

Untersuchung der Strahlungshärte von Kapton in Helium unter Verwendung einer Strontium-90 Quelle

Gian Luca Caratsch

Oktober 2021

Abstract

In diesem Versuch wurden Kaptonstreifen ionisierender Strahlung in einer Helium Atmosphäre für 24 h ausgesetzt. Dafür wurde eine 700 MBq Strontium-90 Quelle benutzt. Zusätzlich wurden die Proben während der Messung mit einer selbst gebauten Heizungssteuerung auf $(120 \pm 1)^\circ\text{C}$ gehalten. Auf diese Weise sollte wegen der Van't Hoff'schen Faustregel die Reaktionsgeschwindigkeit des Kaptons mindestens ver-tausendfacht werden. Nach der Strahlungsexposition wurden die Streifen auf die Formation von Radikalen untersucht. Das bestrahlte Kapton war nicht von der ur-sprünglichen Folie zu unterscheiden.

Contents

1	Einführung	4
2	Theoretische Hintergründe	4
2.1	Kapton und seine Eigenschaften	4
2.1.1	Einführung zu den Polyimiden	4
2.1.2	Details zum Kapton	6
2.2	Das Mu3e Phase I Experiment	7
2.2.1	Hintergründe zum Versuch	7
2.2.2	Der Pixeltracker und die Rolle des Kaptons	9
2.3	Entstehung von Radikalen in Kaptonfilmen	9
2.3.1	Effekte von ionisierender Strahlung in Kunststoffen	9
2.3.2	Folgen für das Mu3e Phase I Experiment	11
2.4	Der Versuch zur Kaptonbestrahlung	11
2.4.1	Die Quelle	11
2.4.2	Das RGT Prinzip	12
3	Experiment, Resultate und Diskussion	12
3.1	Experimenteller Aufbau	15
3.2	Realisation einer Heizungssteuerung	16
3.2.1	Mikrokontroller und theoretische Überlegungen zur Steuerung	17
3.2.2	Der Infrarotsensor MLX90614	18
3.2.3	Die Spannungsquelle und Verbindung zum Arduino	20
3.2.4	Anfertigung der PCBs	21
3.2.5	Aufbau der Heizungskontrolle	23
3.2.6	Erste Resultate der Heizungskontrolle	27
3.2.7	Diskussion zu den ersten Versuchen	27
3.3	Kalibrierung des Emissionswertes	28
3.3.1	Theoretische Überlegungen	28
3.3.2	Vorgehen	29
3.3.3	Ergebnisse und Kalibrierung	30
3.3.4	Diskussion zur Kalibrierung	32
3.4	Fertigstellung der PID-Kontrolle und erster Testlauf	33
3.4.1	Vorgehen	33
3.4.2	Resultate und kurze Diskussion	34
3.5	Eine Messung der Temperatur in der Kaptonprobe und eine Messung beim Mylarfenster	34
3.5.1	Vorgehen	34
3.5.2	Resultate	40
3.5.3	Diskussion	40
3.6	Untersuchungen des Kaptons in Luft	42
3.6.1	Vorgehen und Resultate	42

3.6.2	Diskussion zur Messung in Luft	42
3.7	Untersuchungen des Kaptons in Helium	45
3.7.1	Der Versuch	45
3.7.2	Ergebnisse der Messung in Helium	48
3.7.3	Diskussion	48
3.8	Kapton-Bestrahlung	50
3.8.1	Vorgehen	50
3.8.2	Resultate	51
3.8.3	Diskussion	51
4	Fazit	54
A	Zeichnungen zur Bestrahlungsbox	59
B	Zeichnungen zur Quelle	59
C	Eigenständigkeitserklärung	62

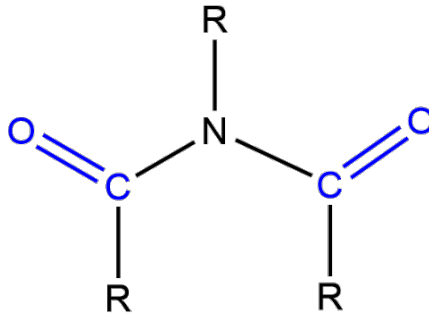


Figure 1: Allgemeine Struktur eines Imids. In blau sind die Carbonylgruppen sichtbar. Quelle: eigene Darstellung.

1 Einführung

Kapton ist mit seinen vielseitigen Eigenschaften ein oft eingesetztes Material. Es ist widerständig gegenüber Temperaturen in dreistelligen Bereich unter 0 °C bis 350 °C. Zusammen mit der Reissfestigkeit und der Eigenschaft als Dielektrikum eignet sich das Material für gegenwärtige Physikexperimente. Das Mu3e Phase I Experiment am Paul Scherrer Institut (PSI) ist eines davon. Kapton wird dort in einem breiten Spektrum verwendet [8]. Zurzeit befindet sich der Versuch im Aufbau. Datenblätter zeigen, dass Kapton sich für die Realisierung des Messapparates eignen würde [7]. Jedoch liegen keine sicheren Informationen vor, ob das Polyimid eine ähnliche Widerstandsfähigkeit gegenüber ionisierender Strahlung auch in Helium hat. Als Polymer könnte es anfällig für die Bildung von Radikalen sein.

Das Ziel dieser Arbeit war es, zu prüfen ob sich das Kapton für das Mu3e Experiment eignet. Deswegen wurde ein Materialtest durchgeführt. Wie dieser realisiert wurde und zu welchen Ergebnissen im Detail es geführt hatte, wird in den nächsten Kapiteln erläutert.

2 Theoretische Hintergründe

Im folgenden Kapitel wird erklärt welches Material getestet wurde und welche Eigenschaften es vorweist. Zusätzlich wird genauer auf seine Rolle im Mu3e Phase I Experiment eingegangen. Schliesslich wird die Idee des Versuches zur Kaptonbestrahlung präsentiert.

2.1 Kapton und seine Eigenschaften

2.1.1 Einführung zu den Polyimiden

Polyimide sind synthetische Polymere [1]. Ein Polymer ist ein grösseres Molekül, welches die Form einer Kette oder eines Netzes von äquivalenten oder ähnlichen Einheiten hat. Diese Einheiten werden Monomere genannt [3]. Bei den Polyimiden bestehen die Monomeren aus Imiden. Ein Imid zeichnet sich durch eine chemische Verbindung zwischen einem Stick-

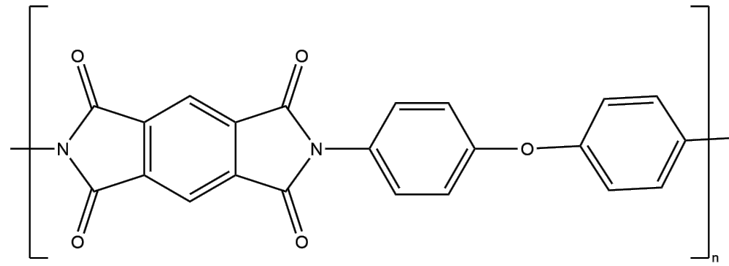


Figure 2: Die chemische Struktur des Kaptons. Die Imidverbindung ist in der Ringstruktur (Imidring genannt) im linken Teil des Moleküls sichtbar. Quelle: eigene Darstellung.

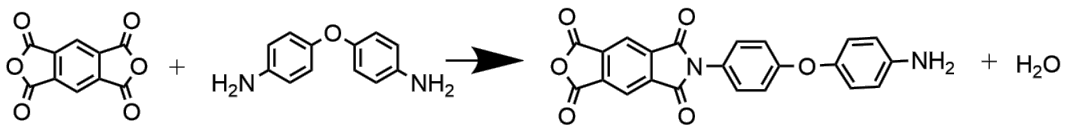


Figure 3: Kondensation eines PDMA- (links) und eines DAPE-Moleküls (rechts) zu einem ersten Monomer des Kaptons. Quelle: eigene Darstellung.

stoffatom im sp^3 -Zustand und zwei Carbonylgruppen (charakterisiert durch eine chemische Verbindung eines Kohlenstoffatoms mit einem Sauerstoffatom) aus (Fig.1). Was Polyimide nun einzigartig machen, sind deren vielseitige und nützliche Eigenschaften. Für hier genügt es, die Diskussion auf aromatische Polyimide zu beschränken. Das Wort aromatisch bedeutet, dass Benzenringe (C_6H_6) in der Polyimidkette vorhanden sind. Eine der allgemeinsten und wichtigsten Eigenschaften ist die Widerständigkeit gegenüber kryogenen bis hohen Temperaturen und das bei atmosphärischer Umluft. Diese wird unter anderem durch die Aromatizität und der hohen molekularen Dichte der Polyimide erklärt [1]. Eine weitere bedeutende Eigenschaft ist ihre schlechte Leitfähigkeit. Polyimide haben eine niedrige Dielektrizitätskonstante. Diese ist ein materialabhängiges Maß. Die Stärke dieser Konstante zeigt wie einfach sich ein aus dem Vakuum erzeugtes elektrisches Feld dort ausbreiten kann. Polyimiden leiten ähnlich wenig wie Glas (SiO_2), welches einen Wert von 4.5 hat [4]. Auf den ersten Blick mag die Eigenschaft als wenig leitendes Material überraschen, da beispielsweise die Imidringe (siehe Beschreibung in Fig.2) polar sind und ein Elektronendefizit besteht. Zusätzlich enthält das Polymer auch Dipole: die Carbonylgruppen (Fig.1). Diese und die Imidringe sind aber so angeordnet, dass sich die Polaritäten aus Symmetriegründen aufheben. Die Polyimidkette wirkt somit apolar. Die im Molekül vorhandene Elektronendelokalisierung ruft die Färbung in aromatischen Polyimiden hervor [1]. Würden die Elektronen bei ihrem Atom bleiben, würde kein Licht absorbiert werden. Die Polyimide wären durchsichtig. Da das Material aber stark im UV-Bereich absorbiert, erscheint es im Gelbton [5, 6]. Eine dritte wichtige Eigenschaft der aromatischen Polyimiden ist ihre mechanische Ausdauer. Das Material ist reissfest und diese Eigenschaft verändert sich wenig mit der Temperatur. Grund dafür sind die vorhandenen elektrischen Wechselwirkungen zwischen den Polyimidketten. Wie oben erklärt, "sehen" die einzelnen Ketten

die polaren Anteile und können miteinander elektromagnetisch interagieren, falls sie nahe beieinander sind. Im allgemeinen können auch Säuren, Salze und weitere Chemikalien den Polyimiden nichts anhaben. Dies gilt auch bei hohen Temperaturen. Zudem vertragen viele Polyimide Feuchtigkeit und Strahlung. Kurzgefasst, sind sie die Kunststoffe mit den besten Eigenschaften auf dem Markt [1].

2.1.2 Details zum Kapton

Kapton ist ein weit benutzter aromatischer Polyimid und wird meistens als Film, also als dünne Folie (von $\sim 10\ \mu\text{m}$ bis $\sim 100\ \mu\text{m}$), auf dem Markt angeboten. Dabei gibt es verschiedene Modelle. In den einzelnen Modellen unterscheiden sich die Eigenschaften des Kaptons kaum [1, 2, 7].

Kapton (Fig.2) entsteht aus Pyromellitsäuredianhydrid (PDMA) und 4,4'-Diaminodiphenyl Äther (DAPE) mittels Kondensation (Fig.3) [2]. Übertragen werden die in Abschnitt 2.1.1 besprochenen Eigenschaften. Es verträgt Temperaturen von $-269\ ^\circ\text{C}$ bis zu $400\ ^\circ\text{C}$. Die Reißfestigkeit beträgt je nach Filmdicke und Modell bis zu 231 MPa bei Raumtemperatur und bleibt ähnlich stabil (139 MPa) bis zu $200\ ^\circ\text{C}$ [7]. Kaptonstreifen behalten ihre Form. Dies ermöglicht das Kapton sich auch zu rollen und später sich wieder zu entfalten. Abhängig von der Dicke und vom Modell des Streifens, ist eine Ausdehnung zwischen 50% und 70% bei Raumtemperatur möglich. Bei $200\ ^\circ\text{C}$ besteht sogar die Möglichkeit von 110%.

Es besitzt eine Dielektrizitätskonstante zwischen 2.7 und 3.5, je nach Typ. Ebenfalls hat es eine hohe chemische Resistenz [7]. Anfällig bleibt Kapton vor allem für Basen. Grund dafür ist die Anwesenheit von PDMA im Polymer. Dieses kann mit Basen über Hydrolyse reagieren und die Imidringe zerstören [1]. Kapton nimmt auch wenig Feuchtigkeit in sich auf. Bei einem 24h Bad im Wasser bei Raumtemperatur, werden zwischen 1.8 und 2.8 % absorbiert. In Präsenz von Feuchtigkeit nimmt die Dielektrizitätskonstante im Bereich von 0.1 zu [7]. Eine Gefahr besteht darin, dass Kapton bei Wasserabsorption an Volumen zunimmt. Dies will man bei sensiblen Messapparaten wie einem Detektor vermeiden [8]. Schlussendlich ergeben sich auch gute Werte bei Exposition auf Gamma, Beta und Ultraviolettstrahlung [7].

Die vielen nützlichen Eigenschaften des Kaptons ermöglichen es, als elektrische Isolation in vielen Gebieten zu verwenden. So werden Kabel, Drähte und Stecker bei Zügen und U-Bahnen damit verkleidet. Daneben wird es oft in der Flug- und Raumfahrt verwendet. Dort wird es für die Fertigung der Sonnensegel benutzt [1, 2]. Ein aktuelles und berühmtes Beispiel ist das geplante James-Webb Weltraumteleskop, bei dem für das Sonnenschild Kapton verwendet wurde [9]. Alternativ wird es für flexible Platinen benutzt [2].

2.2 Das Mu3e Phase I Experiment

2.2.1 Hintergründe zum Versuch

Um zu verstehen welchen Zweck der Mu3e Versuch erfüllen soll, muss man einen Exkurs in die Teilchenphysik machen. Wenn man sich fragt, welche Grössen in der Natur erhalten sind, kommt man auf die klassischen Antworten: Energie, Impuls, Drehimpuls, Ladung und Masse. Letztere gilt nicht mehr sobald man Teilchenzerfälle in Betracht zieht. Des Weiteren gelten zusätzliche empirische Erhaltungssätze. Für diese Diskussion ist nur die Leptonfamilienzahl wichtig. Leptonen sind elementare Teilchen, die am besten dadurch definiert sind, dass diese keine starke Wechselwirkung spüren. Dabei gibt es drei Arten von Leptonen, auch Leptonflavours genannt. Dann ist $N(\ell)$ die Anzahl von Leptonen des Flavours ℓ in einem System. Zu jedem Lepton der Art ℓ gibt es ein Antilepton. Dieses hat die gleiche Lebensdauer und die Masse, aber eine entgegengesetzte Ladung im Vergleich zum Lepton der Spezies ℓ . Notiert wird dieses als ℓ^+ . Analog zu $N(\ell)$, wird die Anzahl von Antileptonen des Flavours ℓ mit $N(\ell^+)$ definiert. Die Leptonfamilienzahl bekommt man mit der Differenz $N(\ell)$ und $N(\ell^+)$. Sie wird als L_ℓ notiert. Diese Zahl ist in den meisten Teilchenprozessen erhalten. Deswegen wurde sie früher als eine Erhaltungsgrösse angenommen. Im Laufe der Jahre wurde dies mit der Entdeckung der Neutrino Oszillationen korrigiert.

Nach neuer Physik sucht man auch beim Mu3e Experiment. Zu messen ist die Reaktion

$$\mu^+ \longrightarrow e^+ e^- e^+, \quad (1)$$

oder in anderen Worten, nach der Zerfall eines anti-Myons in zwei Positronen und ein Elektron [8]. Dies ist nach obigem verboten, da weder die Elektron- noch die Myonfamilienzahl erhalten wäre (Tab. 1). Man versucht rauszufinden ob der Prozess (1) ein Verzwei-

	μ^+	e^+	e^-	e^+
L_e	0	-1	1	-1
L_μ	-1	0	0	0
L_τ	0	0	0	0

Table 1: Leptonfamilienzahlen zu den drei Leptonflavours μ , τ und e des Zerfalls wie in der Reaktion (1). Fettgeschrieben sind die Leptonfamilienzahlen im Anfangszustand. Man sieht das L_e und L_μ nicht erhalten sind.

gungsverhältnis (Verhältnis zwischen diesen und allen anderen beobachtbaren Prozessen) grösser oder gleich 10^{-16} hat. Ansonsten, gilt es den Zerfall oberhalb von 10^{-16} mit einer Sicherheit von 90% auszuschliessen [8].

Bei einem bestätigten Nachweis des Zerfalles (1) muss die Theorie korrigiert und anschliessend ausgebaut werden. Im anderen Fall, wäre eine neue untere Schranke gefunden und das Standardmodell verstärkt.

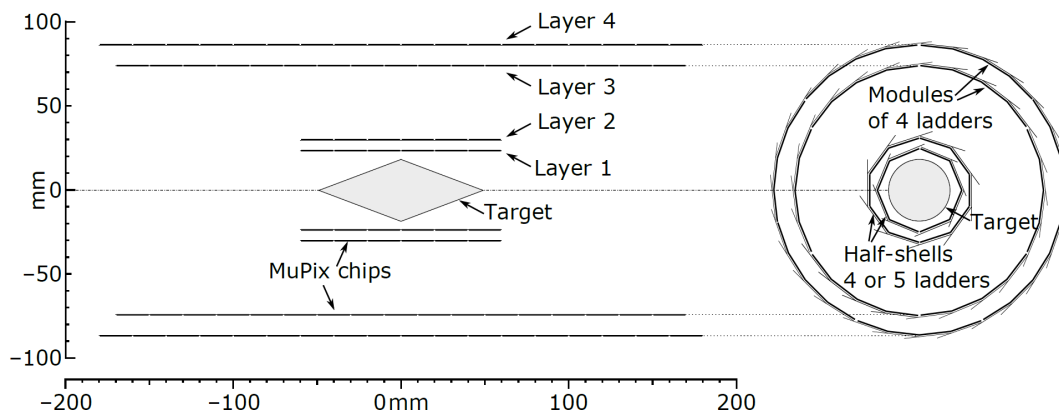


Figure 4: Skizze zum Aufbau des Mu3e Phase I Pixeldetektors. Im Zentrum befindet sich das Target, wo die eintreffenden Myonen (parallel zur Symmetrieachse) gestoppt werden und zerfallen. Um das Target sind die vier Lagen, auf denen die Pixelsensoren befestigt sind, sichtbar. Quelle: [8].

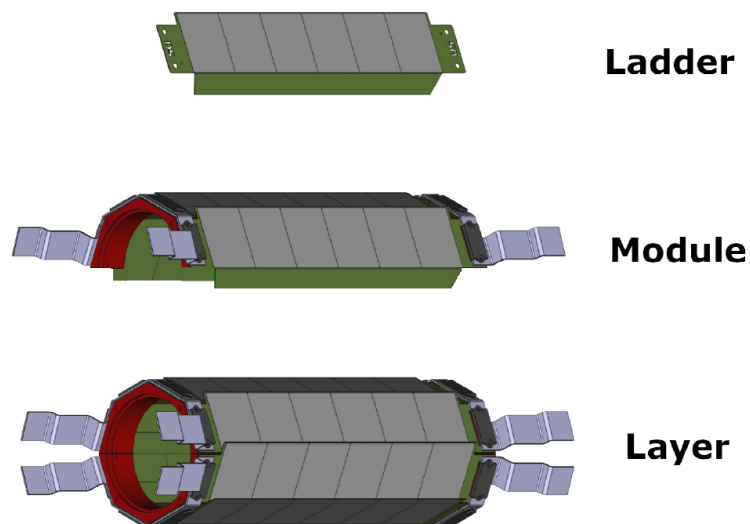


Figure 5: Aufbau der innersten Lage. Sechs Pixelsensoren werden auf einer stabilen Leiter befestigt. Vier bis fünf dieser Elemente wird zu einem Modul zusammgebaut. Die Verbindung der Module ergibt die Lage. Quelle: [8].

