissionskoeffizienten. Dies ist auch in Abbildung 2.21 erkennbar. Dies beweist somit eine



Abbildung 2.21: Graphische Darstellung der Messergebnisse aus einer Transmissionsmessung mit Laserdiode 2 vor und nach Tritiumbeaufschlagung der Probe I4 (EBD). Links in der Abbildung sind die Messergebnisse einer Messung vor Tritiumbeaufschlagung der Probe dargestellt. Die Messergebnisse rechts entstammen einer Messung nach Tritiumbeaufschlagung der Probe. Hier ist ein deutliches Absinken des Transmissionskoeffizienten zu erkennen [Sch11].

Änderung der optischen Eigenschaften der Probe, was auf eine Beschädigung hinweist [Sch11].

Die TR-Messungen, die an den Proben I1, I2, I3 und I5 durchgeführt wurden, lieferten keine eindeutigen Ergebnisse. Aufgrund dessen ist es nicht möglich, eine Aussage darüber zu treffen, ob nach einer 17-tägigen Beaufschlagung der Proben mit Tritium, bereits eine Beschädigung aufgetreten ist [Sch11].

2.4 Notwendigkeit von systematischen Untersuchungen zur Verbesserung der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit

Wie in Kapitel 2.3 erwähnt, war es auf Grundlage der TR-Messungen bei vier von sechs Proben nicht möglich, eine Aussage darüber zu treffen, ob eine Beschädigung vorliegt. Die Ursache hierfür liegt in den hohen Schwankungen der Messergebnisse von über 50% bei hintereinander ausgeführten TR-Messungen ohne Veränderung der Bedingungen. Aufgrund dieser Schwankungen ist es nicht möglich, eine Messung reproduzierbar auszuführen.

Für COATEX ist es jedoch von entscheidender Bedeutung, dass Messungen reproduzierbar durchgeführt werden können, da das Messprinzip von COATEX auf dem Vergleich von zwei Messungen beruht, welche vor und nach Tritiumbeaufschlagung Proben durchgeführt wurden. Eine Änderung des Reflexions- bzw. des Transmissionskoeffizienten würde hierbei auf eine Beschädigung der Proben hindeuten. Für den Fall, dass die Messungen nicht reproduzierbar durchgeführt werden können, kann dies zu Fehlinterpretationen der Messergebnisse führen. Dies hätte zur Folge, dass möglicherweise eine Beschichtung aufgrund einer Fehlinterpretation der Messergebnisse als potentielle Beschichtung für die Fenster der LARA-Zelle ausgeschlossen wird, obwohl tatsächlich noch keine Anzeichen für eine Beschädigung gegeben sind. Des Weiteren würde ein gehäuftes Auftreten dieser Schwankungen dazu führen, dass irgendwann jede getestete Probe nach Grundlage der TR-Messungen eine Veränderung ihrer optischen Eigenschaften aufweist. Es wäre unmöglich, eine Aussage darüber zu treffen, ob die Veränderung der optischen Eigenschaften der Proben auf das Anzeichen eine Beschädigung zurückzuführen ist, oder eine ganz andere Ursache zugrunde liegt. Zum besseren Verständnis der TR-Messungen ist es also zwingend notwendig, eine Charakterisierung von COATEX vorzunehmen.

Ziel dieser Arbeit sind systematische Untersuchungen, die zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit und der Langzeitstabilität des TR-Aufbaus führen sollen. In Kapitel 3 werden zunächst verschiedene Arbeiten vorgestellt, die zur Untersuchung der Langzeitstabilität von COATEX dienten. Des Weiteren werden durchgeführte Maßnahmen beschrieben, die eine Verbesserung der Langzeitstabilität ergaben. In Kapitel 4 wird das Problem der Reproduzierbarkeit ausführlich diskutiert. Es werden Lösungen aufgezeigt, die zu einer Verbesserung der Reproduzierbarkeit führen. Im Rahmen dieses Kapitels wird auch der Begriff der mechanischen Stabilität und dessen Bedeutung für COATEX erläutert. In Kapitel 5 wird schließlich ein verbesserter Versuchsaufbau von COATEX vorgestellt. Mit diesem Versuchsaufbau soll eine deutliche Verbesserung der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit erreicht werden. 40 Kapitel 2. Überblick über das Coating Test Experiment und bisherige Messungen

Kapitel 3

Untersuchung und Verbesserung der Langzeitstabilität von COATEX

Im vorherigen Kapitel wurde bereits erwähnt, dass es anhand der TR-Messungen nicht immer möglich war, eine eindeutige Aussage darüber zu treffen, ob eine Beschädigung der Proben vorliegt. Ursache hierfür waren Schwankungen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen von über 50% bei hintereinander ausgeführten Messungen. Daher wurde in diesem Zusammenhang die Notwendigkeit diskutiert, Messungen reproduzierbar ausführen zu können. Um dies zu gewährleisten, ist vor allem eine Langzeitstabilität der Reflexions-/Transmissionsmessungen zwingend erforderlich.

Mit Hilfe von Langzeitmessungen soll die Stabilität der COATEX-Messungen überprüft werden. Im Rahmen dieser Arbeit werden jedoch Langzeitschwankungen beobachtet. In diesem Kapitel werden daher mögliche Gründe für das Auftreten der Langzeitschwankungen diskutiert. Zu diesen möglichen Gründen zählen eine inkonstante Polarisation des Laserstrahls, elektrisches Rauschen auf den Photodiodenspannungen, eine Temperaturabhängigkeit des Verstärkers sowie eine Temperatursensitivität der Photodioden. Mittels verschiedener systematischer Untersuchungen wird überprüft, ob diese Aspekte tatsächlich für das Auftreten der Langzeitschwankungen verantwortlich sind. Zusätzlich werden Änderungen des TR-Aufbaus beschrieben, die zu einer Verbesserung der Langzeitstabilität führen.

3.1 Beobachtung von Langzeitschwankungen bei Testmessungen mit Referenzproben

Systematische Untersuchungen sollen zur Charakterisierung von COATEX dienen. Dazu ist es notwendig, Referenzproben zu verwenden, deren Transmissions- und Reflexionseigenschaften bekannt sind. In diesem Abschnitt wird zunächst ein Überblick über die für COATEX verwendeten Referenzproben und deren Eigenschaften gegeben. Des Weiteren wird die Durchführung erster Test- und Langzeitmessungen beschrieben, bei denen Langzeitschwankungen beobachtet wurden.

3.1.1 Überblick über die Referenzproben und ihre Eigenschaften

Bei den insgesamt drei verschiedenen Referenzproben handelt es sich um reflektierende Graufilter der Firma THORLABS [THO13a]. In Abbildung 3.1 ist eine Fotografie der drei reflektierenden Graufilter gezeigt und in Tabelle 3.1 sind die Eigenschaften der Filter zusammengefasst. Die Transmissions- und Reflexionsspektren dieser Filter sind in Anhang A zu finden.

3.1.2 Durchführung erster Langzeitmessungen mit den Referenzproben

Während erster Testmessungen mit den Referenzproben, welche innerhalb eines Zeitraums von ca. 160 min stattfanden, wurde ein Anstieg des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen um ca. 20,9% beobachtet. Gleichzeitig wurde ein Temperaturanstieg von 0,4 K innerhalb des Gehäuses gemessen, in dem der Versuchsaufbau sich befindet. Die Anfangstemperatur betrug hierbei 23,6°C. Dadurch besteht die Vermutung, dass möglicherweise ein Zusammenhang zwischen der Temperatur und dem gemessenen Verhältnis der Photodiodenspannungen besteht. Genaueres zur Vorgehensweise bei der Durchführung dieser ersten Testmessungen und die dazugehörigen Messergebnisse können in Anhang B nachgelesen werden. Um zu überprüfen, ob tatsächlich ein Zusammenhang zwischen der Temperatur und dem gemessenen Verhältnis der Photodiodenspannungen besteht, wurde eine Langzeitmessung über einen Zeitraum von ca. vier Tagen durchgeführt. Das Ziel der Langzeitmessung bestand darin, das Verhalten



Abbildung 3.1: Fotografie der verschiedenen reflektierenden Graufilter. Die drei verschiedenen reflektierenden Graufilter weisen abhängig von ihrer optischen Dichte unterschiedliche Transmissions- und Reflexionseigenschaften auf (NDOD: ND steht für die neutrale Dichte und OD steht für die optische Dichte). Die jeweilige angegebene optische Dichte der Filter gilt bei einfallendem Licht mit einer Wellenlänge von 633 nm. Die Transmission ergibt sich aus T = 10^{-OD} [THO13a].

Reflektierende Graufilter	NDxxB	
Substrat	N-BK7 Glas	
Durchmesser (mm)	$25,0 \ ^{+0,0}_{-0,5}$	
Dicke (mm)	$1,0\pm0,25$	
freie Apertur (%)	90 (Außendurchmesser)	
Oberflächengenauigkeit	$< 5 \ \lambda$	
Oberflächenqualität	40-20 Scrach-Dig	
Parallelität (arcmin)	< 3	

Tabelle 3.1: Überblick über die Eigenschaften der verwendeten reflektierenden Graufilter NDxxB [THO13a].

der Messwerte ohne Veränderung der äußeren Bedingungen zu überprüfen. Daher wurde die Langzeitmessung auch ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit durchgeführt. Dies bedeutet, dass im Laufe der Messung kein Abrastern der Probe durch den Laserstrahl stattfand. Stattdessen wurde ein beliebig gewählter, aber fixer Punkt der Probe durch das Laserlicht bestrahlt. Die Messung wurde dadurch über vier Tage an ein und demselben Punkt der Referenzprobe durchgeführt. In Abbildung 3.2 sind die Ergebnisse der ersten Langzeitmessung dargestellt. Anhand der Abbildung sind maximale Langzeitschwankungen von bis zu 14,4% des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen zu erkennen. Die maximalen Schwankungen werden hierbei berechnet, indem die Differenz zwischen dem höchsten Messwert m_h und dem niedrigsten Messwert m_n berechnet wird und anschließend das Verhältnis aus dieser Differenz und dem Mittelwert aus m_h und m_n gebildet wird. Insgesamt schwanken die Werte des Verhältnisses der Photodiodenspannungen jedoch mit maximal 7,8% Abweichung um einen Mittelwert von ca. 2,5. Beim Vergleich des Temperaturverlaufs mit dem Verlauf des Spannungsverhältnisses ist jedoch keine Korrelation erkennbar. Um dies nochmals zu überprüfen, wurde das Verhältnis der Photodiodenspannungen zusätzlich als Funktion der Temperatur betrachtet. Hierbei war jedoch ebenfalls keine Korrelation erkennbar. Die Vermutung, dass die beobachteten Schwankungen auf Temperaturschwankungen zurückzuführen sind, kann anhand dieser Messung somit nicht bestätigt werden.

Im Rahmen der Ursachensuche fand dennoch eine Überprüfung der Komponenten des TR-Aufbaus auf eine Temperaturabhängigkeit statt. Des Weiteren wurden Aspekte wie z.B. elektrisches Rauschen auf den Spannungssignalen oder eine inkonstante Polarisation des Laserstrahls als mögliche Ursache für das Auftreten der Langzeitschwankungen in Betracht gezogen. Eine detaillierte Beschreibung der verschiedenen Untersuchungen sowie eine Diskussion der Ergebnisse folgen im nächsten Abschnitt.

3.2 Systematische Untersuchungen zur Verbesserung der Langzeitstabilität von COATEX

Während erster Langzeitmessung mit Referenzproben wurden maximale Schwankungen



Abbildung 3.2: Schwankungen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen während einer Langzeitmessung über einen Zeitraum von ca vier Tagen. Bei der durchgeführten Reflexionsmessung wurde die Referenzprobe ND1.0, welche eine Transmission von ca. 10 % aufweist, durch die Laserdiode 2 bestrahlt. Am Photodiodenvorverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Die Messung fand ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit statt. Somit wurde das reflektierte Licht eines beliebig gewählten, aber fixen Punktes der Referenzprobe gemessen.

Ursachen nacheinander ausführlich diskutiert und es wird überprüft, ob das Auftreten

3.2.1 Untersuchung der Polarisation des Laserstrahls

der Langzeitschwankungen auf einen dieser Aspekte zurückzuführen ist.

Eine inkonstante Polarisation des Laserstrahls ist einer der möglichen Gründe für das Auftreten der Langzeitschwankungen. Daher wird zur Erzeugung einer konstanten Polarisation ein Polarisationsfilter in den TR-Aufbau integriert. Eine weitere Langzeitmessung mit dem optimierten System soll zeigen, ob der Einbau eines Polarisationsfilters zu einer Verbesserung der Langzeitstabilität führt.

3.2.1.1 Einfluss einer inkonstanten Polarisation des Laserstrahls auf das Messergebnis

Bei der Laserdiode 1 (532 nm) wird die Lasermode TEM00 verwendet und bei die Laserdiode 2 (593,5 nm) eine Mode nahe der TEM00-Mode (siehe auch Datenblätter der Laserdioden [Roia, Roib, Roic]). TEMxy steht hierbei für eine transversal elektrische und magnetische Mode [Mes04]. Es wird angenommen, dass der Laserstrahl der Laserdioden näherungsweise linear polarisiert ist. Steht die elektrische Komponente hierbei parallel zur Einfallsebene ($E_y = E_z = 0$), spricht man von p-Polarisation. Im Gegensatz dazu steht bei s-Polarisation die elektrische Komponente senkrecht zur Einfallsebene ($E_x = 0$) [Kul10]. Da die Polarisation des Laserlichts jedoch nicht genau bekannt ist, setzt sich die Polarisation des Laserstrahls wahrscheinlich aus einem Anteil aus s- und einem Anteil aus p-Polarisation zusammen.

Durch einen plötzlich auftretenden Modensprung kann eine Polarisationsänderung des Laserlichts hervorgerufen werden. Dies führt ebenfalls sowohl zu einer Änderung des Anteils des Laserlichts das s-polarisiert ist als auch zu einer Änderung des Anteils des Laserlichts das p-polarisiert ist. Die Transmissionskurven der beiden Strahlteiler vom Typ CM1-BS013 und CM1-BS014 der Firma THORLABS [THO13b] sind jeweils für pund s-Polarisation verschieden (siehe Anhang C). Dies bedeutet, dass das Teilungsverhältnis des Strahlteilers von der Polarisation des Laserlichts abhängig ist. Eine durch einen Modensprung hervorgerufene Polarisationsänderung würde demnach zu einer Änderung des Anteils des Laserlichts führen, welcher durch den Strahlteiler transmittiert wird. Dies hätte wiederum eine Änderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen zur Folge. Somit könnte eine inkonstante Polarisation des Laserstrahls zu dem Auftreten der Langzeitschwankungen beitragen. Des Weiteren ist mit einer Polarisationsänderung immer auch eine Intensitätsänderung des Laserstrahls verbunden. Um jedoch ein Ergebnis zu erhalten, welches von den Schwankungen der Laserleistung unabhängig ist, wird jeweils das Verhältnis der Photodiodenspannungen betrachtet. Somit hat eine Intensitätsänderung des Laserstrahls keinen Einfluss auf die Messergebnisse.

3.2.1.2 Einbau eines Polarisationsfilters zur Erzeugung einer konstanten Polarisation

Da das Teilungsverhältnis des Strahlteilers von der Polarisation des Laserlichts abhängig ist, wird zur Erzeugung einer konstanten Polarisation ein Polarisationsfilter in den TR-Aufbau integriert (siehe Abbildung 3.3). Der Effekt einer Änderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen infolge eines auftretenden Modensprung und der damit verbundenen Polarisationsänderung, sollte somit durch den Einbau eines Polarisationsfilters vermieden werden.

Aufgrund der in Kapitel 2.2 beschriebenen Verwendung von verschiedenen Laserdioden mit unterschiedlichen Wellenlängen wird dementsprechend ein Polarisationsfilter benötigt, der für die jeweilige Wellenlänge der Laserdioden geeignet ist. Aufgrund der sehr unterschiedlichen Wellenlängen wurde entschieden, einen Polarisationsfilter für die Laserdiode 1 (532 nm) und die Laserdiode 2 (593,5 nm) zu verwenden und einen für die Laserdiode 3 (1064 nm). Im Falle der Laserdioden 1 und 2 fiel die Entscheidung auf einen Polarisationsfilter der Firma THORLABS vom Typ LPVISE100-A, welcher auf einen Wellenlängenbereich von 400 – 700 nm optimiert ist [THO13c]. Für die Laserdiode 3 wurde ein Polarisationsfilter der Firma Edmund Optics gewählt (NT48-888), welcher für einen Wellenlängenbereich von 1000 – 2000 nm geeignet ist [Edm13]. Die Eigenschaften der beiden Polarisationsfilter sind in Tabelle 3.2 zusammengefasst.

In Abbildung 3.4 ist schematisch der Versuchsaufbau mit eingebautem Polarisationsfilter gezeigt. Der Polarisationsfilter befindet sind in einer Rotationshalterung der Firma THORLABS vom Typ CRM1/M [THO13d]. Mit Hilfe dieser Rotationshalterung ist es möglich, manuell verschiedene Winkeleinstellungen an dem Polarisationsfilter vorzunehmen. Der Winkel kann hierbei auf 1° genau eingestellt werden. Abhängig von diesem eingestellten Winkel wird jeweils eine andere Polarisationsrichtung des Laser-



Abbildung 3.3: Funktionsweise eines Polarisationsfilters. Das Prinzip des Polarisationsfilters beruht auf Dichroismus. Fällt unpolarisiertes Licht auf den Polarisationsfilter, so wird durch die dichroitische Beschichtung, die auf dem Polarisationsfilter angebracht ist, nur eine bestimmte Polarisationsrichtung durchgelassen. Der restliche Anteil wird durch den Polarisationsfilter absorbiert. Somit entsteht Licht, welches nahezu nur eine Polarisationsrichtung aufweist (eigene Darstellung nach [THO13c]).

Polarisationsfilter	LPVISE100-A [THO13c]	NT48-888 [Edm13]
Wellenlänge (nm)	400 - 700	1000-2000
Abschwächungsrate	> 5000:1	> 1000:1
Durchmesser (mm)	$25,4 \ ^{+0}_{-0,1}$	$25 \ ^{+0}_{-0,2}$
Dicke (mm)	$3,5\pm0,1$	$0.2\pm0,\!2$
Substrate	N-BK7	B270
Transmission (%)	72 - 77	33

Tabelle 3.2: Eigenschaften der verwendeten Polarisationsfilter.



Abbildung 3.4: Schematische Darstellung des TR-Aufbaus mit eingebautem Polarisationsfilter. Der Polarisationsfilter wurde mit Hilfe von Haltestangen direkt an dem Strahlteiler befestigt.

lichts durchgelassen. Der Polarisationsfilter wurde direkt an den jeweiligen Strahlteiler mit Hilfe von Haltestangen vom Typ ER1 der Firma THORLABS montiert [THO13e].

3.2.1.3 Experimentelle Bestimmung der optimalen Winkeleinstellung für den Polarisationsfilters

Die Intensität des Laserstrahls hängt von der vom Polarisationsfilter durchgelassenen Polarisationsrichtung ab. Die Winkeleinstellung an der Rotationshalterung, in der der Polarisationsfilter eingefasst ist, soll so gewählt werden, dass die Intensität des transmittierten Laserlichts möglichst hoch ist. Das Erreichen einer möglichst hohen Intensität ist insofern von Bedeutung, damit bei Verwendung einer Probe mit einem großen Transmissionskoeffizienten es dennoch möglich ist, den reflektierten Anteil des Laserstrahls mit der Reflexionsphotodiode zu detektieren. Nach Wahl geeigneter Winkeleinstellungen, sollen diese Winkel auf den jeweiligen Rotationshalterungen fest eingestellt werden.

Die experimentelle Bestimmung der optimalen Winkel erfolgt dementsprechend über eine Aufzeichnung des von der Monitorphotodiode detektierten Signals bei verschiedenen Winkeleinstellungen des Polarisationsfilters. Die Einstellung der Winkel wird manuell von 0° bis 180° in 10°-Schritten vorgenommen. Insgesamt werden drei solcher Messungen vorgenommen die jeweils unter Verwendung einer anderen Laserdiode durchgeführt werden. In Abbildung 3.5 ist jeweils die Monitorphotodiodenspannung als Funktion des eingestellten Winkels gezeigt. Aufgrund dieser Messergebnisse wurde für den Polarisationsfilter, welcher auf eine Wellenlänge von 400 – 700 nm optimiert ist, als Kompromiss ein Winkel von 110° gewählt. Für den Polarisationsfilter, welcher auf eine Wellenlänge von 400 – 700 nm optimiert ist, als Kompromiss ein Winkel von 110° gewählt. Für den Polarisationsfilter, welcher auf eine Wellenlänge von 400 – 700 nm optimiert ist, als Kompromiss ein Winkel von 110° gewählt. Für den Polarisationsfilter, welcher auf eine Wellenlänge von 400 – 700 nm optimiert ist, als Kompromiss ein Winkel von 110° gewählt. Für den Polarisationsfilter, welcher auf eine Wellenlänge von 1000 – 2000 nm optimiert ist, wurde eine Winkeleinstellung von 120° gewählt. Des Weiteren ist zu erwähnen, dass der Spannungsverlauf bei allen drei Schaubildern annähernd sin²-förmig ist. Dies deutet darauf hin, dass bei allen drei Laserdioden eine nahezu lineare Polarisation des Laserlichts vorliegt.

3.2.1.4 Wiederholung der Langzeitmessung bei eingebautem Polarisationsfilter

Um zu überprüfen, ob der Einbau eines Polarisationsfilters tatsächlich zu einer Reduktion der Langzeitschwankungen führt, wurde erneut eine Langzeitmessung über einen Zeitraum von ca. fünf Tagen bei eingebautem Polarisationsfilter durchgeführt.

In Abbildung 3.6 ist das gemessene Verhältnis der Photodiodenspannungen als Funktion der Zeit dargestellt. Die maximale Schwankung beträgt hier 20%. Insgesamt schwanken die Werte des Verhältnisses der Photodiodenspannungen jedoch mit maximal 10,3% Abweichung um einen Mittelwert von ca. 5,5. Vor Einbau des Polarisationsfilters wurden maximale Langzeitschwankungen von bis zu 14,4% beobachtet. Die maximale Abweichung vom Mittelwert der Messwerte, welcher bei ca. 2,5 lag, betrug 7,8%. Anhand dieser Messung kann somit keine Reduktion der Langzeitschwankungen festgestellt werden. Die Schwankungen bei dieser Messung sind sogar noch höher. Der Effekt einer Veränderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen, hervorgerufen durch eine Polarisationsänderung des Laserstrahls aufgrund eines aufgetretenen Modensprungs, ist möglicherweise im Vergleich zu den noch bestehenden Langzeitschwankungen zu klein, um hier beobachtet zu werden. Der Einbau eines Polarisationsfilters war jedoch zur Erzeugung einer konstanten Polarisation des Laserstrahls von Bedeutung.



Abbildung 3.5: Monitorphotodiodenspannung bei verschiedenen Winkeleinstellungen des Polarisationsfilters und verschiedenen Laserdioden. Für die jeweilige Winkeleinstellung des Polarisationsfilters bei der ein Spannungsmaximum vorliegt ist die Intensität des Laserlichts, welches durch den Polarisationsfilter transmittiert wird, am höchsten. Dies wäre somit die optimale Winkeleinstellung für den Polarisationsfilter. Da für das Laserlicht der Laserdioden 1 und 2 jedoch derselbe Polarisationsfilter verwendet wird und ein Drehen der Laserdioden nicht möglich ist, ist es nötig, einen Winkel zwischen den beiden Winkeln von 140° und 80° zu wählen, bei denen jeweils ein Spannungsmaximum gemessen wurde. Als Kompromiss wird daher ein Winkel von 110° gewählt. Die Spannungsmessung unter Verwendung der Laserdiode 3 ergab ein Spannungsmaximum bei einer Winkeleinstellung von 120°.



Abbildung 3.6: Schwankungen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen während einer Langzeitmessung über einen Zeitraum von ca. fünf Tagen bei eingebautem Polarisationsfilter. Bei der durchgeführten Reflexionsmessung wurde die Referenzprobe ND1.0, welche eine Transmission von 10 % aufweist, durch die Laserdiode 2 bestrahlt. Entsprechend der Wellenlänge des Laserlichts von 593,5 nm wurde der auf einen Wellenlängenbereich von 400 – 700 nm optimierte Polarisationsfilter (Winkeleinstellung bei 110°) verwendet. Am Photodiodenvorverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Die Messung fand ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit statt. Somit wurde das reflektierte Licht eines beliebig gewählten, aber fixen Punktes der Referenzprobe gemessen.

