6. Stöchiometrieüberwachung

Während der Erprobungsphase der Feststofftargets am Bonner Zyklotron wurden Strahlungsschäden festgestellt, die sich darin äußerten, daß der Wasserstoffgehalt sich um einige Prozent pro Stunde Bestrahlung reduzierte. Der schädigende Prozeß ist in erster Linie das sogenannte Crosslinking. Dabei wird in benachbarten Polymerketten ein H_2-Molekül abgespalten und eine Kohlenstoffbindung erzeugt. Der freigesetzte Wasserstoff diffundiert aus dem Material und bewirkt die Verschiebung des stöchiometrischen Verhältnisses. Der verbleibende Kunststoff versprödet durch die zunehmende Vernetzung der Moleküle.
Da der Wasserstoff das eigentliche Meßtarget ist, beeinflußt eine Reduzierung des Wasserstoffgehalts die für das EDDA-Experiment maßgebliche Luminosität. Die Stöchiometrie muß deshalb überwacht werden. Nachfolgend wird eine diesbezügliche Meßmethode beschrieben, bei der die in Kap. 3 vorgestellten PIN-Dioden Verwendung finden.

6.1 Prinzip der Messung

Man kann eine Änderung des stöchiometrischen Verhältnisses von CH_2 nach CH_x ($1<x<2$) erfassen, indem man das Verhältnis der am ^{12}C und am Wasserstoff gestreuten Protonen gegen die Zeit aufträgt [MOS92]. Zur Bestimmung des stöchiometrischen Verhältnisses registriert man die am Target gestreuten Protonen. Je nachdem, ob diese am Wasserstoff oder am Kohlenstoff (elastisch oder inelastisch) gestreut wurden, können entsprechende Linien im Spektrum unterschieden werden. Nun werden die Einzelraten der Reaktionen durch Integration über die Linien bestimmt und miteinander verglichen. Dieses Verhältnis wird gegen die Bestrahlungsdauer aufgetragen und gibt die Stöchiometrieänderung wieder.

6.2 Testmessungen am Zyklotron

Für für die ersten diesbezüglichen Messungen wurden 2000 µm dicke Silizumdetektoren vom Oberflächensperrschicht-Typ verwendet. Da deren Bauform ungünstig für den Einsatz am EDDA-Experiment ist, mußte die Verwendbarkeit der bereits vorhandenen PIN-Dioden getestet werden. Zwar soll die Vermessung der Stöchiometrie bei der COSY-Einschußenergie von 40 MeV vorgenommen werden, aber auch schon bei diesen Energien kann ein im Winkel von 40° gestreutes Proton in einer 500 µm dicken Diode nicht mehr gestoppt werden. Die Diode arbeitet also nur noch als ΔE-Zähler, bei dem lediglich ein Teil der Energie des einlaufenden Protons an den Detektor abgegeben wird. Dabei kann gemäß der Bethe-Bloch-Formel [PER80] dieses ΔE der Gesamtenergie zugeordnet werden. Es mußte nun untersucht werden, ob die Auflösung der Diode im ΔE-Betrieb ausreichend für diese Art von Messung ist. Da weder COSY noch EDDA zu diesem Zeitpunkt Messungen zuließen, fand der Test am energievariablen Isochronzyklotron des ISKP Bonn unter COSY-ähnlichen Bedingungen statt. Zunächst sind in Tabelle 6.1 einige der benötigten Teilchenenergien zusammengestellt. Dabei sind für die Fenster der PIN-Dioden unter-

schiedliche Winkel zum Target angegeben : θ_{lab}=45° für die Testphase, 40° für den Aufbau ab 1994. Der erwartete Energieverlust in den Detektoren berücksichtigt den schrägen Durchtritt der Protonen sowie den Energieverlust in Aluminiumfenstern mit einer Dicke von 0.2 mm.