2.2.2 Der Pixeltracker und die Rolle des Kaptons

Um den Zerfall der Gleichung (1) messen zu können, baut man den Mu3e Detektor. In diesem wird ein Myonenstrahl (bis $1 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$) eingespeist. Die Myonen werden im Detektor abgebremst und auf dem Target gestoppt. Da sie instabil sind, zerfallen diese rasch. Mehrere Wege sind dabei möglich. Der Detektor besitzt unter anderem einen mit Helium gekühlten Pixel-Tracker. Dieser hat die Aufgabe die Bahnen der geladenen Zerfallsprodukte (Elektronen und Positronen) der Myonen aufzuzeichnen. Die Arbeit wird von vielen einzelnen Pixel-Sensoren, den sogenannten HV-MAPS, durchgeführt. Sie werden mit dem Helium auf Raumtemperatur gehalten. Die Wahl des Edelgases als Kühlung ist nicht zufällig. Ein Heliumatom ist kleiner als beispielsweise molekularer Stickstoff, der Hauptbestandteil von Luft. Deswegen ist der Streuquerschnitt von Helium kleiner. Es kommt zu weniger Streuungen und somit zu weniger gestörten Bahnen der Zerfallsprodukte. Die Sensoren befinden sich auf 4 zylindrischen Lagen. Die zwei inneren haben weniger Abstand von der Symmetrieachse, als die zwei äusseren (Fig.4 und Fig.5).

Benutzt wird unter anderem eine 25 μm dicke Kapton Folie. Diese findet ihre erste Anwendung bei der Verbindung der Sensoren mit der Elektronik. Um die HV-MAPS mit Spannung zu versorgen und auslesen zu können, werden sie an HDI-Platinen¹ angeschlossen. Diese Schaltkreise leiten Spannung und Daten über dünne von Kapton isolierte Aluminium Drähte zu den Sensoren. Man nutzt die Eigenschaft des Kaptons als temperaturresistentes Dielektrikum.

Die Stabilität des Polyimids erlaubt eine weitere Anwendung. Es wird als Tragstruktur für die 4 Lagen benutzt. Zur Verstärkung der inneren Lagen wird eine Kaptonfolie auf der Innenseite befestigt. Es verhindert zusätzlich die Ausbreitung von Helium zwischen den Sensoren. Bei den äusseren Lagen werden Kaptonstreifen zusätzlich geknickt, zu V-Strukturen zusammengeklebt und wiederum auf der Innenseite der Lage befestigt. Dies gibt dem Detektor die nötige Stabilität. Um eine Ausbreitung des Heliums bei den inneren Sensorschichten zu verhindern, werden die Lücken zwischen den Sensoren mit Kapton abgedichtet und verstärkt [8].

2.3 Entstehung von Radikalen in Kaptonfilmen

Basierend auf dem Abschnitt 2.1.2 wurde das Kapton wegen seinen vielseitigen Eigenschaften für das Mu3e Experiment ausgewählt. Den Inhalt des nächsten Abschnittes zur Folge, wird eine potentielle Schwachstelle vermutet.

2.3.1 Effekte von ionisierender Strahlung in Kunststoffen

Besitzen Teilchen in einem Strahl genug Energie, um Elektronen aus den Orbitalen von Atomen zu lösen, spricht man von ionisierender Strahlung [10]. Bei Molekülen werden die Valenzelektronen, also die Elektronen in den äusseren Hüllen der Atome, für die Bindungen zwischen den Atomen benutzt [11]. Werden energetische Teilchen darauf losgelassen,

¹High Density Interconnect

streuen sich diese so lange an den Molekülen, bis sie zum Stillstand kommen. Dabei wird jedes Mal eine Energie im Schnitt von 33 eV am Molekül abgegeben. Das übertrumpft die Bindungsenergie einiger Verbindungen in organischen Molekülen (meistens < 5 eV). Einen Ansatz um diese vom Strahl unabhängige Energieabgabe in Materie zu erklären, liefert die NIEL-Hypothese². Diese nimmt an, dass die Art und Dichte der Schäden durch Strahlung unabhängig von den Eigenschaften des Teilchens sind [12].

Ionisierende Strahlung bricht also Bindungen auf. Unter anderem führt dies zur Bildung von Radikalen [10]. Ihr Auftreten wurde beispielsweise ein Problem für stark bestrahlte Kunststoff-Szintillatoren [13]. Ein Szintillator ist ein weit benutzter Detektor in der Gammaspektroskopie sowie im Nachweis von Teilchen. Der wesentliche Bestandteil ist ein Material, welches bei einfallender Strahlung fluoresziert. Um das emittierte schwache Licht sichtbar zu machen, wird dieses beispielsweise mit einem Photomultiplier in ein elektrisches Signal umgewandelt [14]. Da Radikale aber Licht absorbieren, wird die Leistung des Szintillators gedrosselt.

Angenommen man hat zuerst eine sauerstofflose Atmosphäre. Sei RH ein Polymer, wobei H ein Wasserstoffatom und R der Rest des Moleküls ist. Bei der Radikalisierung wird die Verbindung zwischen den R und H aufgelöst, so dass das Radikal $R\cdot$ entsteht. Die Radikale können sich mittels Umlagerungen im Molekül räumlich fortbewegen, so dass



stattfindet. Dies impliziert, dass Radikale nicht nur lokal entstehen, sondern sich auch im Material verbreiten können. Es entstehen somit um eine Strahlungsquelle dunklere Zonen, welche Radikale enthalten. Wenn zwei Radikale miteinander reagieren, entsteht ein neues Molekül X . Die Reaktion dazu ist



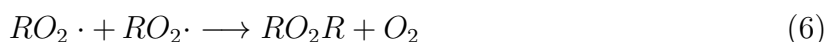
Das Produkt X wird sich in den Eigenschaften von RH mehr oder weniger unterscheiden, was schliesslich auch problematisch sein kann. Anders sieht es bei einer Atmosphäre mit Sauerstoff aus. Dabei reagiert ein Radikal mit molekularem Sauerstoff,



Daraus entstehen etliche Reaktionsmöglichkeiten mit anderen Polymeren, Radikalen, usw. Die Reaktion (4) bleibt aber eine der schnellsten. Dies führt dazu das Radikale in dieser Atmosphäre nicht überdauern. Die Terminierung kann über



oder



erfolgen. Das Beifügen von molekularem Sauerstoff oder Stickstoff kann somit die Verbreitung von Radikalen im Material beachtlich bremsen [13].

²Non Ionizing Energy Loss

2.3.2 Folgen für das Mu3e Phase I Experiment

Während des Mu3e Experiments werden bei den Myonen viele verschiedene (erlaubte) Zerfälle erwartet. Unter den Zerfallsprodukten zählen Elektronen und Positronen. Bei diesen ist wegen den Erhaltungssätzen eine Energie im MeV-Bereich zu erwarten, da ein Myon selber schon eine Ruheenergie von 105.7 MeV hat [8]. Wie im Abschnitt 2.1.2 erwähnt, würde man schlussfolgern, dass Strahlung keine Probleme geben sollte. Da aber einige Kaptonoberflächen in Kontakt mit Helium sein werden und somit keinen Sauerstoff zur Verfügung stehen wird, könnte es zur Bildung von Radikalen im Polyimid kommen. Wenn dadurch das Kapton beispielsweise brüchig wird, würden die Tragstrukturen nicht mehr halten. Die mechanische Stabilität des Detektors wäre nicht mehr garantiert.

2.4 Der Versuch zur Kaptonbestrahlung

Um zu sehen, ob das Kapton seine Eigenschaften unter dem Einfluss von Strahlung im Helium behält und somit im Mu3e Experiment angewendet werden kann, wurde ein Materialtest durchgeführt. Dafür brauchte man eine Quelle, die Positronen oder Elektronen oft genug ausstrahlte. So waren die experimentellen Bedingungen im Pixeldetektors erfüllt (Abschnitt 2.4.1). Zudem musste alles in Helium ablaufen.

Um das Kapton noch reaktionsfreudiger zu machen, wurde es zusätzlich aufgeheizt (Abschnitt 2.4.2).

2.4.1 Die Quelle

Das Ziel war es, das Kapton während einigen Stunden dem Teilchenbeschuss zu exponieren, die während der ganzen Zeit im Mu3e Phase I sich kumulieren würden. Dies entspricht einer Positronstrahlung von $10 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$ [8]. Um so einen hohen Wert erreichen zu können, brauchte es eine starke Quelle. Die NIEL-Hypothese sollte das Auswahlpektrum begünstigen. Man hat sich für eine Strontium-90 Probe entschieden. Dieses instabile Isotop, als ${}_{38}^{90}\text{Sr}$ notiert, besitzt eine Halbwertszeit von $\tau = 28.9 \text{ yr}$. Es zerfällt über zwei β^- Prozesse zum stabilen Zirkonium-90 [15]. Bei β^- -Zerfälle geht im Atomkern ein Neutron zu einem Proton, einem Elektron und einem Antineutrino über. Da es sich um einen Dreikörperzerfall handelt, ist die Energie der Zerfallsprodukte nicht fix wie bei den Zweikörperzerfällen. Das Spektrum des Elektrons ist damit kontinuierlich statt diskret. Hier, ist der erste Zerfall durch



gegeben, wobei ${}^{90}\text{Y}$ ein Yttrium Isotop ist, welches innerhalb von 64 h mittels



zerfällt. Über den Zerfallsweg (8) trifft man nicht immer auf Zirkoniumkerne im Grundzustand an. Mit einem Verzweungsverhältnis im Bereich von 10^{-5} befinden sich die Kerne im

ersten oder im zweiten angeregten Zustand. Um Energie zu verlieren, wird vom angeregten Zustand abhängig ein Photon von 1.76 MeV oder von 2.19 MeV abgegeben [15, 16].

Ausserdem sind sekundäre Ereignisse möglich. Ein Beispiel ist die Röntgenstrahlung. Die aus den β -Zerfällen entstandenen Elektronen können nahe an Atomkerne des umliegenden Materials kommen und dort abgelenkt werden. Aus Impuls- und Energieerhaltungsgründen wird ein Photon erzeugt und an die Umgebung abgegeben. Ein weiteres Beispiel ist die Paarerzeugung, bei der einige der produzierten Photonen in ein Elektron-Positron Paar zerfallen. Dies impliziert wiederum weitere Prozesse [16].

Die Frequenz des Auftretens solcher hochenergetischen Photonen ist zwar relativ niedrig, muss trotzdem aus Sicherheitsgründen beachtet werden.

2.4.2 Das RGT Prinzip

Im Laufe der Entwicklung der Chemie wurde klar, dass es einen Zusammenhang zwischen der Reaktionsgeschwindigkeit und der Temperatur gibt. Wissenschaftler wie Van't Hoff und S. Arrhenius folgerten in den kommenden Jahren die entsprechenden Gesetze. Für die Kaptonbestrahlung war vor allem die Van't Hoff'sche Faustregel, alternativ als Reaktionsgeschwindigkeit-Temperaturregel (RGT) bekannt, interessant. Dieses empirische Prinzip besagt, dass bei einer Temperaturzunahme von 10 °C, sich die Geschwindigkeit der Reaktion mindestens verdoppelt [17].

Um die Alterung des Kaptons von einigen Wochen wie im Mu3e Experiment auf einige Stunden oder Tage zu kürzen, war eine tausendfache Reaktionsgeschwindigkeit geplant. Nach Van't Hoff entspricht das ungefähr $1024 = 2^{10}$, oder einer Temperaturänderung von 100 °C. Die Umgebungstemperatur der Versuchshalle (WEHA, PSI) in dem das Mu3e Experiment aufgebaut wird und auch der Kaptonbestrahlung-Versuch stattgefunden hat, war etwa 20 °C. Deswegen wurde eine Heiztemperatur von 120 °C ausgewählt.

3 Experiment, Resultate und Diskussion

Um Kaptonproben in Helium aufheizen und bestrahlen zu können, brauchte es die nötige Ausrüstung. Die experimentelle Vorrichtung musste die Kaptonproben, die Heizung, das Helium und schliesslich auch die Quelle mit ihrer gefährlichen Strahlung beinhalten. Um die Temperatur des Kaptons bei möglichst konstanten 120 °C zu halten, brauchte es dann eine Regelung und die dazugehörige Elektronik. Als diese funktionierte, wurde mit den Messungen begonnen. Zuerst wurden die Kaptonproben bei normalen Begebenheiten, dann in Helium und anschliessend unter Bestrahlung getestet. Das Vorgehen, die Ergebnisse und die dazugehörigen Diskussionen werden in diesem Kapitel besprochen.

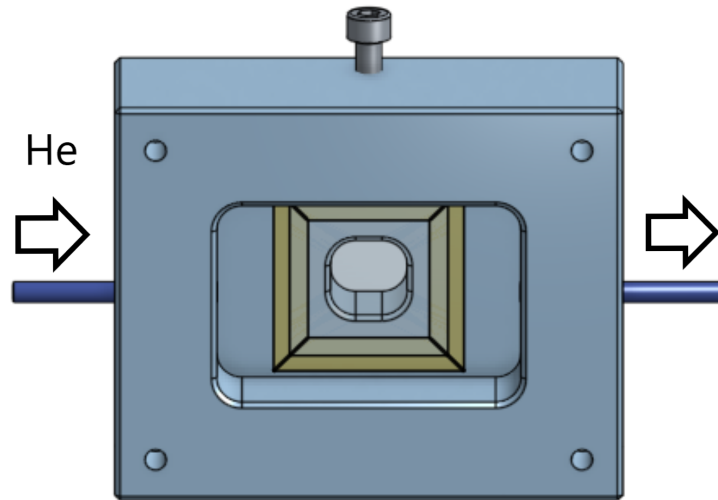


Figure 6: Die Bestrahlungsbox ohne Deckel. Die vordere Öffnung ist für die Probehaltung und die Elektronik. Im Hintergrund ist die Öffnung für die Quelle sichtbar. Das Mylarfenster (gelbe Rahmen) trennt die beiden Hohlräume. Die Schraube auf der oberen Seite dient zum fixieren der Quelle. Die Löcher in den Ecken der Box sind zum Fixieren des Deckels gebraucht. Auf den Seiten sind die Röhren für das Helium sichtbar. Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier (PSI).

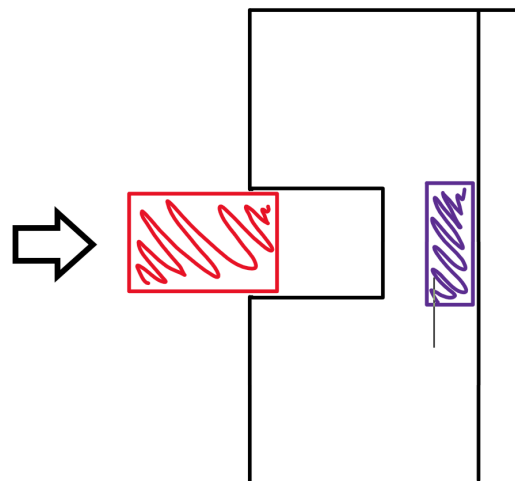


Figure 7: Skizze zum Querschnitt der Box von der Seite gesehen. Angedeutet sind der Deckel (rechts, von der Box abgegrenzt), die Probehaltung samt Elektronik (blau) und die Quelle (rot). Letztere wurde über die angezeigte Öffnung in die Box eingefügt (in Pfeilrichtung). Quelle: eigene Darstellung.

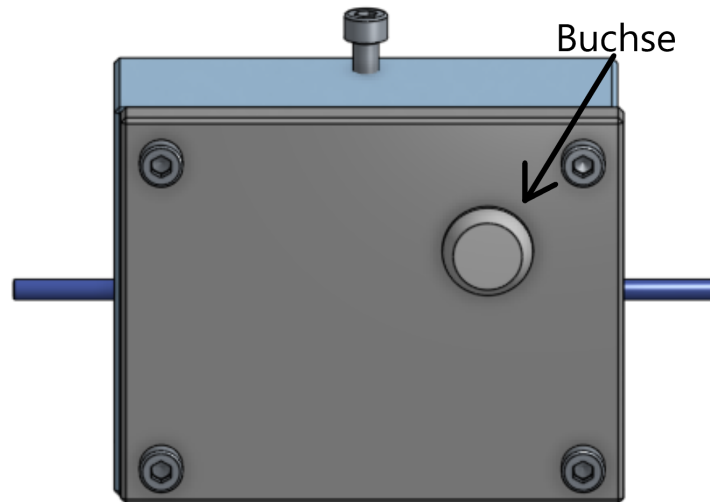


Figure 8: Die Bestrahlungsbox samt Deckel. Der letztere wird mit vier Schrauben fixiert (siehe auch Fig.6). Oben rechts auf dem Deckel ist die LEMO-Buchse sichtbar. Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier (PSI).

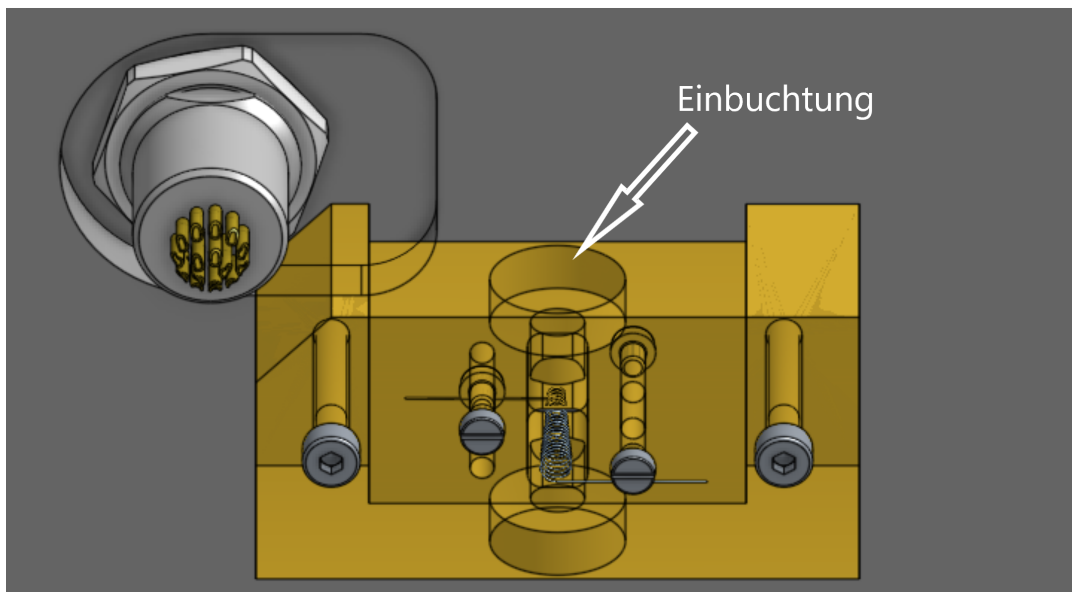


Figure 9: Zoom auf dem Bereich des Boxdeckels, wo die Probenhalterung (gelb) fixiert ist. Oben links ist die Rückseite der LEMO-Buchse sichtbar. Die zwei äusseren Schrauben auf der Halterung dienen zum Fixieren der letzteren am Boxdeckel. Sichtbar sind auch zwei der zentralen Schrauben. Sie sind mit einem Heizdraht (Mitte) verbunden. Oben und unten sind die Einbuchtungen für die Infrarotsensoren (Abschnitt 3.2.2) sichtbar (im Bild wird die obige angezeigt). Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier (PSI).