Des Weiteren ist auffällig, dass, im Vergleich zu den Messwerten der Langzeitmessung ohne Polarisationsfilter, eine Änderung der Absolutwerte des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannugen stattgefunden hat. Bei der Messung ohne Polarisationsfilter betrug der Mittelwert des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen ca. 2,5. Bei der Messung mit eingebautem Polfilter liegt der Mittelwert bei ca. 5,5. Diese Änderung der Absolutwerte ist entweder auf den Polarisationsfilter zurückzuführen oder durch eine Änderung des Strahlengangs infolge der verwendeten magnetischen Halterungen hervorgerufen worden, mit Hilfe derer die Laserdiode, der Spiegel, der Strahlteiler und die Probe auf der Grundplatte des TR-Aufbaus bzw. auf der Verschiebeeinheit positioniert werden können (siehe hierzu auch Kapitel 4).

3.2.2 Überprüfung der Photodiodenspannungen auf elektrisches Rauschen

Eine weitere mögliche Ursache für das Auftreten der Langzeitschwankungen ist elektrisches Rauschen auf den Photodiodenspannungen. Um die Photodiodenspannungen auf elektrisches Rauschen zu überprüfen, wurde mit Hilfe eines Oszilloskops über einen Zeitraum von einer Sekunde die Monitorphotodiodenspannung aufgezeichnet. Anschließend wurde diese Spannung als Funktion der Zeit aufgetragen (siehe Abbildung 3.7). Anhand dieses Schaubildes ist zu erkennen, dass der mittlere Spannungswert etwa 0,2 V beträgt. Das hochfrequente Rauschen hingegen befindet sich in einem Bereich von $\pm 0,35$ V. Somit ist das Rauschen größer als die mittlere gemessene Spannung. Daher können die



Abbildung 3.7: Hochfrequentes Rauschen auf der Monitorphotodiodenspannung. Bei der durchgeführten Messung handelt es sich um eine Reflexionsmessung bei Bestrahlung der Referenzprobe ND1.0 durch das Laserlicht der Laserdiode 1. Des Weiteren wurde die Verstärkung 1 am Photodiodenverstärker eingestellt. Die Probenposition wurde beliebig, aber fix gewählt.

beobachteten Langzeitschwankungen möglicherweise auf das Rauschen auf den Photodiodenspannungen zurückgeführt werden. Um jedoch den Einfluss des Rauschens auf das gemessene Verhältnis der Photodiodenspannungen reduzieren zu können, muss zunächst die Ursache für dieses Rauschen gefunden werden. Möglicherweise kann das Rauschen auf den Photodiodenspannungen auf verschiedene Bauteile von COATEX zurückgeführt werden, die selbst ein hochfrequentes Rauschen aufweisen und dieses weiter auf die Photodiodenspannungen übertragen. Daher wird zunächst der Photodiodenverstärker und im Anschluss daran die Spannungsversorgung der Laserdioden auf elektrisches Rauschen überprüft.

3.2.2.1 Untersuchung des Photodiodenverstärkers auf elektrisches Rauschen

Die Verstärkung der Photodiodenströme findet mit Hilfe eines Transimpedanzverstärkers statt [Sch11]. Gleichzeitig wird hierbei das Stromsignal in ein Spannungssignal umgewandelt. Wie bereits in 2.2.3 erwähnt, kann im Falle einer Reflexions- oder einer Transmissionsmessung für die Verstärkung des Photodiodenstroms zwischen zwei verschiedenen Verstärkungseinstellungen (5000 $\frac{V}{A}$ oder 100 000 $\frac{V}{A}$) gewählt werden. Im Gegensatz dazu, erfährt das Stromsignal der Monitorphotodiode eine feste Verstärkung von 2000 $\frac{V}{A}$.

Um den Verstärker auf Rauschen überprüfen zu können, wird anstelle der Photodioden eine externe Konstantstromquelle an die jeweiligen Eingänge des Verstärkers angeschlossen. Zuvor ist es jedoch notwendig, die verwendete Konstantstromquelle ebenfalls auf Rauschen zu überprüfen. Eine Testmessung zeigte, dass das Rauschen auf dem ausgegebenen Stromsignal der Konstantstromquelle weniger als $\pm 10^{-2}$ V betrug und somit vernachlässigbar ist. Näheres zur Durchführung dieser Testmessung kann in Anhang E nachgelesen werden. Der Verstärker weist drei verschiedene Eingangskanäle auf:

- Kanal IM für den Monitorphotodiodenstrom
- Kanal IR für den Reflexionsphotodiodenstrom
- Kanal IT für den Transmissionsphotodiodenstrom

Für eine experimentelle Untersuchung des Photodiodenverstärkers auf elektrisches Rauschen, wird die Konstantstromquelle anstelle der Photodioden nacheinander an die verschiedenen Eingangskanäle des Verstärkers angeschlossen. Anschließend werden verschiedene Ströme zwischen 0,002 mA und 0,2 mA eingestellt und jeweils die Ausgangsspannungen gemessen. Zur Datenerfassung wird ein Messprogramm verwendet, das bei jeder durchgeführte Messung 100 000 Spannungswerte erfasst. Die Dauer einer Messung beträgt jeweils 10 s. Des Weiteren werden gleichzeitig statistische Werte, wie z.B. der jeweilige Mittelwert M der jeweils 100 000 aufgenommen Spannungswerten und die dazugehörige Standardabweichung σ ermittelt.

Bei einem Transimpedanzwandler gilt die Beziehung [Dor08]

$$\mathbf{U} = -\mathbf{R} \cdot \mathbf{I}.\tag{3.1}$$

Daher ist bei steigender Stromstärke ein dazu proportionaler Spannungsanstieg zu erwarten.

In Abbildung 3.8 sind die mittleren gemessenen Ausgangsspannungen der verschiedenen Kanäle des Verstärkers jeweils als Funktion der eingestellten Stromstärke gezeigt. Aufgrund des zur Stromstärke erwarteten proportionalen Spannungsanstiegs wird für die einzelnen Messungen jeweils ein linearer Fit durchgeführt. Anhand des angegebenen R-Quadrates Wertes ist zu erkennen, dass die Datenpunkte alle sehr nahe an dem jeweiligen Fit liegen. Somit handelt es sich um einen zur Stromstärke proportionalen Spannungsverlauf. Diese Ergebnisse sind nahezu äquivalent zu den Ergebnissen einer bereits vor ca. einem halben Jahr stattgefundenen Linearitätsprüfung des Verstärkers, bei welcher ebenfalls die Ausgangsspannung bei verschiedenen Eingangsströmen aufgezeichnet wurde [Fis12].

Um schließlich eine Aussage über das elektrische Rauschen treffen zu können, werden die jeweils pro Messung aufgenommen 100 000 Spannungswerte als Funktion der Zeit betrachtet. In Abbildung 3.9 ist oben beispielhaft die Ausgangspannung des Verstärkers bei einer Eingangsstromstärke von 0,002 mA (Kanal IT) und bei der Verstärkereinstellung 2 (5000 $\frac{V}{A}$) gezeigt. Die mittlere Ausgangsspannung liegt hier bei 0,01 V. Dies wird entsprechend dem Ohmeschen Gesetz auch erwartet. Das Rauschen beträgt ca. ± 0.02 V. Bei Betrachtung der jeweiligen Spannungswerte der anderen Messungen, konnte festgestellt werden, dass das Rauschen meistens ebenfalls im Bereich von ca. ± 0.02 V liegt. Es handelt sich also um ein konstantes Rauschen. In Abbildung 3.9 ist unten ein Histogramm der Messwerte gezeigt. Bei der angepassten Verteilungsfunktion handelt es sich um eine Normalverteilung. Anhand des Schaubildes ist zu erkennen, dass die aufgenommenen Spannungswerte annähernd einer Normalverteilung entsprechen. Des Weiteren wird anhand dieses Schaubilds deutlich, dass die meisten gemessenen Spannungswerte im Bereich von 0,01 V liegen, also dem nach dem Ohmschen Gesetz erwarteten Spannungswert. Somitist ein durch den Photodiodenverstärker hervorgerufenes elektrisches Rauschen als Ursache für die beobachteten maximalen Langzeitschwankungen von bis zu 20% unwahrscheinlich.



Abbildung 3.8: Ausgangsspannung des Verstärkers bei verschiedenen Eingangsströmen zwischen 0,002 mA und 0,2 mA und unterschiedlichen Verstärkungseinstellungen. Nach Anschluss einer Konstantstromquelle an die verschiedenen Eingangskanäle des Verstärkers, wurde die Ausgangsspannung bei verschiedenen Strömen gemessen. Für den Fall, dass die Konstantstromquelle an dem Kanal für den Reflexions- oder den Transmissionsphotodiodenstrom angeschlossen war, wurde dementsprechend eine Reflexions- bzw. Transmissionsmessung für beide Verstärkungseinstellungen durchgeführt. Für eine bessere Darstellung der Messergebnisse wurde die Skala für die Stromstärke logarithmisch gewählt. Bei dem hier durchgeführten Fit handelt es sich um einen linearen Fit. Je näher der angepasste R-Quadrat-Wert bei 1 liegt, desto näher liegen die einzelnen Datenpunkte an dem Fit.



Abbildung 3.9: Ausgangsspannung des Verstärkers bei einem Eingangsstrom von 0,002 mA (Kanal IT) und der Verstärkereinstellung 2 bei einer Messzeit von 10 s. Im oberen Schaubild ist die Ausgangsspannung als Funktion der Zeit gezeigt. Im unteren Schaubild ist ein Histogramm der Spannungswerte zu sehen. Bei der an die Daten angepassten Funktion handelt es sich um eine Normalverteilung. Der jeweilige Fehler wurde hierbei berechnet, indem die Wurzel von der Anzahl gebildet wurde. Im Falle eines Fehlers mit dem Wert Null wurde dieser auf eins gesetzt. Der reduzierte Chi-Quadrat-Wert liegt hier bei 152,09. Ursache für diesen hohen Wert sind die Abweichungen der Datenpunkte von der angepassten Verteilungsfunktion auf der rechten Seite des Histogramms. Somit ist bei diesem Datensatz nicht von einer Normalverteilung auszugehen.

3.2.2.2 Untersuchung der Spannungsversorgung der Laserdiode auf elektrisches Rauschen

Zum Betrieb der Laserdiode 2 (593,5 nm) und der Laserdiode 3 (1064 nm) wird ein Netzteil der Firma ABB (CP-E 5/3.0) verwendet, welches eine Ausgangsspannung von 5 V aufweist [ABB13]. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass bei der Laserdiode 3 zusätzlich ein Laserdiodentreiber zum Einsatz kommt. Dieser konvertiert das 5 V Spannungssignal in ein 3 V Spannungssignal. Zum Betrieb der Laserdiode 1 (532 nm) wird ein Spannungsnetzteil verwendet, welches eine Ausgangsspannung von 3 V aufweist.

Aufgrund der elektrischen Verbindung von Laserdioden und Photodioden über den optischen Aufbau, könnte ein elektrisches Rauschen auf der Spannungsversorgung der Laserdioden ebenfalls zu einer Störung des Messsignals der Photodioden führen und somit die beobachteten Langzeitschwankungen verursachen. Daher wird zunächst mit Hilfe verschiedener Testmessungen das Rauschen auf den Photodiodenspannungen ermittelt. Die genaue Vorgehensweise bei der Durchführung dieser Messungen und die dazugehörigen Messergebnisse können in Anhang F nachgelesen werden. Die Testmessungen unter Verwendung der Laserdiode 1 ergaben ein Rauschen von 10 - 32 %. Im Gegensatz dazu ergaben die Testmessungen unter Verwendung der Laserdiode 2 ein Rauschen von 12 - 63 %.

Da das Rauschen auf den Photodiodenspannungen bei einer Messungen unter Verwendung der Laserdiode 2 wesentlich höher war als bei einer Messung unter Verwendung der Laserdiode 1, wurde die 5 V Spannung, die zum Betrieb der Laserdiode 2 benötigt wird, auf Rauschen überprüft.

Um die Ausgangsspannung des Netzteils auf elektrisches Rauschen zu überprüfen, wird diese mit Hilfe eines Oszilloskops betrachtet. Der abgelesene Spannungsmittelwert liegt wie erwartet bei 5 V. Des Weiteren kann ein periodisch auftretendes Rauschen beobachtet werden, das maximal ± 200 mV beträgt und eine Frequenz von 47,6 Hz aufweist. Weitere Untersuchungen zeigen, dass durch Zuleitungen, welche vom Netzteil zu den Laserdioden führen, eine zusätzliche Störung des Spannungssignals entsteht und dadurch das Rauschen auf ± 400 mV ansteigt.

Aufgrund dieser Ergebnisse wird die 5 V Spannung des Netzteils durch eine rauschärmere 5 V Festnetzspannung, des für COATEX verwendeten Labornetzteils, ersetzt.

Im Anschluss daran wird mit Hilfe einer Testmessung unter Verwendung der Laserdiode 2 erneut das Rauschen auf den Photodiodenspannungen ermittelt. Die Ergebnisse dieser Messung sind ebenfalls in Anhang F tabellarisch zusammengefasst. Insgesamt konnte durch ein Austausch des Netzteils das Rauschen auf den Photodiodenspannungen von 12 - 63% auf 2 - 39% reduziert werden. Die Höchstwerte von 86% bzw. 78% bei einer Transmissionsmessung unter Verwendung der Laserdiode 2 und der eingestellten Verstärkung 2 wurden aufgrund der Tatsache ausgeschlossen, dass die gemessenen Spannungswerte im Bereich des Rauschens des verwendeten Analog-Digital-Wandlers lagen. Des Weiteren ist noch zu erwähnen, dass das gemessene Rauschen auf den Photodiodenspannungen nach dem Netzteiltausch nur im Falle einer Reflexionsmessung unter Verwendung der Laserdiode 2 und einer eingestellten Verstärkung 2 bei 39% lag. Bei den restlichen Messungen betrug das Rauschen maximal 13%.

3.2.3 Untersuchung der Temperaturabhängigkeit des Verstärkers

Eine weitere mögliche Ursache für das Auftreten der Langzeitschwankungen ist die Temperaturabhängigkeit des Verstärkers. In diesem Fall würde eine Temperaturänderung zu einer Beeinflussung der vom Verstärker ausgegebenen Spannungssignale führen. Um zu überprüfen, ob ein Zusammenhang zwischen der Ausgangsspannung des Verstärkers und der Temperatur besteht, wird anstelle einer Photodiode die Konstantstromquelle, die bereits zur Untersuchung des Photodiodenverstärkers auf elektrisches Rauschen verwendet wurde, an den Verstärkereingang IR angeschlossen. Anschließend wird bei einer eingestellten Stromstärke von 0,003 mA und der Verstereinstellung 2, die vom Verstärker ausgegebene Spannung über einen Zeitraum von ca. zwei Tage aufgezeichnet. Der Grund für die gewählte Stromstärke von 0,003 mA besteht darin, dass die Photodiodenströme in einer vergleichbaren Größenordnung liegen. Des Weiteren erfolgt über den gesamten Zeitraum eine Messung der Temperatur innerhalb des Gehäuses, in dem sich der Versuchsaufbau befindet.

In Abbildung 3.10 ist oben die Temperatur als Funktion der Zeit gezeigt. Es ist zunächst ein Temperaturanstieg von ca. 1 K zu erkennen. Danach sind Temperaturschwankungen im Bereich von ± 0.2 K um einen Temperaturmittelwert von ca. 23,5°C zu beobachten. Die vom Verstärker ausgegebene Spannung ist in der Mitte von Abbildung 3.10 als Funktion der Zeit gezeigt. Der mittlere Spannungswert beträgt ca. 0,018 V. Das Rauschen liegt im Bereich von $\pm 0,0015$ V. Beim Vergleich dieser beiden Schaubilder ist kein Zusammenhang zwischen der Temperatur und der vom Verstärker ausgegebenen Spannung erkennbar. Des Weiteren ist in Abbildung 3.10 unten ein Histogramm der Spannungswerte zu sehen. Bei der angepassten Verteilungsfunktion handelt es sich um eine Normalverteilung. Anhand des Histogramms ist deutlich zu erkennen, dass die meisten Spannungswerte im Bereich von 0,018 V liegen. Somit kann eine Temperaturabhängigkeit des Photodiodenverstärkers ausgeschlossen werden.

3.2.4 Abschätzung der Temperatursensitivität der Photodioden

Photodioden sind temperatursensitiv. Daher ist ein weiterer wichtiger Aspekt eine Untersuchung der Auswirkungen, die eine Temperaturänderung auf das Messsignal der Photodioden hat. In diesem Abschnitt wird zunächst ein Überblick über den Aufbau und die Funktionsweise einer Photodiode gegeben. Im Anschluss daran folgt eine Abschätzung der Temperaturabhängigkeit des Photodiodensignals.

3.2.4.1 Aufbau und Funktionsweise einer Photodiode

Eine Photodiode ist ein Halbleitdetektor, welcher einfallendes Licht in einen elektrischen Strom konvertiert. In Abbildung 3.11 ist der typische Aufbau einer Photodiode schematisch dargestellt. Eine Photodiode besteht aus einem p-n-Übergang. Als p-n-Übergang wird eine Verbindung aus einem p-dotierten Halbleiter und einem n-dotierten Halbleiter bezeichnet, an deren Grenzschicht sich eine Verarmungszone (oder auch Raumladungszone genannt) ausbildet. Diese Zone entsteht durch Diffusion der Elektronen aus dem n-Gebiet bzw. der Löcher aus dem p-Gebiet in das jeweils andere Gebiet. Somit kann eine Rekombination aus Elektronen und Löchern stattfinden. Durch



Abbildung 3.10: Ausgangsspannung des Verstärkers bei einer Eingangsstromstärke von 0,003 mA (Kanal IR) und der Verstärkereinstellung 2 über eine Messdauer von ca. zwei Tagen. Als Stromquelle wurde hierbei eine Konstantstromquelle verwendet. Beim Vergleich der oberen beiden Schaubilder ist kein Zusammenhang zwischen der Temperatur und der vom Verstärker ausgegebenen Spannung zu erkennen. Im unteren Schaubild ist ein Histogramm der Spannungswerte gezeigt. Bei der an die Daten angepassten Funktion handelt es sich um eine Normalverteilung. Der jeweilige Fehler wurde hierbei berechnet, indem die Wurzel von der Anzahl gebildet wurde. Im Falle eines Fehlers mit dem Wert Null wurde dieser auf eins gesetzt. Da der reduzierte Chi-Quadrat-Wert 1,499 beträgt kann somit bei diesem Datensatz annähernd von einer Normalverteilung ausgegangen werden.



Abbildung 3.11: Schematische Darstellung des typischen Aufbaus einer Photodiode. Eine Photodiode ist ein p-n-Übergang (eigene Darstellung nach [Gev00, Tel11]).

die damit verbundene Ausbildung einer positiven Raumladungszone im n-Gebiet (Abwandern der Elektronen) bzw. der Ausbildung einer negativen Raumladungszone im p-Gebiet (Abwandern der Löcher) entsteht ein elektrisches Feld. Dieses elektrische Feld ist der Difussion entgegengerichtet, wodurch sich ein Gleichgewicht einstellt. Das Prinzip einer Photodiode beruht auf dem Photoeffekt. Trifft ein Photon mit einer höheren Energie als die der Bandlücke auf die Photodiode so wird dieses absorbiert, wodurch ein Elektron angeregt wird. Es kommt somit zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares. Durch Anlegen einer äußeren Spannung an den p-n-Übergang in Sperrrichtung (negativer Pol an p-dotierten Halbleiter und positiver Pol an n-dotierten Halbleiter) findet ein Ladungstransport statt. Die Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares muss daher in der Raumladungszone oder in nächster Umgebung der Raumladungszone stattfinden. Die Elektronen bewegen sich hierbei in Richtung Anode und die Löcher in Richtung Kathode. Der dadurch fließende Photostrom ist proportional zum Lichteinfall. Dieser Absatz basiert auf [Kop07, Tel11, Sal08].

Eine Photodiode ist temperatursensitiv, da die Besetzungsinversion (also einer höheren Besetzung der energetische höheren Zustände als der energetische niedrigeren Zustände [Kne08]) der Elektronen und Löcher im p- bzw. n-Gebiet von der Temperatur abhängig ist [Tel11]. Eine Temperaturänderung führt zu einer Änderung der Leitfähigkeit.

Der Ausgangsstrom einer Photodiode setzt sich aus dem Photodiodenstrom und dem Dunkelstrom zusammen, welcher bei einer an die Photodiode angelegten Spannung bereits ohne Lichteinfall fließt [THO13f]:

$$I = I_{PD} + I_{Dunkel} \tag{3.2}$$

Dieser Dunkelstrom ist aufgrund der Temperatursensitivität der Photodiode ebenfalls temperaturabhängig. Bei der für COATEX verwendeten Photodioden der Firma THORLABS vom Typ SM1PD1A wird typischerweise der Dunkelstrom bei einem Temperaturanstieg von 10 K verdoppelt [THO13f].

3.2.4.2 Abschätzung der Temperaturabhängigkeit des Photodiodensignals

Für eine Abschätzung der Temperaturabhängigkeit des Photodiodensignals werden die Ergebnisse von Alex Bainbridge über die Temperaturabhängigkeit von Photodioden
herangezogen [Bai11]. Alex Bainbridge fand bei dem Test der zwei Photodioden Centronic OSD35-5T und Hamamatsu S1336-8BQ heraus, dass ein linearer Zusammenhang zwischen Temperatur und Messsignal der Photodioden besteht. Für die Photodiode Centronic OSD35-5T konnte eine Temperaturabhängigkeit von $-0,00246 \pm 3,397 \cdot 10^{-5} \frac{\text{V}}{\text{K}}$ ermittelt werden [Bai11]. Für die Hamamatsu OSD35-5T Photodiode ergab sich eine Temperaturabhängigkeit von $-0,00246 \pm 2,541 \cdot 10^{-5} \frac{\text{V}}{\text{K}}$ [Bai11]. Diese Werte gelten jedoch nur bei einer bestimmten Lichtintensität und bei dem für dieses Experiment verwendeten Verstärkers. Bei einer typischen Ausgangsspannung von U = 0,3 V [Bai11] ergibt sich daher der relative Faktor, der für die Temperaturabhängigkeit der Photodiode pro Volt steht, zu

$$\frac{\partial U}{\partial T} = \frac{-0,00246 \text{ V}}{0.3 \text{ V}}$$
(3.3)

$$= -0,00082 \frac{1}{\mathrm{K}}.$$
 (3.4)

Beide Ergebnisse liegen im Bereich von $10^{-3} \frac{V}{K}$. Es wird im Folgenden angenommen, dass dieser Wert allgemeingültig für Siliziumphotodioden ist. Bei den Photodioden, die für den Versuchsaufbau der Tranmissions-/Reflexionsmessungen verwendet werden, handelt es sich ebenfalls um Siliziumphotodioden der Firma THORLABS vom Typ SM1PD1A [THO13f]. Somit kann mit Hilfe der Ergebnisse von Alex Bainbridge die Änderung der Photodiodenspannungen U' bei einer Temperaturänderung ΔT abgeschätzt werden:

$$\mathbf{U}' = \frac{\frac{\partial \mathbf{U}}{\partial \mathbf{T}}}{\mathbf{U}} \cdot \mathbf{U} \cdot \Delta \mathbf{T} + \mathbf{U}$$
(3.5)

Bei einer typischen Temperaturänderung von 0,2 K in COATEX kann eine Abschätzung exemplarisch an einem beliebigen Messwert durchgeführt werden, der innerhalb des Zeitraums, in dem diese Temperaturänderung stattgefunden hat, liegt. Für eine exemplarische Abschätzung der Temperaturabhängigkeit des Photodiodensignals werden folgende Messwerte für die Monitorphotodiodenspannung U₁ und für die Reflexionsphotodiodenspannung U₂ gewählt, wobei das Verhältnis der Photodiodenspannungen $\frac{M-PD}{R-PD}$ hier einfachheitshalber mit R₀ bezeichnet wird:

$$\Delta T = 0.2 \text{ K} \tag{3.6}$$

$$U_1 = (0,023 \pm 0,002) V \tag{3.7}$$

$$U_2 = (0,009 \pm 0,001) V \tag{3.8}$$

$$R_0 = \frac{U_1}{U_2} = (2,492 \pm 0,357) \tag{3.9}$$

Die Abschätzung soll sowohl für eine positive als auch für eine negative Temperaturabhängigkeit der Photodioden vorgenommen werden. Die Indizes + und - stehen jeweils dafür, ob die Berechnungen für eine positive Temperaturänderung $\Delta T = 0.2$ oder für eine negative Temperaturänderung $\Delta T = -0.2$ durchgeführt wurden. Mit Hilfe von Formel (3.4) erhält man folgende Ergebnisse: __/

$$\frac{\mathbf{R}_{1+}'}{\mathbf{R}_0} = \frac{\frac{\mathbf{U}_{1+}}{\mathbf{U}_2}}{\mathbf{R}_0} = 0,998 \tag{3.10}$$

$$\frac{\mathbf{R}_{1-}'}{\mathbf{R}_0} = \frac{\frac{\mathbf{U}_{1-}}{\mathbf{U}_2}}{\frac{\mathbf{R}_0}{\mathbf{U}_1}} = 1,002 \tag{3.11}$$

$$\frac{\mathbf{R}_{2+}'}{\mathbf{R}_0} = \frac{\frac{\overline{\mathbf{U}_{2+}'}}{\mathbf{U}_{2+}'}}{\mathbf{R}_0} = 1,002 \tag{3.12}$$

$$\frac{\mathbf{R}_{2-}^{'}}{\mathbf{R}_{0}} = \frac{\frac{\overline{\mathbf{U}_{2-}^{'}}}{\mathbf{U}_{2-}^{'}}}{\mathbf{R}_{0}} = 0,998 \tag{3.13}$$

Anhand dieser Ergebnisse ist zu erkennen, dass die Berücksichtigung der Temperatursensitivität der Photodioden zu maximal 0,2% Abweichung von dem gemessenen Verhältnis der Photodiodenspannungen führt. Diese Abweichung ist zu gering, um die Langzeitschwankungen von ca. 20% zu erklären. Damit ist die Temperatursensitivität der Photodioden ein vernachlässigbarer Aspekt. Des Weiteren ändern beide Photodioden typischerweise ihre Temperatur annähernd gleichmäßig. Da jedoch jeweils das Verhältnis der Photodiodenspannungen betrachtet wird, dürfte eine bestehende Temperaturabhängigkeit der Photodioden keinen Einfluss auf das gemessene Spannungsverhältnis nehmen.