θ_{lab} [°]	Reaktion	E_P [MeV]	ΔE_{al} [MeV]	ΔE_{PIN} [MeV]	ΔE_H-ΔE_C [MeV]
40	$^{12}C(^1H,^1H)^{12}C$	38.43	1.25	2.29	
	$^1H(^1H,^1H)^1H$	23.27	1.89	3.70	1.41
45	$^{12}C(^1H,^1H)^{12}C$	38.04	1.38	2.10	
	$^1H(^1H,^1H)^1H$	19.79	2.38	4.06	1.94

Tab. 6.1 : Erwartete Energiewerte für Stöchiometrievermessung mit PIN-Dioden
E_P : Protonenenergie im Winkel θ_{lab} bei 40 MeV Einschußenergie
ΔE_{al} : Energieverlust im Aluminiumfenster
ΔE_{PIN} : Energieverlust in der PIN-Diode
ΔE_H-ΔE_C : Energiedifferenz der Wasserstoff- und der Kohlenstofflinie

Die an COSY im Winkel der PIN-Diodenfenster erwarteten Protonenenergien können am Bonner Zyklotron nicht auf direktem Weg erzeugt werden, da die maximale Protonenenergie hier bei ca. 14 MeV liegt. Statt dessen wurde ein α-Teilchenstrahl von ca. 54 MeV verwendet, mit dem über die Reaktion $^1H(\alpha,\alpha)^1H$ höherenergetische Protonen erzeugt werden konnten[1]. Vorsichtige Zählratenabschätzungen auf der Basis von Literaturdaten [LIE62] lieferten für typische Betriebsdaten am Zyklotron eine Zählrate in der PIN-Diode von einigen Hertz, was dieses Vorgehen bei vertretbarem Zeitaufwand rechtfertigte.
Aus geometrischen Gründen konnte die Winkelbedingung für eine der gewünschten Energien (37-38 MeV) nicht eingestellt werden, da die auslaufenden Partikel dann zu nahe am Primärstrahl liegen. Statt einer Protonenenergie von 38 MeV wurden deshalb nur 32 MeV verwendet. Als zweite Energie wurden 17 MeV für das auslaufende Proton eingestellt. Nach Tabelle 6.2 ergibt sich ein Unterschied in den Energieverlusten von 1.2 MeV, was noch unter den für COSY erwarteten Werten von 1.4 MeV liegt. Da aber eine Reduktion des Unterschiedes im Energieverlust der zu trennenden Teilchen vorliegt, bleibt die Aussagekraft des Tests auf jeden Fall erhalten.
Abb. 6.1 zeigt das Strahlführungssystem des Bonner Zyklotrons. Der Aufbau des Experiments erfolgte in der Streukammer 2. Der α-Strahl wurde über den sogenannten C-Weg auf die Targets am Strahlplatz 2 fokussiert. Es wurde die maximal zur Verfügung stehende Energie von 54-55 MeV verwendet. Der Strahl wurde hinter der Streukammer in einem Faraday-Cup gestoppt und die gesammelte Ladung mit einem Stromintegrator registriert. Die Messungen wurden auf die gleiche Ladung normiert, um Zählratenvergleiche zu ermöglichen.
Für den Nachweis der (α,p)-Reaktion wurden zwei ΔE-E-Teleskope verwendet (vgl. Abb. 2.12). Diese waren am oberen und unteren Drehdeckel der Streukammer befestigt und

[1] Weitere Reaktionen (in erster Linie $^{12}C(\alpha,p)^{15}N$ z.B. [LEO83], [FAB80]) erzeugen eine Untergrundzählrate. Diese wurde berücksichtigt, kann aber wegen der kleinen Wirkungsquerschnitte vernachlässigt werden.

konnten in der Winkelstellung mit Servomotoren variiert werden. Eines der Teleskope diente zum Nachweis der α-Teilchen, das andere registrierte die Protonen. Die aktuelle Winkelposition sowie die Stellung der Targetleiter wurden durch Kameras überwacht.