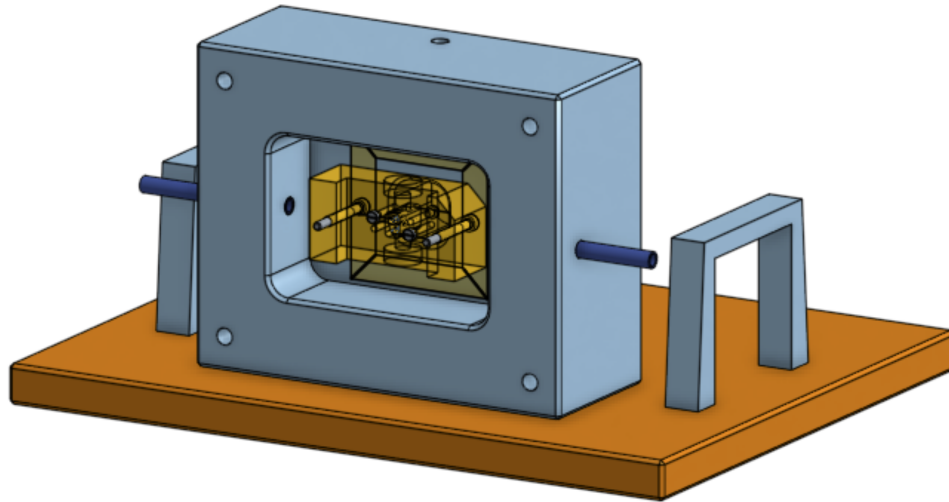


Figure 10: Die Bestrahlungsbox ohne Deckel. In der Box ist die Probenhalterung sichtbar. Die Box ist an einer Platte (rot) mit zwei Handgriffe geschraubt. Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier (PSI).

3.1 Experimenteller Aufbau

Um Kaptonproben in Helium bestrahlen können, wurde eine Box aus Aluminium zur Verfügung gestellt³ (Fig.6). Der darin enthaltene Hohlraum hatte 4 Öffnungen. Über die Vorderseite wurde der Messapparat mit den Proben eingefügt. Die Öffnung auf der Rückseite war hingegen für die Quelle gedacht (Fig.7). Um den Strontium-90 Behälter rüttelfest fixieren zu können, war von der Oberseite her eine Schraube montiert worden. Die zwei seitlichen Öffnungen waren mit Röhren verlängert. Diese dienten der Zu- und Abfuhr vom Helium. Um die Quelle vor der Wärme zu schützen und um das entweichen von Helium zu verhindern, wurde die hintere Öffnung mit einem Mylarfenster abgedichtet. Die Box konnte mit einem 1 cm dicken und polierten Aluminiumdeckel luftdicht verschlossen werden. Dazu wurden 4 Schrauben verwendet (Fig.8). Aus Sicherheitsaspekten war die Hülle um den Hohlraum auf allen Seiten mit Ausnahme des Deckels 2 cm dick (Anhang A). So war man von der β -Strahlung geschützt. Das war aber noch ungenügend für die γ -Strahlung, welche senkrecht zum Deckel auftreffen und hätte hindurchgehen können. Deswegen wurde für die Durchführung des Experiments ein Raum mit einer dicken Betonmauer ausgewählt. Die Box musste dann so positioniert werden, dass die Quelle gegen die Betonwand zeigte. Um zu verhindern, dass jemand mit dem Strontium in Kontakt kam, wurde ein Quellensafe zur Verfügung gestellt. Wäre es trotz aller Vorkehrungen und schriftlichen Anweisungen die Vorrichtung von der Wand weggeschoben worden wäre, wurden noch zusätzliche Bleiziegel in den Safe gelegt.

³Zur Bestrahlungsbox waren auch die Zeichnungen gegeben. Diese wurden mithilfe der Entwicklungsumgebung Onshape von Dr. Frank Meier-Aeschbacher designt und zur Verfügung gestellt.

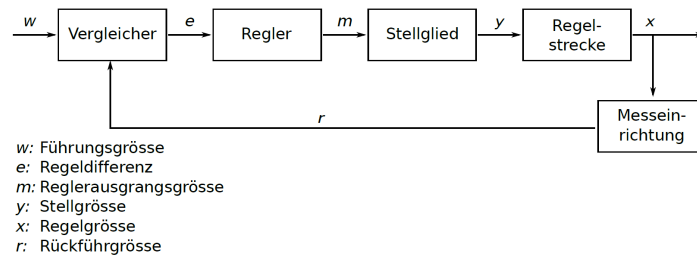


Figure 11: Eine schematische Darstellung eines Reglers. Für genauere Informationen wird auf den Text verwiesen. Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier Aeschbacher.

Als Proben dienten zwei dünne Kaptonstreifen von 15 cm Länge, welche kegelförmig zusammengerollt wurden. Jeder Streifen wurde dann in ebenfalls konisch geformte Heizungen von rund 1 cm Länge eingefügt. Ein einzelner Heizkörper wurde aus einem Isotandraht (Modell RD 100/0.1, Lieferant: Block) angefertigt [18]. Um die Kaptonproben mit deren Heizungen zu fixieren, war eine Probenhalterung aus Polyetherimid gegeben. Polyetherimide gehören zu den Polyimiden und haben wie letztere ähnliche thermischen Eigenschaften. Aus diesem Material werden, beispielsweise im Mu3e Detektor, Stützelemente angefertigt und verwendet [8]. Die Probenhalterung (Fig.9) hatte eine zentrale Kavität zum Einfügen der Heizkörper und der Proben. Auf der Ober- und Unterseite der Halterung gab es gleich grosse Einbuchtungen, welche Öffnungen hatten, die mit der Kavität verbunden waren. Diese waren massgeschneidert für die später eingesetzte Messausrüstung. Zusätzlich hatte die Halterung sechs Schraublöcher. Die vier zentralen dienten zur Fixierung der Heizungen. Als metallischen Kontakt dienten diese auch als elektrische Verbindung zwischen Heizung und Spannungsversorgung. Die zwei äusseren Schraublöcher dienten zum Fixieren der Halterung am Aluminiumdeckel. Die Halterung war so positioniert, dass einmal in die Box eingeführt, die Proben auf der Höhe der Quelle waren (Anhang A). Geplant war ein Abstand von etwa 0.5 cm zwischen Kaptonstreifen und dem Strontium-90 Behälter. Die Box war zusätzlich mit einer Aluminiumplatte ausgestattet. Auf diese waren zwei Handgriffe geschraubt, was es erlaubte, die Box sicher zu tragen (Fig.10).

Für die elektrische Verbindung wurde ein achtadriges Kabel benutzt. Um dieses mit der Elektronik innerhalb der Box zu verbinden, war eine auf dem Deckel vorhandene Öffnung vorgesehen. Darauf wurde eine vakuumdichte Buchse (LEMO Series B Typ HGG mit 8 Anschlüssen) montiert (Fig.8). Für das Kabel wurde ein passender Stecker gewählt (LEMO Series B Typ FSG).

3.2 Realisation einer Heizungssteuerung

Um die Kaptonprobe auf konstante 120 °C über Stunden bis Tage zu halten, brauchte es einen Temperaturregler. Das Prinzip ist in Fig.11 gezeigt. Über einen Messapparat wird die Temperatur ausgelesen und mit einem Sollwert verglichen. Daraus wird der Fehler e zu einem Regler geschickt und dort zu einem Korrektursignal umgewandelt. Dieses Signal

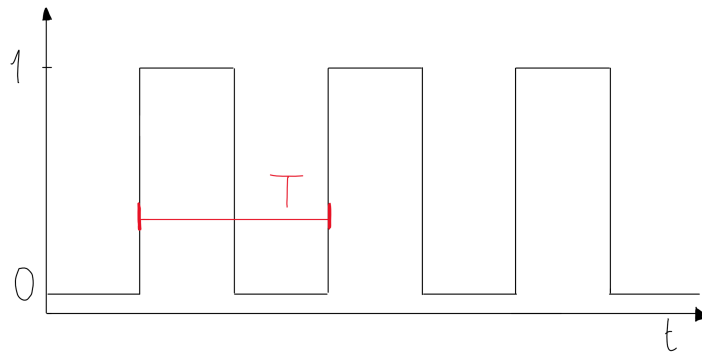


Figure 12: In dieser Skizze wird ein periodisches Signal der Periode T (rot) angezeigt. Der Arduino erlaubt es die Periode T in 256 Zeitschritte aufzuteilen. Beispielsweise kann man die ersten 100 Zeitschritte auf 1 (Potential hoch) und die restlichen auf 0 (Potential tief) einstellen. Dies ist das Prinzip der PWM. Quelle: eigene Darstellung.

wird zu einem Stellglied weitergeschickt, welches dann mit einer Änderung der Leistung zum gewünschten Resultat führt. Ziel dabei ist es e mit der Zeit gegen 0 gehen lassen. Nach dem Stellglied wird die Regelstrecke, also das System welches man regeln will, eingeführt [19]. Wie dies realisiert wurde, folgt in den nächsten Abschnitten.

3.2.1 Mikrokontroller und theoretische Überlegungen zur Steuerung

Um einen Temperaturregler zu erhalten, braucht es eine Steuerung. Dazu wurde ein Mikrokontroller benutzt. Diese sind meistens in Form von Platinen erhältlich und verfügen über mehrere Ein- und Ausgänge, einen Speicher und eine zentrale Recheneinheit. Hier wurde ein Arduino Uno benutzt. Diese Platinen werden wegen ihrem einfachen Aufbau in einem breiten Spektrum verwendet. Arduinos sind unter anderem so beliebt, da es dazu eine passende Entwicklungsumgebung gibt. Sie basiert auf der Programmiersprache C++ und ist Open Source. Über einen Computer kann man damit Programme erstellen, testen und mittels des vorhandenen USB-Anschlusses auf dem Arduino speichern. Das Programm beginnt zu laufen, sobald man den Arduino mit Strom versorgt, was man auch über den USB-Anschluss erreichen kann.

Es bestehen dann neben Erdungs- und Spannungsanschlüsse, 13 weitere Pins, die als Aus- oder Eingänge programmierbar sind. Einige davon sind sogenannte PWM Ausgänge. Die Abkürzung steht für Pulsweitenmodulation. Das Prinzip dahinter wird am besten mit einem Beispiel erklärt. Um Glühlampen zu dimmen, verändert man die Spannung. Heutzutage werden aber immer öfters LEDs benutzt. Diese besitzen keinen Glühfaden, sondern eine Diode, was sie viel sensibler macht. Unterschreitet man eine gewisse Potentialschwelle, hört die LED auf zu leuchten. Setzt man auf zu viel Potential, geht die Diode kaputt. Um eine LED zu dimmen, stellt man sie mit einer Frequenz im kHz-Bereich an und ab. Da das menschliche Auge eine zu niedrige Auflösung hat, kann es das Flackern nicht wahrnehmen. Stattdessen sieht man eine Art Zeitmittelung: diese entsteht zwischen



Figure 13: Der benutzte Infrarotsensor MLX 90614. Über das obige Fenster wird die Temperatur gemessen. Die vier Beinchen sind die Anschlüsse (Verweis auf Text für genauere Erklärung). Da diese nicht angeschrieben sind, ist die kleine Ausbuchtung links vorhanden. Mit diese ist es möglich die Orientierung festzustellen (Fig. 15). Quelle: [21].

dem hohen (LED hell) und tiefen (LED dunkel) Signal. Wenn die LED länger ein- als ausgeschaltet ist, erscheint sie heller und viceversa. Mit PWM wird also die Fähigkeit, das Verhältnis der Dauer der Spannungspulse und die Pausen dazwischen zu verändern gemeint. Damit kann man aber nicht nur dimmen, sondern beispielsweise die Drehgeschwindigkeit von DC-Motoren verändern. Kurzgefasst, man kann mittels PWM etwas steuern. Über den Arduino gibt es 256 Einstellungsmöglichkeiten. Bei 0 wird nichts und bei 255 wird das Signal in voller Stärke durchgeleitet (Fig.12).

Um eine Heizungssteuerung zu erhalten, brauchte es einen passenden Vergleichler und Regler. Ein Algorithmus welcher beide verbindet, ist die sogenannte PID-Kontrolle⁴. Zu einer Zeit t , wird die Differenz $e(t)$ zwischen dem Sollwert und dem aktuellen Wert berechnet. Der zurückgegebene Wert $o(t)$, welcher dann am Stellglied mitgeteilt wird, ist durch

$$o(t) = K_p \cdot e(t) + K_i \cdot \int_0^t e(t') dt' + K_d \cdot \frac{de(t)}{dt} \quad (9)$$

gegeben. Dabei sind K_p , K_i und K_d Konstanten, die man so wählt, dass man die nötige Geschwindigkeit und Präzision der Temperatureinstellung erreicht. Die Gleichung (9) kann man einfach auf einem Arduino implementieren [20].

3.2.2 Der Infrarotsensor MLX90614

Die Wahl der Messgeräte zur Auslesung der Temperatur der Heizdrähte war schon beim Design der Bestrahlungsbox gegeben. Sie mussten klein genug sein um darin Platz zu finden. Gleichzeitig mussten sie über längere Zeit überdauern. Deswegen wurde ein kontaktloser Temperatursensor ausgewählt. Das Infrarotsensor-Modell MLX90614KSF-AAA-000-TU (Fig.13) der Firma Melexis war mit seinen Eigenschaften und Massen dazu sehr

⁴PID steht für (eng.) "Proportional-Integral-Derivative"

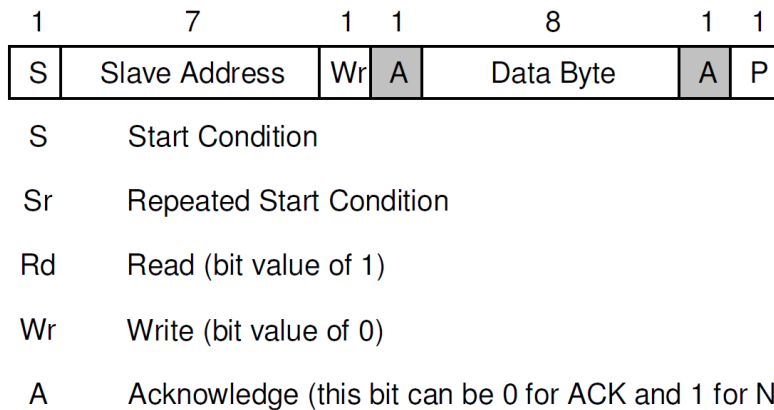


Figure 14: Beispiel einer Kommunikation zwischen Master und Slave. Nach dem Start wird die Adresse des Slaves aufgerufen zusammen mit einen Schreib-Befehl (Read). Der Slave (grau) antwortet darauf (1 für Information vorhanden, 0 falls nicht). Weitere Befehle folgen. Das P am Ende steht für eine Fehlermitteilung (bei einem Erfolg der Kommunikation nicht gebraucht). Über dem Diagramm wird noch die Bitlänge angezeigt. Quelle: [21].

gut geeignet. Das Gerät kann Umgebungstemperaturen zwischen $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ und Objekt Temperaturen von $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $380\text{ }^{\circ}\text{C}$ messen. Dabei deckt es ein Sichtfeld von 90° ab. Es besitzt ein EEPROM-Speicher⁵ im Inneren. Dies ermöglicht einige Sensoreinstellungen durch Programmierung zu verändern. Unter anderem kann man den Emissionsfaktor modifizieren. Dieser wird bei jedem Sensor standardmässig auf 1 eingestellt.

Beim MLX90614 Sensor können die Temperaturen mittels zweier Möglichkeiten ausgelesen werden. Als Standard ist ein SM-Bus festgesetzt. Alternativ kann man das gleiche mit Pulsweiten Modulation (PWM) erreichen [21]. Das Funktionsprinzip ist in Abschnitt 3.2.1 erklärt. In diesem Versuch wurde der SM-BUS verwendet. Das Prinzip eines Busses in der Elektronik ist die Auslesung der Daten von mehreren Geräten über einen einzigen Anschluss. Ein SM-Bus (System Management Bus) unterscheidet sich, bis auf kleinere Einstellungen wie die Geschwindigkeit des Signaltaktes, kaum vom weit verbreiteten I2C-Bus [22]. Das Prinzip ist die Anwesenheit eines "Master"-Geräts, das Befehle an anderen Elementen gibt und Informationen von diesen zurückerhält. Diese werden "Slaves" (Deutsch: Sklaven) genannt. Dazu besitzt jeder Slave eine Adresse, die vom Master für die Datenübertragung aufgerufen wird. Im Falle des MLX90614 sind 127 Adressen möglich und somit kann man auch so viele Geräte auf einmal auslesen. Unter anderem ist es möglich die Oberflächentemperatur des Objektes und die Umgebungstemperatur zu erhalten. Über EEPROM kann man diese Adressen ändern und zuteilen. Dabei benötigt der SM-Bus nur zwei Verbindungen. Die erstere dient als Input und überträgt den Takt der Datenauslesung. Diese wird Serial Clock oder kurz SCL genannt. Die zweite, Serial Data oder kurz SDA genannt, dient sowohl als Einlese-, wie auch als Ausleseanschluss. Über diese werden beispielsweise Adressen aufgerufen und die dazugehörigen Daten empfangen.

⁵Electrically Erasable Programmable Read-Only Memory

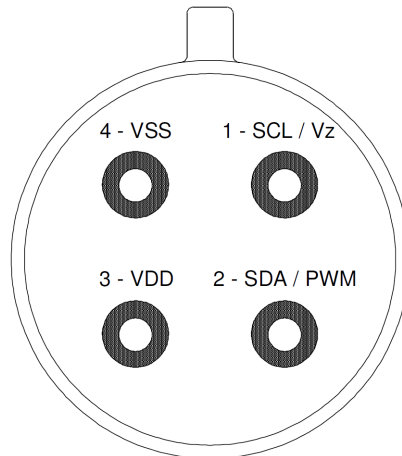


Figure 15: Die vier Anschlüsse auf dem Sensor (von unten gesehen). Quelle: [21]

Eine vereinfachte Erklärung des Funktionsprinzips der Kommunikation folgt. Lediglich nur zwei digitale Signale (Bits genannt) werden vom Sensor empfangen: 0 (Signal ist tief, LOW) oder 1 (Signal ist hoch, HIGH). Die Kommunikation beginnt erst wenn SCL und SDA auf 1 sind. Es folgt eine Bitsequenz in der die Adresse des Slaves und der Befehl zum aus- oder einlesen, gefolgt von einer ersten Antwort des Slaves (Fig.14). Im Folgenden erteilt der Master einen Befehl. Darauf folgt eine Antwort des Slaves. Befehle und Antworten haben die Grösse von 8 Bits, oder 1 Byte. Adressenaufrufe haben auch eine Bytelänge, wobei die ersten 7 Bits für die Adresse und der letzte für den Aus- oder Einlese-Befehl benutzt wird. Zur Vereinfachung für den Benutzer und zur Verschiebung der Informationen, werden die Befehle und Antworten ins Hexadezimale übersetzt.

Die Temperaturkonversion der Daten erfolgt in einem inneren Rechner. Die Auflösung liegt bei 0.02°C . Der kleinstmögliche erlaubte Wert ist $0x27AD$ (-70°C entsprechend). Das Maximum liegt bei $0x7FFF$ (entspricht 382.19°C). Zur Konversion wird vom Hexadezimal ins Dezimal übersetzt. Multipliziert man also die dezimale Zahl mit der Auflösung, so erhält man die Temperatur in Kelvin. Ähnlich wird die Umgebungstemperatur konvertiert. Die Daten dazu stammen aus einem integrierten Halbleiter-Temperatursensor. Die Auflösung liegt auch bei 0.02°C . Das Minimum liegt bei $0x2DE4$ (-38.2°C) und das Maximum bei $0x4DC4$.