3.3 Zusammenfassung der tatsächlichen Ursachen für die Langzeitschwankungen und der durchgeführten Modifikationen des Versuchsaufbaus

In Abschnitt 3.2 wurden verschiedene mögliche Ursachen für das Auftreten der Langzeitschwankungen diskutiert. Zu den möglichen Ursachen zählten:

- eine inkonstante Polarisation des Laserstrahls
- ein elektrisches Rauschen auf den Photodiodenspannungen
- eine Temperaturabhängigkeit des Verstärkers
- eine Temperatursensitivität der Photodioden

Eine durch einen Modensprung hervorgerufene Polarisationsänderung des Laserstrahls kann zu einer Änderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen führen. Ursache hierfür ist, dass das Teilungsverhältnis des Strahlteilers polarisationsabhängig ist. Daher wurde zur Erzeugung einer konstanten Polarisation, ein Polarisationsfilter in den Versuchsaufbau integriert. Das Prinzip des Polarisationsfilters besteht darin, nur eine bestimmte Polarisationsrichtung durchzulassen und die restlichen Anteile zu absorbieren. Der Einbau eines Polarisationsfilters führte jedoch nicht zu einer Reduktion der beobachteten Langzeitschwankungen. Eine Langzeitmessung ohne Polarisationsfilter ergab maximale Schwankungen von bis zu 14,4% und eine maximale Abweichungen vom Mittelwert des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen von 7,8%. Im Gegensatz dazu betrugen bei einer Messung mit eingebautem Polarisationsfilter die maximalen Schwankungen bis zu 20%. Die maximale Abweichung vom Mittelwert lag hier bei 10,2%. Die Änderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen, die durch eine Polarisationsänderung hervorgerufen wird, ist wahrscheinlich zu klein um bei Eliminierung dieses Effekts zu einer Reduktion der Langzeitschwankungen zu führen. Des Weiteren ist es möglich, dass dieser Effekt durch das Rauschen auf den Photodiodenspannungen überdeckt wurde. Der Einbau des Polarisationsfilters war dennoch zur Erzeugung einer konstanten Polarisation des Laserstrahls von Bedeutung.

Des Weiteren konnte mit Hilfe von systematischen Untersuchungen elektrisches Rauschen auf den Photodiodenspannungen festgestellt werden. Dieses Rauschen auf den Photodiodenspannungen war ein Aspekt, der zu dem Auftreten der Langzeitschwankungen beigetragen hat. Im Rahmen der Ursachensuche für dieses Rauschen wurden zwei Möglichkeiten in Betracht gezogen:

- elektrisches Rauschen auf den Ausgangsspannungen des Photodiodenverstärkers
- elektrisches Rauschen auf der Spannungsversorgung der Laserdioden

Elektrisches Rauschen auf den Ausgangsspannungen des Photodiodenverstärkers konnten jedoch als Ursache für die beobachteten Langzeitschwankungen ausgeschlossen werden.

Im Gegensatz dazu konnte im Rahmen von systematischen Untersuchungen ein Rauschen von \pm 400 mV auf der 5 V Ausgangsspannung des Netzteils, welches zum Betrieb der Laserdioden 2 und 3 verwendet wurde, festgestellt werden. Daher wurde dieses Netzteil durch ein rauschärmeres Labornetzteil ersetzt. Das Rauschen auf den Photodiodenspannungen konnte somit von 12 – 63% auf 2 – 39% reduziert werden.

Sowohl eine Temperaturabhängigkeit des Verstärkers als auch eine Temperatursensitivität der Photodioden wurde als Ursache für die beobachteten Langzeitschwankungen ausgeschlossen.

3.4 Anschließende Langzeitmessung mit dem optimierten System

Die ersten beobachteten maximalen Langzeitschwankungen betrugen bis zu 14,4%. Eine weitere Langzeitmessung bei eingebautem Polarisationsfilter und beim Betrieb der Laserdiode 2 mit der 5 V Festnetzspannung des rauschärmeren Labornetzteils soll zeigen, ob mit dem optimierten System eine Reduktion der Langzeitschwankungen erreicht werden konnte. In Abbildung 3.12 ist der Verlauf des gemessenen Spannungsverhältnisses und der Temperaturverlauf über einen Zeitraum von ca. 7,5 Tagen dargestellt. Die maximalen Langzeitschwankungen betragen jetzt nur noch bis zu 5%. Des Weiteren schwanken die Messwerte mit maximal 2,5% Abweichung um einen Mittelwert von 2,3. Der Austausch des Netzteils und somit die Reduktion des Rauschens auf den Photodiodenspannungen hat daher deutlich zu einer Verminderung der Langzeitschwankungen beigetragen.



Abbildung 3.12: Langzeitschwankungen während einer Langzeitmessung über einen Zeitraum von ca. sieben Tagen mit dem optimierten System. Bei der durchgeführten Reflexionsmessung wurde die Referenzprobe ND1.0, welche eine Transmission von 10 % aufweist, durch die Laserdiode 2 bestrahlt. Am Photodiodenvorverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Die Messung fand ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit statt. Somit wurde das reflektierte Licht eines beliebig gewählten, aber fixen Punktes der Referenzprobe gemessen.

Bei Betrachtung des Temperaturverlaufs ist zunächst ein Temperaturanstieg von fast 1 K zu erkennen. Anschließend schwankt die Temperatur mit ± 0.2 K um einen Mittelwert von ca. 23,4°C. Bei einem Vergleich des Temperaturverlaufs mit dem Verlauf des Verhältnisses der Photodiodenspannungen ist vor allem im Zeitbereich von 70 – 150 Stunden ein deutlicher Zusammenhang erkennbar. Die Ursache für diese Temperaturabhängigkeit konnte jedoch bis jetzt noch nicht gefunden werden.

Bei Verwendung der Laserdiode 1 und der Laserdiode 3 wurden ebenfalls Langzeitmessungen mit dem optimierten System durchgeführt. Die Ergebnisse der Langzeitmessung unter Verwendung der Laserdiode 3 sind in Abbildung 3.13 gezeigt. Besonders auffällig ist, dass ein abnehmender Drift des Verhältnisses der Photodiodenspannungen zu erkennen ist, der nicht in Korrelation mit der Temperatur steht. Die maximalen Schwankungen betragen hier bis zu 0,9%. Aufgrund des Drifts werden hier keine mittleren Schwankungen angegeben. Die Ergebnisse einer Langzeitmessung unter Verwendung der Laserdiode 1 sind in Anhang G zu finden. Anhand der Messergebnisse können maximale Schwankungen von bis zu 1,5% beobachtet werden. Die Messwerte schwanken dabei mit maximal 1,5% Abweichung um einen Mittelwert von ca. 2,0. Auch hier ist keine Korrelation zwischen dem Verhältnis der Photodiodenspannungen und der Temperatur erkennbar.

3.5 Bewertung der Ergebnisse und Fazit

Um zu gewährleisten, dass Messungen reproduzierbar ausgeführt werden können, ist vor allem eine Langzeitstabilität des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen zwingend erforderlich. Im Rahmen systematischer Untersuchungen wurden jedoch maximale Langzeitschwankungen von bis zu 20% beobachtet. Durch verschiedene Modifikationen an dem TR-Aufbau, wie Einbau eines Polarisationsfilters und Ersetzung des Netzteils, welches zum Betrieb der Laserdioden 2 und 3 benötigt wird, konnten die Langzeitschwankungen jedoch reduziert werden. In Tabelle 3.3 sind die Ergebnisse der Langzeitmessungen, die mit dem optimierten System stattgefunden haben, nochmals zusammengefasst.

Um Messungen jedoch reproduzierbar durchführen zu können ist es erforderlich, dass die maximalen Langzeitschwankungen nicht mehr als 1% betragen. Dieses Ziel wäre bei einer Langzeitmessung unter Verwendung der Laserdiode 3 erreicht.

Laserdiode	Laserdiode 1	Laserdiode 2	Laserdiode 3
Einheit	%	%	%
maximale Schwankung	$1,\!5$	5	0,9
maximale Abweichungen vom Mittelwert	$1,\!5$	$1,\!5$	_

Tabelle 3.3: Schwankungen während Langzeitmessungen mit dem optimierten System.



Abbildung 3.13: Langzeitschwankungen während einer Messung über einen Zeitraum von ca. sieben Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1 mit dem optimierten System. Bei der durchgeführten Reflexionsmessung wurde die Referenzprobe ND1.0 durch die Laserdiode 2 bestrahlt. Am Photodiodenvorverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Die Messung fand ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit statt. Somit wurde das reflektierte Licht eines beliebig gewählten, aber fixen Punktes der Referenzprobe gemessen.

Die Langzeitschwankungen während einer Langzeitmessung unter Verwendung der Laserdiode 1 liegen nur 0,5 Prozentpunkte über den 1%. Im Gegensatz dazu sind die maximalen Langzeitschwankungen bei einer Messung unter Verwendung der Laserdiode 2 mit 5% noch am höchsten. Bei Verwendung dieser Laserdiode ist es somit noch nicht möglich, eine Reproduzierbarkeit bei der Durchführung von Transmissions-/Reflexionsmessungen zu gewährleisten.

Des Weiteren sollten die maximalen Abweichungen vom Mittelwert nicht mehr als 0,5% betragen. Bei den Langzeitmessungen, die unter Verwendung der Laserdiode 1 und 2 stattgefunden haben betragen die maximalen Abweichungen vom Mittelwert jeweils 1,5%. Somit liegt dies jeweils ein Prozentpunkt über den geforderten 0,5%. Außerdem ist noch nicht bekannt, wie der abnehmende Drift des Verhältnisses der Photodiodenspannungen bei der Langzeitmessung, die unter Verwendung der Laserdiode 3 stattgefunden hat, zu erklären ist.

Bei der Langzeitmessung unter Verwendung der Laserdiode 2 konnte außerdem eine Korrelation zwischen Temperatur und gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen beobachtet werden. Daher sollte durch weitere systematische Untersuchungen nochmals überprüft werden, ob das beobachtete Rauschen auf den Ausgangsspannungen des Verstärkers nicht doch zu einer Beeinflussung der Messergebnisse führt und somit die Schwankungen verursacht.

Eine Möglichkeit zur Eliminierung der noch bestehenden Langzeitschwankungen besteht in der Durchführung von Kalibriermessungen. Eine Beschreibung dieser Messungen erfolgt in Kapitel 4. Des Weiteren wird durch Kapitel 4 deutlich, dass die Langzeitstabilität nur ein Effekt ist, der zu den in Kapitel 2.3 beschriebenen Unstimmigkeiten bei der Interpretation der Messergebnisse beigetragen hat. Zusätzlich zu den Langzeitschwankungen spielen noch mechanische Instabilitäten des TR-Aufbaus eine Rolle, infolge derer es zu einer Veränderung des Strahlengangs nach Neupositionierung der optischen Komponenten kommt. Dies wird jedoch ausführlich im nachfolgenden Kapitel diskutiert.

Kapitel 4

Reproduzierbarkeit des Strahlengangs bei Neupositionierung von optischen Komponenten

Im vorherigen Kapitel wurden mögliche Ursachen für die beobachteten Langzeitschwankungen während der Transmissions-/Reflexionsmessungen diskutiert. Des Weiteren wurden Lösungsmöglichkeiten zur Verbesserung der Langzeitstabilität dargelegt und die daraufhin durchgeführten Modifikationen an dem Versuchsaufbau beschrieben. Anhand einer erneuten Langzeitmessung mit dem optimierten System konnte gezeigt werden, dass nach den durchgeführten Modifikationen die maximalen Langzeitschwankungen von ca. 20% auf ca. 5% reduziert werden konnten. Die maximalen Abweichungen vom Mittelwert betrugen hierbei ca. 10,2% bzw. nach den durchgeführten Modifikationen nur noch ca. 1,5%.

In diesem Kapitel werden Kalibriermessungen beschrieben, mit welchen die noch bestehenden Langzeitschwankungen eliminiert werden sollen. Anhand der Messergebnisse der Kalibriermessungen werden jedoch Probleme mit der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der optischen Komponenten festgestellt. Daher werden verschiedene Modifikationen an dem Versuchsaufbau durchgeführt, die zur mechanischen Stabilisierung dienen und somit zu einer Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten führen.

4.1 Beobachtung von Problemen mit der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse bei Kalibriermessungen

Mit Hilfe von Kalibriermessungen sollen die noch bestehenden Langzeitschwankungen eliminiert werden. Das Messprinzip und die Vorgehensweise bei der Durchführung dieser Kalibriermessungen werden in diesem Abschnitt beschrieben. Im Anschluss daran folgt eine Diskussion der Messergebnisse.

4.1.1 Prinzip der Kalibrierung mit Referenzproben

Das Prinzip der Kalibriermessungen beruht auf der Normierung der einzelnen Messergebnisse, wobei die Referenzproben (siehe Kapitel 3.1.1) als Standard verwendet werden sollen. Da keine Aussetzung der Referenzproben in eine Tritiumumgebung erfolgt, ist davon auszugehen, dass keine Veränderung der optischen Eigenschaften stattfindet. Daher müssten die Messergebnisse ohne eine Veränderung der äußeren Bedingungen immer gleich sein. Eine Änderung der Messergebnisse kann somit auf die beobachteten Langzeitschwankungen zurückgeführt werden. Daher wird zur Eliminierung der Langzeitschwankungen nach jeder eigentlichen Probenmessung (Proben, die einer Tritiumumgebung ausgesetzt waren) eine Referenzmessung durchgeführt, welche unter Verwendung einer Referenzprobe stattfindet. Durch eine anschließende Normierung der Ergebnisse der Probenmessung auf die Ergebnisse der Referenzmessung sollte es möglich sein, den Effekt der Langzeitschwankungen zu beseitigen. Um die Effektivität einer solchen Kalibriermessung zu überprüfen, wurde mit Hilfe der drei Referenzproben eine Kalibriermessung simuliert, welche in Folgendem an einem Beispiel beschrieben wird.

4.1.2 Durchführung der Messungen

Die Kalibriermessungen, wobei die Referenzprobe ND0.3 als Standard verwendet wurde, sowie die anschließende Normierung erfolgt in drei Schritten.

- 1. Durchführung von jeweils zehn Einzelmessungen x_{ij} unter Verwendung jeder einzelnen Referenzprobe i (i = 1,2,3 und j = 1,...,10). Bei den Messungen handelt es sich um Reflexionsmessungen, die unter Verwendung der Laserdiode 1 und bei der Verstärkereinstellung 2 durchgeführt wird. Die Messdauer für jede Messung beträgt 10 s.
- 2. Bildung des gewichteten Mittelwertes $\overline{x}_{ND0.3}$ der zehn Messungen x_{3j} , welche unter Verwendung der Referenzprobe ND0.3 durchgeführt wurden, da diese Probe als Standard verwendet wird.
- 3. Normierung aller 30 Messergebnisse x_{ij} auf den gewichteten Mittelwert $\overline{x}_{ND0.3}$. Die Normierung der Messwerte erfolgt durch die Berechnung des Verhältnisses $x_{ij}/\overline{x}_{ND0.3}$.

Diese Schritte wurden über einen Zeitraum von fünf Tagen insgesamt fünfmal wiederholt. Die Ergebnisse dieser Kalibriermessung werden im folgenden Abschnitt ausführlich diskutiert. Des Weiteren gilt noch zu erwähnen, dass die Kalibriermessungen zusätzlich auch für andere Messeinstellungen, d.h. andere Laserdioden, andere Verstärkereinstelllungen und andere Art der Messung (Reflexions- oder Transmissionsmessung) durchgeführt wurden.

4.1.3 Messergebnisse und Diskussion

In Abbildung 4.1 sind die normierten Ergebnisse der in Abschnitt 4.1.2 beschriebenen Kalibriermessung gezeigt. Anhand des unteren Schaubildes ist zu erkennen, dass die normierten Werte im Rahmen ihrer Standardabweichung alle im Bereich von 1 liegen. Dies ist auch zu erwarten, da die Messergebnisse auf den gewichteten Mittelwert der

Messwerte derselben Messung normiert wurden. Bei Betrachtung der anderen beiden Schaubildern ist jedoch zu erkennen, dass zwischen den normierten Messergebnisse der einzelnen Messreihen, die jeweils an fünf verschiedenen Tagen stattgefunden haben, sehr große Sprünge zu erkennen sind. Im Falle der normierten Ergebnisse der Messung unter Verwendung der Referenzprobe ND0.1 betragen diese sogar bis zu 128,9%. Wie bereits in Kapitel 3 wird auch hier die prozentuale Abweichung berechnet, indem die Differenz zwischen dem höchsten Messwert m_h und dem niedrigsten Messwert m_n berechnet wird und anschließend das Verhältnis aus dieser Differenz und dem Mittelwert aus m_h und m_n gebildet wird. Aufgrund dieser beobachteten Variationen war die Normierung nicht erfolgreich.

Um die Ursache für diese Variationen zu finden, sind zunächst Überlegungen bezüglich des Ablaufs der Messungen durchzuführen. Die einzelnen Messreihen unter Verwendung der drei verschiedenen Referenzproben sind an allen fünf Tagen unter denselben Bedingungen, d.h. bei Verwendung derselben Laserdiode, derselben Art der Messung und derselben Verstärkereinstellungen, durchgeführt worden. Des Weiteren ist zu erwähnen, dass alle Messungen ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit stattgefunden haben. Die Verschiebeeinheit befand sich somit bei allen Messungen in derselben Position. Die einzige Veränderung die zwischen den einzelnen Messreihen an den verschiedenen Tagen stattgefunden hat, war der ständige Austausch der optischen Komponenten. Der Austausch der Laserdioden, der Spiegel und der Strahlteiler war somit immer wieder mit einer Abnahme der optischen Komponenten von der Grundplatte des Versuchsaufbaus und einer anschließenden Neupositionierung verbunden. Um die Referenzproben austauschen zu können, war es ebenfalls nötig, die Probenhalterung, welche auf der Verschiebeeinheit positioniert ist, abzunehmen, eine andere Referenzprobe an der Probenhalterung mit Hilfe von Schrauben zu befestigen und anschließend die Probenhalterung auf der Verschiebeeinheit neu zu positionieren.

Wie bereits in Abschnitt 2.2.3 erwähnt, sind die Laserdiode, der Spiegel und der Strahlteiler mit Hilfe von magnetischen Halterungen direkt auf der Grundplatte des Versuchsaufbaus befestigt. Die Probenhalterung selbst besitzt ebenfalls einen magnetischen Fuß, durch welchen sie auf der Verschiebeeinheit positioniert werden kann (siehe Abbildung 4.2). Die magnetischen Halterungen werden benötigt, um die optischen Komponenten nach einem Austausch möglichst reproduzierbar auf der Grundplatte des Versuchsaufbaus zu positionieren und somit eine erneute Justierung des Strahlengangs zu vermeiden. Eine mögliche Ursache für die beobachteten Variationen bei den Kalibriermessungen ist daher, dass eine Neupositionierung der optischen Komponenten, trotz der verwendeten magnetischen Halterungen, zu einer Veränderung des Strahlengangs geführt hat. Somit könnte eine Veränderung des Strahlengangs infolge eines mechanisch instabilen Versuchsaufbaus eine Ursache für die beobachteten Abweichungen zwischen den normierten Messergebnissen von zwei Messreihen sein.

4.2 Systematische Untersuchungen zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit

Die beobachteten Variationen bei den Kalibriermessungen deuten auf Probleme mit der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der optischen Komponenten hin. Daher ist es notwendig, verschiedene systematische Untersuchungen an den





Abbildung 4.1: Normierten Ergebnisse einer Kalibriermessung unter Verwendung der Laserdiode 1, Durchführung einer Reflexionsmessung und Einstellung der Verstärkung 2 am Photodiodenverstärker. Links oben in den Schaubildern ist jeweils angegeben, unter Verwendung welcher Referenzprobe die Messung stattgefunden hat. Die einzelnen Messergebnisse wurden alle jeweils auf den gewichteten Mittelwert der Messergebnisse der Messung, die unter Verwendung der Referenzprobe ND0.3 durchgeführt wurde, normiert. Insgesamt wurden die Kalibriermessungen über einen Zeitraum von fünf Tagen fünfmal wiederholt.

optischen Komponenten durchzuführen, um diese Vermutung zu bestätigen. Im Rahmen dieser systematischen Untersuchungen werden zusätzlich verschiedene Modifikationen an dem TR-Aufbau vorgenommen, die zu einer Verbesserung der mechanischen Stabilität und somit zu einer Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten führen sollten.

4.2.1 Beobachtung von mechanischen Instabilitäten bei Neupositionierung von optischen Komponenten

Im Rahmen der Ursachensuche für die beobachteten Variationen der Messergebnisse bei den Kalibriermessungen wurden Testmessungen durchgeführt, die zur Überprüfung der mechanischen Stabilität des Versuchsaufbaus dienen. In diesem Abschnitt wird das Messprinzip dieser systematischen Untersuchungen und die Vorgehensweise bei der



Abbildung 4.2: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus. Die Laserdiode, der Spiegel, der Strahlteiler und die Probe sind mit Hilfe von magnetischen Halterungen auf der Grundplatte des TR-Aufbaus bzw. auf der Verschiebeeinheit positioniert.

Durchführung der Messungen beschrieben. Im Anschluss daran folgt eine Diskussion der Messergebnisse.

4.2.1.1 Das Messprinzip

Wie bereits erwähnt, werden die Laserdiode, der Spiegel, der Strahlteiler und die Probe mit Hilfe von magnetischen Halterungen der Firma THORLABS vom Typ KB25/M auf der Grundplatte des Transmissions-/Reflexionsaufbaus bzw. auf der Verschiebeeinheit positioniert. In Abbildung 4.3 ist eine solche magnetische Halterung gezeigt. Mit Hilfe der magnetischen Halterungen soll es möglich sein, die verschiedenen optischen Komponenten auszutauschen und anschließend wieder reproduzierbar zu positionieren. Die magnetischen Halterungen weisen eine Fläche von 25 mm x 25 mm, eine Winkelreproduzierbarkeit von 30 μ rad und eine laterale Reproduzierbarkeit von ebenfalls 30 μ rad in x-, y- und z-Richtung [THO13g] auf.

Um zu überprüfen, ob die aufgetretenen Variationen während den Kalibriermessungen aufgrund der Positionierung der optischen Komponenten mit Hilfe der magnetischen Halterungen zurückzuführen sind, werden mehrere Testmessungen nach einer Neupositionierung von jeweils nur einer der optischen Komponenten vorgenommen. Abgesehen von einer Neupositionierung der ausgewählten optischen Komponente, soll keine Änderung der äußeren Bedingungen während dieser Messung stattfinden. Dies bedeutet, dass die Messungen alle unter Verwendung derselben Laserdiode, derselben Referenzprobe, derselben Art der Messung und der derselben eingestellten Verstärkung am Photodiodenverstärker durchgeführt werden. Außerdem findet während der Messungen kein Verfahren der Verschiebeeinheit statt. Somit soll bei jeder Messung derselbe Punkt

Kapitel 4. Reproduzierbarkeit des Strahlengangs bei Neupositionierung von optischen 72 Komponenten



Abbildung 4.3: Fotografie einer magnetischen Halterung. Rechts in der Abbildung sind die zwei Teile der magnetische Halterung getrennt gezeigt. Die untere Hälfte der magnetischen Halterung wird direkt an der Grundplatte des Versuchsaufbaus befestigt. Im Gegensatz dazu wird die obere Hälfte an einer optischen Komponente befestigt. Mit Hilfe der beiden Neodym-Eisen Magnete [THO13h] werden die beiden Teile zusammengehalten (links in der Abbildung). Die Halbkugeln, die an der oberen Hälfte der magnetischen Halterung angebracht sind, dienen zur Positionierung. Die Abbildung wurde mit Genehmigung von THORLABS aus der zu den magnetischen Halterungen vom Typ KB25/M dazugehörigen Internetseite entnommen [THO13g].

der Referenzprobe durch die Laserdiode bestrahlt werden. Die Messungen erfolgen über einen Zeitraum von maximal 15 Minuten, sodass der Effekt der Langzeitschwankung bei diesen Messungen vernachlässigbar ist. Eine Beschreibung der genauen Vorgehensweise bei der Durchführung der Messungen erfolgt im nächsten Abschnitt.