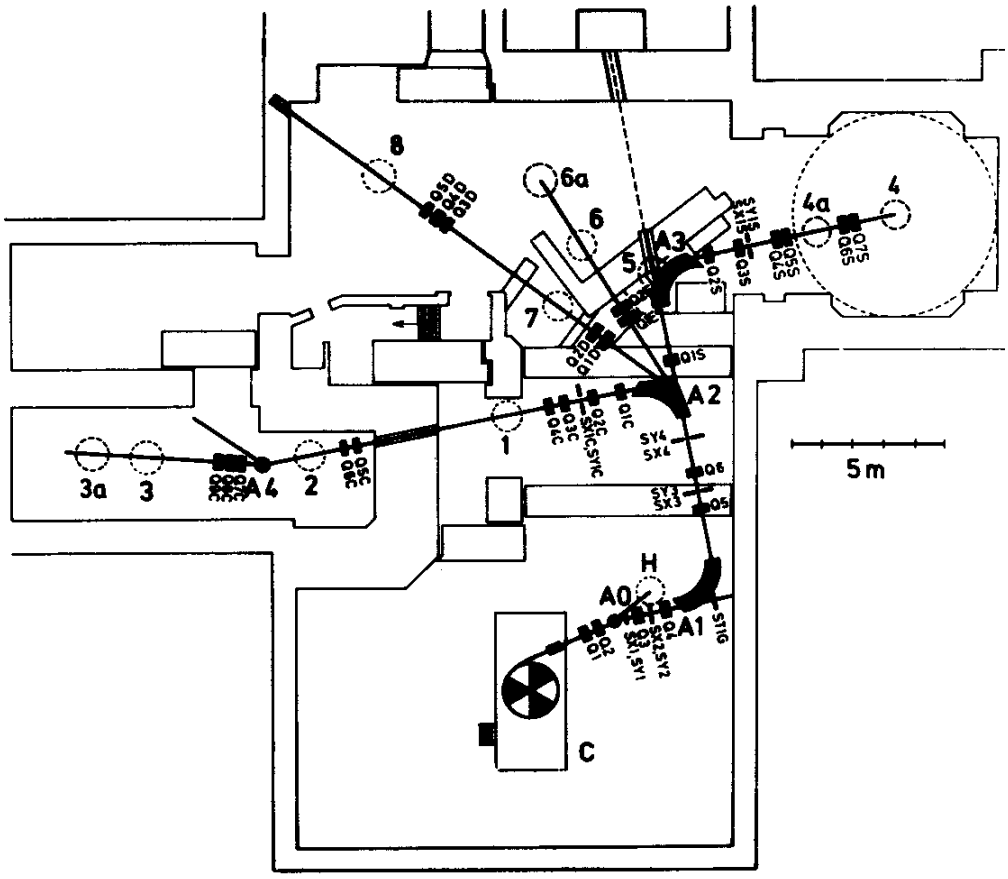

Abb. 6.1 : Strahlführungssystem des Bonner Zyklotrons

Im Teleskop für den Protonennachweis wurde die PIN-Diode als ΔE-Zähler verwendet. Im zweiten Teleskop war statt dessen ein 20 μm Si Oberflächensperrschichtzähler eingebaut. Als E-Zähler[2] fungierten je drei hintereinanderliegende 2000 μm Si Halbleiterdetektoren. Mit der so erreichten Gesamtdicke von 6000 μm können Protonen mit einer Energie bis zu 33 MeV noch gestoppt werden.
Mit Blenden vor den Teleskopen wurde die Winkelauflösung in θ auf 0.61° festgelegt. Elektronen wurden mit starken Permanentmagneten vor den Detektoren abgefangen. Die Detektorsignale wurden zuächst verstärkt und geformt. Zum Triggern der Datenaufnahme wurden zwei Bedingungen benutzt : Im Teleskop mit der PIN-Diode wurde die Pulshöhe zur Teilchentrennung verwendet, um die Protonensignale auszufiltern (13.6 bzw. 30.5 MeV im Stoppzähler, s. Tab. 6.2). Entsprechend wurden im zweiten Teleskop die α-Teilchen registriert. Zusätzlich wurde eine Koinzidenz der gegenüberliegenden Teleskope gefordert, um über die Winkelbeziehung den Reaktionskanal zu definieren (α : 10° bzw. 14°, p : 16.6° bzw. 45.7°).

[2] Im Gegensatz zu einem ΔE-Zähler wird in einem E-Zähler (Stoppzähler) die gesamte Energie des einlaufenden Teilchens an den Detektor abgegeben.