Um den Sensor betreiben zu können, besitzt dieser 4 Anschlüsse (Fig.15). Die ersten zwei werden jeweils für die Spannungsversorgung und für die Erdung gebraucht (VDD und VSS). Ein dritter Anschluss wird für den SCL gebraucht und der letzte für den SDA [21].

3.2.3 Die Spannungsquelle und Verbindung zum Arduino

Eine Limitation des Arduino Uno ist es, dass man mindestens 40 mA und höchstens 5 V über die Pins gewinnen kann. Dies reicht aber nicht die Heizung auf konstante 120°C zu halten. Deswegen wurde als Versorgung für die Heizdrähte ein Labornetzteil (E²C-TWIN 2x 0-25 V/0-2 A) benutzt. Die Spannungsquelle hat zwei unabhängige Anschlüsse,

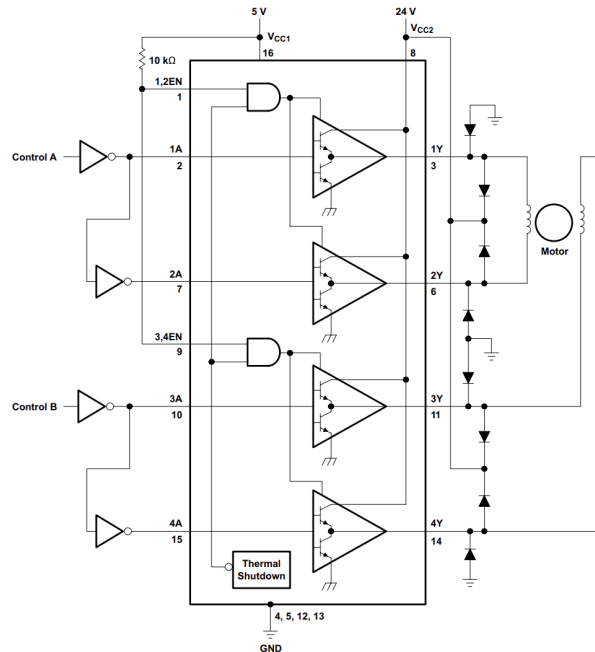


Figure 16: Die schematische Darstellung eines L293D Bausteins (rechteckige Box), welcher mit einem 24 V Motor verbunden ist (links). Im Baustein links sieht man die vier Transistoren der H-Brücke. Quelle: [23].

von denen hier nur einer gebraucht wurde.

Analog zur obigen Bemerkung, darf der Arduino auch nicht Spannungen von über 5 V entgegennehmen. Um die Steuerung zu realisieren wurde ein Schaltelement benötigt, das gleichzeitig mit dem Arduino als auch mit der leistungsstärkeren Heizung verbunden war. Es wurde der Baustein L293D ausgewählt. Dieser fungiert zusammen mit den elektrischen Verbindungen als Regelstrecke der Steuerung. Der L293D beinhaltet einen Vierquadrantensteller. Umgänglich H-Brücke genannt, besteht die Schaltung aus vier Transistoren. Aus Halbleiter angefertigt, lassen Transistoren nur einseitig Strom durch. Sie erlauben also die Steuerung eines leistungsstärkeren Motors, ohne dass diese einen direkten Kontakt mit den Verbindungen der Steuerung haben. Benutzt man auf korrekte Weise alle vier Transistoren, kann man mit der L293D einen Motor gleichzeitig steuern und sogar umpolen (Fig.16) [23]. Für diesen Versuch wurde nur die unabhängige Steuerung zweier Heizdrähte gebraucht. Deswegen wurden nur zwei Transistoren benutzt. Ausgewählt wurden die Ein- und Ausgabepins 1 und 3.

3.2.4 Anfertigung der PCBs

Basierend auf die Beschreibung in Abschnitt 3.2.2 ist die Schaltung des Temperatursensors schnell auf dem Steckbrett realisierbar. Der Schaltplan ist in Fig.17 gezeigt. Die hochohmigen Widerstände waren für die Terminierung der einlaufenden Signale: die SDA

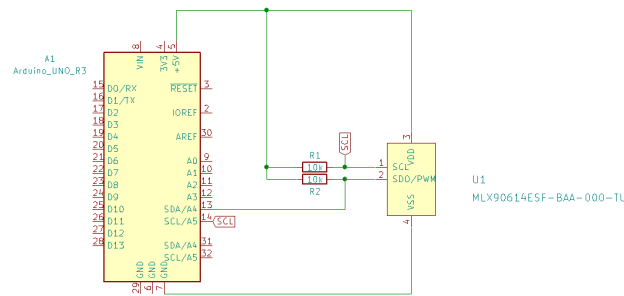


Figure 17: Das Schaltbild für den Infrarotsensor. Quelle: eigene Darstellung.

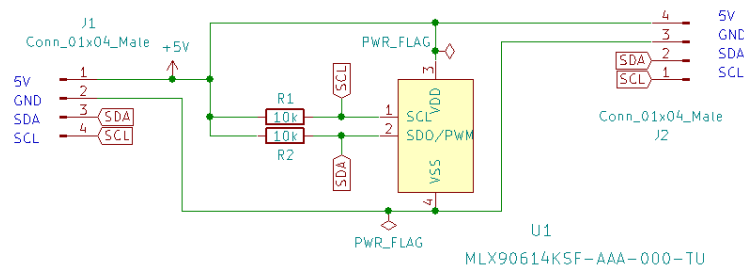


Figure 18: Der Schaltplan, der zur Entwicklung der Platine benutzt wurde. Die als PWR_FLAG gekennzeichneten Schaltsymbole sind keine Bausteine. Sie dienen lediglich zur Kompilierung der skizzierten Platine. Quelle: eigene Darstellung.

und SCL Pins wurden damit beide auf HIGH eingestellt. Die Widerstände verhinderten also ein undefiniertes Potential bei diesen Pins [24].

Für diesen Versuch war ein Steckbrett ungeeignet. Es hätte nie in die Box gepasst. Selbst wenn das der Fall gewesen wäre, wäre noch ein zweites Steckbrett benötigt worden, da die Temperatursensoren entgegengesetzt auf einander zeigten (Fig.9).

Die vielleicht eleganteste Lösung war die Erstellung massgeschneiderter Platinen. Mit der Software Kicad⁶ wurde ein PCB design⁷. Diese wurden zur Erstellung der spezialisierten Firma Eurocircuits geschickt. Die PCB hatte 8 Anschlüsse (Fig.18). Dies war notwendig, da gemäss der gewollten BUS-Konfiguration der Sensoren, die Platinen zu verbinden waren. Die Anschlüsse links in Fig.18 waren für den Sensor auf der Platine bestimmt. Die Anschlüsse auf der rechten Seite sollten zum zweiten Sensor weitergehen. Für diesen war kein weiteres PCB-Modell nötig. Dies wurde durch die Vermessungen des Entwurfs der Platine auf Kicad bestätigt: eine voll bestückte Platine war 4.65 cm lang und 1.60 cm breit. Ohne die Anschlüsse auf der rechten Seite war die Platine 7.85 mm kürzer. Positionierte man eine nur auf einer Seite bestückte Platine auf der oberen Seite der Halterung, so gab es keinen Platzkonflikt mit der naheliegenden LEMO-Buchse.

⁶Diese Entwicklungsumgebung wurde unter anderem verwendet, um die Schaltbilder in dieser Arbeit darzustellen.

⁷Abkürzung aus dem englischen für auf integrierte Schaltungen: "Printed Circuit Board".

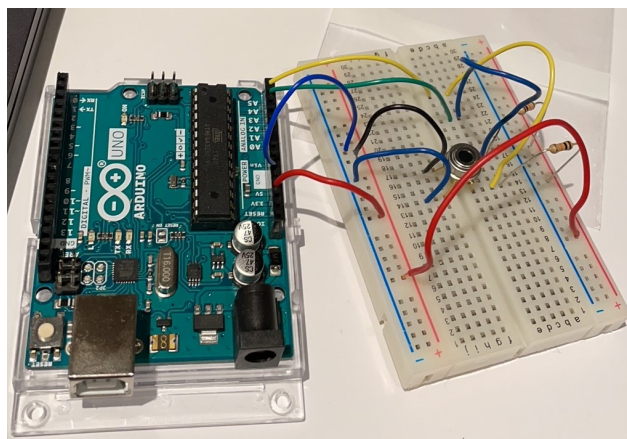


Figure 19: Der Arduino wurde mit dem Infrarotsensor mittels Kupferdrähte gemäss Fig.17 verbunden. Quelle: eigene Darstellung.

3.2.5 Aufbau der Heizungskontrolle

Es wurde mit dem Aufbau der Steuerung begonnen. Für zwei Heizdrähte waren zwei Sensoren geplant. Diese hatten in den massgeschneiderten Einbuchtungen auf der Ober- und Unterseite der Probenhalterung Platz (Abschnitt 3.1). Die Überlegung zu den elektrischen Anschlüssen war die folgende: vier davon wurden für die Versorgung und Erdung der Heizdrähte gebraucht. Die letzten vier wurden für die Sensoren gebraucht. Um zwei Sensoren über dem gleichen Draht auszulesen, wurde eine elegante Lösung gefunden. Wie in Abschnitt 3.2.5 beschrieben, kann man in BUS-Konfiguration einzelne Adressen über EEPROM ändern. Damit kann man auch zwei Sensoren in BUS-Konfiguration bringen. Dazu wurde als erstes der Schaltkreis in Fig.17 für beide Sensoren nachgebildet. Als Stromversorgung für den Arduino und den Rest der Schaltungselemente diente ein Laptop. Der Computer war mit einem USB-Kabel mit dem Mikrokontroller verbunden. Über dieses wurden zusätzlich die Daten geschickt und der Arduino programmiert. Dies wurde während dieser ganzen Arbeit beibehalten. Sie wurden einzeln geprüft (Fig.19). Die Melexis Sensoren waren über einem Arduino programmierbar. Auf der offiziellen Website dieser Mikrokontroller wurden die nötigen Informationen und der Zugang zu öffentlichen Programmbibliotheken geliefert [20]. Es wurde ein Programm zur Temperaturauslesung in °C geschrieben und auf dem Arduino geladen. Die Sensoren haben schnell auf jede Temperaturänderung reagiert. Dies konnte man beispielsweise beobachten, wenn man eine Hand vor dem Sensor gehalten hat.

Als nächstes wurde bei einem Sensor die Adresse verändert. Dabei wurde ausgenutzt, dass 0x05A die Standard Slave-Adresse zur Abfrage der Temperatur war [21]. Mit einem kurzen Arduino Programm wurde bei einem der Sensoren diese Adresse auf 0x05B gesetzt. Danach wurde das Temperaturauslese-Programm so verändert, dass zwei Sensoren gleichzeitig ausgelesen werden konnten. Die Sensoren sind in BUS-Konfiguration (Fig.20) auf das Steckbrett montiert und getestet wurden.

Es war Zeit, die Heizungsteuerung zu realisieren. Ein Sensor wurde wie in Fig.17 platziert.

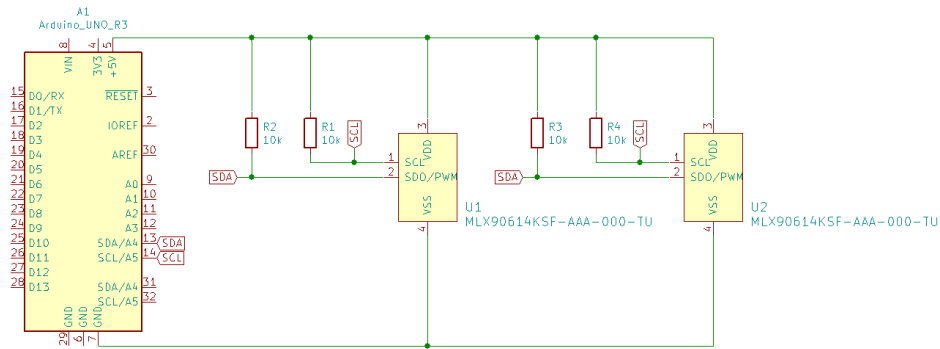


Figure 20: Das Schaltbild für die Sensoren in BUS-Konfiguration. Quelle: eigene Darstellung.

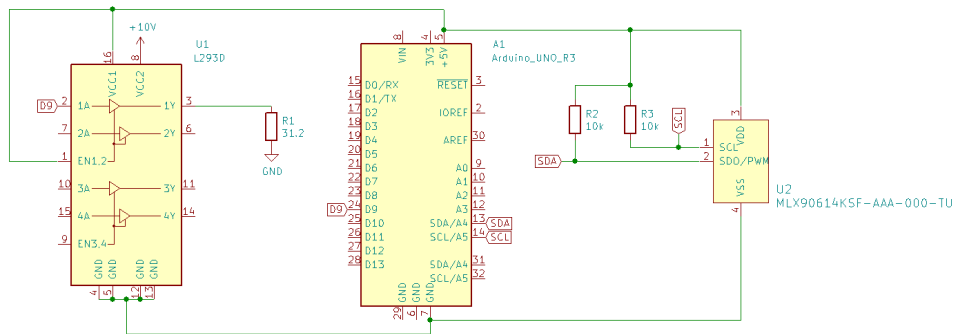


Figure 21: Die schematische Darstellung des aufgebauten Schaltkreises bestehend aus dem Arduino, der H-Brücke L293D, den Infrarotsensor und den ersten Heizdraht (R1). Der Sensor und der L293D befinden sich auf dem Steckbrett. R1 wurde in die Halterung eingefügt, wie in Fig.22 ersichtlich. Quelle: eigene Darstellung.

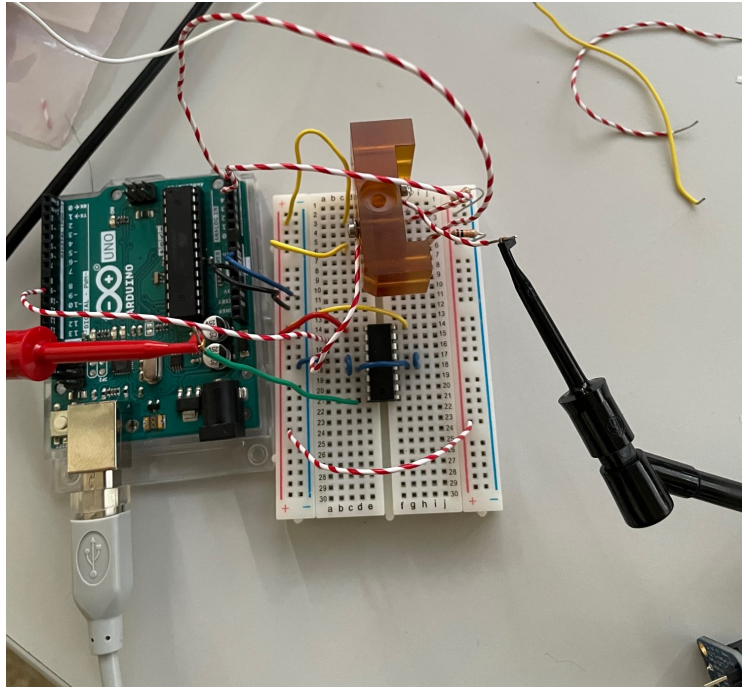


Figure 22: Realisierte Konfiguration gemäss Fig.21. Quelle: eigene Abbildung.

Dann wurde (50 ± 1) cm des Drahtes von der Isotanrolle abgeschnitten und mit Hilfe eines konischen Wicklers gewunden. Der resultierende Heizungsdraht wurde mit der Spannungsversorgung verbunden. Als erstes wurde geprüft, ob sich der Draht beim Anschalten des Gerätes aufheizte. Dazu wurde der Draht über einen Infrarotsensor gehalten. Die Heizung wurde dann in die Probenhalterung eingefügt und mit zentralen Schrauben fixiert. An der Versorgung wurden zwei mit Zangen bestattete Kabel für die Erdung und die Spannung angeschlossen. Da die Zangen nicht auf die Schrauben der Heizung gepasst haben, wurden zwei kurze Kupferdrähte genommen, die Enden von der Isolation befreit und zu Hacken geformt. Diese wurden um die Schrauben gelegt, welche dann angezogen wurden. Der L293D Baustein wurde auf das Steckbrett montiert. Das resultierende Schaltbild ist in Fig.21 gezeigt. Schliesslich ist die Probenhalterung auf den Temperatursensor mittels der vorgesehenen Ausbuchtung montiert worden (Fig.22). Der L293D wurde als erstes getestet, in dem die PWM-Ausgabe schrittweise von 0 bis 200 erhöht wurde. Danach wurde das PID Programm unter Benutzung von Gleichung (9) geschrieben. Die ersten Messungen wurden durchgeführt. Danach wurde der zweite Heizungsdraht in die Halterung eingesetzt und der Schaltkreis wie in Fig.23 ergänzt. Das PID Programm wurde so angepasst, dass ein Sensor zwei Drähte steuern konnte. Es wurden die drei Konstanten von Gleichung (9) passend ausgewählt. Dabei wurden zuerst vorgeschlagene Werte auf der Arduino-Webseite und andere⁸ übernommen und später bezüglich dieses Versuches angepasst.

⁸Auch hilfreich war die Tutorialsseite von Electronoobs (URL: https://electronoobs.com/eng_arduino_tut24_2.php).

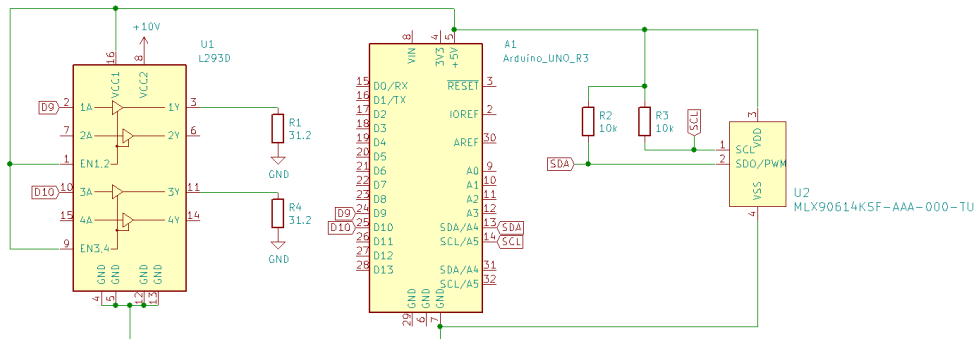


Figure 23: Der ergänzte Schaltplan. Es wurde der zweite Heizdraht in die Halterung eingefügt (R4). Quelle: eigene Darstellung.

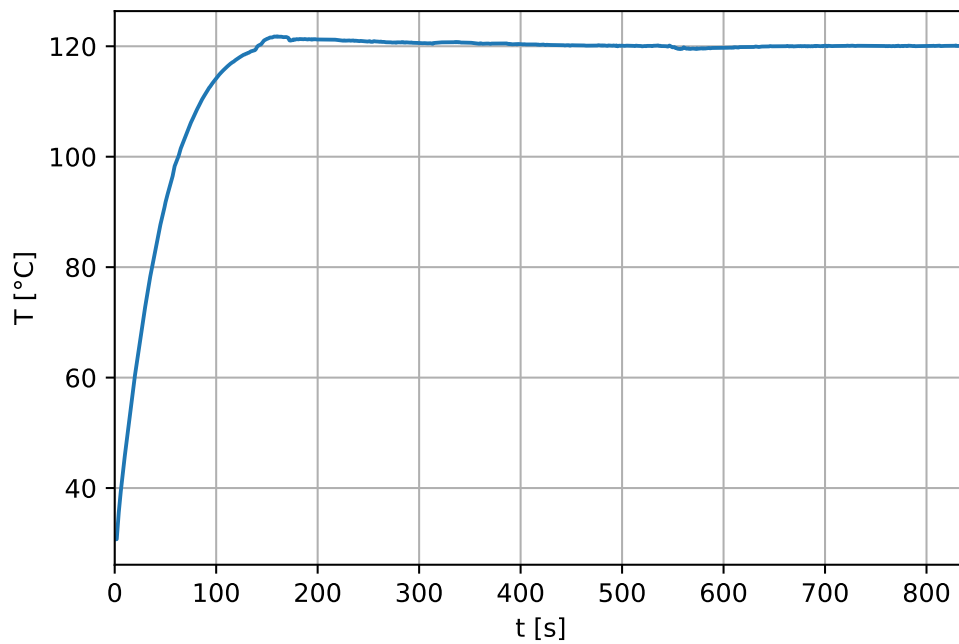


Figure 24: Der Temperaturverlauf für 14 min. Die Temperatur wurde im Abstand von 1 s gemessen. Der Temperaturanstieg in den ersten Minuten folgt nach dem anstellen der Heizung. Danach pegelt sich die Temperatur beim Sollwert ein. Quelle: eigene Darstellung.