4.2.1.2 Durchführung der Messungen

Die Vorgehensweise bei der Durchführung der Messungen erfolgt in mehreren Schritten:

- 1. Durchführung von zehn Messungen mit jeweils 10 s Messzeit.
- 2. Öffnen der Abdeckung des Gehäuses, in dem der Versuchsaufbau sich befindet.
- 3. Abnahme einer optischen Komponente von der Grundplatte des Versuchsaufbaus.
- 4. Neupositionierung der optischen Komponente auf der Grundplatte des Versuchsaufbaus.
- 5. Schließen der Gehäuseabdeckung.

Diese Schritte werden insgesamt dreimal wiederholt. Die Messungen werden jeweils für eine Neupositionierung der Laserdiode, des Spiegels, des Strahlteilers und der Probe vorgenommen.

4.2.1.3 Messergebnisse und Diskussion

In Abbildung 4.4 sind die Ergebnisse der systematischen Untersuchungen für den Fall einer Neupositionierung der optischen Komponenten gezeigt. Anhand dieser Schaubilder ist deutlich zu erkennen, dass nach einer Neupositionierung die Messwerte im



Abbildung 4.4: Ergebnisse eine Reflexionsmessung nach Neupositionierung der optischen Komponenten. Die Reflexionsmessung wurde unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) und der Referenzprobe ND1.0 (10% Transmission) durchgeführt. Am Photodiodenverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Es wurden jeweils zehn Messungen mit 10 s Messzeit durchgeführt. Bevor jedoch die Messung wiederholt wurde, fand eine Neupositionierung der jeweiligen optischen Komponente statt. Links oben an den Schaubildern ist angeben, welche der optischen Komponenten neu positioniert wurde.

Vergleich zu den Messwerten der vorherigen Messung abweichen. Im Falle der Neupositionierung der Probe betragen diese Variationen bis zu 81,7%. Da abgesehen von der Neupositionierung der jeweiligen optischen Komponente keine offensichtliche Veränderung der äußeren Bedingungen stattgefunden hat, sind diese Variationen ein deutlicher Hinweis auf eine Veränderung des Strahlengangs infolge der verwendeten magnetischen Halterungen.

Eine weitere Vermutung für die Ursache der beobachteten Variationen besteht darin, dass durch die notwendige Öffnung der Gehäuseabdeckung vor der jeweiligen Neupositionierung einer optischen Komponente eine Änderung der Gehäuseinnentemperatur stattgefunden hat und es dadurch zu einer Beeinflussung der Messungen kam. Des Weiteren ist es möglich, dass durch die "Erschütterung" des Versuchsaufbaus, die mit einer Abnahme der Gehäuseabdeckung verbunden ist, eine Änderung des Strahlengangs hervorgerufen wurde. Daher wird diesbezüglich eine Testmessung durchgeführt, wobei folgende Schritte insgesamt dreimal wiederholt werden:

- Öffnen der Abdeckung des Gehäuses.
- Einhalten einer Wartezeit von ca. 10 20 s.
- Schließen der Abdeckung des Gehäuses.
- Durchführung von zehn Messungen mit jeweils 10 s Messzeit.

Bei der Abnahme der Gehäuseabdeckung ist darauf zu achten, dass dies mit einem kräftigen Luftaustausch verbunden ist. Dadurch sollen die Handschuhbewegungen während dem Austausch von optischen Komponenten simuliert werden.

Die Ergebnisse dieser Testmessung sind in Abbildung 4.5 gezeigt. Die Messwerte der insgesamt 30 Messungen liegen alle um einen Mittelwert von 2,27. Im Rahmen der statistischen Schwankungen sind keine signifikante Variationen der Messwerte zu erkennen. Daher kann eine Temperaturänderung bzw. eine Änderung der Strahlposition aufgrund einer "Erschütterung" des Versuchsaufbaus infolge einer Abnahme der Gehäuseabdeckung als Ursache für die beobachteten Variationen ausgeschlossen werden. Somit sind die beobachteten Variationen auf mechanische Instabilitäten des Versuchsaufbaus infolge der verwendeten magnetischen Halterungen zurückzuführen.



Abbildung 4.5: Ergebnisse eine Reflexionsmessung nach Öffnung der Abdeckung des Gehäuses in dem der Versuchsaufbau sich befindet. Die Reflexionsmessung wurde unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) und der Referenzprobe ND1.0 (10% Transmission) durchgeführt. An dem Photodiodenverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Es wurden jeweils zehn Messungen mit 10 s Messzeit durchgeführt. Insgesamt wurden drei Messreihen vorgenommen, wobei vor jeder Messreihe zunächst eine Öffnung der Gehäuseabdeckung stattgefunden hat. Erst nachdem die Gehäuseabdeckung wieder geschlossen war, wurde eine neue Messreihe gestartet.

4.2.2 Modifikation des Versuchsaufbaus zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs

Aufgrund der fehlenden Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der optischen Komponenten infolge der verwendeten magnetischen Halterungen werden verschiedene Modifikationen an dem Versuchsaufbau vorgenommen. Diese Modifikationen sollen zur mechanischen Stabilisierung des Versuchsaufbaus beitragen und somit zu einer Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs führen. Bevor jedoch die verschiedenen Modifikationen nacheinander ausführlich beschrieben werden, wird zunächst ein Überblick über diese gegeben.

4.2.2.1 Überblick über die durchgeführten Modifikationen

Insgesamt werden zwei verschiedene Modifikationen an dem TR-Aufbau vorgenommen.

- 1. Stabilere Positionierung der Probenhalterung auf der Verschiebeeinheit durch Verwendung von zwei magnetischen Halterungen anstelle von nur einer und erneute Justierung des Strahlengangs.
- 2. Mechanische Stabilisierung des TR-Aufbaus durch Verbindung der Monitorphotodiode, der Reflexionsphotodiode, des Strahlteilers und der Probe mit Hilfe von Verbindungsstangen zu einem einheitlichen System.

In den folgenden beiden Abschnitten folgt eine detaillierte Beschreibung der einzelnen durchgeführten Modifikationen. Zusätzlich wird nach jeder Modifikation eine Testmessung durchgeführt, die zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs dient.

4.2.2.2 Erste Modifikation und Messungen zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit

Wie bereits in Abschnitt 4.2.2.1 unter Punkt 1 erwähnt, besteht die erste Modifikation darin, die Probenhalterung, auf welcher die Probe mit Hilfe von Schrauben befestigt ist, anstelle von nur einer magnetischen Halterung mit Hilfe von zwei magnetischen Halterungen auf der Verschiebeeinheit zu positionieren. In Abbildung 4.6 ist oben eine schematische Zeichnung der Probenhalterung mit einem und mit zwei magnetischen Halterungen gezeigt. Um jedoch anstelle von nur einer magnetischen Halterung zwei verwenden zu können, musste dementsprechend der Abstandshalter ersetzt werden, an welchem die magnetischen Halterungen befestigt sind. In Abbildung 4.6 ist unten eine Fotografie der Probenhalterung mit den zwei magnetischen Füßen und dem neuen, größeren Abstandshalter zu sehen. Durch die Verwendung von zwei magnetischen Halterungen wird erhofft, die Probenhalterung, an welcher die Probe befestigt wird, auf der Verschiebeeinheit stabiler positionieren zu können. Um zu überprüfen, ob diese Modifikation des Versuchsaufbaus zu einer Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach einer Neupositionierung der Probe führt, wird eine Messung durchgeführt. Die Vorgehensweise bei der Durchführung der Messung ist äquivalent zu der in Kapitel 4.2.1.2 beschriebenen Vorgehensweise bei den Messungen, bei denen eine Neupositionierung der optischen Komponenten stattgefunden hat:



Abbildung 4.6: Schematische Zeichnung der Probenhalterung mit einer bzw. zwei magnetischen Halterungen und Fotografie der Probenhalterung mit zwei magnetischen Halterungen. Auf der Fotografie der Probenhalterung mit den zwei magnetischen Füßen sind zwei Schrauben zu sehen, mit Hilfe derer eine Probe an der Probenhalterung befestigt werden kann.

- Durchführung von zehn Messungen mit jeweils 10 s Messzeit.
- Öffnen der Gehäuseabdeckung.
- Abnahme der Probe von der Verschiebeeinheit.
- Neupositionierung der Probe auf der Verschiebeeinheit.
- Schließen der Gehäuseabdeckung.

Diese Schritte werden insgesamt fünfmal wiederholt. Die Ergebnisse der Messungen sind in Abbildung 4.7 gezeigt. Infolge einer stabileren Positionierung der Probe auf der Verschiebeinheit durch Verwendung von zwei magnetischen Halterungen, konnten die Variationen zwischen den Messwerten von zwei Messreihen von 81,7% auf 44,9% reduziert werden. Des Weiteren ist auffällig, dass im Vergleich zu der vorherigen Messung, bei welcher eine wiederholte Neupositionierung der Probe vorgenommen wurde, eine Änderung der Absolutwerte von ca. 2,2-5,3 (siehe Abbildung 4.4) auf ca. 11,9-18,9 stattgefunden hat. Diese Änderung der Absolutwerte ist ebenfalls auf eine Veränderung des Strahlengangs infolge der verwendeten magnetischen Halterungen zurückzuführen.

Im Rahmen dieser Messungen wurde zusätzlich überprüft, inwiefern eine ungenaue Justierung des Laserstrahls einen Einfluss auf die Messungen nimmt. Hierbei wurde festgestellt, dass es von großer Bedeutung ist, dass der von der Probe reflektierte Anteil des



Abbildung 4.7: Ergebnisse einer Reflexionsmessung nach Neupositionierung der Probe auf der Verschiebeeinheit mit Hilfe von zwei magnetischen Halterungen. Die Reflexionsmessung wurde unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) und der Referenzprobe ND1.0 (10% Transmission) durchgeführt. An dem Photodiodenverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Es wurden jeweils zehn Messungen mit 10 s Messzeit durchgeführt. Bevor jedoch die Messungen wiederholt wurden, fand eine Neupositionierung der Probe statt.

Laserstrahls möglichst genau auf die Mitte der Reflexionsphotodiode trifft. Anderenfalls steigen die beobachteten Variationen nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten. Die aktive Fläche der Silizium-Photodioden vom Typ SM1PD1A der Firma THORLABS besitzt einen Durchmesser von nur 9 mm [THO13f]. Der Durchmesser des Laserstrahls beträgt ungefähr 1 - 2 mm. Daher ist es möglich, dass, falls der Laserstrahl nicht möglichst genau auf die Mitte der Photodiode trifft, die Lichtintensität nicht mehr vollständig von der Photodiode erfasst werden kann. Eine weitere Veränderung des Strahlengangs, hervorgerufen durch eine Neupositionierung der optischen Komponenten, würde daher zu noch größeren Abweichungen zwischen den Messwerten von zwei Messreihen führen.

Um die beobachteten Variationen noch weiter zu reduzieren, wird daher eine erneute Justierung des Laserstrahls vorgenommen. Mit Hilfe einer Stellschraube, welche an der Probenhalterung angebracht ist, kann eine Änderung des Kippwinkels der Probenhalterung vorgenommen werden. Durch das "Verkippen" der Probe erfolgt eine Änderung der Strahlposition. Somit ist es möglich, den von der Probe reflektierten Anteil des Laserstrahls direkt auf die Mitte der Reflexionsphotodiode auszurichten. Im Anschluss an die Justierung des Strahlengangs wird die in Abschnitt 4.2.1.2 beschriebene Messung, im Rahmen derer eine wiederholte Neupositionierung der optischen Komponenten stattgefunden hat, erneut durchgeführt. In Abbildung 4.8 sind die Ergebnisse der Messungen dargestellt. Anhand der Schaubilder ist zu erkennen, dass durch eine verbesserte Justierung des Laserstrahls die Abweichungen zwischen den Messwerten der einzelnen Messreihen jetzt nur noch maximal 4,2% betragen. Auch bei diesen Messungen ist im Vergleich zu den in Abbildung 4.7 bzw. den in Abbildung 4.4 dargestellten Ergebnissen vorheriger Messungen wieder eine Änderung der Absolutwerte zu erkennen. Im Fal-



Kapitel 4. Reproduzierbarkeit des Strahlengangs bei Neupositionierung von optischen 78 Komponenten

Abbildung 4.8: Ergebnisse eine Reflexionsmessung bei einem justierten Laserstrahl nach Neupositionierung der optischen Komponenten. Die Reflexionsmessung wurde unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) und der Referenzprobe ND1.0 (10% Transmission) durchgeführt. An dem Photodiodenverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Es wurden jeweils zehn Messungen mit 10 s Messzeit vorgenommen. Bevor jedoch die Messung wiederholt wurde, fand eine Neupositionierung der jeweiligen optischen Komponente statt. Links oben an den Schaubildern ist angeben, welche der optischen Komponenten neupositioniert wurden.

le einer Neupositionierung der Probe, konnten die Variationen durch eine verbesserte Justierung des Laserstrahls sogar von 44,9% auf 3,5% reduziert werden.

Nach diesen durchgeführten Modifikationen wurde die in Abschnitt 4.1.1 beschriebene Kalibrierung mit Hilfe der Referenzproben wiederholt. Die Kalibriermessungen wurden dieses Mal jedoch in einem Zeitraum von drei Tagen und nur unter Verwendung der Laserdiode 1 durchgeführt. Die Abweichungen zwischen den normierten Ergebnissen von zwei Messreihen konnten durch die stabilere Positionierung der Probe auf der Verschiebeeinheit und einer verbesserten Justierung des Laserstrahls von maximal 128,9% auf maximal 42,7% reduziert werden. Die zu dieser Messung zugehörigen normierten Messergebnisse sind in Anhang H zu finden.

Da die beobachteten Variationen jedoch immer noch maximal 42,7% betragen, waren die Kalibriermessungen weiterhin nicht erfolgreich. Daher wird im nächsten Abschnitt eine weitere Modifikation des Versuchsaufbaus beschrieben, welche zur weiteren me-

chanischen Stabilisierung des TR-Aufbaus beiträgt.

4.2.2.3 Zweiten Modifikation und Messungen zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit

Für eine zusätzliche Verbesserung der mechanischen Stabilität des TR-Aufbaus werden die Monitorphotodiode, die Reflexionsphotodiode und der Strahlteiler mit Hilfe von Stangen des Typs ER der Firma THORLABS [THO13e] zu einem System verbunden. Damit soll gewährleistet werden, dass die Ausrichtung des Strahlteilers bezüglich der beiden Photodioden nicht verändert werden kann. Um eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach einer Neupositionierung der Probe zu erreichen, wird die Probe ebenfalls mit Hilfe von Haltestangen direkt auf dem Strahlteiler angebracht. Diese Konfiguration ist jedoch für den späteren Messbetrieb, bei welchem ein Verfahren der Probe mit Hilfe der Verschiebeeinheit stattfinden soll, nicht anwendbar. Mit diesem Testaufbau soll jedoch überprüft werden, ob durch eine Positionierung der Probe auf Haltestangen eine Verbesserung der Winkelreproduzierbarkeit als auch eine Verbesserung der laterale Reproduzierbarkeit in x-, y- und z- Richtung im Falle einer Neupositionierung der Probe erzielt werden kann.

In Abbildung 4.9 ist der modifizierte TR-Aufbaus schematisch dargestellt und zusätzlich eine Fotografie des modifizierten Versuchsaufbaus gezeigt. Um zu überprüfen, ob mit diesem Testaufbau eine weitere Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der Probe erreicht werden kann, werden folgende Schritte 20mal wiederholt:

- 1. Durchführung von zehn Messungen mit jeweils 10 s Messzeit
- 2. Öffnen der Gehäuseabdeckung
- 3. Abnahme der Probe von den Haltestangen, welche am Strahlteiler befestigt sind
- 4. Neupositionierung der Probe auf den Haltestangen
- 5. Schließen der Gehäuseabdeckung

Das gemessene Verhältnis der Photodiodenspannungen dieser Testmessungen ist in Abbildung 4.10 oben gezeigt. Anhand dieses Schaubildes ist zu erkennen, dass eine Verbindung der Reflexionsphotodiode, der Monitorphotodiode, des Strahlteilers und der Probe mit Hilfe von Stangen zu einem einheitlichen System zu einer deutlichen Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Abnahme der Probe und einer anschließender Neupositionierung beigetragen hat. Zwischen den einzelnen Messreihen, die aus jeweils 10 Messungen bestehen, sind keine Sprünge mehr erkennbar. Die Messwerte schwanken mit maximal 1,7% Abweichung um einen Mittelwert von 2,0282 \pm 0,0006. In Abbildung 4.10 ist unten ein Histogramm der Messwerte gezeigt. Bei der angepassten Funktion handelt es sich um eine Normalverteilung.



Abbildung 4.9: Schematische Zeichnung und Fotografie des modifizierten TR-Aufbaus. Der Strahlteiler, die Monitorphotodiode, die Reflexionsphotodiode und die Probe sind mit Hilfe von Verbindungsstangen zu einem System verbunden. Hierbei ist die Probe ohne Probenhalterung mit Hilfe von vier Haltestangen direkt am Strahlteiler befestigt.

80



Abbildung 4.10: Ergebnisse einer Reflexionsmessung unter Neupositionierung der Probe nach Modifikation des Versuchsaufbaus. Bei der Modifikation des Versuchsaufbaus handelt es sich um eine Verbindung der Monitorphotodiode, der Reflexionsphotodiode, des Strahlteilers ung der Probe mit Hilfe von Stangen zu einem System. Die Reflexionsmessung wurde unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) und der Referenzprobe ND1.0 (10% Transmission) durchgeführt. An dem Photodiodenverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Es wurden insgesamt 20 Messreihen mit jeweils zehn Messungen bei 10 s Messzeit vorgenommen. Bevor jedoch die Messung wiederholt wurde, fand eine Neupositionierung der Probe statt. Im unteren Schaubild ist ein Histogramm der Spannungswerte gezeigt. Bei der an die Daten angepassten Funktion handelt es sich um eine Normalverteilung. Der jeweilige Fehler wurde hierbei berechnet, indem die Wurzel von der Anzahl gebildet wurde. Im Falle eines Fehlers mit dem Wert Null wurde dieser auf eins gesetzt. Da der reduzierte Chi-Quadrat-Wert 1,26 beträgt kann somit bei diesem Datensatz annähernd von einer Normalverteilung ausgegangen werden.

Des Weiteren ist zu erwähnen, dass bei dieser Messung der reflektierte Anteil des Laserstrahls nicht direkt auf die Mitte der Reflexionsphotodioden ausgerichtet werden konnte, da die Justierung des Laserstrahls durch ein "Verkippen" der Probenhalterung vorgenommen wurde (siehe Abschnitt 4.2.2.2). Dies ist jedoch bei diesem Testaufbau nicht möglich, da die Probe ohne Probenhalterung mit Hilfe von Haltestangen direkt auf dem Strahlteiler befestigt wurde.

4.2.2.4 Zusammenfassung der Ergebnisse

Aufgrund der Abweichungen von maximal 128,9% zwischen den normierten Messergebnissen von zwei Messreihen bei Kalibriermessungen (siehe Abschnitt 4.1), wurden systematische Untersuchungen zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs durchgeführt. Im Rahmen dieser systematischen Untersuchungen wurde festgestellt, dass die beobachteten Variationen auf mechanische Instabilitäten zurückgeführt werden können. Ursache hierfür ist die Verwendung von magnetischen Halterungen, die für die Positionierung der Laserdioden, der Spiegel, der Strahlteiler und der Proben auf der Grundplatte des TR-Aufbaus verwendet wurden. Zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs wurden daher verschiedenen Modifikationen an dem TR-Aufbau vorgenommen. In Folgendem sind die verschiedenen Modifikationen und die Ergebnisse der anschließenden Messungen, die zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit durchgeführt wurden, nochmals zusammengefasst:

- Für eine stabilere Positionierung der Probe auf der Verschiebeeinheit wurden an der Probenhalterung anstelle von nur einer magnetischen Halterung, zwei magnetische Halterungen angebracht. Dadurch konnten die Abweichungen zwischen den Messwerten von zwei Messreihen im Falle einer Neupositionierung der Probe von 81,7% auf 44,9% reduziert werden.
- Durch eine Justierung des von der Probe reflektierten Anteils des Laserstrahls auf nahezu die Mitte der Reflexionsphotodiode konnten die beobachteten Variationen bei einer Neupositionierung der Probe weiter auf 3,5% reduziert werden.
- Eine mechanische Stabilisierung des TR-Aufbaus durch eine Verbindung der Reflexionsphotodiode, der Monitorphotodiode, des Strahlteilers und der Probe mit Hilfe von Verbindungsstangen zu einem System, konnte zu einer weitere Verbesserung der Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der Probe beitragen. Eine Messung zeigte, dass durch diese Modifikation des Versuchsaufbaus, die Messwerte mit nur noch maximal 1,7% Abweichung um einen Mittelwert von 2,0282 \pm 0,0006 schwanken.
- Aufgrund der beobachteten Variation der Absolutwerte zwischen verschiedenen Testmessungen, hervorgerufen durch eine Änderung des Strahlengangs infolge der magnetischen Halterungen, ist eine mechanische Stabilisierung des gesamten Versuchsaufbaus essentiell.

4.3 Wiederholung der Kalibrierung mit Referenzproben nach mechanischer Stabilisierung des Versuchsaufbaus

Anhand der Ergebnisse aus 4.2.2.3 ist zu erkennen, dass die Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der Probe deutlich verbessert werden konnte.

Die Messergebnisse schwanken lediglich mit 1,7% Abweichung um einen Mittelwert von $2,0282 \pm 0,0006$. Um zu überprüfen, wie sich eine Verbindung von Reflexionsphotodiode, Monitorphotodiode, Strahlteiler und Probe auf die Ergebnisse der Kalibriermessungen auswirken, werden diese erneut durchgeführt.

4.3.1 Durchführung der Messungen

Die Kalibriermessungen, wobei wieder die Referenzprobe ND0.3 als Standard verwendet wurde, sowie die anschließende Normierung erfolgt wie bereits in Abschnitt 4.1.1 beschrieben in drei Schritten.

- 1. Durchführung von jeweils zehn Einzelmessungen x_{ij} unter Verwendung jeder einzelnen Referenzprobe i (i = 1,2,3 und j = 1,...,10). Bei den Messungen handelt es sich um Reflexionsmessungen, die unter Verwendung der Laserdiode 1 und bei der Verstärkereinstellung 2 durchgeführt wird. Die Messdauer für jede Messung beträgt 10 s.
- 2. Bildung des gewichteten Mittelwertes $\bar{x}_{ND0.3}$ der zehn Messungen x_{3j} , welche unter Verwendung der Referenzprobe ND0.3 durchgeführt wurden, da diese Probe als Standard verwendet wird.
- 3. Normierung aller 30 Messergebnisse x_{ij} auf den gewichteten Mittelwert $\overline{x}_{ND0.3}$. Die Normierung der Messwerte erfolgt durch die Berechnung des Verhältnisses $x_{ij}/\overline{x}_{ND0.3}$.

Diese Schritte wurden über einen Zeitraum von drei Tagen insgesamt neunmal wiederholt. Eine Diskussion der Ergebnisse dieser Kalibriermessung folgt im nächsten Abschnitt.

4.3.2 Messergebnisse und Diskussion

In Abbildung 4.11 sind die normierten Messergebnisse der Kalibriermessungen dargestellt. Anhand des unteren Schaubilds ist zu erkennen, dass die normierten Werte im Rahmen ihrer Standardabweichung alle im Bereich von 1 liegen. Dies ist auch zu erwarten, da die Messergebnisse auf den gewichteten Mittelwert der Messwerte derselben Messung normiert wurden. Bei Betrachtung der anderen beiden Schaubilder ist jedoch zu erkennen, dass die Abweichungen zwischen den normierten Messergebnissen der einzelnen Messreihen bis zu 80,1% betragen. Im Vergleich zu den ersten Kalibriermessungen, bei denen die Abweichungen zwischen den normierten Messergebnissen der einzelnen Messreihen bis zu 128,9% betrugen, konnte die Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der Komponenten des TR-Aufbaus deutlich verbessert werden. Bei einem Vergleich zu der zweiten Kalibriermessung (Ergebnisse siehe Abschnitt 4.2.2.2 bzw. Anhang H), bei der die Abweichungen zwischen den normierten Messergebnissen der einzelnen Messreihen maximal 42,7% betrugen, wird jedoch auch deutlich, dass bei der dritten Kalibriermessung die Abweichungen wesentlich höher sind. Ursache hierfür ist, dass bei der zweiten Kalibriermessung der von der Probe reflektierte Anteil des Laserstrahls nahezu direkt auf die Mitte der Reflexionsphotodiode ausgerichtet war. Dies war bei der dritten Kalibriermessung jedoch nicht möglich, da die Monitorphotodiode, die Reflexionsphotodiode der Strahlteiler und die



Abbildung 4.11: Normierte Ergebnisse der Kalibriermessungen über einen Zeitraum von drei Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1, Durchführung einer Reflexionsmessung und Einstellung der Verstärkung 2 am Photodiodenverstärker. Links oben in den Schaubildern ist jeweils angegeben, welche Referenzprobe durch die Laserdiode 1 bestrahlt wurde. Die einzelnen Messergebnisse wurden alle jeweils auf den gewichteten Mittelwert der Messergebnisse der Messung, die unter Verwendung der Referenzprobe ND0.3 stattgefunden hat, normiert.