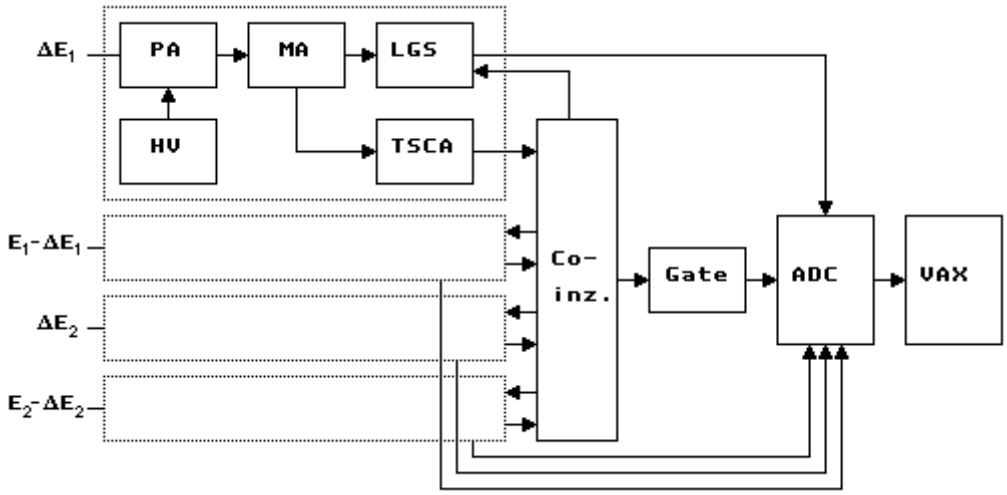

Abb. 6.2 : Meßaufbau für Stöchiometrietests am Zyklotron
ΔE, E-ΔE : Detektoren der Teleskope 1 und 2

PIN-Dioden vom Typ SFH521 können nicht direkt als Komponente eines ΔE-E-Teleskops verwendet werden, da die Trägerplatte eine erhebliche Energieabsorption bedingt und die Meßergebnisse verfälscht würden. Wegen der Empfindlichkeit der Diode konnte die Bodenplatte nicht abgefräst werden, da hierbei zu große mechanische Spannungen aufgetreten wären. Deshalb wurde die Trägerplatte der PIN-Diode vorsichtig unter Zuhilfenahme einer Messingplatte abgeschliffen. In diese war eine Vertiefung eingearbeitet, die die Dickenhomogenität des verbleibenden Trägers (und damit eine möglichst konstante Energieabsorption) gewährleistete. Die Frontseite der Diode war während der Arbeiten abgedeckt, um Verunreinigungen auf der Oberfläche des Kristalls zu vermeiden. Vor der weiteren Verwendung der PIN-Diode wurde sie mit hochreinem Isopropylalkohol gereinigt. Die so erreichte Dicke der Trägerplatte betrug noch 200-220 µm, ohne daß die Stabilität der Klebung und der Anschlußkontaktierung zu gering geworden wäre.

E_α	E_p	∠ [°]	ΔE_{PIN}	ΔE_{T1000}	ΔE_{T200}	E_{Stop}
	17.1	45.7	2.8	4.0		10.3
	17.1	45.7	2.8		0.7	13.6
	32.5	16.6	1.6	1.9		29.0
	32.5	16.6	1.6		0.4	30.5
22.5		10.0	22.5	0.0		0.0
37.9		14.0	21.7	16.2		0.0
37.9		14.0	21.7		10.9	5.3

Tab. 6.2 : Deponierte Energien im Teleskop mit und ohne Bearbeitung des Diodenträgers (alle Energieangaben in [MeV])
E_α,E_p : Energie des nachzuweisenden Partikels
ΔE_x : Energiedeposit in PIN-Diode, Träger 1000 µm und Träger 200 µm
E_{Stop} : Verbleibende Restenergie im Stoppzähler
∠ : Winkel des auslaufenden Partikels

In Tab. 6.2 können die Energieabsorptionen für die Trägerplatte vor und nach der Bearbeitung bei unterschiedlichen Teilchen bzw. Energien entnommen werden. Die derart modifizierte PIN-Diode wurde dann als ΔE-Zähler in das Teleskop eingesetzt.
Die Spektren, die auf Grund der oben genannten Triggerbedingungen für die in Tab. 6.2 angegebenen Protonenenergien gemessen wurden, sind in Abb. 6.2 für die PIN-Diode und den zugehörigen Stoppzähler dargestellt. Ein Vergleich der ΔE-Signale der PIN-Diode bei beiden Energien läßt eine deutliche Trennung der Linien zu. Da beide Linien nach Tab. 6.2 nur 1.2 MeV auseinanderliegen, sollte eine Trennung der Linien am EDDA-Experiment mit 1.4 MeV Unterschied keine Probleme bereiten.