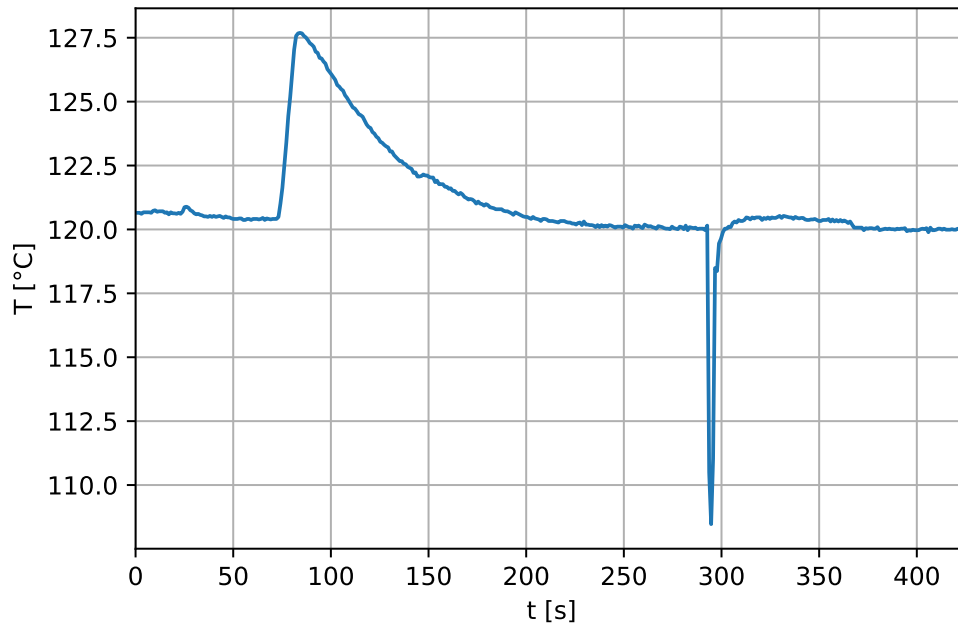


Figure 25: Die zwei durchgeführten Stresstests. Der erste Peak ist durch die Spannungszunahme entstanden. Beim zweiten negativen Peak wurde auf den Draht kurz gepustet. Die Temperatur wurde im Abstand von 1 s gemessen. Quelle: eigene Darstellung.

3.2.6 Erste Resultate der Heizungskontrolle

Die PID Konstanten sind während der ganzen Arbeit auf folgende Werte fixiert worden: $K_p = 10$, $K_i = 0.3$ und $K_d = 2.0$. Der Temperaturverlauf der Messung mit einem Heizdraht und einem Sensor ist in Fig.24 dargestellt. Gemessen wurde etwa 14 min lang bei einer Spannung von (10.00 ± 0.25) V. Die Temperatur hat sich bei den eingestellten (120 ± 2) °C stabilisiert⁹. Es wurde entschieden, zwei Stresstests durchzuführen, um zu sehen wie schnell die Temperaturregelung auf Störfaktoren reagiert. Der erste Test war eine Erhöhung von (10.00 ± 0.25) V auf (15.00 ± 0.25) V. Nachdem die Temperatur sich stabilisiert hat, wurde als zweiter Versuch dem Heizdraht einen kurzen Luftstoss verpasst. Die Resultate sind in Fig.25 dargestellt. Man beobachtete, dass die Korrektur bei der Potentialerhöhung etwa 1.5 min und beim Luftstosstest nur einige Sekunden dauerte.

Ähnlich stabil waren auch die ersten kurzen Tests mit zwei Heizdrähten und einem Infrarotsensor.

3.2.7 Diskussion zu den ersten Versuchen

Die Funktionstüchtigkeit der gewählten MLX90614 Sensoren war vielversprechend. Sie eigneten sich gut für die Erstellung der Steuerung und die darauffolgenden Messungen. Dennoch war klar, dass die Sensoren kalibriert gehörten, da sonst die falsche Temperatur

⁹Die Unsicherheiten des Sensors sind auf dem Datenblatt angezeigt [21]

eingestellt worden wäre. Der Grund dafür war der auf 1 angenommene Emissionskoeffizient ϵ , welche nur für schwarze Körper korrekt gewesen wäre. Da dies eine Idealisierung war, welche es in der Natur nicht gibt, war $\epsilon < 1$ zu erwarten.

Anhand der ersten Resultate waren die ersten kurzen Tests mit den erstellten PID Programm vielversprechend. Die Entscheidung, die Steuerung auf zwei Drähte zu erweitern und mittels eines einzigen Temperatursensors zu kontrollieren, hatte bei einem unerwarteten Ausfall ihren Vorteil. Dies wäre eine Alternative gewesen, falls einer der Sensoren ausgefallen wäre.

Als die ersten Male ein Heizdraht in die Halterung eingefügt wurde und mit Spannung versorgt wurde, wurden Schmorspuren innerhalb der Halterung entdeckt. Diese waren entstanden, obwohl eine Temperatur von maximal $(157 \pm 2)^\circ\text{C}$ gemessen wurde. Erklärt wurde dies durch die im Draht vorhandenen Knicke und kleineren Risse. Diese waren wahrscheinlich während der Anfertigung der Heizdrähte entstanden. In der Tat, begünstigte die Feuchtigkeit an den Fingern die Entstehung von Knicken. So wurde es im Draht lokal heiss genug, um die Halterung zu beschädigen. Um dieses Problem zu lösen, wurden die nächsten Heizungen durch tragen von Plastikhandschuhen angefertigt.

Die ersten kurzen Tests mit den erstellten PID Programm waren zufriedenstellend.

3.3 Kalibrierung des Emissionswertes

Bisher wurde angenommen, dass die Heizdrähte und die Probenhalterung ideale Strahler wären. In der Realität ist kein Objekt in der Natur ein perfekter schwarzer Körper. Um dies zu korrigieren, wurde eine Messung zur Temperatureinstellung veranlässigt.

3.3.1 Theoretische Überlegungen

Das Prinzip der kontaktlosen Temperaturmessung funktioniert, da die Oberfläche jedes Körpers elektromagnetische Strahlung aussendet. Die Strahlung ist stark temperaturabhängig. Die Leistung P dieser Strahlung wird durch das Stefan-Boltzmann Gesetz beschrieben. Es gilt

$$P(T) = \epsilon \cdot \sigma \cdot A \cdot T^4, \quad (10)$$

wobei ϵ der Emissionskoeffizient, A die Fläche und T die Oberflächentemperatur des Körpers ist. σ ist die Stefan-Boltzmann-Konstante.

Der Infrarotsensor in diesen Versuch wird dabei nicht nur die Strahlung des Heizkörpers erfassen, sondern auch die von der Umgebung am Heizkörper reflektierte Strahlung. Die totale Leistung ist dann durch

$$P_{tot}(T) = C \cdot (\epsilon \cdot T^4 + (1 - \epsilon) \cdot T_h^4) \quad (11)$$

gegeben, wobei T_h die Temperatur des Hintergrunds sind. C ist eine vom Sensor und vom Aufbau abhängige Konstante. Der erste Term in Gleichung (11) ist die von den Heizdrähten ausgesendete Strahlung. Der zweite ist die vom Hintergrund (hauptsächlich

die Probenhalterung) reflektierte Strahlung. Aus Gleichung (11) kann man die Temperatur der Drähte T bestimmen. Um jetzt den Emissionsfaktor zu bestimmen, kann ein Trick angewendet werden. Im Falle von $\epsilon = 1$ wird Gleichung (11) zu

$$P_{tot}(T) = C \cdot T_1^4. \quad (12)$$

Anstatt $P_{tot}(T)$ bestimmen zu müssen, kann man die linke Seite von Gleichung (12) in Gleichung (11) einsetzen. Löst man dann noch nach T auf so folgt

$$T = \sqrt[4]{\frac{T_1^4}{\epsilon} - \frac{1 - \epsilon}{\epsilon} \cdot T_h^4}. \quad (13)$$

Kennt man T_h und stellt man ϵ korrekt ein, so kann man die reale Temperatur eines Objekts berechnen.

Im Gegensatz zur Infrarotmessung, gibt es viele Arten die Temperatur eines Körpers mittels Berührung zu bestimmen. Ein Messinstrument ist das Thermoelement. Dieses besteht aus zwei zusammengeschweissten Drähten, die sich in der Legierung voneinander unterscheiden. Die zwei Materialien haben somit verschiedene Elektronendichten. Dies erzeugt eine Spannungsdifferenz zwischen den zwei Drähten. Das ist als thermoelektrischer Effekt bekannt. Der Temperaturunterschied führt zu einer Spannungsdifferenz zwischen den zwei Drahtenden. Häufig ändert sich die Spannung um ein Paar μV bei einer Änderung von 1°C [25]. Deswegen wird das Thermoelement an einen Verstärker angeschlossen. Das verstärkte Signal wird dann mit einer Umrechnung in Temperaturen übersetzt. Die genaue Berechnung ist abhängig vom Thermoelementmodell. Beispielsweise bei einem K-Typ, welcher einen Draht aus Nickel-Chrom und der andere aus Nickel hat, erhält man für die Temperatur

$$T[^\circ\text{C}] = \frac{V_{out} - 1.25 \text{ V}}{5 \text{ mV}}, \quad (14)$$

wobei V_{out} das vom Verstärker ausgesendete Spannungssignal ist [26].

3.3.2 Vorgehen

Die Spannungsquelle wurde auf 0 V eingestellt und dann abgestellt. Das Schaltbild von Fig.26 wurde nachgebaut. Mithilfe des Datenblattes, wurde der Verstärker (Modell AD8495, Hersteller Adafruit) mit einem K-Typ Thermoelement verbunden [26]. Es wurden zwei Drähte in die Halterung fixiert und ähnlich wie in Fig.22 vorbereitet. Im Unterschied dazu wurde die Verbindung mit dem L293D nicht gebraucht. Die Heizungen wurden direkt mit der Spannungsquelle verbunden. Auf der oberen Seite, wo künftig der zweite Infrarotsensor Platz haben sollte, wurde das Thermoelement eingefügt, so dass es die Heizdrähte berührte. Als eine erste Einschätzung der Umgebungstemperatur wurde die Temperatur der ausgeschalteten Heizungen mit dem Thermoelement ermittelt. Sie betrug $T_{h,i} = 23.7^\circ\text{C}$. Die Versorgung wurde eingeschaltet. Mittels des Einstellungsrad wurde die Spannung in Schritten von 0.25 V erhöht. Zwischen einer Erhöhung und der anderen

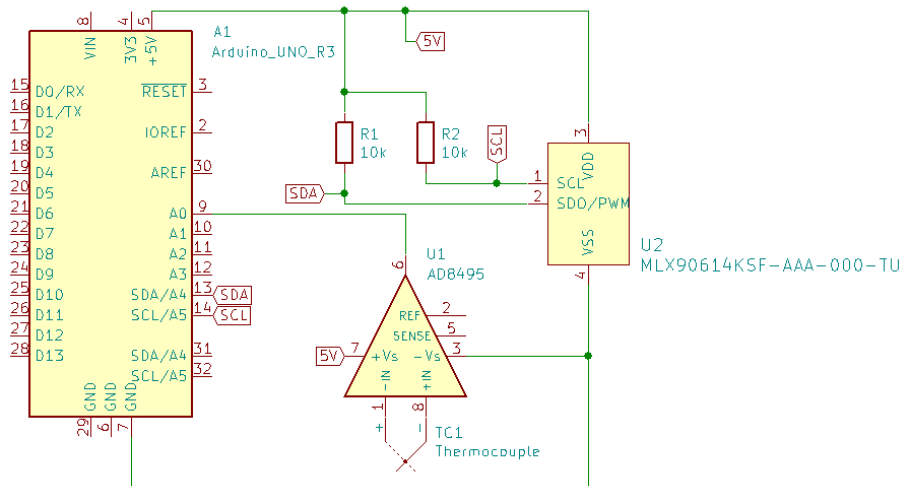


Figure 26: Der Schaltplan zum Kalibrierungsversuch. Im unteren Teil des Bild ist das Thermoelement (TC1) sichtbar, welches am Verstärker AD8495 angeschlossen ist. Quelle: eigene Darstellung.

wurde so lange gewartet, bis die Temperatur nicht mehr stieg. Zu jeder notierten Spannung, die eingestellt wurde, wurde die Temperatur dazu geschrieben. Als das Thermoelement 193.8°C angezeigt hatte, wurde die Messung beendet.

3.3.3 Ergebnisse und Kalibrierung

In Fig.27 sind die Temperaturen des Infrarotsensors gegen die Temperaturen des Thermoelementes dargestellt. Die Fitfunktion ist numerisch und iterativ mit Hilfe der Gleichung (13) entstanden. Dabei wurde die Temperaturreihe des Sensors als Datensatz für die idealen Temperaturen T_1 verwendet. Als reale Temperaturen T wurden die Thermoelementtemperaturen angegeben. Der Emissionsfaktor und die Umgebungstemperatur wurden als Fitparameter angegeben. Zur Fitfunktion in Fig.27 ist $\epsilon \approx 0.45$ und $T_h \approx 36.7^{\circ}\text{C}$, wobei $\epsilon = 1$ und $T_{h,i}$ als Anfangswerte angegeben wurden.

Um die Kalibrierung der Sensoren vorzunehmen, gab es zwei Wege. Der erste wurde schon in Abschnitt 3.2.2 erwähnt: der Emissionsfaktor des Sensors kann über EEPROM justiert werden. Alternativ kann direkt die Fitfunktion verwendet werden, welche hier benutzt wurde.

Eine Oberflächentemperatur der Drähte von 120°C würde nach dem Fit bei dem Infrarotsensor als $T_{soll} = (80.75 \pm 1.00)^{\circ}\text{C}$ gemessen werden. Da eine Toleranz von 1°C vorhanden war, wurde $T_{soll} \approx 80^{\circ}\text{C}$ gewählt. Die Temperatur T_{soll} war damit der Sollwert, welche bei der Bestrahlung aufrechterhalten werden musste.

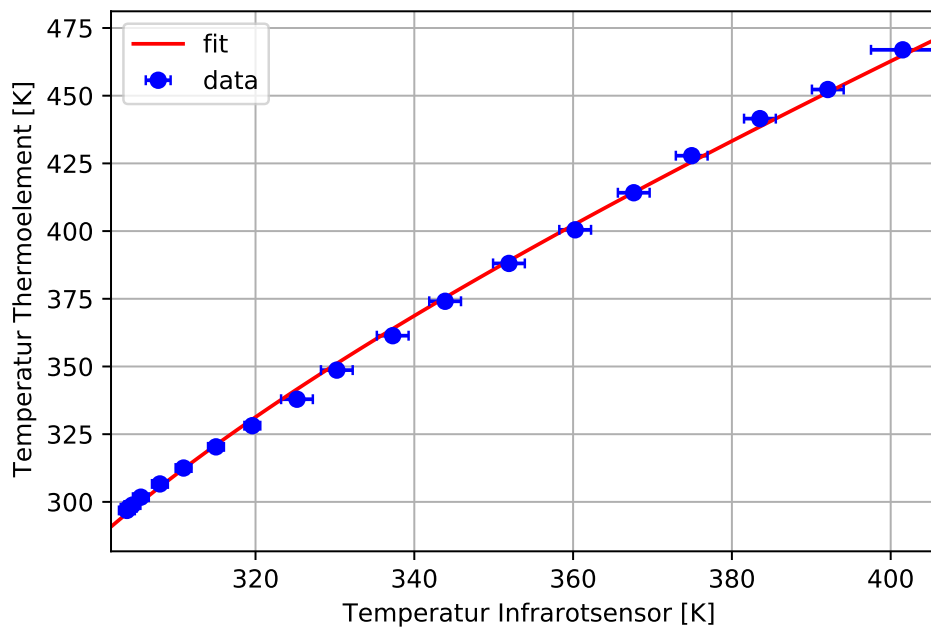


Figure 27: Die Temperaturen des Infrarotsensors sind gegen die des Thermoelements aufgetragen. Um die Fehlerbalken sichtbarer zu machen, wurden die Fehler verdoppelt. Da das Thermoelement um einiges genauer als der Infrarotsensor ist, wurden die Fehler des ersteren nicht berücksichtigt. Die Fehler des Thermoelementes wurden vernachlässigt. In rot ist die Fitfunktion $T(T_1) \approx \sqrt[4]{\frac{T_1^4}{0.45} - 1.22 \cdot T_h^4}$ angegeben (siehe Text). Quelle: eigene Darstellung.

3.3.4 Diskussion zur Kalibrierung

Um den Emissionskoeffizient so realistisch wie möglich zu bestimmen, wurde das Sichtfeld simuliert, welches ein einzelner Infrarotsensor im Versuch gesehen hätte. Deswegen wurde die Messung an der Probenhalterung und mit beiden Heizdrähten durchgeführt. Ignoriert wurde nur die Anwesenheit des zweiten Sensors.

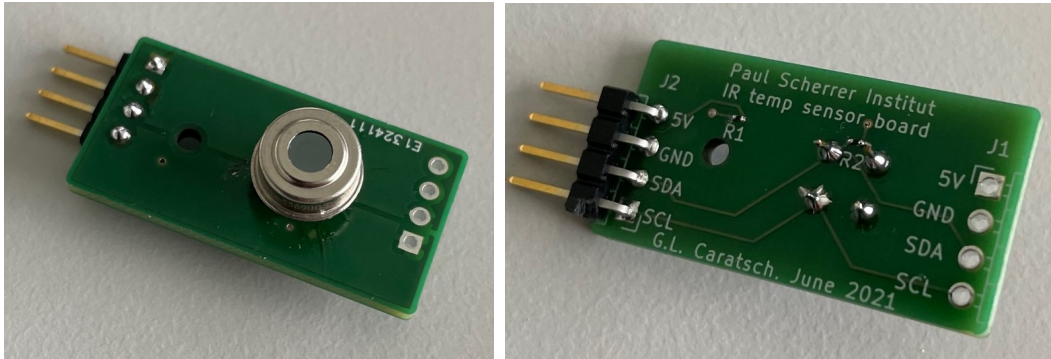
Im Ganzen ist die Messung wie erwartet abgelaufen. Anhand Gleichung (13) wurde ein für $T_1 \gg T_h$ mehrheitlich linearer Verlauf erwartet, was Fig.27 bestätigt. Die Erwartung, dass der Infrarotsensor ab einen gewissen Punkt niedrigere Temperaturen als das Thermoelement anzeigen würde, wurde bestätigt. Dies musste schon über Gleichung (13) wegen der erwarteten Bedingung $\epsilon \leq 1$ folgen. Dabei wurde angenommen, dass das sensiblere Thermoelement die reale Temperatur anzeigte.