Probe zu einem System verbunden waren. Dies ist jedoch ein zusätzlicher Beweis dafür, wie essentiell eine genaue Justierung des Strahlengangs für eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen ist. Nur durch eine Justierung des Strahlengangs auf möglichst genau die Mitte des aktiven Bereichs der Photodioden kann sichergestellt werden, dass die gesamte Lichtintensität des Laserstrahls von den Photodioden erfasst wird.

4.4 Bewertung der Ergebnisse und Fazit

In diesem Kapitel wurde deutlich, dass, abgesehen von den beobachteten Stabilitätsproblemen während einer Langzeitmessung (siehe Kapitel 3), aufgrund der fehlenden Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten eine sinnvolle Durchführung der TR-Messungen nicht möglich ist. Ursache hierfür sind die verwendeten magnetischen Halterungen, mit denen die Laserdiode, der Spiegel, der Strahlteiler und die Probe auf der Grundplatte des TR-Aufbaus bzw. auf der Verschiebeeinheit positioniert werden. Anhand von systematischen Untersuchungen zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit konnten jedoch vier wichtige Erkenntnisse gewonnen werden:

- 1. Eine genaue Justierung des Strahlengangs ist unabdingbar für eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen. Bei der Justierung des Strahlengangs ist besonders darauf zu achten, dass der Laserstrahl immer möglichst genau in der Mitte des aktiven Bereichs der Photodioden auftrifft. Nur so kann sichergestellt werden, dass die gesamte Lichtintensität des Laserstrahls von den Photodioden erfasst werden kann.
- 2. Für eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen ist ein möglichst stabiler Strahlengang essentiell. Durch den ständigen Austausch der optischen Komponenten kommt es jedoch zu einer Veränderung des Strahlengangs. Ursache hierfür sind die magnetischen Halterungen, welche dazu dienen die Laserdiode, den Spiegel, den Stahlteiler und die Probe auf der Grundplatte des Versuchsaufbaus bzw. auf der Verschiebeeinheit zu positionieren. Daher sind diese magnetischen Halterungen als alleinige Maßnahme für eine reproduzierbare Positionierung der optischen Komponenten völlig ungeeignet.
- 3. Durch eine Verbindung der optischen Komponenten mit Stangen kann eine mechanische Stabilisierung des TR-Aufbaus erreicht werden. Dadurch wird zusätzlich gewährleistet, dass die Ausrichtung der optischen Komponenten zueinander nicht verändert werden kann, wodurch ein möglichst stabiler Strahlengang erzielt wird.
- 4. Aufgrund der fehlenden Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der optischen Komponenten waren sogar die Kalibriermessungen mit Hilfe der Referenzproben zur Eliminierung der noch bestehenden Langzeitschwankungen nicht erfolgreich. Daher ist es mit dem aktuellen TR-Aufbau nicht möglich eine zuverlässige Durchführung der TR-Messungen zu gewährleisten.

Aufgrund dieser Erkenntnisse wurde ein neues Design für COATEX entwickelt, welches im nächsten Kapitel vorgestellt wird.

Kapitel 4. Reproduzierbarkeit des Strahlengangs bei Neupositionierung von optischen 86 Komponenten

Kapitel 5

Entwicklung eines neuen Designs für COATEX und erste Tests

Im vorherigen Kapitel wurde deutlich, dass bei dem aktuellen Versuchsaufbau die Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten nicht gegeben ist. Ursache hierfür sind mechanische Instabilitäten aufgrund der verwendeten magnetischen Halterungen. Mit diesen magnetischen Halterungen werden die Laserdiode, der Spiegel, der Strahlteiler und die Probe auf der Grundplatte des TR-Aufbaus bzw. auf der Verschiebeeinheit positioniert. Nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten wurden Abweichungen der Messergebnisse zu den Ergebnissen vorheriger Messungen von bis zu 128,9% beobachtet. Anhand verschiedener Modifikationen konnte jedoch gezeigt werden, dass durch eine mechanische Stabilisierung des TR-Aufbaus und einer genauen Justierung des Laserstrahls die Messwerte nur noch mit maximal 1,7% Abweichung um einen Mittelwert schwanken. Daher wird auf Grundlage der in Kapitel 4 gewonnenen Erkenntnisse ein neues Design für COATEX entwickelt.

In diesem Kapitel werden zunächst die Anforderungen an das neue Design diskutiert, die aufgrund der beobachteten Stabilitätsprobleme erforderlich sind. Im Anschluss daran wird das neu entwickelte Design von COATEX vorgestellt und der Einbau der neuen Versuchsanordnung in die Omegatron-Handschuhbox beschrieben. Anhand erster Testmessungen wird überprüft, ob durch die neue Versuchsanordnung die mechanische Reproduzierbarkeit verbessert werden konnte. Zusätzlich dient eine Langzeitmessung zur Überprüfung der Stabilität des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen.

5.1 Anforderungen an das neue Design aufgrund der beobachteten Stabilitätsprobleme

Anhand der in Kapitel 4 durchgeführten systematischen Untersuchungen konnten verschiedene Erkenntnisse gewonnen werden, die unabdingbar für eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen sind. Im Folgenden sind die wichtigsten Erkenntnisse nochmals zusammengefasst. Zusätzlich werden die daraus resultierenden Anforderungen an das neue COATEX Design abgeleitet:

1. Genaue Justierung des Strahlengangs: Hierbei ist besonders darauf zu achten, dass der Laserstrahl möglichst genau in der Mitte des aktiven Bereichs der Photodioden auftrifft. Dadurch wird sichergestellt, dass das gesamte Laserlicht von den Photodioden erfasst wird.

- 2. Stabilisierung des Strahlengangs: Für eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen besteht die Notwendigkeit eines möglichst stabilen Strahlengangs. Durch die bisher verwendeten magnetischen Halterungen vom Typ KB25/M der Firma THORLABS ist eine reproduzierbare Positionierung der optischen Komponenten jedoch nicht möglich. Eine Folge der fehlenden mechanischen Reproduzierbarkeit ist eine Änderung des Strahlengangs. Für eine Stabilisierung des Strahlengangs gilt daher Folgendes zu beachten.
 - Reproduzierbare Positionierung der Probe: Bei einer Neupositionierung der Probe darf möglichst keine Änderung der Winkelausrichtung sowie der lateralen Ausrichtung in x-, y- und z-Richtung stattfinden. Für eine Justierung des Laserstrahls ist jedoch darauf zu achten, dass die Probe dennoch gekippt werden kann.
 - Mechanische Reproduzierbarkeit bei Neupositionierung der optischen Komponenten: Aufgrund der verschiedenen Proben, welche auf unterschiedliche Wellenlängen optimiert sind, werden verschiedene Laserdioden, Spiegel und Strahlteiler benötigt. Für das Erreichen einer mechanischen Reproduzierbarkeit ist es daher von großer Bedeutung die Ausrichtung der optischen Komponenten zueinander durch eine Neupositionierung nicht zu verändern.
 - Mechanische Stabilisierung des TR-Aufbaus: Eine möglichst unveränderte Ausrichtung der optischen Komponenten zueinander ist nur durch eine mechanische Stabilisierung des gesamten TR-Aufbaus zu erreichen.

5.2 Überblick über die neue Versuchsanordnung

Auf Grundlage der im vorherigen Abschnitt diskutierten Anforderungen wurde ein neues Design von COATEX entwickelt. In Abbildung 5.1 ist schematisch die neue Versuchsanordnung bei Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) bzw. der Laserdiode 2 (593,5 nm) und den für diesen Wellenlängenbereich optimierten optischen Komponenten gezeigt. Für das Erreichen einer mechanischen Reproduzierbarkeit im Falle einer Neupositionierung der optischen Komponenten werden die beiden Laserdioden, der Spiegel, welcher in eine neue Halterung der Firma THORLABS vom Typ KCB1 [THO13j] eingefasst ist, und der Strahlteiler ohne magnetische Halterungen fest auf einer Platte montiert. Für eine zusätzliche mechanische Stabilisierung sind der Spiegel, der Polarisationsfilter und der Strahlteiler mit Hilfe von Stangen verbunden. Des Weiteren wurden ebenfalls die Monitorphotodiode und die Reflexionsphotodiode mit Hilfe von Haltestangen direkt an dem Strahlteiler befestigt. Durch diese Maßnahmen wird gewährleistet, dass die Ausrichtung der optischen Komponenten zueinander nicht verändert werden kann.

Um beide Laserdioden abwechselnd verwenden zu können, wird ein, in eine drehbare Halterung (THORLABS: CP360R [THO13k]) eingefasster, dichroitischer Spiegel (THORLABS: DMLP567 [THO13l]) zwischen dem ursprünglichen Spiegel und dem Polarisationsfilter positioniert. Licht mit einer Wellenlänge im Bereich von 584 – 700 nm wird durch den dichroitischen Spiegel transmittiert. Im Gegensatz dazu wird Licht mit



Abbildung 5.1: Schematische Darstellung der neuen Versuchsanordnung bei Verwendung der Laserdiode 1 bzw. bei Verwendung der Laserdiode 2. Die beiden Laserdioden und das durch Stangen verbundene System aus Spiegel, dichroitischem Spiegel, Polarisationsfilter, Strahlteiler, Monitorphotodiode und Reflexionsphotodiode sind auf einer Platte befestigt, welche von der Grundplatte des TR-Aufbaus abgenommen werden kann. M-PD = Monitorphotodiode, R-PD = Reflexionsphotodiode, T-PD = Transmissionsphotodiode.

einer Wellenlänge im Bereich von 380 - 550 nm an dem dichroitischen Spiegel reflektiert. Die dazugehörigen, vom Hersteller erhaltenen, Transmissions- bzw. Reflexionsspektren sind in Anhang I zu finden.

Da die beiden Laserdioden und das durch Stangen verbundene System aus Spiegel, dichroitischem Spiegel, Polarisationsfilter, Strahlteiler, Monitorphotodiode und Reflexionsphotodiode auf einer Platte befestigt sind, werden die optischen Komponenten nicht mehr einzeln ausgetauscht. Vielmehr können sie als einheitliches System von der Grundplatte des TR-Aufbaus abgenommen und gegen eine andere Platte ausgetauscht werden, auf welcher die Laserdiode 3 (1064 nm) und die zu dieser Laserdiode dazugehörigen optischen Komponenten montiert sind. Eine schematische Darstellung der neuen Versuchsanordnung bei Verwendung der Laserdiode 3 ist in Abbildung 5.2 gezeigt. Auch hier sind der Spiegel, der Polarisationsfilter, der Strahlteiler, die Monitorphotodiode und die Reflexionsphotodiode zur mechanischen Stabilisierung mit Hilfe von Stangen verbunden. Da hier nur eine Laserdiode verwendet wird, wird dementsprechend kein dichroitischer Spiegel benötigt.

Für eine möglichst reproduzierbare Positionierung der beiden Platten, auf welchen die jeweiligen optischen Komponenten montiert sind, wird eine große magnetische Halterung der Firma THORLABS vom Typ KB75/M [THO13m] und eine der kleinen, bisher verwendeten magnetischen Halterung der Firma THORLABS vom Typ KB25/M [THO13g] verwendet. Die große magnetische Halterung weist eine Fläche von 75 mm x 75 mm und eine laterale Reproduzierbarkeit von 30 μ rad in x-, y- und z-Richtung [THO13m] auf. Durch die größere Fläche dieser magnetischen Halterung wird eine höhere mechanische Stabilität des Versuchsaufbaus erreicht. Zusätzlich dienen Positionierstifte, die auf der Grundplatte des TR-Aufbaus befestigt sind, einer möglichst reproduzierbaren Positionierung der beiden Platten.



Abbildung 5.2: Schematische Darstellung der neuen Versuchsanordnung mit Laserdiode 3. Die beiden Laserdioden und das durch Stangen verbundene System aus Spiegel, Polarisationsfilter, Strahlteiler, Monitorphotodiode und Reflexionsphotodiode sind auf einer Platte befestigt, welche von der Grundplatte des TR-Aufbaus abgenommen werden kann. M-PD = Monitorphotodiode, R-PD = Reflexionsphotodiode, T-PD = Transmissionsphotodiode.

In Abbildung 5.3 ist eine Fotografie einer Platte gezeigt, auf welcher bereits die Laserdiode 2 und das System aus Spiegel, Polarisationsfilter und Strahlteiler montiert wurden. Die große magnetische Halterung ist direkt unter dem Strahlteiler angebracht. Die kleine magnetische Halterung ist in dieser Abbildung nicht zu sehen. Sie befindet sich unter dem Spiegel. Des Weiteren sind in der Platte zusätzliche Löcher erkennbar, welche für eine reproduzierbare Positionierung der Platte mit Hilfe der bereits erwähnten Positionierstifte benötigt werden.

Aufgrund eines Defekts der vertikalen Verschiebeeinheit wurde dieses Bauteil im April 2012 durch ein neues Element ersetzt. Kurz darauf gab es jedoch erneute Probleme mit der vertikalen Verschiebeeinheit. Durch Schmutzablagerungen an der Gewindestange der vertikalen Mikrometerschraube wurde ein Verfahren der Probe in vertikale Richtung verhindert. Dieses Problem konnte jedoch nur kurzzeitig durch eine Säuberung der Gewindestange behoben werden. Daher folgte der Entschluss, die gesamte Verschiebeeinheit durch eine Kombination aus zwei motorisierten Verschiebeeinheiten der Firma Eksma vom Typ 960-0060-02 zu ersetzen [EKS13]. Für eine möglichst reproduzierbare Positionierung der Probe, wird diese nicht mit Hilfe einer magnetischen Halterung auf der Verschiebeeinheit positioniert, sondern auf vier Haltestangen angebracht. Dafür wurde eine Modifikation an der kippbaren Probenhalterung vom Typ KM100T der Firma THORLABS vorgenommen [THO13i]. Eine Fotografie der neuen, motorisierten Verschiebeeinheit ist in Abbildung 5.4 gezeigt.

Die Verschiebeeinheit und die Tranmsissionsphotodiode sind direkt auf der Grundplatte des TR-Aufbaus befestigt.



Abbildung 5.3: Fotografie der Grundplatte des neuen Versuchsaufbaus mit einem Teil der optischen Komponenten.



Abbildung 5.4: Fotografie der neuen, motorisierten Verschiebeeinheit. Die Probenhalterung ist mit einem Winkel verschraubt, der an der verfahrbaren Bühne der vertikalen Verschiebeeinheit befestigt ist. Zur Befestigung der Probe wurde die ursprüngliche Frontplatte der Probenhalterung durch eine Platte ersetzt, an welcher vier Haltestangen angebracht sind. Mit Hilfe dieser Haltestangen wird die Probe, welche in eine Halterung eingefasst ist, an der Probenhalterung und damit an der vertikalen Verschiebeeinheit befestigt. Zur Fixierung wird eine weitere Halterung verwendet. Mit Hilfe der Verstellschraube, welche an der Probenhalterung angebracht ist, kann durch eine Veränderung des Kippwinkels eine einmalige Justierung des Laserstrahls vorgenommen werden.

5.3 Einbau der neuen Versuchsanordnung in die Omegatron-Handschuhbox

Um die neue, mechanisch stabilisierte Versuchsanordnung zu testen, findet der Aufbau und somit der Einbau der neuen Versuchsanordnung in die Omegatron-Handschuhbox zunächst nur für die Laserdiode 2 und der dazugehörigen optischen Komponenten statt. Bevor die verbesserte Versuchseinrichtung jedoch in die Omegatron-Handschuhbox eingebaut werden kann, ist zunächst ein Abbau des ursprünglichen optischen Aufbaus von der Grundplatte des TR-Aufbaus vorzunehmen. Nicht mehr benötigte Komponenten, wie z.B. die Verschiebeeinheit, werden zur Entsorgung in verschiedene Tüten verpackt. Hierbei wird zwischen brennbarem und nicht brennbarem Müll unterschieden. Des Weiteren wird bei nicht brennbarem Müll noch eine zusätzliche Unterteilung in Aluminium und Metall vorgenommen. Alle für den neuen Versuchsaufbau wiederverwendete Komponenten wie z.B. die Photodioden sowie für den Umbau benötigte Werkzeuge werden innerhalb der Handschuhbox bereitgelegt. Abgesehen von den für den Umbau benötigten Komponenten ist der Arbeitsbereich komplett freizuräumen.

Für den Einbau ist ein Öffnen der zweiten Hülle erforderlich. Die zweite Hülle darf gemäß der Arbeitsanweisung über das Öffnen der zweiten Hülle von Primärsystemen nur im Falle einer Boxenaktivität unterhalb von 1 MBq/m³ geöffnet werden [AAW04]. Außerdem sind zur Bestimmung der Oberflächenäktivität zusätzlich Wischtests innerhalb der Omegatron-Handschuhbox durchzuführen. Anhand dieser Wischtests konnten

Oberflächen
aktivitäten zwischen 200 – 1000 $\rm Bq/m^2$ ermittelt werden. Som
it ist ein Öffnen der Handschuhbox möglich.

Des Weiteren sind vor dem Öffnen der Handschuhbox noch folgende Vorbereitungen zu treffen:

- Ausfüllen einer Arbeitserlaubnis. In dieser Arbeitserlaubnis ist die abgeschätzte maximale Oberflächenaktivität der zu öffnenden Handschuhbox anzugeben. Des Weiteren folgt eine Beschreibung der durchzuführenden Arbeit. Durch ein Mitarbeiter des Strahlenschutzes werden anhand der Oberflächenaktivität bzw. anhand der durchzuführenden Tätigkeit die zu treffenden Schutzmaßnahmen festgelegt und in der Arbeitserlaubnis festgehalten. Erst nach Genehmigung dieser Arbeitserlaubnis darf ein Öffnen der zweiten Hülle in Anwesenheit eines Mitarbeiters des Strahlenschutzes vorgenommen werden.
- Bereitstellen einer mobilen Tritiummessstelle. Diese wird benötigt, um die Aktivität während der Intervention zu überwachen.
- Einrichten und Absperren des Arbeitsbereichs. In der gesamten Umgebung des Bereichs, in dem das Öffnen der zweiten Hülle stattfindet, wird der Boden mit Folie ausgelegt. In dem direkten Arbeitsbereich sind auch die Wände mit Folie abzudecken. Zusätzlich wird eine Absperrung des Arbeitsbereichs vorgenommen. Innerhalb dieses Bereichs dürfen sich nur direkt an der Intervention beteiligte Personen und der der Mitarbeiter des Strahlenschutzes aufhalten.
- Bereitlegen der für die Intervention benötigten Werkzeuge sowie der für den Umbau benötigten Bauteile auf einem in Folie eingepackten Tisch. Das Werkzeug wird zum Schutz vor einer Kontamination ebenfalls so weit wie möglich in Folie verpackt.
- Bereitlegen von verschieden großen Tüten zur Entsorgung des in der Handschuhbox befindlichen, bereits in Tüten verpackten Mülls. Eine Verpackung des Mülls in einer weiteren Tüte dient der sicheren Entsorgung. Mit Hilfe von Kabelbinder ist ein sicherer Verschluss der Tüten möglich.
- Bereitlegen von Overalls, Handschuhen und Überschuhen. Zum Schutz vor Kontamination tragen die direkt an der Intervention beteiligten Personen einen Overall und Plastiküberschuhe. Zusätzlich sind während der gesamten Intervention zwei Paar Handschuhe zu tragen. Das erste Paar Handschuhe wird mit Hilfe von Klebeband mit dem Overall verklebt. Diese Handschuhe sind während der gesamten Intervention anzubehalten. Das zweite Paar Handschuhe wird über das erste Paar gezogen. Bei Bedarf kann dieses Paar gewechselt werden.
- Erstellen eines Arbeitsablaufplans und Information aller an der Intervention beteiligten Personen über die Reihenfolge der einzelnen Arbeitsschritte. Dies soll in erster Linie sicherstellen, dass während der Intervention kein Arbeitsschritt vergessen wird.

Vor dem Öffnen der Omegatron-Handschuhbox wurde gemäß der Arbeitsanweisung für das Öffnen der zweiten Hülle von Primärsystemen [AAW04] das Tritiumrückhaltesystem und die Unterdruckhaltung abgeschalten. Um nach Abnahme der oberen Scheibe der Ostseite der Handschuhbox einen in die Handschuhbox gerichteten Luftstrom zu erzeugen, wurde die mobile Absaugung an einem Handschuhstutzen an der dazu diagonal liegenden Seite der Handschuhbox angeschlossen.

Nach Entsorgung des in der Handschuhbox befindlichen Mülls konnte mit der eigentlichen Arbeit begonnen werden. Zunächst wurde die Verkabelung und der Anschluss der Laserdioden als auch die Verkabelung und der Anschluss der Schrittmotoren der neuen Verschiebeeinheit vorgenommen. Im Anschluss daran wurde die Grundplatte, auf welcher die Laserdiode 2 und das System aus Spiegel, Polarisationsfilter und Strahlteiler befestigt sind, auf der Grundplatte des TR-Aufbaus positioniert. Dazu wurden die Positionierstifte an den entsprechenden Stellen der Grundplatte befestigt. Die jeweilige untere Hälfte der beiden verschieden großen magnetischen Halterungen wurde erst nach entsprechender Positionierung der Platte auf der Grundplatte des TR-Aufbaus angeschraubt. Danach wurden die Monitorphotodiode und die Reflexionsphotodiode mit Hilfe von Haltestangen direkt an dem Strahlteiler befestigt. Die Verschiebeeinheit und die Transmissionsphotodiode wurden ausgerichtet und auf der Grundplatte des TR-Aufbaus angeschraubt. In Abbildung 5.5 ist eine Fotografie des neuen Versuchsaufbaus zu sehen.

Nach Durchführung dieser Arbeiten wurde die Scheibe der Omegatron-Handschuhbox wieder geschlossen. Im Anschluss daran wurde die mobile Absaugung abgenommen und der noch geöffnete Handschuhdeckel wieder geschlossen. Außerdem wurden das Tritiumrückhaltesystem und die Unterdruckhaltung wieder in Betrieb genommen. Nachdem der Interventionsbereich nach einer Wischtestkontrolle durch einen Mitarbeiter des Strahlenschutzes freigegeben wurde, konnte mit dem Abbau und den Aufräumarbeiten begonnen werden.



Abbildung 5.5: Fotografie des neuen Versuchsaufbaus nach Einbau in die Omegatron-Handschuhbox.
5.4 Erste Testmessungen mit der neuen Versuchsanordnung

Nach einer Justierung des Laserstrahls wurden erste Testmessungen mit der neuen Versuchsanordnung durchgeführt. Insgesamt wurden zwei verschiedene Untersuchungen durchgeführt:

- 1. Überprüfung der mechanischen Reproduzierbarkeit
- 2. Überprüfung der Langzeitstabilität

Überprüfung der mechanischen Reproduzierbarkeit

Zur Überprüfung der mechanischen Reproduzierbarkeit wurden verschiedene Aktionen, wie z.B. eine Neupositionierung der Probe oder eine Neupositionierung der Platte mit den montierten optischen Komponenten, an dem TR-Aufbau durchgeführt. Nach jeder dieser einzelnen Aktionen wurden mehrere Reflexionsmessungen vorgenommen. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Abbildung 5.6 oben gezeigt. Die Änderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen infolge der durchgeführten Aktionen beträgt maximal 2,1%. Diese Änderung ist jedoch vernachlässigbar klein, da das statistische Rauschen in derselben Größenordnung liegt. Des Weiteren sind anhand dieses Schaubildes auch Effekte der Langzeitschwankungen erkennbar. Somit konnte durch den neuen Versuchsaufbau die mechanische Stabilität und dadurch auch die Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach äußeren Einwirkungen erheblich verbessert werden. Bei einem Vergleich des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen mit der Temperatur der Laserdiode und der Temperatur innerhalb der Handschuhbox ist keine Korrelation erkennbar.