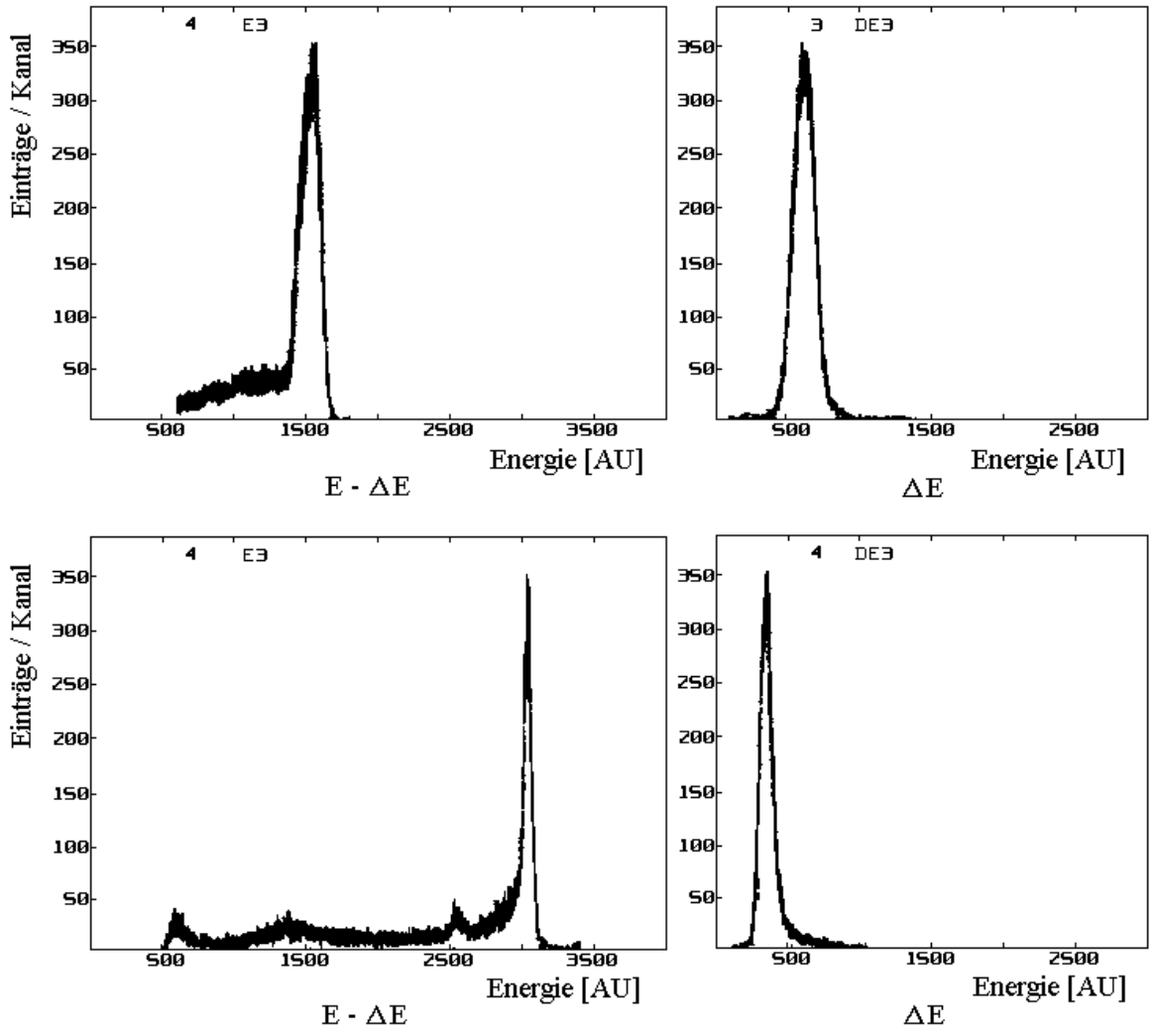

Abb. 6.2 : Protonensignale mit 17 und 32 MeV in der PIN-Diode im ΔE-Betrieb.
oben : mittlere Protonenenergie 17 MeV
unten : mittlere Protonenenergie 32 MeV
linke Spalte : Signal im Stoppzähler
rechte Spalte : ΔE-Signal in der PIN-Diode