Während der Messung war aufgefallen, dass es immer länger dauerte, bis die Drahttemperatur nicht mehr stieg. Zuletzt hat der Infrarotsensor erst nach etwa 5 min eine mehrheitlich konstante Temperatur angezeigt. Dies war zu erwarten da, anders als in Gleichung (13), auch die Umgebung (hauptsächlich die Probenhalterung) sich während der Messung aufwärmte. Für höhere Temperaturen war dies ein ernst zu nehmender Fehler, da dieser nicht beachtet wurde. Um den Fehler möglichst klein zu halten, wurde die Messung nicht über $T = 200^\circ\text{C}$ fortgesetzt. Diese Vorkehrung sollte auch weitere Schäden an der Probenhalterung verhindern. Ausserdem hätten kleinere Risse in den Drähten zu einem nicht linearen Verlauf führen können (wie in Abschnitt 3.2.7 diskutiert).

Leider wurden keine Informationen über den Emissionskoeffizient der Isotan-Legierung, aus welchen die Heizdrähte angefertigt waren, gefunden. Isotan besteht aber mehrheitlich aus Kupfer [27]. Zusätzlich wurde beim verwendeten Draht die Oberfläche oxidiert [18]. Aus Erfahrung wurde ein höherer Emissionskoeffizient erwartet. Da die Kalibrierung nicht der Schwerpunkt dieses Versuches war, wurde der gefundene Wert für die nächsten Messungen genommen.

Trotzdem wurde das Resultat analysiert. Einerseits ist die Frage aufgekommen ob man einen höheren Emissionskoeffizient tatsächlich zu erwarten hatte. Andere Recherchen haben gezeigt, dass bei Kupfer-Nickel Legierungen der Emissionskoeffizient sich zwischen den Werten der reinen Metalle einpegelt [28]. Da fast die Hälfte von Isotan aus Nickel ist, würde der gefundene Wert dafürsprechen [27]. Andererseits, wurden bei der Erstellung der Gleichung (13) Vereinfachungen gemacht. Eine davon war die schon zuvor erwähnte fixierte Umgebungstemperatur. Die Probenhalterung war zwar Wärmeisolierend, konnte aber während der Erhitzung der Drähte auch an Temperatur zunehmen. Es kam noch ein externer Faktor hinzu: um die Umgebungstemperatur zu bekommen, wurde mit dem Thermoelement bei den Heizdrähten gemessen. Von Aussen her schien die Sonne während den Messungen auf den Arbeitsplatz, wo sich die Probenhalterung befand. Eine wärmere Umgebungstemperatur war zu erwarten. Um diese Vereinfachung zu umgehen, wurde entschieden T_h als Fitparameter anzugeben: damit wurden der Fit und die Temperatur der Halterung (Umgebung) realistischer.

Ausserdem wurde in Gleichung (13) die endliche Breite zwischen dem Sensor und der Kavität mit den Heizungen vernachlässigt. Eine kurze Berechnung ergab, dass das Sicht-



(a)

(b)

Figure 28: Die fertiggestellte obere Platine. Auf der vorderen Seite wurde der Sensor montiert (a). Auf der Rückseite befanden sich die Anschlüsse und die Widerstände R1 und R2 (b). In (b) ist noch ein Loch neben der GND (Erdung) sichtbar. Dieses war ursprünglich für eine weitere Schraube zum Fixieren der PCB an der Probenhalterung geplant. Die untere Platine hatte auch so eins. Später wurde darauf verzichtet, um die Halterung nicht zu beschädigen. Als Ersatz wurden dünne Klebebandstreifen benutzt (Fig.30).

feld auf die Drähte des Sensors nicht mehr 90° , sondern 51.5° betragen hat (die Massen wurden aus Anhang A entnommen). Der Rest des Sichtfeldes landete somit auf der Probenhalterung. Dies bedeutete, dass nur ein Teil des Sensors die Heizung sah.

3.4 Fertigstellung der PID-Kontrolle und erster Testlauf

Als die PCBs bereit waren, wurde es Zeit die Heizungsteuerung zu vollenden und zu testen.

3.4.1 Vorgehen

Das PID Programm wurde fertiggestellt als die bestellten Platinen angekommen waren und man mit zwei Sensoren arbeiten konnte. Zuvor wurden bereits die Anschlüsse, die Widerstände und die Sensoren auf die Platine gelötet und so vorgefunden. Die untere Platine wurde wie in Fig.18 bestückt. Bei der oberen Platine wurden nur die Anschlüsse links gelötet (Fig.28). Die anderen wurden nicht gebraucht, wie schon im Abschnitt 3.2.4 begründet wurde.

Um die endgültige PID-Kontrolle durchführen zu können, musste eine Verbindung zwischen dem Arduino und den Platinen hergestellt werden. Zuerst wurde ein etwa 1 m langes vieradriges Kabel genommen und an den Enden um etwa 10 cm von der Isolation befreit. Die vier darin enthaltenen Drähte waren zusätzlich isoliert. Auch hier wurden etwa 0.5 cm Isolation bei jedem Drahtende weggeschnitten und darauf Buchsen gecrimpt. Schliesslich wurden die Drähte am jedem Kabelende in isolierende Viererhülsen eingefügt (Fig.29). Um die Platinen zu verbinden, wurden etwa 10 cm lange Drähte aus einen weiteren vier-

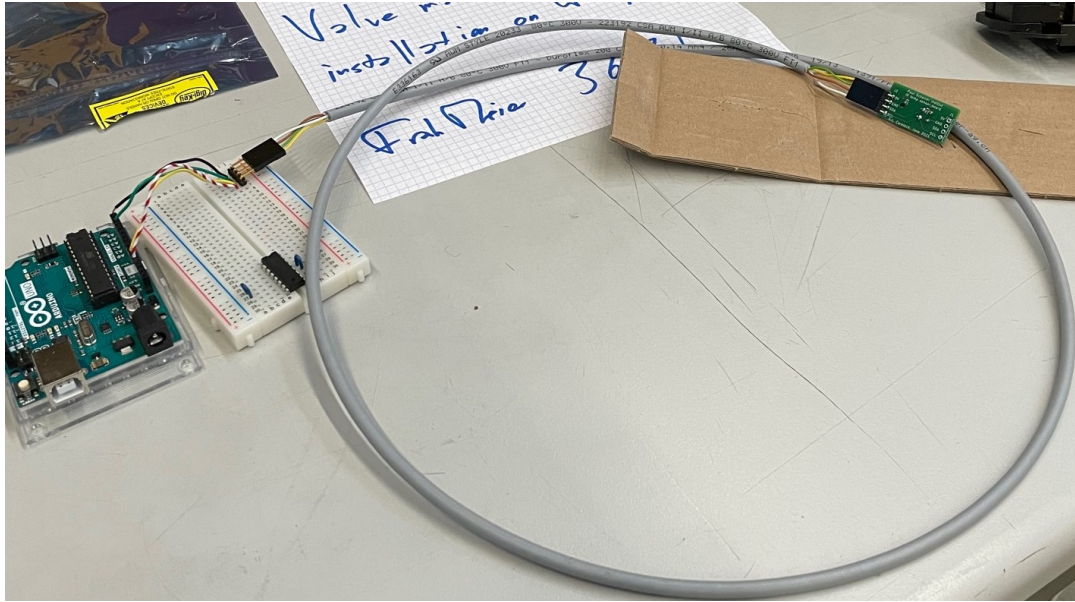


Figure 29: Die Verbindung zwischen Arduino, Steckbrett und einem Sensor. Für die ersten Tests ausserhalb der Box wurde ein vieradriges Kabel genommen. Die H-Brücke (auf dem Steckbrett) wurde erst später wieder verwendet. Quelle: eigene Darstellung.

adrigem Kabel genommen. Auf den Drahtenden wurden wie zuvor Buchsen gecrimpt und in Viererhülsen eingefügt. Die Platinen wurden auf die Halterung mit Klebeband fixiert und schliesslich verbunden (Fig.30). Damit wurden die Platinen miteinander und mit dem Steckbrett verbunden. Als Test wurde eine einstündige Messung durchgeführt. Die Spannung betrug $(8.00 \pm 0.25) \text{ V}$ und die Solltemperatur wurde auf 79.75° C eingestellt.

3.4.2 Resultate und kurze Diskussion

Die Resultate sind in Fig.31 zusammengefasst. Nachdem die eingestellte Temperatur erreicht wurde, stabilisierte sie sich mit kleinen Schwankungen von meistens 0.02° C . Der Peak $((80.27 \pm 1.00)^\circ \text{ C})$ um ca. 11:12 wurde durch einen ungewollten Kontakt am Einstellungsrad der Spannungsversorgung verursacht. Dies war ein guter Test. Die PID-Kontrolle war dazu da solche Zwischenfälle automatisch zu korrigieren. Die Stabilität der errichteten Steuerung erlaubte die Kaptonbestrahlung.

3.5 Eine Messung der Temperatur in der Kaptonprobe und eine Messung beim Mylarfenster

3.5.1 Vorgehen

Für dieses Experiment wurde das erste Mal Kapton verwendet. Es wurden aus einer Kaptonfolie zwei Streifen ausgeschnitten. Die Streifen waren etwa $(0.50 \pm 0.05) \text{ cm}$ breit und passten 2-3-mal um eine Fingerspitze. Zwei Isotandrähte von je $(50 \pm 1) \text{ cm}$ wurden vor-

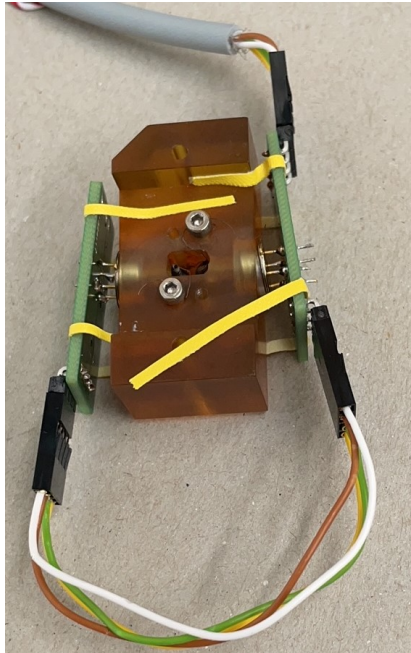


Figure 30: Die Probenhalterung mit den Platinen. Die gelben Klebebandstreifen dienen zur Fixierung der Sensoren an der Halterung. Zusätzlich sind die Verbindungsdrähte samt Hülsen sichtbar (siehe Text). Quelle: eigene Darstellung.

bereitet und gewunden. Die Kaptonstreifen wurden zu konischen Streifen gerollt. Mit Hilfe einer Pinzette wurden die Streifen in die Heizwiderstände eingefügt (Fig.32). Die Heizungen samt Kapton wurden in die Probenhalterung fixiert.

Als nächstes musste die Box vorbereitet werden. Die LEMO-Buchse wurde an der vorgesehenen Öffnung beim Deckel fixiert. Als nächstes wurden ca. 10 cm bei einem Signalkabel abgeschnitten und die darin enthaltenen acht isolierten Drähte herausgezogen. Jede Drahthülle hatte eine andere Farbe. Die Farben entsprechen einem Code, welcher die Orientierung über den verschiedenen Anschlüssen vereinfacht [29]. Gemäss diesem Code wurde überlegt, welche die beste Möglichkeit war, die Drähte anzuschliessen. Entschieden wurde wie in Tabelle 2. Die Enden jedes Drahtes sind um ~ 0.5 cm von der Isolation be-

Drahtfarbe	weiss	braun	grün	gelb	grau	rosa	blau	rot
Anschlüsse	GND1	V2	GND 2	V1	SCL	SDA	GND	V

Table 2: Die Farben der Drähte und die dazu gewählten Anschlüsse. Die ersten vier Farben gehen für die Heizung 1 und 2 weg. Die letzten vier sind für die Infrarotsensoren bestimmt.

freit worden. Mithilfe des Farbcodes wurden die Drähte an die LEMO-Buchse gelötet. Am anderen Ende der Drähte wurden Buchsen gecrimpt. Basierend auf Tabelle 2 wurden die Drähte in zwei Viererhülsen verteilt. Die erste Hülse war also für die Versorgung und Erdung der zwei Heizungen gedacht. Es wurden noch die Verbindungen zwischen dieser

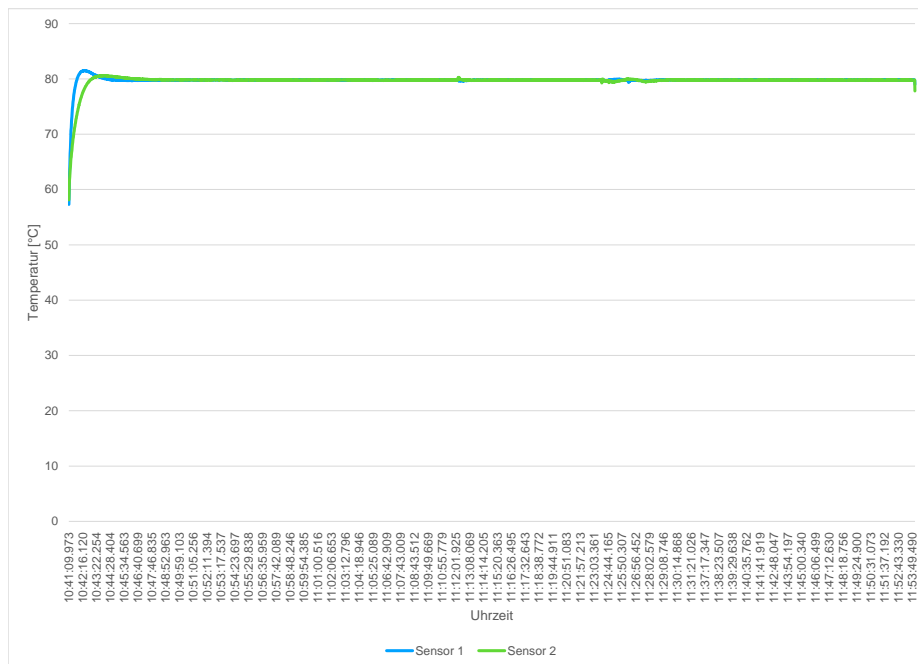


Figure 31: Der Temperaturverlauf der zwei Sensoren während einem einstündigen Testlauf. In den ersten Minuten sieht man einen Temperaturanstieg (beide Heizungen wurden eingeschaltet), gefolgt von einem leichten Abfall und die Stabilisierung um die Solltemperatur. Das anfängliche Überschwingen ist durch die endliche Reaktionsgeschwindigkeit der Steuerung erklärt: die PID-Konstanten werden mit jedem Iterationsschritt der Situation angepasst, was Zeit in Anspruch nimmt. Der Temperaturabfall gegen Ende der Messung entspricht wiederum der Ausschaltung der Heizungen. Quelle: eigene Darstellung.



Figure 32: Eine Heizung, welche einen gewickelten Kaptonstreifen enthält. Quelle: eigene Darstellung.

Hülse und den Schrauben, an welche die Heizdrähte befestigt waren, gebraucht. Wie in Abschnitt 3.2.5 wurden dafür hakenförmige Kupferdrähte verwendet. Die zweite Hülse wurde direkt mit den Sensoren verbunden. Zuletzt ist die Halterung auf den Boxdeckel geschraubt worden. Das Resultat ist in Fig.33 gezeigt.

Als nächstes wurde die Elektronik ausserhalb der Box vorbereitet. Die Verbindung zwischen dem Arduino und dem L293D wurde gelassen. Für die Ausgänge der H-Brücke, die Anschlüsse der Sensoren und die Erdung der Heizungen wurde auf dem Steckbrett ein Stecker mit acht Pins platziert. Als Verbindung zwischen Steckbrett und der Elektronik der Box diente ein etwa 1.5 m langes achtadriges Signalkabel. An einem Ende wurden gemäss den Farbcode die Drähte an den LEMO-Stecker gelötet. Am anderen Ende des Kabels sind Buchsen an jedem der acht Drähte gecrimpt worden. Alle wurden in einer achter-Hülse eingefügt. Dabei wurde die Anordnung der Tabelle 2 berücksichtigt. Das Signalkabel konnte nun mit dem Steckbrett verbunden werden. Die vollendete Verkabelung ist in Fig.34 gezeigt. Bevor die Spannung durchgeleitet wurde, wurde jeder Anschluss mit einem Voltmeter (Modell: UNI-T, UT61) auf Kontakt geprüft.

Als erstes wurde gemessen, wie stark sich die Temperatur im Inneren des aufgeheizten Kaptonstreifens verändert. Dazu war das Thermoelement in der gleichen Konfiguration wie in Abschnitt 3.3.2. Im Unterschied wurde es in eine der Kaptonproben vorsichtig eingefügt, so dass sich die Drähte nicht berührten.

Es blieb noch zu klären, wie heiss es bei der Quelle werden würde. Dafür ist das Thermoelement in die für den Strontium-Behälter gedachte Öffnung der Box eingefügt worden, so dass dieses die Mylarfolie berührte. Um die Messung durchzuführen, wurde der Deckel mit der Probenhalterung vorsichtig an die Boxöffnung gelehnt. Der Deckel wurde nicht

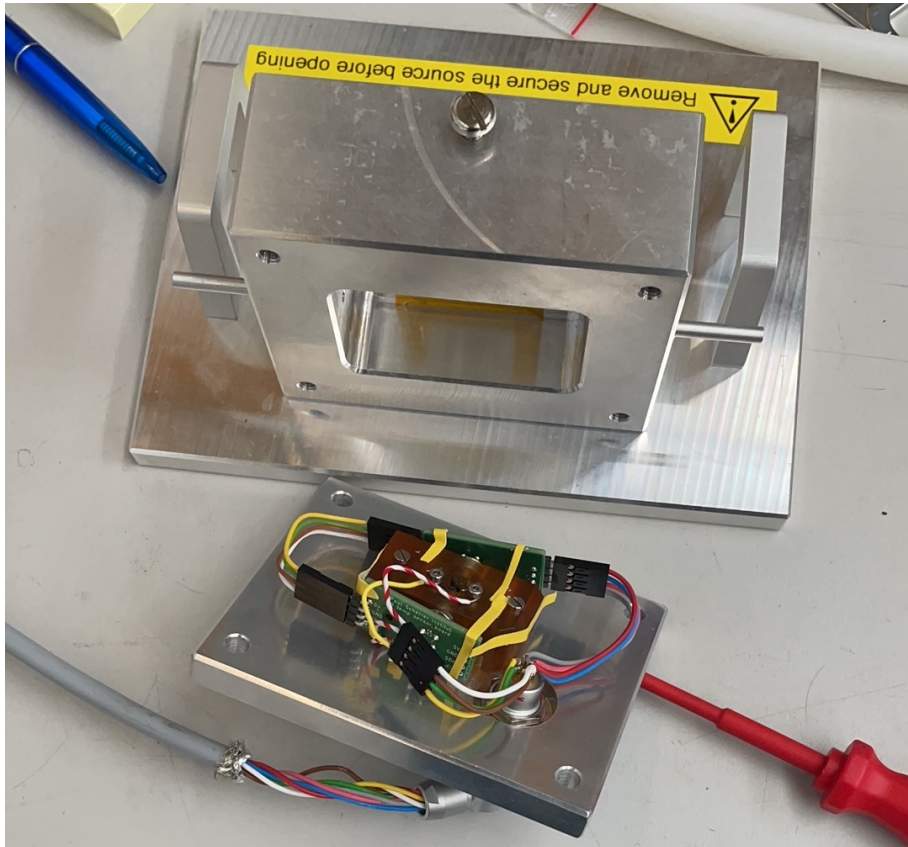


Figure 33: Die vollständig angeschlossene Probenhalterung bereit für den nächsten Versuch. Oben im Bild sieht man die Bestrahlungsbox. Ersichtlich ist auch die LEMO-Buchse (rechts auf dem Deckel). Ausserhalb sieht man das verwendete achtadrige Kabel. Quelle: eigene Darstellung.