Überprüfung der Langzeitstabilität

Zur Überprüfung der Langzeitstabilität wurden Reflexionsmessungen kontinuierlich über einen Zeitraum von ca. acht Tagen durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Langzeitmessung sind in Abbildung 5.7 gezeigt. In dieser Abbildung ist oben das gemessene Verhältnis der Photodiodenspannungen als Funktion der Zeit zu sehen. Die maximalen Schwankungen betragen bis zu 5,6%. Die Abweichungen vom Mittelwert 0,097 betragen maximal 3,4%. Im Vergleich dazu betrug bei der letzten Langzeitmessung, bei welcher jedoch die Verstärkung 2 anstelle der Verstärkung 1 verwendet wurde, die maximale Schwankung bis zu 5%. Die maximale Abweichung vom Mittelwert lag bei 1,5%. Somit konnte durch den neuen Versuchsaufbau keine weitere Reduktion der Langzeitschwankungen erzielt werden. In Abbildung 5.7 in der Mitte ist der Temperaturverlauf innerhalb der Handschuhbox während der Langzeitmessung gezeigt. Bei einem Vergleich des Temperaturverlaufs mit dem Verlauf des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannung ist deutlich eine Korrelation erkennbar. In Abbildung 5.7 unten ist das Verhältnis der Photodiodenspannungen zusätzlich als Funktion der Temperatur dargestellt. Bei steigender Temperatur ist gleichzeitig ein Anstieg des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen zu erkennen. Dadurch wird gezeigt, dass eine Korrelation zwischen der Temperatur und dem Messsignals besteht.



Abbildung 5.6: Überprüfung der mechanischen Stabilität der neuen Versuchsanordnung. Bei der durchgeführten Messung handelt es sich um eine Reflexionsmessung unter Verwendung der Laserdiode 2, der Referenzprobe ND1.0 und der Verstärkung 1. Die Aufnahmedauer pro Messpunkt beträgt jeweils eine Sekunde. Insgesamt wurden die Messungen, abgesehen von der letzten Messreihe, über einen Zeitraum von ca. einem Tag durchgeführt. Da die letzte Messreihe erst ca. zwei Tage später stattfand, ist somit auch der Abfall der Temperatur innerhalb der Handschuhbox zu erklären (kalte Box). R-PD_b = Reflexionsphotodiode bewegt (Photodiode wurde auf den Haltestangen vor- und zurückgeschoben), G_n = Platte mit montierten optischen Komponenten neu positioniert, P_b = Probe bewegt (Probe wurde auf den Haltestangen vor- und zurückgeschoben), P_n = Probe neu positioniert, PH_b = Probenhalterung bewegt (Probenhalterung wurde nach vorne geklappt, die Ausgangsposition der Probenhalterung wurde durch die Federkraft der Halterung wieder hergestellt).



Abbildung 5.7: Erste Langzeitmessung mit der neuen Versuchsanordnung über einen Zeitraum von ca. acht Tagen. Bei der durchgeführten Messung handelt es sich um eine Reflexionsmessung unter Verwendung der Laserdiode 2, der Referenzprobe ND1.0 und der Verstärkung 1. Die Aufnahmedauer pro Messpunkt beträgt jeweils 10 s.

Bewertung der Ergebnisse

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass durch den Einbau einer neuen, mechanisch stabilisierten Versuchsanordnung, eine Stabilisierung des Strahlengangs erreicht wurde. Im Vergleich zu den beobachteten Abweichungen der Ergebnisse infolge äußerer Einflüsse von bis zu 128,9% vor mechanischer Stabilisierung des TR-Aufbaus sind die Ergebnisse nach Stabilisierung des TR-Aufbaus innerhalb von 2,1% reproduzierbar. Im Gegensatz dazu sind die beobachteten Langzeitschwankungen von bis zu 5,6% bzw. die Abweichungen vom Mittelwert von bis zu 3,4% jedoch noch zu hoch, um eine Reproduzierbarkeit der TR-Messungen zu gewährleisten. Des Weiteren ist noch unklar, auf welches Bauteil des Versuchsaufbaus die Korrelation von Temperatur und Messsignal zurückzuführen ist. Um diese Frage zu klären, ist es daher notwendig weitere systematische Untersuchungen durchzuführen. Insgesamt ist dies dennoch ein großer Erfolg.

Im letzten Kapitel werden die wichtigsten Punkte dieser Arbeit nochmals zusammengefasst. Zusätzlich wird ein Ausblick auf die weitere Vorgehensweise gegeben.

Kapitel 6

Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der ersten **LA**ser-**RA**man-Messungen (LARA), bei denen die LARA-Zelle ca. drei Monate einer Tritiumgasmischung mit einer Reinheit von mehr als 98% und einem Tritiumpartialdruck von 183 mbar ausgesetzt war, konnte an allen vier beschichteten Fenstern der LARA-Zelle Beschädigungen festgestellt werden [Fis11]. Die Beschädigungen waren als schwarze, meist runde Punkte erkennbar. Infolge dieser Beschädigungen kann Licht beim Passieren der LARA-Fenster absorbiert werden. Eine Folge der Absorption des Laserlichts ist sowohl eine Intensitätsreduktion des Laserstrahls als auch eine Intensitätsreduktion des gestreuten Lichts. Dies würde wiederum zu einer Veränderung der spektralen Effizienz von LARA führen, wodurch eine Kalibrierung und somit auch eine quantitative Gesamtanalyse nicht mehr möglich wären. Des Weiteren würde durch die Beschädigungen die für das KATRIN-Experiment relevante Ermittlung der Gaszusammensetzung mit einer geforderten Präzision von 0,1% [Fis11] beeinträchtigt werden. Dadurch wäre es möglich, dass die Bestimmung der Neutrinomasse mit einer angestrebten Sensitivität von 0,2 eV/c² mit 90% C.L. [KAT04] nicht erreicht werden kann.

Für die KATRIN-Messungen ist es von entscheidender Bedeutung, dass die beschichteten Fenster einem Langzeitbetrieb von mehr als sechs Monaten standhalten. Dies ist nötig, um die Anzahl der Fensterwechsel möglichst gering zu halten. Außerdem wäre eine Unterbrechung der KATRIN-Messung aufgrund eines notwendigen Austauschs der Fenster ausgeschlossen, da dies mit einem erheblichen Zeitverlust verbunden wäre.

Um eine Beschichtung zu finden, die einem Langzeitbetrieb von KATRIN standhält, wurde 2011 am Tritiumlabor in Karlsruhe das **COA**ting **T**est **EX**periment (COATEX) entwickelt und in Betrieb genommen [Sch11]. Mit Hilfe von COATEX sollen verschiedene kommerziell erhältliche, optische Beschichtungen auf ihre Beständigkeit gegen Tritium untersucht werden. Zur Identifizierung einer Beschädigung nach einem Aussetzen der Proben in eine Tritiumungebung gibt es drei verschiedenen Möglichkeiten:

 Durchführung von Differentialinterferenzkontrastmessungen (DIC): Mit Hilfe des DIC-Mikroskops kann ein Bild erzeugt werden, welches eine 1000-fache Vergrößerung des ursprünglichen Bildes darstellt. Somit können bereits Beschädigungen von wenigen Mikrometern erkannt werden. Zusätzlich können mit dem DIC-Mikroskop Tiefeninformationen erhalten werden, wie z.B. ein durch eine Beschädigung hervorgerufenes Ablösen der Beschichtungen. Die Untersuchung der Proben durch Differentialinterferenzkontrastmessung wird jedoch nicht am Tritiumlabor vorgenommen. Das DIC-Mikroskop ist eine bereits bestehende Apparatur am Fusionsmateriallabor des Karlsruher Instituts für Technologie [Fus13].

- Oberflächenuntersuchung der Proben mit Hilfe eines gewöhnlichen optischen Mikroskops: Das mit Hilfe des optischen Mikroskops aufgenommene Bild stellt im Vergleich zu der Aufnahme des DIC-Mikroskops lediglich eine 7 – 180 - fache Vergrößerung dar. Dies reicht jedoch aus, um größere Beschädigungen zu erkennen.
- Durchführung von Transmissions-/Reflexionsmessungen (TR-Messungen): Der Versuchsaufbau, bestehend aus einer Laserdiode, einem Spiegel, einem Strahlteiler, einer Probe und drei Photodioden, welche zur Überwachung der Laserleistung und zur Detektion des von der Probe reflektierten bzw. transmittierten Laserlichts benötigt werden, ist in Abbildung 2.13 gezeigt. Da die verschiedenen zu untersuchenden Proben auf unterschiedliche Wellenlängen optimiert sind, kann je nach Wahl der Probe dementsprechend auch zwischen drei verschiedene Laserdioden sowie zwei verschiedenen Spiegel bzw. zwei verschiedenen Strahlteilern gewählt werden. Genaueres hierzu kann in Abschnitt 2.2.4 nachgelesen werden. Das Prinzip der TR-Messungen beruht auf dem Vergleich von Messungen, welche vor und nach Tritiumbeaufschlagung der Proben durchgeführt wurden. Eine Änderung der optischen Transmissions- bzw. Reflexionseigenschaften der Probe würde demnach auf eine Beschädigung der Beschichtung hindeuten.

Anhand der ersten mittels Transmissions-/Reflexionsmessungen durchgeführten Untersuchungen war es jedoch bei vier von sechs Proben nicht möglich, eine eindeutige Aussage darüber zu treffen, ob eine Beschädigung der Beschichtungen vorliegt [Sch11]. Ursache hierfür waren Schwankungen der Messergebnisse von bis zu 50% bei hintereinander durchgeführten Messungen, ohne eine Veränderung der äußeren Bedingungen. Somit war eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen bei diesen Untersuchungen nicht gegeben. Da das Messprinzip der TR-Messungen jedoch auf dem Vergleich von Messungen beruht, ist eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen von entscheidender Bedeutung. Andernfalls könnten Fehlinterpretationen der Messergebnisse entstehen.

Daher wurden im Rahmen dieser Arbeit systematische Untersuchungen zur Charakterisierung von COATEX durchgeführt, wodurch eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit und der Langzeitstabilität der TR-Messungen erreicht werden konnte. Im Folgenden werden die wichtigsten Punkte dieser systematischen Untersuchungen nochmals zusammengefasst.

Zur Untersuchung der Langzeitstabilität wurde eine kontinuierliche Messung über einen Zeitraum von ca. einer Woche durchgeführt. Für die Messung wurde eine Referenzprobe verwendet, deren optische Transmissions- und Reflexionseigenschaften bekannt waren. Anstelle eines näherungsweise konstanten Messsignals konnten während dieser Messungen jedoch maximale Langzeitschwankungen von bis zu 14,4% beobachtet werden. Die maximalen Schwankungen werden hierbei berechnet, indem die Differenz zwischen dem höchsten Messwert m_h und dem niedrigsten Messwert m_n berechnet wird und anschließend das Verhältnis aus dieser Differenz und dem Mittelwert aus m_h und m_n gebildet wird. Als Ursache für die beobachteten Langzeitschwankungen wurden folgende Möglichkeiten in Betracht gezogen:

• eine inkonstante Polarisation des Laserstrahls,

- ein elektrisches Rauschen auf den Photodiodenspannungen,
- eine Temperaturabhängigkeit des Verstärkers,
- eine Temperatursensitivität der Photodioden.

Ein plötzlich auftretender Modensprung kann eine Änderung der Polarisation des Laserstrahls hervorrufen. Da das Teilungsverhältnis des Strahlteilers jedoch polarisationsabhängig ist, führt eine Polarisationsänderung des Laserstrahls wiederum zu einer Änderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen. Daher wurde zur Erzeugung einer konstanten Polarisation ein Polarisationsfilter in den TR-Aufbau integriert. Anhand einer anschließend durchgeführten Langzeitmessung konnte jedoch keine Reduktion der Schwankungen erkannt werden. Im Vergleich zu der vorherigen Langzeitmessung wurden bei dieser Messung sogar noch höhere Langzeitschwankungen beobachtet. Die maximalen Schwankungen betrugen bei der Messung mit eingebautem Polarisationsfilter bis zu 20%. Der Effekt einer Änderung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen, hervorgerufen durch eine Polarisationsänderung infolge eines Modensprungs, war möglicherweise zu klein, um hier beobachtet zu werden. Des Weiteren ist es möglich, dass dieser Effekt durch das Rauschen auf den Photodioden überdeckt wurde. Bei einem Vergleich der Absolutwerte der beiden Langzeitmessungen konnte eine Änderung von über 100% beobachtet werden. Die Änderung der Absolutwerte ist entweder auf den Einbau des Polarisationsfilters oder auf eine Änderung des Strahlengangs (infolge der verwendeten magnetischen Halterungen) zurückzuführen. Der Einbau eines Polarisationsfilters war jedoch zur Erzeugung einer konstanten Polarisation nötig.

Des Weiteren konnte im Rahmen der systematischen Untersuchungen ein elektrisches Rauschen auf den Photodiodenspannungen festgestellt werden. Als Ursache für dieses Rauschen wurden zwei verschiedene Möglichkeiten in Betracht gezogen:

- elektrisches Rauschen auf den Ausgangsspannungen des Verstärkers,
- elektrisches Rauschen auf der Spannungsversorgung der Laserdioden.

Elektrisches Rauschen auf den Ausgangspannungen des Verstärkers konnte jedoch als Ursache für die beobachteten Langzeitschwankungen ausgeschlossen werden.

Aufgrund der elektrischen Verbindung von Laserdioden und Photodioden über den optischen Aufbau kann durch ein elektrisches Rauschen auf der Spannungsversorgung der Laserdioden ebenfalls eine Störung des Messsignals der Photodioden hervorgerufen werden. Mit Hilfe eines Oszilloskops wurde ein Rauschen von ± 400 mV bei einem mittleren Spannungswert von 5 V auf der Ausgangsspannung des Netzteils, welches zum Betrieb der Laserdiode 2 und der Laserdiode 3 verwendet wird, festgestellt. Eine Ersetzung dieses Netzteils führte zu einer Reduktion das Rauschen auf den Photodiodenspannungen von 12 - 63% auf 2 - 39%.

Sowohl eine Temperaturabhängigkeit des Verstärkers als auch eine Temperatursensitivität der Photodioden wurde als Ursache für die beobachteten Langzeitschwankungen ausgeschlossen.

Anhand abschließender Langzeitmessungen mit dem optimierten System wurde gezeigt, dass durch eine Reduktion des Rauschens auf den Photodiodenspannungen ebenfalls eine Reduktion der Langzeitschwankungen erzielt werden konnte. In Tabelle 6.1 sind die

Tabelle 6.1: Schwankungen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen während Langzeitmessungen mit dem optimierten System. Bei der Langzeitmessung unter Verwendung der Laserdiode 3 war ein abnehmender Drift des Verhältnisses der Photodiodenspannungen zu erkennen, welcher nicht in Korrelation mit der Temperatur stand. Aufgrund dieses abnehmenden Drifts wurde bei dieser Messung die maximale Abweichung vom Mittelwert nicht angegeben.

Laserdiode	$1~(532~\rm{nm})$	2 (593,5 nm)	3 (1064 nm)
Einheit	%	%	%
maximale Schwankung	$1,\!5$	5	0,9

Ergebnisse dieser Langzeitmessungen nochmals aufgelistet. Für eine sinnvolle Durchführung der TR-Messungen sollten die maximalen Schwankungen nicht mehr als 1% betragen. Dieses Ziel konnte nur bei einer Messung unter Verwendung der Laserdiode 3 erreicht werden. Im Gegensatz dazu ist vor allem bei einer Messung unter Verwendung Laserdiode 2 eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen noch nicht möglich.

Um die noch bestehenden Langzeitschwankungen zu eliminieren, wurden Kalibriermessungen durchgeführt, wobei Referenzproben als Standard verwendet wurden. Anhand der Ergebnisse der Kalibriermessungen wurde jedoch deutlich, dass infolge der verwendeten magnetischen Halterungen eine Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach Neupositionierung der optischen Komponenten nicht gegeben ist. Nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten wurden Abweichungen der Messergebnisse zu den Ergebnissen vorheriger Messungen von bis zu 128,9% festgestellt. Anhand systematischer Untersuchungen und verschiedener durchgeführter Modifikationen an dem TR-Aufbau konnte jedoch gezeigt werden, dass durch eine mechanische Stabilisierung des TR-Aufbaus die beobachteten Variationen auf maximal 1,7% reduziert werden können. Die wichtigsten Erkenntnisse dieser systematischen Untersuchungen, welche unabdingbar für eine reproduzierbare Durchführung der Transmissions-/Reflexionsmessungen sind, werden im Folgenden nochmals zusammengefasst:

- 1. Eine genaue Justierung des Strahlengangs ist von großer Bedeutung. Bei der Justierung des Strahlengangs ist besonders darauf zu achten, dass der Laserstrahl immer möglichst genau auf der Mitte des aktiven Bereichs der Photodiode auftrifft. Nur so kann sichergestellt werden, dass die gesamte Lichtintensität von der Photodiode erfasst wird.
- 2. Nach äußeren Einwirkungen, wie z.B. einer Neupositionierung von optischen Komponenten, muss eine Reproduzierbarkeit des Strahlengangs gewährleistet werden. Infolge der verwendeten magnetischen Halterungen vom Typ KB25/M ist die Reproduzierbarkeit des Strahlengangs nach einer Neupositionierung der optischen Komponenten jedoch nicht gegeben. Somit sind diese magnetischen Halterungen für COATEX als alleinige Maßnahme für eine reproduzierbare Positionierung der optischen Komponenten völlig ungeeignet.
- 3. Eine mechanische Stabilisierung des TR-Aufbaus kann durch eine Verbindung der optischen Komponenten mit Stangen erreicht werden. Dadurch wird zusätzlich

gewährleistet, dass die Ausrichtung der optischen Komponenten zueinander nicht verändert werden kann.

- 4. Durch eine Positionierung der Probe auf Haltestangen wird nach einer Neupositionierung der Probe eine möglichst hohe Reproduzierbarkeit der Winkelausrichtung sowie der lateralen Ausrichtung in x-, y- und z-Richtung erreicht. Hierbei ist jedoch darauf zu achten, dass, infolge der notwendigen einmaligen Justierung des Strahlengangs, die Probe gekippt werden kann.
- 5. Die Kalibriermessungen mit Hilfe von Referenzproben waren weiterhin nicht erfolgreich. Eine erfolgreiche Durchführung der Kalibriermessungen ist nur im Falle eines weitgehend stabilen Strahlengangs möglich.

Anhand dieser Erkenntnisse wurde deutlich, dass es mit dem bisherigen Versuchsaufbau nicht möglich ist, TR-Messungen reproduzierbar durchzuführen. Daher wurde auf Grundlage dieser Erkenntnisse ein neuer Versuchsaufbau entwickelt und in die Omegatron-Handschuhbox eingebaut.

Mit Hilfe erster Testmessungen wurde die neue Versuchsanordnung auf ihre mechanische Reproduzierbarkeit überprüft. Hierbei konnte festgestellt werden, dass die Änderung der Messergebnisse infolge äußerer Einflüsse wie z.B. einer Neupositionierung der Probe betrugen maximal 2,1%. Da das statistische Rauschen bei dieser Messung jedoch in derselben Größenordnung lag, kann mit dem neu entwickelten, mechanisch stabilisierten Versuchsaufbau im Hinblick auf die mechanischen Reproduzierbarkeit, eine weitestgehend ausreichend reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen gewährleistet werden.

Zur Überprüfung der Stabilität der Messergebnisse bei einer Messung ohne Veränderung der äußeren Bedingungen wurde zusätzlich eine Langzeitmessung durchgeführt. Während dieser Messung wurden jedoch maximale Langzeitschwankungen von bis zu 5,6% beobachtet. Des Weiteren wurde eine Korrelation zwischen der Temperatur und dem Messsignal festgestellt. Die Ursache für diese Temperaturabhängigkeit ist jedoch noch nicht bekannt. Somit ist im Hinblick auf die noch bestehenden Langzeitschwankungen eine reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen noch nicht möglich.

Insgesamt konnte durch eine Charakterisierung von COATEX das Ziel einer Verbesserung der mechanischen Reproduzierbarkeit durch die Entwicklung eines mechanisch stabilisierten Versuchsaufbaus erreicht werden. Zusätzlich war es möglich die Langzeitstabilität erheblich zu verbessern. Alllerdings reicht dies jedoch noch nicht aus, um eine hinreichende reproduzierbare Durchführung der Messungen zu gewährleisten. Für die weitere Vorgehensweise sind daher folgende Schritte durchzuführen:

- Die neue Versuchsanordnung ist ebenfalls für die Laserdiode 1 und die Laserdiode 3 aufzubauen. Nach dem Aufbau ist es nötig, Langzeitmessungen unter Verwendung dieser beiden Laserdioden durchzuführen. Hierbei gilt zu überprüfen, ob (äquivalent zu der Messung unter Verwendung der Laserdiode 2) eine Korrelation zwischen der Temperatur und dem Messsignal besteht.
- Des Weiteren sind die Kalibriermessungen mit Hilfe der Referenzproben mit dem neuen Versuchsaufbau zu wiederholen. Da bei diesem Versuchsaufbau die mechanische Reproduzierbarkeit weitestgehend gegeben ist, besteht die Möglichkeit, die noch bestehenden Langzeitschwankungen mit Hilfe der Kalibriermessungen zu eliminieren.

- Falls mit Hilfe der Kalibriermessungen die gewünschte Eliminierung der Langzeitschwankungen nicht erreicht werden kann, gilt als nächster Schritt die Korrelation zwischen Temperatur und Messsignal nochmals näher zu untersuchen. Im Hinblick auf die Temperatur fand z.B. noch keine Überprüfung der Laserdiode statt, da für diese eine Temperaturstabilisierung stattfindet. Es wäre jedoch dennoch möglich, dass diese Temperaturstabilisierung nicht ausreicht, um Modensprünge zu minimieren. Durch eventuell auftretende Modensprünge könnte eine Änderung der räumlichen Intensitätsverteilung und somit eine Änderung des Strahlprofils hervorgerufen werden. Dies würde wiederum zu eine Beeinflussung des Messsignals führen. Daher wäre es denkbar, dass die noch bestehenden Langzeitschwankungen auf eine nicht ausreichende Temperaturstabilisierung der Laserdioden zurückzuführen ist. Dies müsste jedoch mit Hilfe weiterer systematischer Untersuchungen genauer untersucht werden.
- Des Weiteren ist auffällig, dass die Langzeitschwankungen bei einer Messung unter Verwendung der Laserdiode 2 wesentlich höher sind als bei einer Messung unter Verwendung der Laserdiode 1 oder der Laserdiode 3. Daher wäre es zusätzlich erforderlich, das Spektrum und die Modenstruktur dieser Laserdiode zu überprüfen. Falls kein konstantes, gaußförmiges Spektrum vorliegen sollte ist es denkbar, dass die beobachteten Langzeitschwankungen auf diesen Effekt zurückzuführen sind. Zur Gewährleistung eines konstanten Spektrums besteht die Möglichkeit den Laserstrahl zunächst in eine single-mode Glasfaser einzukopplen.
- Für den Fall, dass es dennoch nicht möglich sein sollte, das Problem der noch bestehenden Langzeitschwankungen zu beheben, besteht als letzter Weg noch die Möglichkeit, COATEX durch einen kommerziell erhältlichen Transmissions-/Reflexionsaufbau zu ersetzten, welcher jedoch auf den Betrieb in der Handschuhbox umgerüstet werden müsste. Diese Möglichkeit wäre jedoch ebenfalls mit nicht überschaubaren Risiken verbunden, da bisher mit einem solchen System in Kombination mit Tritium noch keine Erfahrungen gesammelt wurden.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte durch Entwicklung eines mechanisch stabilisierten Versuchsaufbaus die mechanische Reproduzierbarkeit soweit verbessert werden, dass eine weitgehend reproduzierbare Durchführung der TR-Messungen gewährleistet werden kann. Zusätzlich konnte durch weitere Modifikationen des TR-Aufbaus eine starke Reduktion der Langzeitschwankungen erzielt werden.

Nach Behebung der restlichen noch bestehenden Langzeitschwankungen steht jedoch einer erfolgreichen Durchführung der Transmissions-/Reflexionsmessungen und somit der Suche nach einer geeigneten Beschichtung, welche einem Langzeitbetrieb des KATRIN-Experiments standhält, nichts mehr im Wege.

Anhang A

Transmissions- und Reflexionsspektren der reflektierenden Graufilter

In diesem Anhang sind die typischen Transmissions- und Reflexionskurven der verschiedenen reflektierenden Graufilter ND1.0B, ND0.3B und ND0.1B (siehe Abschnitt 3.1.1) der Firma THORLABS gezeigt. Die Daten mit denen diese Schaubilder erstellt wurden, sind auf der dazugehörigen Internetseite der reflektierenden Graufilter [THO13a] erhältlich.



Abbildung A.1: Transmissionsspektren der verschiedenen reflektierenden Graufilter (ND-Filter). Die verschiedenen reflektierenden Graufilter (oder auch ND-Filter) zeichnen sich durch ihre unterschiedliche optische Dichte (OD: Optische Dichte) aus. Die Transmission ist gegeben aus $T = 10^{-OD}$ [THO13a].