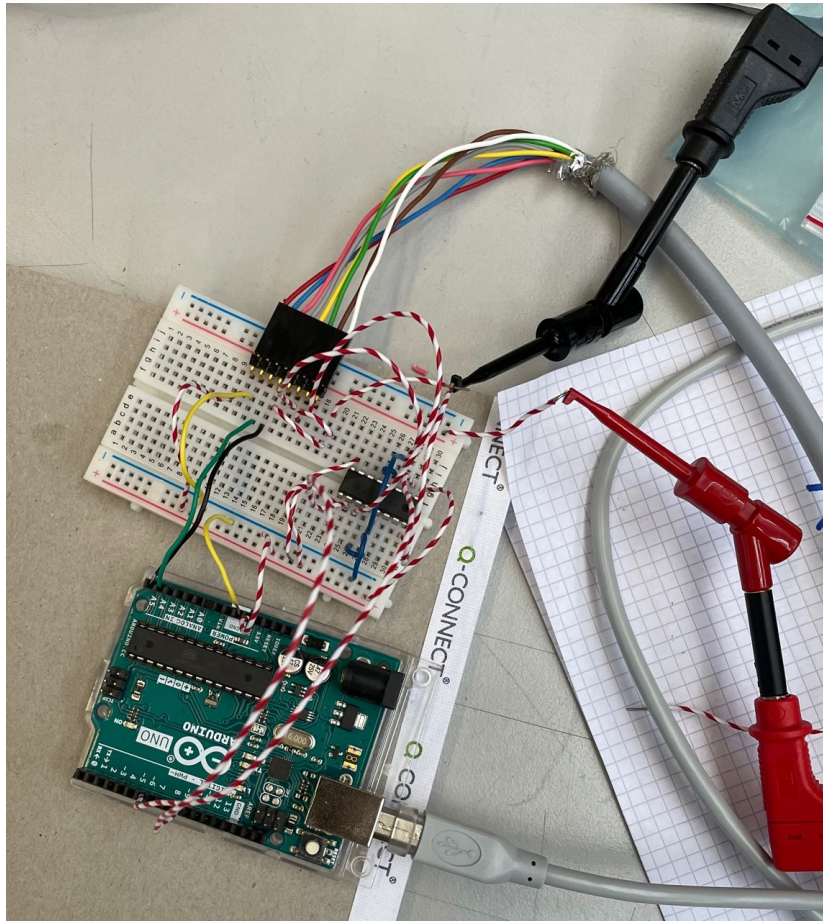


Figure 34: Die fertiggestellte Elektronik zwischen Steckbrett, Arduino und der Bestrahlungsbox. Oben im Bild sieht man das Ende des Signalkabels. Die einzelnen Drahne des Kabels wurden in einer achtadrigen Huhle eingefugte. Diese wurde mit einem dazu passenden Stecker mit dem Steckbrett verbunden. Quelle: eigene Darstellung.

zugeschraubt, sondern mit Klebeband versiegelt. Dabei wurde darauf geachtet, dass die Heizwiderstände ähnlich nahe dem Mylarfenster waren, wie bei den späteren Versuchen. Die Spannung wurde eingeschaltet. Es wurde eine zweistündige Messung gemacht. Nach den zwei Messungen wurden die Kaptonstreifen untersucht.

3.5.2 Resultate

Beim Anschalten der Spannung, ging die Temperatur innerhalb des gerollten Kaptonstreifens sofort hoch und stabilisierte sich nach kurzer Zeit bei der Solltemperatur.

Die Temperaturverläufe der zwei Sensoren und des Thermoelementes am Mylarfenster sind in Fig.35 gezeigt.

Nach den zwei Messungen wurden die Kaptonstreifen untersucht. Diese haben sich in ihren Eigenschaften vom ursprünglichen Kapton nicht unterschieden. Dabei wurden die Streifen auf deren Länge und Breite, deren Farbe und Zugfestigkeit nachgeprüft.

3.5.3 Diskussion

Dass die zusammengerollten Kaptonstreifen im Inneren sich schnell erwärmten, war erwartet. Hätte es zu stark die Wärme isoliert, wäre die Verwendung der RGT-Regel so nicht möglich gewesen, da die Temperatur sich nicht stark verändert hätte und damit die Reaktionsrate kaum zugenommen hätte. Die experimentelle Vorrichtung hätte angepasst werden müssen.

Die Temperatur am Mylarfenster war mehrheitlich konstant und hatte der Raumtemperatur entsprochen. Dieses Resultat wurde erwartet. Jeder Heizdraht hatte einen nominellen Wert¹⁰ von $R = (31.2 \pm 0.6) \Omega$ nach dem Datenblatt [18]. Betrachtet man einen einzelnen Heizdraht auf dem eine Spannung von $U = (8.00 \pm 0.25) \text{ V}$ liegt. Die Leistung würde dann bei

$$P = \frac{U^2}{R} = (2.0 \pm 0.1) \text{ W} \quad (15)$$

liegen. Über zwei voneinander unabhängige Drähte also etwa 4 W. Da aber der PID noch darauf wirkte, war diese Leistung kleiner: die Temperatur musste irgendwann nur noch gehalten werden. Dann ergaben sich Leistungen, die unter 1 W fielen, was niedrig ist. Dazu kommt die isolierenden Eigenschaften von Mylar. Man sollte also praktisch keine Änderung der Temperatur sehen.

Nicht ganz einfach war die Messung mit dem Thermoelement. Es musste nur das Mylarfenster berühren und gleichzeitig durften die Drähte keinen Kontakt haben. Die Oszillationen am Ende der Messung (Fig.35) zeigen, was passiert falls es zu Kontakten zwischen den Drähten des Thermoelements kommt. Höchst wahrscheinlich wurde beim Ausschalten der Spannung die Box kurz berührt, so dass das Thermoelement auch mit dem Aluminium der Box in Berührung gekommen ist und ein indirekter Kontakt möglich war.

¹⁰Dank der Regelung, welche die Toleranzen abfedert, ist die Abweichung vom Wert in den nächsten Abschnitten nicht relevant.

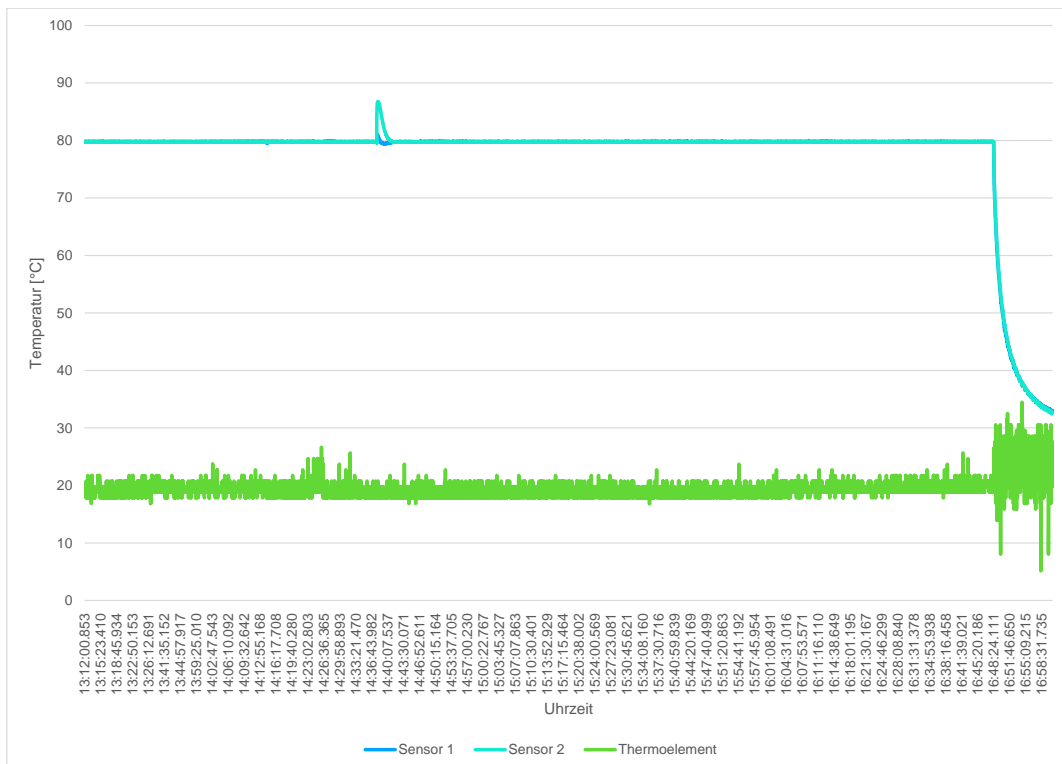


Figure 35: Der Temperaturverlauf der zwei Sensoren und des Thermoelementes. Der Peak, welcher man ca. um 14:30 sieht, wurde sehr wahrscheinlich durch einen Auslesefehler bei Sensor 2 verursacht. Der Temperaturüberschuss wurde dann durch die PID-Steuerung wieder korrigiert. Sichtbar ist auch der Temperaturabfall (Infrarotsensoren) nach dem Ausschalten der Heizungen um ca. 16:48. Quelle: eigene Darstellung.

Eine zu lösende Problematik ist beim Versuch die Box zu schliessen entstanden. Zwar waren die bei der Erstellung der Platinen gemachten Überlegungen korrekt, jedoch wurde die Ausdehnung der Kabel und der Hülsen nicht berücksichtigt. So hatte die Elektronik in der Box keinen Platz. Deswegen wurde für den Mylarfenster-Test die Probenhalterung nicht am Boxdeckel angeschraubt, sondern in die Box quergestellt. So war sie immer noch nicht verschliessbar, jedoch konnte man die Halterung nahe genug ans Mylarfenster bringen. Somit konnte eine realistische Messung durchgeführt werden. Das Klebeband zwischen Deckel und Box sollte den Verschluss simulieren. Aus Sicherheitsgründen wurde auf eine erste Messung über Nacht verzichtet.

3.6 Untersuchungen des Kaptons in Luft

3.6.1 Vorgehen und Resultate

Um das in Abschnitt 3.5.3 diskutierte Platzproblem zu lösen, wurden einige Modifikationen an der Verkabelung der Boxelektronik vorgenommen. Als erstes wurden alle verwendeten Drähte gekürzt, sodass man sie gerade noch an den vorgesehen Stellen anschliessen konnte. Auf jeden Draht sind neue Buchsen gecrimpt worden. Anstatt neue Hülsen zu montieren wie im Abschnitt 3.5.1, wurden die für die Sensoren vorgesehenen Buchsen fast rechtwinklig zu den Anschlüssen verbogen. Die Kupferdrahtverbindungen zur Heizung wurden durch flexiblere Kabeldrähte ersetzt. In einer ersten Version sind diese Drähte direkt mit den Versorgungsdrähten über die Buchsen verbunden worden. Zur Isolation der Buchsen ist isolierendes Klebeband benutzt worden. Das Ergebnis ist in Fig.36 sichtbar. Die Elektronik passte nun in die Box hinein. Es wurden aber keine Daten auf dem Monitor angezeigt.

Deswegen wurden in einer zweiten Version die Buchsen des gelb-weißen und des grün-braunen Kabelpaares je mit einer zweier-Hülse ausgestattet. Damit wurde die Isolation der Heizungsverbindungen gewährleistet. Zusätzlich hielten die Drähte in den Hülsen besser. Der Deckel samt Halterung ist wieder auf die Box geschraubt worden. Die Übertragung lief wieder erfolgreich.

Ähnlich wie im Abschnitt 3.5.1 sind zwei Heizdrähte von je (50 ± 1) cm mit (15.0 ± 0.5) cm lange Kaptonstreifen bestückt worden. Das Steuerungsprogramm wurde dann über dem Arduino über eine Nacht laufen gelassen. Der Temperaturverlauf wird in Fig.37 angezeigt. Die Eigenschaften (Länge, Farbe, Zugfestigkeit wie in 3.5.2) der Kaptonstreifen haben sich auch nach dieser erstmals längeren Messung nicht verändert.

3.6.2 Diskussion zur Messung in Luft

Die erste Messung über Nacht war ein wichtiger Test. Es wurde damit ein Problem bei der Datenerfassung entdeckt. Die herkömmlichen Einstellungen für den Aktivmodus auf dem benutzten Laptop haben eine Pause des Monitors nicht verhindert. So kam es zu einem Datenverlust zwischen Mitternacht und 4 Uhr morgens und 5 und 7 Uhr. Zwar war das Arduino mit Strom versorgt, so dass das Programm weiterlaufen konnte. Man konnte aber über die fehlenden Stunden keine Aussage machen. Dies musste behoben werden.

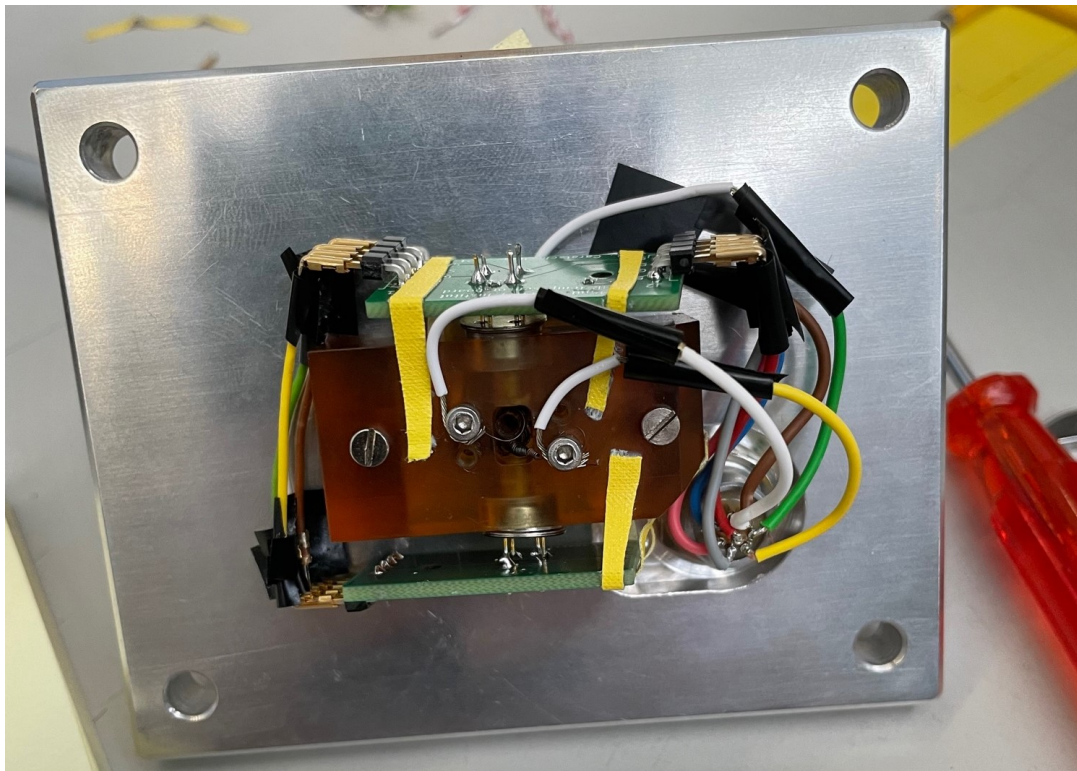


Figure 36: Die angepasste Boxelektronik. Statt Hülsen wurden die Verbindungen zwischen den Kabeln und den Heizungen mit Isolierband abgedichtet. Das Gleiche wurde mit den Sensoren gemacht. Quelle: eigene Darstellung.

Destotrotz haben die Daten gezeigt, dass die Steuerung über Stunden funktionstüchtig war. Somit war eine automatisierte Messung über längere Zeit möglich. Neben den Heizdrähten, funktionierte auch die Elektronik der Box. Somit waren die spontan getroffenen Modifikationen erfolgreich. Der Computer wurde bei den künftigen Messungen in einen speziellen Modus versetzt, so dass das System immer aktiv blieb.

3.7 Untersuchungen des Kaptons in Helium

3.7.1 Der Versuch

Mithilfe eines scharfen Bastelmessers und einem Lineal, welches eine Präzision von 0.5 mm hatte, wurden aus einer frischen Kaptonfolie zwei Streifen herausgeschnitten. Der erste Streifen war (13.80 ± 0.05) cm lang und (0.50 ± 0.05) cm breit. Der zweite war (11.50 ± 0.05) cm lang und (0.45 ± 0.05) cm breit. Nach dem gewohnten Verfahren wurden (50 ± 1) cm lange Isotandrähte zu konischen Heizungen gewickelt. Die Kaptonproben wurden aufgerollt und die Heizwiderstände eingefügt. Die Heizungen wurden in der Probenhalterung befestigt. Die Halterung wurde auf dem Boxdeckel fixiert und alle Anschlüsse wurden verbunden. Vorsichtig wurde der Deckel auf die Box geschraubt. Mit einem Innensechskantschlüssel wurden die Schrauben angezogen, sodass die Bestrahlungsbox mit Ausnahme der Röhren luftdicht war.

Die Box und der Rest der Ausrüstung wurde zum Versuchsraum getragen, der für die spätere Bestrahlung vorgesehen war. Der Raum war von dicken Betonmauern umgeben. Angelehnt an einer Mauer, standen Helium-Druckflaschen. Der Quellensafe befand sich ebenfalls in diesem Raum. Die für den Versuch ausgewählte Flasche hatte am Flaschenventil einen Druckregler fixiert. Diese hatte zwei Druckanzeiger. Der erste zeigte den Flaschen- druck an, welcher anfänglich bei etwa (140 ± 5) bar war. Der zweite zeigte den Druck an, mit welchem man arbeiten wollte. Dieser wurde auf etwa (1.8 ± 0.5) bar eingestellt. Das Ziel war es, einen möglichst konstanten Heliumfluss in der Box einzustellen. Um den Heliumfluss steuern zu können, wurde eine vom PSI zur Verfügung gestellte fahrbare Halterung mit verschiedenen Regulierventilen benutzt (Fig.38). Mit einem schätzungsweise 1.5 m langen Schlauch wurde das Helium dann in die Box gebracht. Der Schlauch wurde auf eines der Aluminiumröhrchen draufgestülpt, welches sich auf der Box befand. Um sicherzugehen wurde der Schlauch beim Röhrchen mit einem Kabelbinder fixiert (Fig.39). Mit einem zweiten Schlauch von etwa 4 m Länge, wurde das gleiche beim zweiten Röhrchen gemacht. Der zweite Schlauch diente zur Abfuhr des Gases. Die zusätzliche Länge sollte die totale Querschnittsfläche des Heliumflusses erhöhen. Es verhinderte den Rückfluss des Gases. Um die Geschwindigkeit des Heliums zu kontrollieren, wurde das freie Ende des Abfuhrschlauches in ein mit destilliertem Wasser gefülltes durchsichtiges Säckchen eingetaucht. Die Ventile am Gerüst wurden aufgedreht und Gasblasen entwichen vom Schlauch durch das Wasser. Je stärker man ein Ventil aufdrehte, umso mehr Blasen pro Sekunde wurden gezählt. Die Ventile wurden so eingestellt, dass etwa 2 Blasen pro Sekunde gezählt wurden. Auf einem Notizzettel wurde abgeschätzt, wie lange es dauern würde, bis in den Schläuchen und in der Box nur noch Helium sein würde. Dazu wurde der Blasen-



Figure 38: Links sieht man den verstellbaren Tisch, welcher für die nächsten Versuche gebraucht wurde. Links auf dem Tisch wurde die Spannungsquelle positioniert. Rechts sieht man den Arduino und das Steckbrett. Der Laptop zur Datenerfassung und Stromversorgung des Arduinos wurde unter der Tischplatte platziert. Rechts vom Tisch sieht man das Gestell mit den Ventilen zur Heliumversorgung. Hinter dem Gerüst befand sich der Quellensafe für den späteren Versuch (gelbe Box). Im Hintergrund sieht man die Heliumflaschen. Quelle: eigene Darstellung.