Abbildung A.2: Reflexionsspektren der verschiedenen reflektierenden Graufilter. Das Schaubild zeigt die Reflexionskurven der drei verschiedenen ND-Filter bei einem Einfallswinkel des Lichts von 45° [THO13a]. Dies ist eine Abweichung von der Geometrie des Versuchsaufbau der Transmissions-/Reflexionsmessungen. Hier trifft der Laserstrahl senkrecht auf den Filter.

Anhang B

Beobachtung von Schwankungen während erster Testmessungen mit Referenzproben

In diesem Anhang wird die Vorgehensweise bei der Durchführung erster Testmessungen mit den Referenzproben beschrieben, die zur Charakterisierung der TR-Messungen dienen sollen. Während dieser Testmessungen konnten jedoch Schwankungen der Messergebnisse beobachtet werden. Die Messergebnisse und die hierbei aufgetretenen Schwankungen werden in diesem Anhang diskutiert.

Vorgehensweise bei der Durchführung der Testmessungen

Die ersten Testmessungen mit den Referenzproben werden ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit durchgeführt. Dies bedeutet, dass im Laufe der Messungen kein Abrastern der Probe durch den Laserstrahl stattfindet. Stattdessen wird ein beliebig gewählter, aber fixer Punkt der Probe durch das Laserlicht des Lasers bestrahlt. Dadurch werden die durchgeführten Messungen alle an demselben Punkt der Probe durchgeführt. Für die Messungen werden folgende Einstellungen vorgenommen:

- Verwendung der Laserdiode 2 mit einer Wellenlänge von 593,5 nm
- Einstellung der Verstärkung 2 am Photodiodenvorverstärker
- Verwendung der Referenzprobe mit 10% Transmission (ND1.0)
- Durchführung einer Reflexionsmessung
- Stabilisierung der Temperatur der Laserdiode auf $(24,9329 \pm 0,0006)^{\circ}$ C

Im Rahmen der Testmessung werden folgende Schritte viermal wiederholt:

- Öffnen der Abdeckung des Gehäuses, in dem der Versuchsaufbau sich befindet
- Abnahme der Probe von der Verschiebeeinheit
- Neupositionierung der Probe auf der Verschiebeeinheit

- Schließen der Gehäuseabdeckung
- Durchführung von drei hintereinander ausgeführten Reflexionsmessungen

Nach diesen vier Messreihen werden weitere Reflexionsmessungen durchgeführt, ohne jedoch die Probe zuvor neu zu positionieren. Damit soll überprüft werden, ob die Messungen ohne eine äußere Störung reproduzierbar durchgeführt werden können.

Die Messung der Temperatur innerhalb des Gehäuses erfolgt über einen Temperatursensor, der in der Nähe der Monitorphotodiode angebracht ist. Bisher war das Erreichen einer relativ stabilen Temperatur nicht möglich, da das Öffnen der Gehäuseabdeckung immer wieder mit einem Luftaustausch und somit mit einer Temperaturänderung verbunden war. Da jedoch bei allen weiteren Messreihen keine Neupositionierung der Probe mehr stattfindet, ist es möglich, die Gehäuseabdeckung während der gesamten Zeit geschlossen zu halten. Dies führt schließlich zu einer Temperaturstabilisierung innerhalb des Gehäuses. Um diese Temperaturstabilisierung zu erreichen, wurde im Anschluss der fünften Messreihe eine Wartezeit von ca. eineinhalb Stunden vorgenommen. Das Erreichen einer stabilen Temperatur ist insofern wichtig, da eine Temperatursensitivität der Photodioden bestehen könnte. Diese Temperatursensitivität der Photodioden würde wiederum zu einer Beeinflussung des Messsignals führen.

Ergebnisse der Reflexionsmessungen

Im Rahmen der Testmessung werden zwei wichtige Beobachtungen gemacht:

- 1. Zum Zeitpunkt der ersten fünf Messreihen war noch keine Temperaturstabilisierung erfolgt. Somit gab es einen Temperaturanstieg von ca. 0,4 K, wobei die Anfangstemperatur 23,6°C betrug (siehe Abbildung B.1). Erst im Laufe der ca. eineinhalb stündigen Wartezeit erfolgte eine Stabilisierung der Temperatur auf $(24,032 \pm 0,001)$ °C.
- 2. Entgegen der Erwartung, dass das gemessene Verhältnis um einen Mittelwert schwankt, ist ein kontinuierliches Anwachsen des Verhältnisses der Photodiodenspannungen zu erkennen (siehe Abbildung B.2).

Ein Vergleich der Abbildungen B.1 und B.2 legt einen Zusammenhang zwischen Temperatur und dem gemessen Verhältnis der Photodiodenspannungen nahe. Bei einem geringen Temperaturanstieg von ca. 0,4 K erfolgt ein vergleichsweise hoher Anstieg des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen um ca. 20,9%. Im Gegensatz dazu hat eine Stabilisierung der Temperatur ebenfalls eine Stabilisierung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen zur Folge.



Abbildung B.1: Temperaturverlauf innerhalb des Gehäuses, indem der Versuchsaufbau sich befindet, während erster Reflexionsmessungen mit der Referenzprobe ND1.0. Die ersten vier Messungen wurden jeweils nach Abnahme der Probe von der Verschiebeeinheit und einer anschließenden Neupositionierung durchgeführt. Die restlichen Messungen erfolgten ohne Neupositionierung der Probe. Die einzelnen Messpunkte sind die gewichteten Mittelwerte von jeweils drei hintereinander ausgeführten Einzelmessungen. Die Fehlerbalken zeigen die dazugehörigen Standardabweichungen der gewichteten Mittelwerte an, die mit Hilfe des Fehlerfortpflanzungsgesetzes ermittelt wurden. Während der ersten ca. 15 Minuten erfolgt ein Temperaturanstieg um ca. 0,4 K. Nach einer Wartezeit von ca. eineinhalb Stunden schwanken die restlichen Messwerte mit maximal 0,006% Abweichung um einen gewichteten Temperaturmittelwert von $(24,032 \pm 0,001)^{\circ}$ C.



Abbildung B.2: Verhältnis der Photodiodenspannungen während erster Reflexionsmessungen mit der Referenzprobe ND1.0. Die ersten vier Messungen wurden jeweils nach einer Abnahme der Probe von der Verschiebeeinheit und einer anschließenden Neupositionierung durchgeführt. Die restlichen Messungen erfolgten ohne Neupositionierung der Probe. Die einzelnen Messpunkte sind die gewichteten Mittelwerte von jeweils drei hintereinander ausgeführten Einzelmessungen. Die Fehlerbalken zeigen die dazugehörigen Standardabweichungen der gewichteten Mittelwerte an, die mit Hilfe des Fehlerfortpflanzungsgesetzes ermittelt wurden. Im Zeitraum der ersten 15 Minuten erfolgt ein Anstieg des Verhältnisses der Photodiodenspannungen um 20,9%. Die nächsten Messwerte wurden nach einer ca. 1,5 stündigen Wartezeit aufgenommen. Ab hier schwanken die Messwerte mit maximal 1,5% Abweichung um einen gewichteten Mittelwert von 2,508 \pm 0,004.

Anhang C

Transmissions- und Reflexionsspektren der beiden verwendeten Strahlteiler

Die Rohdaten zur Erstellung dieser Schaublider wurden auf Anfrage von der Firma THORLABS zu Verfügung gestellt.



Abbildung C.1: Transmissions- und Reflexionsspektren des Strahlteiler CM1-BS013 der Firma THORLABS. Der Strahlteiler CM1-BS013 [THO13b] ist auf einen Wellenlängenbereich von 400 – 700 nm optimiert. Die Abbildung zeigt die Transmissionskurven für s- und p-polarisiertes Licht. Zusätzlich sind die Reflexionskurven der breitbandigen Antireflexionsbeschichtungen gezeigt, die auf den Seitenflächen des Strahlteilers angebracht sind.



Abbildung C.2: Transmissions- und Reflexionsspektren des Strahlteiler CM1-BS014 der Firma THORLABS. Der Strahlteiler CM1-BS014 [THO13b] ist auf einen Wellenlängenbereich von 700 – 1100 nm optimiert. Die Abbildung zeigt die Transmissionskurven für s- und p-polarisiertes Licht. Zusätzlich sind die Reflexionskurven der breitbandigen Antireflexionsbeschichtungen gezeigt, die auf den Seitenflächen des Strahlteilers angebracht sind.

Anhang D

Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen bei einer Reflexionsmessung

In diesem Anhang wird eine Abschätzung des gemessenen Verhältnisses der Photodiodenspannungen im Falle einer Reflexionsmessung vor und nach Einbau des Polarisationsfilters, welcher auf einen Wellenlängenbereich 400 – 700 nm optimiert ist, vorgenommen. Die Abschätzung wird jeweils sowohl für einen rein s-polarisierten Laserstrahl als auch für einen rein p-polarisierten Laserstrahl durchgeführt.

Für die Abschätzung werden folgende Annahmen gemacht:

- Verwendung der Laserdiode 2 mit einer Wellenlänge von 593,5 nm
- Verwendung der Referenzprobe ND1.0 (ca. 10 % Transmission)
- Verwendung des Strahlteilers CM1-BS013 (optimiert auf einen Wellenlängenbereich von 400 – 700 nm)
- Verwendung des Polarisationsfilters LPVISE100-A (optimiert auf einen Wellenlängenbereich von 400 – 700 nm)
- Durchführung einer Reflexionsmessung

Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen vor Einbau des Polarisationsfilters

Für eine Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen im Falle einer Reflexionsmessung müssen alle Bauteile des Versuchsaufbaus berücksichtigt werden, die die Laserleistung beeinflussen. Anhand der in Abbildung D.1 gezeigten Skizze des Versuchsaufbaus, ohne eingebauten Polarisationsfilter, ist zu erkennen, dass, im Falle einer Reflexionsmessung, die Strahlintensität sowohl beim Passieren des Strahlteilers, als auch nach einer Reflexion an dem reflektierenden Graufilter geändert wird. Betrachtet man ausschließlich den Strahlteiler, so entstehen die Intensitätsänderungen hier auf zwei Arten:



Abbildung D.1: Schematische Darstellung des TR-Aufbaus ohne Polarisationsfilter mit Benennung der jeweiligen Strahlintensitäten bei einer Reflexionsmessung. Infolge des Strahlteilers und des Reflexionsfilters kommt es zu einer Änderung der ursprünglichen Intensität I_0 des Laserstrahls. Die verschiedenen Pfeile stehen jeweils für verschiedene Intensitäten des Laserstrahls.

- Intensitätsänderung infolge der strahlteilenden Oberfläche, durch die der Laserstrahl in zwei Anteile annähernd gleicher Intensität aufgeteilt wird (siehe Abbildung C.1)
- Intensitätsänderung infolge der breitbandigen Antireflexionsbeschichtungen auf den Seitenflächen des Strahlteilers (siehe Abbildung C.1)

Die Transmissions- und die Reflexionseigenschaften des verwendeten Strahlteilers sowie die Transmissionseigenschaften des verwendeten reflektierenden Graufilters können für einfallendes Laserlicht einer Wellenlänge von 593,5 nm aus den Abbildungen C.1 und A.1 abgelesen werden. Die Daten sind in Tabelle D.1 zusammengefasst.

Mit Hilfe dieser Daten kann jetzt eine Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen sowohl für den Fall eines s-polarisierten Laserstrahls als auch für den Fall eines p-polarisierten Laserstrahls vorgenommen werden. Im Folgenden wird die Berech-

Polarisation	P-Polarisation	S-Polarisation
Einheit	(%)	(%)
Transmission an reflektierenden Graufilter	14	14
Reflexion an reflektierenden Graufilter (R = 1 - T)	86	86
Transmission an strahlteilenden Oberfläche	49	47
Reflexion an strahlteilenden Oberfläche (R = 1 - T)	51	53
Reflexion an Beschichtung der Seitenflächen	$0,\!3$	0,3

Tabelle D.1: Transmissions- und Reflexionseigenschaften des Strahlteilers CM1-BS013 und des reflektierenden Graufilters ND1.0 bei senkrecht einfallendem Laserlicht mit einer Wellenlänge von 593,5 nm.

nung exemplarisch für den Fall eines rein p-polarisierten Laserstrahls durchgeführt:

setze $I_0 = 1$ (D.1)

$$I_1 = I_0 - I_0 \cdot \frac{0.3}{100} \tag{D.2}$$

$$I_2 = I_1 \cdot \frac{51}{100} \tag{D.3}$$

$$I_3 = I_2 - I_2 \cdot \frac{0.3}{100} \tag{D.4}$$

$$I_4 = I_1 \cdot \frac{49}{100} \tag{D.5}$$

$$I_5 = I_4 - I_4 \cdot \frac{0.9}{100} \tag{D.6}$$

$$I_6 = I_5 \cdot \frac{30}{100}$$
(D.7)

$$I_7 = I_6 - I_6 \cdot \frac{55}{100}$$
(D.8)
$$I_7 = I_6 - \frac{51}{100}$$
(D.9)

$$I_8 = I_1 \cdot \frac{100}{100}$$
(D.9)

$$I_9 = I_8 - I_8 \cdot \frac{0.5}{100}$$
(D.10)

$$I_V = \frac{I_3}{I_9} \tag{D.11}$$

Für den Fall eines rein p-polarisierten Laserstrahls ergibt sich ein abgeschätzes Verhältnis der Photodiodenspannungen von:

$$I_{V_{P_{ohne Polfilter}}} = \frac{I_3}{I_9} = 2,387344823$$
 (D.12)

Wird die Berechnung für den Fall eines rein s-polarisierten Laserstrahls durchgeführt, so ergibt sich ein abgeschätzes Verhältnis der Photodiodenspannungen von:

$$I_{V_{S_{ohne Polfilter}}} = \frac{I_3}{I_9} = 2,488933996$$
 (D.13)

Der Grund für die Angabe der vielen Nachkommastellen besteht darin, minimale Abweichungen zwischen den abgeschätzten Verhältnissen der Photodiodenspannungen vor und nach Einbau des Polarisationsfilters berechnen zu können (siehe weiter unten).

Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen nach Einbau des Polarisationsfilters

In Abbildung D.2 ist die Transmissionskurve und die Kurve für die Abschwächungsrate des verwendeten Polarisationsfilters gezeigt. Für eine Wellenlänge von 593,5 nm ergibt sich hier eine Abschwächungsrate von ca. 8000 : 1. Bei Verwendung des obigen abgeschätzten Verhältnisses der Photodiodenspannungen kann jetzt eine Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen sowohl für eine Abschwächung des Anteils des Laserstrahls der s-polarisiert ist, als auch für eine Abschwächung des Anteils des Laserstrahls der p-polarisiert ist vorgenommen werden.

Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen bei Abschwächung des ppolarisierten Anteils des Laserstrahls:

$$I_{V_{S_{mit Polfilter}}} = \frac{I_{V_{P_{ohne Polfilter}}} + 8000 \cdot I_{V_{S_{ohne Polfilter}}}}{8001}$$
(D.14)

$$= 2,488921267$$
 (D.15)

Dies entspricht einer Änderung von -0,00051 % im Vergleich zu dem abgeschätzten Verhältnis der Photodiodenspannungen bei Annahme eines rein s-polarisierten Laserstrahls vor Einbau des Polarisationsfilters.

Abschätzung des Verhältnisses der Photodiodenspannungen bei Abschwächung des s-



Abbildung D.2: Transmissionskurve und Kurve für Abschwächungsrate des Polarisationsfilters LPVISE100-A. Die Daten mit denen dieses Schaubild erstellt wurde sind auf der zum Polarisationsfilter zugehörigen Internetseite erhältlich [THO13c].

polarisierten Anteils des Laserstrahls:

$$I_{V_{P_{mit} Polfilter}} = \frac{I_{V_{P_{ohne} Polfilter}} \cdot 8000 + I_{V_{S_{ohne} Polfilter}}}{8001}$$
(D.16)

$$= 2,38735752$$
 (D.17)

Dies entspricht einer Änderung von 0,00053 % im Vergleich zu dem abgeschätzten Verhältnis der Photodiodenspannungen bei Annahme eines rein s-polarisierten Laserstrahls vor Einbau des Polarisationsfilters.

Anhand dieser sehr geringen Änderungen von -0,00051 % bzw. 0,00053 % im Vergleich zu einem rein p- bzw. s-polarisierten Laserstrahl wird deutlich, dass nach Passieren des Polarisationsfilters die andere Polarisationsrichtung fast vollständig abgeschwächt wird und somit eine Verunreinigung der Polarisationsrichtung des Laserstrahls durch andere Polarisationsrichtungen vernachlässigbar.

Anhang E

Untersuchung der Konstantstromquelle auf elektrisches Rauschen

In diesem Anhang wird die Vorgehensweise bei der Untersuchung der Konstantstromquelle auf elektrisches Rauschen mit Hilfe eines Oszilloskops beschrieben. Da mit einem Oszilloskop jedoch nur Spannungen betrachtet werden können, ist es zunächst erforderlich, das Stromsignal der Konstantstromquelle in ein Spannungssignal umzuwandeln. Aufgrund des Ohmschen Gesetzes

$$\mathbf{U} = \mathbf{R} \cdot \mathbf{I} \tag{E.1}$$

kann dies mit einem Widerstand realisiert werden. Da bei einer maximal eingestellten Stromstärke von 0,2 mA die Ausgangsspannung maximal 10 V betragen soll, darf hierbei ein Widerstand von höchstens 50 k Ω verwendet werden:

$$\frac{10 \text{ V}}{0.2 \text{ mA}} = 50 \text{ k}\Omega \tag{E.2}$$

Aufgrund dieser Berechnung wurde ein Widerstand von 47 k Ω gewählt. Das Schaltbild des hierbei verwendeten Testaufbaus ist in Abbildung E.1 dargestellt. Bei der Durchführung der Messungen ist es wichtig, die Stromquelle nicht mit dem Netzteil, sondern mit dem Akku zu betreiben. Dadurch kann das Rauschen auf den Ausgangsstromstärken reduziert werden. Für verschiedene eingestellte Stromstärken zwischen 0,002 mA und 0,2 mA konnten mit dem Multimeter Spannungswerte zwischen 98 mV und 9,4 V abgelesen werden. Bei Betrachtung der Ausgangspannungen mit Hilfe eines Oszilloskops konnte jeweils ein Rauschen von ± 10 mV beobachtet werden. Dieser Wert ist im Vergleich zu den auf dem Multimeter abgelesenen Spannungswerten vernachlässigbar.

Zusätzlich ist in Abbildung E.2 die ausgegebene Spannung als Funktion der eingestellten Stromstärke gezeigt. Anhand des angegebenen R-Quadrat-Wertes ist zu erkennen, dass die Datenpunkte sehr nahe an der linearen Fitgeraden liegen. Der zur Stromstärke proportionale Spannungsverlauf entspricht auch der Erwartung aufgrund des Ohmschen Gesetzes.



Abbildung E.1: Schaltbild des Testaufbaus zur Untersuchung der Konstantstromquelle auf elektrisches Rauschen. Die Konstantstromquelle wurde mit einem 47 k Ω Widerstand in Reihe geschalten. Durch Parallelschaltung des Oszilloskops war es schließlich möglich, die an dem Widerstand abgefallene Spannung zu betrachten. Durch eine weitere Parallelschaltung eines Multimeters, konnte der genaue Spannungswert abgelesen werden.



Abbildung E.2: Spannungsabfall an einem mit einer Konstantstromquelle in Reihe geschalteten 47 k Ω Widerstand für verschiedene eingestellte Stromstärken. Bei dem hier durchgeführten Fit handelt es sich um einen linearen Fit. Je nähere der angepasste R-Quadrat Wert bei eins liegt, desto näher liegen die einzelnen Datenpunkte an der Fitgeraden.

Anhang F

Experimentelle Bestimmung des Rauschens auf den Photodiodenspannungen

In diesem Anhang wird die Vorgehensweise bei den Messungen zur Bestimmung des Rauschens auf den gemessenen Photodiodenspannungen beschrieben (siehe 3.2.2.2).

Unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) und der Laserdiode 2 (593,5 nm) wird jeweils eine Reflexions- und eine Transmissionsmessung für beide Verstärkungseinstellungen durchgeführt. Abhängig von der jeweiligen Messung, wird die Spannung der Reflexionsphotodiode oder die Spannung der Transmissionsphotodiode aufgezeichnet. Die Spannung der Monitorphotodiode wird sowohl für den Fall der Reflexions- als auch für den Fall der Transmissionsmessung betrachtet. Zur Datenerfassung wird ein Messprogramm verwendet, das bei jeder durchgeführte Messung 100 000 Messwerte erfasst. Die Dauer einer Messung beträgt jeweils 10 s. Des Weiteren werden gleichzeitig statistische Werte, wie z.B. der jeweilige Mittelwert M der jeweils 100 000 aufgenommen Spannungswerten und die dazugehörige Standardabweichung σ ermittelt. Für jede Messeinstellung werden jeweils fünf Messreihen durchgeführt.

Um anschließend eine Aussage über das Rauschen auf den Photodiodenspannungen treffen zu können, wird im Anschluss an die Messungen jeweils das Verhältnis $\frac{\sigma}{M}$ aus Standardabweichung σ und Mittelwert M gebildet.

In Tabelle F.1 ist das berechneten Rauschen auf den jeweiligen Photodiodenspannungen vor und nach Austausch des Netzteils zusammengefasst (siehe dazu auch 3.2.2.2). Anhand der Daten ist zu erkennen, dass das Rauschen auf den Photodiodenspannungen bei Messungen, die unter Verwendung der Laserdiode 1 durchgeführt wurden, wesentlich höher ist als bei Messungen, die unter Verwendung der Laserdiode 2 durchgeführt wurden. Besonders auffällig ist, dass das Rauschen auf der Transmissionsphotodiodenspannung während einer Transmissionsmessung unter Verwendung der Laserdiode 2 und der eingestellten Verstärkung 2 bei 86% bzw. 78% lag. Hierbei muss beachtet werden, dass die Transmissionsmessung an einer Referenzprobe durchgeführt wurde, die eine Transmission von lediglich 10% aufweist. Die hierbei detektierte Spannung lag im Bereich von 3 – 4 mV. Da jedoch das Rauschen des verwendeten Analog-Digital-Wandlers ebenfalls im Bereich von 3 – 4 mV liegt, kann somit der hohe Wert von 86% bzw. 78% erklärt werden. Diese Daten werden daher ausgeschlossen.

Tabelle F.1: Rauschen auf den Photodiodenspannungen bei einer Reflexions- bzw. einer Transmissionsmessung unter Verwendung der Laserdiode 1 und 2 vor Austausch des Netzteils und unter Verwendung der Laserdiode 2 nach Austausch des Netzteils. Die einzelnen Messungen wurden jeweils für beide Verstärkungseinstellungen durchgeführt. Bei jeder Messung wurden insgesamt 100 000 Messwerte aufgenommen und deren Mittelwert M gebildet. Es wurden jeweils fünf Messreihen für jede Messeinstellung durchgeführt. Zur Berechnung des Rauschens σ wurde das Verhältnis $\frac{\sigma}{M}$ aus Standardabweichung σ und dem Mittelwert M der Photodiodenspannungen gebildet. Falls es innerhalb der fünf Messreihen für das Rauschen σ auf den Photodiodenspannungen größere Abweichungen als einen Prozentpunkt gab, wurde der gesamte Bereich angegeben. Die mit * gekennzeichneten Messdaten werden ausgeschlossen, da die Mittelwerte der gemessenen Photodiodenspannungen im Bereich des Rauschens des verwendeten Analog-Digital-Wandlers (ADC) lagen.

		vor Netzteiltausch			nach Netzteiltausch	
Laserdiode (LD)]	LD 1]	LD 2		LD 2
Verstärkung (V)	V1	V2	V1	V2	V1	V2
Einheit	%	%	%	%	%	%
R-PD bei R-Messung	32	10	12	45	2	39
M-PD bei R-Messung	11	11	56	56	13	13
T-PD bei T-Messung	25	10 - 21	15	86*	4	78^{*}
M-PD bei T-Messung	10	10	53	52 - 63	13	13

Anhang G

Langzeitmessungen mit dem optimierten System

In diesem Anhang sind die Ergebnisse einer Langzeitmessungen mit dem optimierten System unter Verwendung der Laserdiode 1 gezeigt. In der Abbildung ist der Verlauf des gemessenen Verhältnis der Photodiodenspannungen und der Temperaturverlauf während dieser Langzeitmessungen dargestellt.



Zeit (h)

Abbildung G.1: Langzeitschwankungen während einer Messung über einen Zeitraum von ca. sechs Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1 (532 nm) mit dem optimierten System. Bei der durchgeführten Reflexionsmessung wurde die Referenzprobe ND1.0 durch die Laserdiode 2 bestrahlt. Am Photodiodenvorverstärker wurde die Verstärkung 2 eingestellt. Die Messung fand ohne das Verfahren der Verschiebeeinheit statt. Somit wurde das reflektierte Licht eines beliebig gewählten, aber fixen Punktes der Referenzprobe gemessen.

Anhang H

Ergebnisse einer Kalibriermessung nach erster Modifikation des TR-Aufbaus

In diesem Anhang sind die Ergebnisse der Kalibriermessungen gezeigt, welche nach einer stabileren Positionierung der Probe auf der Verschiebeeinheit durch die Verwendung von zwei magnetischen Halterungen, durchgeführt wurden. Des Weiteren wurde vor diesen Kalibriermessungen eine genauere Justierung des von der Probe reflektierten Anteils des Laserstrahls auf nahezu die Mitte der Reflexionsphotodiode vorgenommen.



Abbildung H.1: Normierungsergebnisse der Kalibriermessungen über einen Zeitraum von vier Tagen unter Verwendung der Laserdiode 1, Durchführung einer Reflexionsmessung und Einstellung der Verstärkung 2 am Photodiodenverstärker. Links oben in den Schaubildern ist jeweils angegeben welche Referenzprobe durch die Laserdiode 1 bestrahlt wurde. Die einzelnen Messwerte wurden alle auf den gewichteten Mittelwert der Messergebnisse der Messung, die unter Verwendung der Referenzprobe ND0.3 stattgefunden hat, normiert.

Anhang I

Transmissions- und Reflexionsspektren des dichroitischen Spiegels

In diesem Anhang sind die Transmissions- und die Reflexionskurven des dichroitischen Spiegels der Firma THORLABS vom Typ DMLP567 [THO131] für rein p-polarisiertes Licht und für rein s-polarisiertes Licht gezeigt. Die Daten mit denen diese Schaubilder erstellt wurden sind auf der zum dichroitischen Spiegel dazugehörigen Internetseite erhältlich. In der neuen Versuchsanordnung wird das Laserlicht der Laserdiode 2 (593,5 nm) durch den dichroitischen Spiegel transmittiert. Aus den Daten mit denen die Schaubilder erstellt wurden ergibt sich für p-polarisiertes Laserlicht eine Transmission von ca. 94%. Für s-polarisiertes Laserlicht ergibt sich eine Transmission von ca. 92%. Das Laserlicht der Laserdiode 1 (532 nm) wird in dem neuen Versuchsaufbau an dem dichroitischen Spiegel reflektiert. Anhand der Daten ergibt sich für p-polarisiertes Laserlicht eine Reflexion von ca. 93% und für s-polarisiertes Laserlicht eine Reflexion von ca. 99%.



Abbildung I.1: Transmissions- und Reflexionsspektren des dichroitischen Spiegels für p- und s-polarisiertes Licht. Die Transmissions- und Reflexionskurven gelten bei einem Einfallswinkel des Laserlichts von 45° [THO131].
Literaturverzeichnis

- [AAW04] U. Besserer and L. Dörr. Arbeitsanweisung AAW 0.2: Öffnen der zweiten Hülle von Primärsystemen. 2004.
- [ABB13] ABB. Netzteile: CP-E 5/3.0. http://www.abb.com/product/seitp329/ ccb0cadfd913dda3c1256da500315ef7.aspx?country=00&tabKey= 2&cid=9AAC100119&gid=ABB1SVR427033R3000, Internetseite abgerufen im 14.03.2013).
- [Ams07] C. Amsler. Kern- und Teilchenphysik. vdf Hochschulverlag AG an der ETH Zürich, 2007.
- [Bab12] M. Babutzka, M. Bahr, J. Bonn, B. Bornschein, A. Dieter, G. Drexlin, K. Eitel, S. Fischer, F. Glück, S. Grohmann, M. Hötzel, T. M. James, W. Käfer, M. Leber, B. Monreal, F. Priester, M. Röllig, M. Schlösser, U. Schmitt, F. Sharipov, M. Steidl, M. Sturm, H. H. Telle, and N. Titov. Monitoring of the operating parameters of the KATRIN windowless gaseous tritium source. New Journal of Physics, 14(10), 2012.
- [Bai11] A. Bainbridge. *Photodiode temperature dependence test results*. Masterarbeit, Swansea University, 2011.
- [Bes08] U. Besserer, L. Dörr, and M. Glugla. Tritium confinement, retention, and releases at the Tritium Laboratory Karlsruhe. Fusion Science and Technology, 54:160–163, 2008.
- [Bud11] J. Buddrus and B. Schmidt. Grundlagen der organischen Chemie. 4. Auflage. Walter de Gruyter GmbH und Co. KG, Berlin/New York, 2011.
- [Bur00] A. K. Burnham, M. Runkel, S. G. Demos, M. R. Kozlowski, and P. J. Wegner. Effect of vacuum on the occurence of UV-induced surface photoluminescence, transmission loss, and catastrophic surface damage. Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE) Conference Series, 4134:243-252, 2000.
- [Cha32] J. Chadwick. The existence of a Neutron. Proceedings of the Royal Society of London, Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character, 136:692–708, 1932.
- [Dan62] G. Danby, J. M. Gaillard, K. Goulianos, L. M. Lederman, N. Mistry, M. Schwartz, and J. Steinberger. Observation of High-Energy Neutrino Reactions and the Existence of Two Kinds of Neutrinos. Physical Review Letters, 9:36–44, 1962.

- [Dav68] R. Davis, D.S. Harmer, and K.C. Hoffmann. Search for Neutrinos form the Sun. Phys. Rev. Lett., 20:1205–1209, 1968.
- [Dem10] W. Demtröder. Experimentalphysik 4: Kerne-, Teilchen- und Astrophysik.
 3. Auflage. Springer Verlag, 2010.
- [Dev94] R. A. B. Devine. Macroscopic and microscopic effects of radiation in amorphous SiO₂. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B, 91(1-4):378-390, 1994.
- [DOE93] DOE fundamentals handbook material science. U.S. Department of Energy, Washington, D.C., 1:102, 1993.
- [Dor08] Uni Dortmund. Vorlesung Elektronik 2008: Operationsverstäker. http://e3.physik.uni-dortmund.de/~suter/Vorlesung/Elektronik_ SS10/Skript/08_Operationsverstaerker.pdf, Internetseite abgerufen im 14.03.2013).
- [Edm13] EdmundOptics. 25mm Dia. NIR Linear Polarizer, 1000-2000nm. http: //www.edmundoptics.com/optics/polarizers/linear-polarizers/ nir-linear-polarizers/48-888, Internetseite abgerufen am 05.04.2013.
- [EKS13] EKSMAOptics. Narrow (width 30 mm) Motorized Translation Stages 960-0060-02: Travel range 20mm. http://eksmaoptics.com/opto-mechanical-components/ motorized-positioners-and-controllers-900/ narrow-width-30-mm-motorized-translation-stages-960-0060/, Internetseite abgerufen am 21.04.2013.
- [Eng92] U. Engelmann. Ramanspektroskopische und massenspektroskopische Untersuchungen der Wasserstoffisotope und isotop substituierter Methane. Doktorarbeit, Kernforschungszentrum Karlsruhe (heute Karlsruher Institut für Technologie), 1992.
- [EXO12] EXO-Collaboration. Search for Neutrinoless Double-Beta Decay in ¹³⁶Xe with EXO-200. Phys. Rev. Lett., 109:032505, 2012.
 - [Fer34] E. Fermi. Versuch einer Theorie der β -Strahlen. Zeitschrift für Physik, 88:161–177, 1934.
 - [Fes02] J.Feßman and H. Orth. Angewandte Chemie und Umwelttechnik f
 ür Ingenieure. 2. Auflage. Ecomed SICHERHEIT in der ecomed Verlagsgesellschaft AG und Co. KG, 2002.
 - [Fis10] S. Fischer. Investigation of laser stability in the KATRIN Raman setup and first depolarisation measurements with tritium at TLK. Diplomarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, 2010.
 - [Fis11] S. Fischer, M. Sturm, M. Schlösser, B. Bornschein, G. Drexlin, F. Priester, R.J. Lewis, and H.H. Telle. Monitoring of tritium purity during long-term circulation in the KATRIN test experiment LOOPINO using Laser Raman Spectroscopy. Fusion Science and Technology, 60(3):925–930, 2011.

- [Fis12] S. Fischer. Linearitätsprüfung des Verstärkers von COATEX. Bei verschiedenen Eingangsströmen wurde die Ausgangsspannung gemessen. Laborbuch COATEX, Tritiumlabor Karlsruhe, Karlsruher Institüt für Technologie, 2012.
- [Fow77] J. D. Fowler, D. Chandra, T. S. Elleman, A. W. Payne, and K. Verghese. *Tritium diffusion in Al₂O₃ and BeO.* Journal of The American Ceramic Society, 60:155–161, 1977.
- [Fuk98] Y. Fukuda et al. (Super-Kamiokande Collaboration). Evidence for Oscillation of Atmospheric Neutrinos. Physical Review Letters, 81:1562–1567, 1998.
- [Fus13] Fusionsmateriallabor des Karlsruher Instituts für Technologie. http:// www.iam.kit.edu/wbm/426.php, Internetseite abgerufen am 07.04.2013.
- [Ger06] T. Gerthsen. Chemie für Maschienenbauer: Anorganische Chemie für Werkstoffe und Verfahren. 101. Auflage. Universitätsverlag Karlsruhe, 2006.
- [Gev00] H. J. Gevatter. Automatisierungstechnik 1: Mess- und Sensortechnik. Springer-Verlag, 2000.
- [Iba07] A. Ibarra, A. Muñoz-Martín, P. Martín, A. Climent-Font, and E. R. Hodgson. *Reduction of silica surfaces with particle beams*. Journal of Nuclear Materials, 367–370(Part B):1003–1008, 2007.
- [KAT04] KATRIN Collaboration. KATRIN Design Report 2004. FZKA Scientific Report 7090, 2004.
- [KAT13] KATRIN: Karlsruhe Tritium Neutrino Experiment. http://www.katrin. kit.edu/178.php, Internetseite abgerufen am 12.05.2013.
- [Kla97] H. V. Klapdor-Kleingrothhaus and K. Zuber. Teilchenastrophysik. B. G. Teubner, Stuttgart, 1997.
- [Kne08] F.K. Kneubühl and M.W. Sigrist. Laser. 7. Auflage. Vieweg und Teubner, GWV Fachverlage GmbH Wiesbaden, 2008.
- [Kod01] K. Kodama et al. Observation of tau neutrino interactions. Physical Letters B, 504 3:218–224, 2001.
- [Kom11] E. Komatsu et al. Seven-year Wilkinson Microwave Anisotropy Probe (WMAP) Observations: Cosmological Interpretation. Astroparticle Physics, 192:18, 2011.
- [Kop07] K. Kopitzki and P. Herzog. Einführung in die Festkörperphysik. 6. Auflage. B.G. Teubner GmbH Wiesbaden, 2007.
- [Kru83] P. Kruit and F.H. Read. Magnetic field paralleliser for 2ð electronspectrometer and electron-image magnifier. J. Phys. E: Sci. Instrum., 16:313, 1983.
- [Kul10] H. J. Kull. Laserphysik: Physikalische Grundlagen des Laserlichts und seine Wechselwirkung mit Materie. 1. Auflage. Oldenburg Wissenschaftsverlag GmbH, 2010.

- [Lan68] W. Lang. Nomarski differential interference-contrast microscopy. ZEISS Information, 70:114–120, 1968.
- [LAS13a] LASEROPTIK GmbH. Electron Beam Deposition. http: //www.laseroptik.de/index.php?Coating_Guide:Prod._Methods: Electron_Beam_Deposition, Internetseite abgerufen am 07.04.2013.
- [LAS13b] LASEROPTIK GmbH. Ion Assisted Deposition. http: //www.laseroptik.de/index.php?Coating_Guide:Prod._Methods: Ion_Assisted_Deposition, Internetseite abgerufen am 07.04.2013.
- [LAS13c] LASEROPTIK GmbH. Ion Beam Sputtering. http://www.laseroptik. de/index.php?Coating_Guide:Prod._Methods:Ion_Beam_Sputtering, Internetseite abgerufen am 07.04.2013.
- [LAS13d] LASEROPTIK GmbH. Magnetron Sputtering. http://www.laseroptik. de/index.php?Coating_Guide:Prod._Methods:Magnetron_Sputtering, Internetseite abgerufen am 07.04.2013.
- [LAS13e] Internetpräsenz der LASEROPTIK GmbH. http://www.laseroptik.de/, Internetseite abgerufen am 07.04.2013.
- [LLN13] Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL). https://www.llnl. gov/, Internetseite abgerufen am 07.04.2013.
- [Lon02] D. A. Long. The Raman Effect: A Unified Treatment of the Theory of Raman Scattering by Molecules. John Wiley and Sons, Ltd, 2002.
- [Lor02] T.J. Loredo and D.Q. Lamb. Bayesian analysis of neutrinos observed from supernova SN 1987A. Phys. Rev. D, 65:063002, 2002.
- [Mes04] D. Meschede. *Gerthsen Physik.* 22. Auflage. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2004.
- [Mir11] S. Mirz. Aufbau und Charakterisierung eines verbesserten Laser-Raman-Systems für das KATRIN-Experiment. Bachelorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, 2011.
- [Ott08] W. Otten and C. Weinheimer. Neutrino mass limit from tritium β -decay. Rept.Prog.Phys, 71, 2008.
- [Pau30] W. Pauli. Offener Brief an die Gruppe der Radioaktiven bei der Gauvereins-Tagung zu Tübingen (4. Dezember 1930). Reproduced in: R. Kronig and V. Weisskopf (Eds.), Wolfgang Pauli, Collected Scientific Papers, Interscience, New York (1964), 2:1316–1317.
- [PDG12] J. Beringer et al. (Particle Data Group). 2012 Review of Particle Physics. Phys. Rev. D, 86:010001, 2012.
 - [Per09] D. Perkins. Particle Astrophysics. 2. Auflage. Oxford University Press Inc., New York, 2009.
 - [Pit86] J. R. Pitts and A. Czanderna. Reduction of silica surfaces with particle beams. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B, 13(1-3):245-249, 1986.

- [Pla13] Planck Collaboration. Planck 2013 results. XVI. Cosmological parameters. Cosmology and Extragalactic Astrophysics (astro-ph.CO), arXiv:1303.5076 [astro-ph.CO], page 67, 2013.
- [Pon57] B. Pontecorvo. Inverse Beta Processes And Nonconservation Of Lepton Charge. Zh. Eksp. Teor. Fiz., 34:247, 1957.
- [Pov06] B. Povh, K. Rith, C. Scholz, and F. Zetsche. Teilchen und Kerne. 7. Auflage. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006.
- [Ram29] C. V. Raman. The Raman effect. Investigation of molecular structure by light scattering. Transactions of the Faraday Society, 25:781–792, 1929.
- [Rei59] F. Reines and C.L. Cowan. Free Antineutrino Absorption Cross Section. I. Measurement of the Free Antineutrino Absorption Cross Section by Protons. Phys. Rev., 113:273—279, 1959.
- [Rei65] F. Reines and C.L. Cowan. The Neutrino. Nature, 178:446–449, 1956.
- [Roia] Roithner Lasertechnik. CW532-005 Lasermodule CW532. http:// www.roithner-laser.com/datasheets/lasermodules/532/cw532.pdf, Datenblatt abgerufen am 05.04.2013.
- [Roib] Roithner Lasertechnik. RLY-01:0.6-2mW laser module at 593.5 nm. http://www.roithner-laser.com/datasheets/lasermodules/archiv/ old_rly_1.pdf, Datenblatt abgerufen am 05.04.2013.
- [Roic] Roithner Lasertechnik. PIL-VI-1064 Infrared DPSS Laser Modul. http://www.roithner-laser.com/datasheets/lasermodules/ 1064/pil-vi-1064_1-400mw.pdf, Datenblatt abgerufen am 05.04.2013.
- [Rup12] S. Rupp. Proof of concept of a calibration method for the laser Raman system for KATRIN based on the determination of the system's spectral sensitivity. Diplomarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, 2012.
- [Sal08] B. E. A. Salah and M. C. Teich. Grundlagen der Photonik. 2. Auflage. Wiley-VCH Verlag GmbH und Co.KGaA Weinheim, 2008.
- [Sch08] C. Schmuck, B. Engels, T. Schirmeister, and R. Fik. *Chemie für Mediziener*.4. Auflage. Pearson Education Deutschland GmbH, 2008.
- [Sch11] K. Schönung. Entwicklung eines Experiments zur Untersuchung optischer Fenster in Tritiumumgebung und Bewertung der ersten Untersuchungen. Diplomarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, 2011.
- [Sch13] M. Schlösser. Accuarate Calibration of the Raman system for the Karlsruhe Tritium Neutrino Experiment. Doktorarbeit, Karlsruher Institut für Technologie, 2013.
- [Sch97] N. Schmitz. Neutrinophysik. B. G. Teubner, Stuttgart, 1997.
- [SNO02] SNO Collaboration. Direct Evidence for Neutrino Flavor Transformation from Neutral-Current Interactions in the Sudbury Neutrino Observatory. Physical Review Letters, 89(1):011301, 2002.

- [Ste93] T. M. Stephan, B. V. Zyl, and R. C. Amme. Degradation of vacuum-exposed SiO2 laser windows. Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE) Conference Series, 1848:106–110, 1993.
- [Stu10a] M. Sturm. Aufbau und Test des Inner-Loop-Systems der Tritiumquelle von Katrin. Doktorarbeit, Karlsruher Institut f
 ür Technologie, 2010.
- [Stu10b] M. Sturm, M. Schlösser, R. J. Lewis, B. Bornschein, G. Drexlin, and H. H. Telle. Monitoring of all hydrogen isotopologues at tritium laboratory Karlsruhe using Raman spectroscopy. Laser Physics, 20(2):493–507, 2010.
 - [SZ08] X. Shi-Zhen, L. Hai-Bing, Y. Xiao-Dong, H. Jin, J. Xiao-Dong, W. Hai-Jun, Z. Xiao-Tao, and Z. Wan-Guo. *Effects of Vacuum on Fused Silica UV Damage*. Chinese Physics Letters, 25:223, 2008.
 - [Tel11] H. H. Telle. Feasibility study for implementing characterisation of damage to thin-film coatings and surfaces after long-term exposure to tritium: Issues of temperature dependence of devices used in laser power monitoring. Swansea University, 2011.
- [THO13a] THORLABS. Unmounted N-BK7 Reflective Neutral Density Filters. http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID= 5022, Internetseite abgerufen am 05.04.2013.
- [THO13b] THORLABS. cube-mounted polarization-intensive beamsplitter cubes. http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID= 4129&pn=CM1-BS013#1666, Internetseite abgerufen 05.04.2013.
- [THO13c] THORLABS. Economy Glass Polarizers. http://www.thorlabs.de/ NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=4984&pn=LPVISE100-A#4984, Internetseite abgerufen am 08.04.2013.
- [THO13d] THORLABS. 30 mm Cage System Rotation Mounts for Ø1 Zoll or Ø25.0 mm Optics. http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9. cfm?ObjectGroup_ID=1885&pn=CRM1/M#2218, Internetseite abgerufen am 10.04.2013.
- [THO13e] THORLABS. 30 and 60 mm Cage System Construction Rods. http: //www.thorlabs.de/NewGroupPage9.cfm?ObjectGroup_ID=4125, Internetseite abgerufen am 10.04.2013.
- [THO13f] THORLABS. SM1PD1A Large Area Mounted Silicon Photodiode, 400-1100 nm, Cathode Grounded. http://www.thorlabs.de/thorProduct. cfm?partNumber=SM1PD1A, Internetseite abgerufen am 06.04.2013.
- [THO13g] THORLABS. KB25/M Metric, Complete 25 mm x 25 mm Kinematic Base, Top and Bottom Plates. http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9. cfm?ObjectGroup_ID=1546&pn=KB25/M#2082, Internetseite abgerufen am 10.04.2013.
- [THO13h] THORLABS. *KB25/M Metric, Complete 25 mm x 25 mm Kinematic Base, Top and Bottom Plates, Information durch e-Mail-Verkehr mit Kevin Krug (Mitarbeiter Thorlabs), 04.04.2013.*

- [THO13i] THORLABS. KM100T SM1-Threaded Kinematic Mount for Thin Ø1 Zoll Optics. http://www.thorlabs.de/thorProduct.cfm?partNumber= KM100T, Internetseite abgerufen am 21.04.2013.
- [THO13j] THORLABS. KCB1 Right Angle Kinematic Mirror Mount, 30 mm Cage System, SM1. http://www.thorlabs.de/thorProduct.cfm?partNumber= KCB1, Internetseite abgerufen am 21.04.2013.
- [THO13k] THORLABS. CP360R Pivoting, Quick-Release, Ø1 Zoll Optic Mount for 30 mm Cage System. http://www.thorlabs.de/thorProduct.cfm? partNumber=CP360R, Internetseite abgerufen am 21.04.2013.
- [THO131] THORLABS. DMLP567 Ø1 Zoll Longpass Dichroic Mirror, 50% Trans./Refl. at 567 nm. http://www.thorlabs.de/NewGroupPage9. cfm?ObjectGroup_ID=3313&pn=DMLP567#3631, Internetseite abgerufen am 21.04.2013.
- [THO13m] THORLABS. KB75/M Metric, Complete 75 mm x 75 mm Kinematic Base, Top and Bottom Plates. http://www.thorlabs.de/thorProduct. cfm?partNumber=KB75/M, Internetseite abgerufen am 21.04.2013.
 - [Tho96] I. M. Thomas. High laser damage threshold porous silica antireflective coating. Applied Optics, 25:1481–1483, 1996.
 - [TLA11] Technische Liefer- und Abnahmebedingungen für Amaturen, Ausgabe Nr.7. Institut für Technische Physik, Tritiumlabor Karlsruhe, page 12, 2011.
 - [Wib95] Wiberg and Holleman. Lehrbuch der anorganischen Chemie. 101. Auflage. Walter de Gruyter GmbH und Co. KG, Berlin, 1995.
- [WMA10] The WMAP Science Working Group. Wilkinson Microwave Anisotropy Probe (WMAP): Seven-Year Explanatory Supplement. Physical Review Letters, 89(1):011301, 2010.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich noch all denjenigen danken, ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Ich danke Prof. Dr. Guido Drexlin, dass er mir eine solche interessante und lehrreiche Arbeit ermöglichte.

Ich danke Prof. Dr. Ulrich Husemann für die Übernahme der Zweitkorrektur.

Ich danke Dr. Beate Bornschein für ihr außerordentliches Engagement für jeden einzelnen Studenten, ihre Unterstützung bei der Klärung nächster Arbeitsschritte und die hervorragende Betreuung dieser Arbeit.

Mein besonderer recht herzlicher Dank gilt Sebastian Fischer, der mich während der gesamten Zeit tatkräftig unterstützte und sich mit mir über Erfolge freute. Vor allem möchte ich ihm jedoch für die hervorragende Betreuung dieser Arbeit und die dafür aufgebrachte Zeit bedanken.

Der gesamten Laser-Raman-Gruppe möchte ich für die gute Zusammenarbeit, die stetige Hilfsbereitschaft und das tolle Arbeitsklima danken: Dr. Beate Bornschein, Sebastian Fischer, Magnus Schlösser, Dr. Michael Sturm, Prof. Dr. Helmut H. Telle, Simone Rupp, Florian Kassel, Bennet Krasch, Timothy James.

Recht herzlich möchte ich auch Dieter Adami und Bernhard Heinle danken. Dieter Adami danke ich dafür, dass er mir bei technischen Fragen und Fertigungsarbeiten immer zur Seite stand. Bernhard Heinle danke ich für die lehrreiche Zeit im Labor und die Unterstützung bei der Durchführung vieler Laborarbeiten.

Eva Porter und Silvia Krieger danke ich für jegliche Unterstützung bei organisatorischen Fragestellungen.

Alexander Beck, Simon Niemes, Nando Gramlich und Michael Schwarz danke ich für die tolle Atmosphäre im Büro und ihre stetige Hilfsbereitschaft.

Bei allen weiteren Mitarbeitern des TLKs möchte ich mich für die schöne und lehrreiche Zeit, das tolle Arbeitsklima sowie für die freundliche Aufnahme bedanken. Hierbei gilt mein besonderer Dank den Doktoranden, den Diplomanden und den Bachelor-Studenten.

Bei Fabian Schneck, Gerhard Rzehorz, Sebastian Ziegler, Stefan Zeißler und Sebastian Merkt möchte ich mich für die tolle, gemeinsame Studienzeit bedanken und dafür, dass sie mir stets in fachlicher sowie in moralischer Hinsicht zur Seite standen.

Ganz herzlich möchte ich mich bei meiner Familie und meinem Bruder Markus für den stetigen Rückhalt, ihre Unterstützung in jeglicher Hinsicht und auch für die Übernahme von Korrekturlesearbeiten bedanken.

Mein besonderer Dank gilt zudem meinem Freund Adrian für ein zusätzliches Korrekturlesen der Arbeit. Insbesondere möchte ich ihm jedoch für seine Unterstützung während des gesamten Studiums sowie seinen Zuspruch und sein Verständnis in stressigen Phasen danken.