Figure 39: Die mit dem Helium angeschlossene Bestrahlungsbox (oben rechts). Die Plastikflasche nebenan enthielt destilliertes Wasser und wurde für Regulierung des Heliumflusses gebraucht (siehe Text). Die Messung war damit startbereit. Zur Warnung des laufenden Versuches wurde mit Post-it Zettel darauf hingewiesen. Quelle: eigene Darstellung.

Durchmesser auf 0.5 cm eingeschätzt. Nach etwa 15 Minuten hätte die Box dann gefüllt sein sollen. Um ganz sicherzugehen wurde der Fluss erhöht und es wurde eine Viertelstunde gewartet.

Als nächstes wurde mit der Messung begonnen. Diese wurde am Freitag um ca. 17:40 gestartet und am Montag um ca. 09:42 gestoppt.

3.7.2 Ergebnisse der Messung in Helium

Der Temperaturverlauf vom Samstagabend bis Montagmorgen ist in Fig.40 präsentiert. Die Steuerung hat für die meiste Zeit funktioniert. Jedoch kam es in unregelmässigen Abständen zu Peaks von je 3-4 Minuten, bei denen ein Temperaturmaximum von $(86.73 \pm 1.00)^\circ\text{C}$ erreicht wurde. Die in Fig.40 über den Sollwert gemessene Temperaturen deckten summiert etwa 45 min ab.

Am Ende der Messung wurde der Deckel von der Box abgeschraubt und die Proben daraus entnommen. Die Farbe der Streifen war unverändert und uniform. Die Streifen zeigten keine Risse, Deformationen oder andere Schäden auf. Als nächstes wurden Streifen vermessen. Die in 3.7.1 gemessenen Längen und Breiten haben sich nicht sichtbar verändert. Schliesslich wurde probiert an einem Streifen zu ziehen. Es wurden keine Unterschiede zum nicht in Helium behandelten Kapton festgestellt.

3.7.3 Diskussion

Diese Messung sollte die längste der gesamten Arbeit werden. Sie diente unter anderem als letzter Test der Steuerung vor der Bestrahlung. Sie sollte Störeffekte offenbaren, die in vorherigen Messungen nicht gefunden wurden (Abschnitt 3.6). Tatsächlich ist es zu unerwarteten Komplikationen gekommen.

Das erste Problem sind die Peaks, die in Fig.40 sichtbar sind. Jeder davon war vom gleichen Fehler (plötzlich wurde $T_{err} = 1037.5^\circ\text{C}$ gemessen) verursacht (diese wurden zur besseren Übersicht aus Fig.40 entfernt). Um herauszufinden was geschehen war, wurden die Sensoren einzeln überprüft. Dabei wurde beobachtet, dass unerwünschte Kontakte zwischen der Elektronik und der Bestrahlungsbox für die Störungen verantwortlich waren. Tatsächlich kam es dort zum gleichen Fehler T_{err} . Der Wert T_{err} war auch bei den ersten Tests der Infrarotsensoren aufgetreten, beispielsweise wenn der Schaltkreis von Fig.17 nicht korrekt realisiert wurde. Analog störte hier der Kontakt zwischen den Lötresten der Sensoren und dem Aluminium der Box. Die Peaks entstanden dann durch die endliche Reaktionszeit des PID-Algorithmus. Da $T_{err} > T_{soll}$, musste es zu einem Spannungsabfall gekommen sein. Da bei der nächsten Messung die Temperatur wieder normal angezeigt wurde, war sie jetzt zu tief. Die Spannung wurde wieder erhöht und dies liess die Temperatur des Heizdrahtes nun tatsächlich kurzzeitig über T_{soll} schnellen. Eine Analyse der Daten begünstigte diese Theorie.

Das zweite Problem war der Grund weswegen nur die Daten von Samstagabend wie in Fig.40 aufgezeigt. Grund dafür war der limitierte Speicher im Arduino. Wurde die Kapazität einmal überschritten, wurden die Daten im Serial Monitor überschrieben. Bei

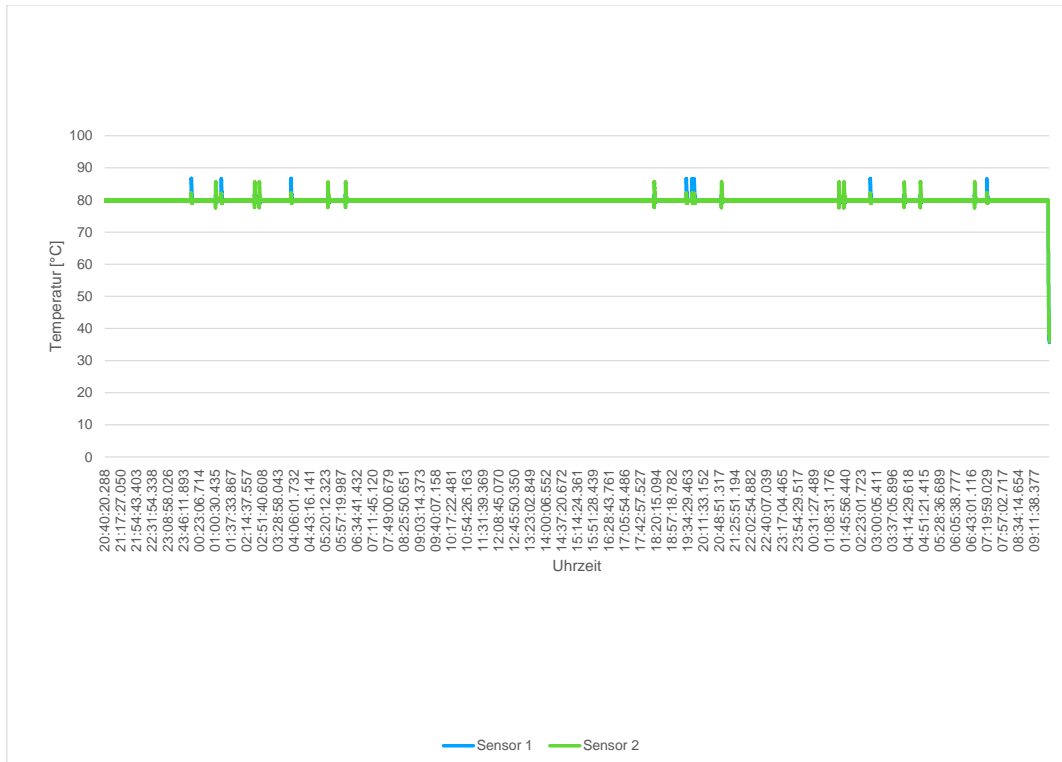


Figure 40: Der Temperaturverlauf der Sensoren zwischen Samstagabend und Montagmorgen. Die Peaks wurden durch unregelmässigen Störungen einzelner Sensoren verursacht. Beide Sensoren waren betroffen. Für eine genauere Beschreibung dieser Störungen wird auf die Diskussion (Sektion 3.7.3) verwiesen. Wie in den vorigen Temperaturverläufen sieht man den Temperaturabfall (auf beide Sensoren gemessen) nach dem ausschalten der Heizungen am Ende der Messung. Quelle: eigene Darstellung.

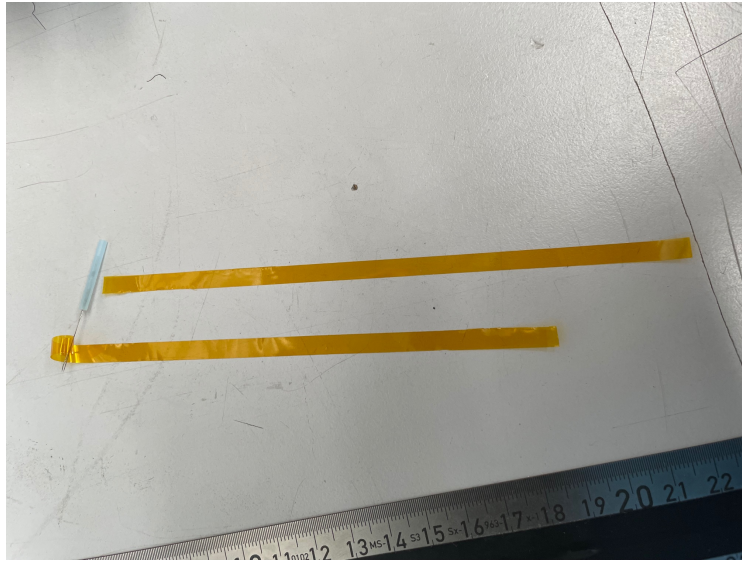


Figure 41: Die für den Bestrahlungsversuch vorbereiteten Kaptonstreifen. Mit einer speziellen Pinzette (oben im Bild) wurde das Kapton aufgerollt. Quelle: eigene Darstellung.

diesem Programm war das nach etwa anderthalb Tagen der Fall. Falls längere Messungen nötig gewesen wären, hätte man beispielsweise den Speicher erweitern müssen. Da die Bestrahlung des Kapton etwa 24 h dauern sollte (nächster Abschnitt), war dieses Problem von alleine gelöst. Ärgerlich war es trotzdem, da wieder zu einem ähnlichen Szenario wie bei der letzten Messung gekommen war.

Sicher war, dass das Kapton für 37 h in Helium nahe der Solltemperatur war und keine sichtbaren Schäden hatte.

3.8 Kapton-Bestrahlung

3.8.1 Vorgehen

Wie im Abschnitt 3.7.1, wurden zwei Streifen aus der Kaptonfolie herausgeschnitten. Einer war (15.50 ± 0.05) cm, der andere (12.80 ± 0.05) cm lang. Beide waren (0.50 ± 0.05) cm breit. Neue Heizungen aus (50 ± 1) cm langen Isotandrähten wurden angefertigt (Fig.41). Die Probenhalterung und der Boxdeckel wurden wie in Abschnitt 3.7.1 vorbereitet.

Isolierendes Klebeband wurde auf der Innenseite der Box, in dem Bereich wo die Sensoren waren, befestigt. Zusätzlich wurde die Position der Hülse des braun-grünen Drahtpaares verändert. Beim schliessen der Box sollte sich die Hülse zwischen der Box Wand und der unteren Platine befinden und somit die Löt-Reste des Sensors vom Aluminium fernhalten. Zwar wurde mit dieser Anpassung der Platz in der Box ausgefüllter, dafür war mehr Isolation gewährleistet. Der Idee nach sollte dies zu weniger Störungen bei den Temperatursensoren führen. Als die Box verschlossen war, wurde sie in den Quellensafe hineingestellt. Der Safe hatte zwei kleinere Öffnungen auf der Rückwand. Über die er-

ste Öffnung wurden die Zu- und Abfuhrschläuche für das Helium eingefügt. Die zweite wurde für das Signalkabel gebraucht. Diese Öffnung war zu klein um den LEMO-Stecker oder die Hülse des Kabels durchzubringen. Mithilfe eines kleinen Schraubenziehers wurden deswegen die Buchsen aus der Hülse am anderen Ende des Kabels herausgedrückt. Die Drähte konnte man wieder auf die Grösse des Kabels zusammenbringen, sodass sie durch die Öffnung hindurchpassten. Einmal hindurchgekommen wurde die Hülse wieder montiert und am Steckbrett wie in den Versuchen zuvor angeschlossen. Das Signalkabel wurde bei der Box angeschlossen und die Heliumschläuche wie in Abschnitt 3.7.1 montiert. Die Box wurde so im Safe orientiert, dass die aus der Strontium-90 austretende Strahlung in Richtung Betonwand zeigte.

Die Quelle befand sich bereits im Safe. Sie war gut verpackt in einer eigenen Bleikapsel. Dazugelegt war eine Zange und ein massgeschneiderter Stab zum sicheren hantieren der Quelle. Zusätzlich befand sich ein Bleiziegel in dem Safe, der auch Richtung Wand positioniert war. Die Bleikapsel wurde geöffnet, die Quelle daraus entnommen und in die entsprechende Öffnung der Box eingefügt und mit der Schraube auf der Oberseite der Box gut fixiert. Der Safe wurde zugemacht. Wie im Abschnitt 3.7.1, wurde das Helium mit erhöhtem Fluss in die Box für eine Viertelstunde eingelassen. Danach wurde die Geschwindigkeit auf einen Tropfen jede zwei Sekunden reduziert. Die Messung wurde begonnen und für 24 h laufen gelassen. Danach wurde die Spannung abgestellt und das Helium zgedreht. Die Quelle wurde von der Box entfernt und im Bleibehälter wieder verstaut. Dann wurde die Messung beendet. Die Bestrahlungsbox wurde vom Safe entfernt und die Kaptonstreifen analysiert.

3.8.2 Resultate

Der Temperaturverlauf wurde in Fig.42 repräsentiert. Das Kapton wurde begutachtet. Zuerst wurden sie vermessen. Dabei wurden keine sichtbaren Längendifferenzen festgestellt. Die Farbe hat sich auch nicht verändert und war gleichmässig auf den Streifen verteilt. Es waren keine dunkleren Flecken auf dem Material sichtbar. Wie bei der Messung ohne Quelle (Abschnitt 3.7) waren keine Risse, Knicke oder Deformationen sichtbar. Mit einem Fingernagel wurde bei einen Streifen entlang gefahren und darauf geachtet, ob dieser sich anders als nicht bestrahltes Kapton verhält. Der Streifen wurde schliesslich gedehnt. Auch hier wurden keine Unterschiede gefunden.

3.8.3 Diskussion

Die Steuerung hat gut funktioniert. Die vielen Verbesserungen haben zum Erfolg beigetragen. Die Bestrahlung des Kaptons war über einen Tag störungsfrei gelaufen. Der durchgeführte Materialtest hat ein beruhigendes Resultat ergeben. Wegen der RGT-Regel wurde die Reaktion mindestens vertausendfacht. In anderen Worten haben die Proben in diesen Versuch so viele Reaktionen wie eine 1000-tägige Bestrahlungszeit bei Raumtemperatur vorgewiesen. Also fast so lang wie das Phase I Mu3e Experiment dauern sollte. Dabei sind die Eigenschaften des Kaptons erhalten geblieben.

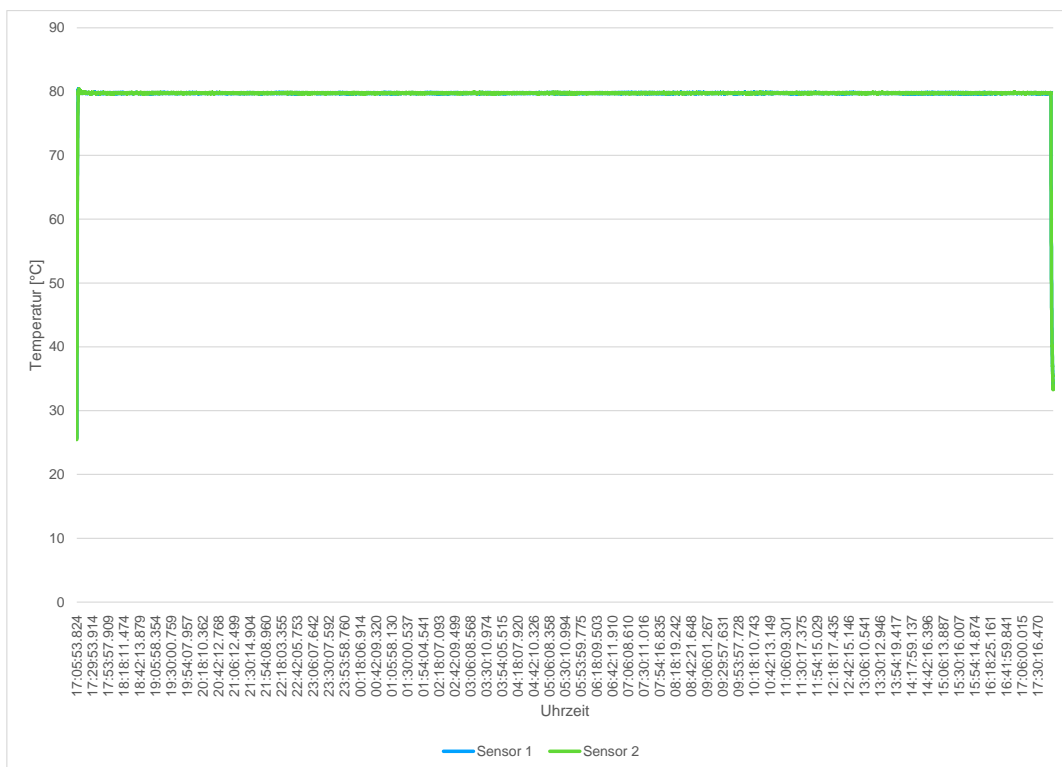


Figure 42: Der Temperaturverlauf der beiden Sensoren während der Bestrahlung. Wie in Fig.31 erklärt, ist der Temperaturanstieg und ein Überschwingen nach dem Einschalten der Heizungen sichtbar. Der Abfall am Ende der Messung wird durch das Ausschalten der Heizungen verursacht. Quelle: eigene Darstellung.

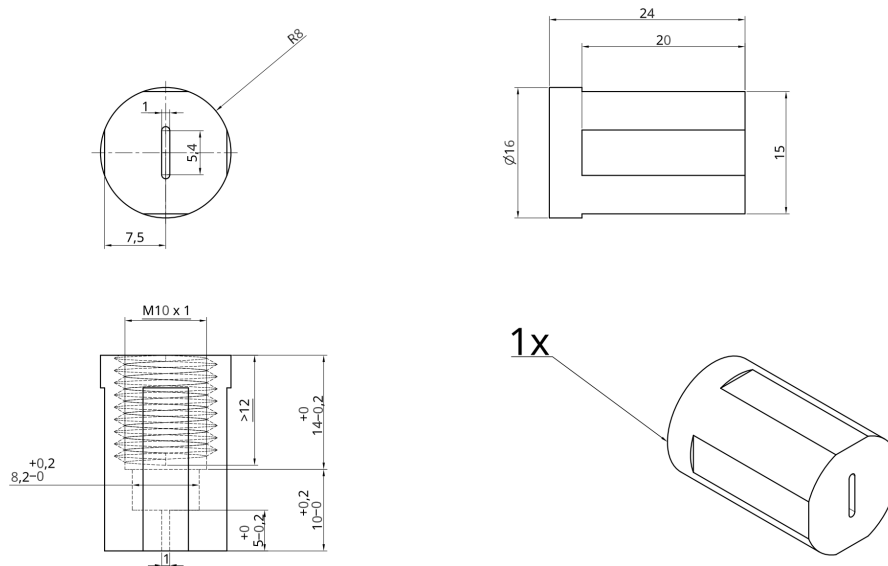


Figure 43: Die äussere Schale der Quellenhalterung. Um die Strahlung so parallel wie möglich zu kriegen, war diese Schale mit einem Kollimator bestückt (der Schlitz im vorderen Teil des Behälters, oben links und in den unterstehenden Abbildungen sichtbar). Unten links ist unter anderem eine Schraubenstruktur angezeigt. Diese wird näher in Anhang B erklärt. Quelle: PSI.

Blieb noch zu klären, ob die Strahlungsbelastung während den 24 h vergleichbar gewesen wäre. Eine erste naive Berechnung der nötigen Zeit ergibt 2.7 h Stunden. Für diese Berechnung wurde ein Kaptonstreifen von 13.8 cm Länge und 0.5 cm Breite und eine 700 MBq Quelle benutzt. Die zu erreichende Dosis war die wie im Mu3e Experiment (also $1 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$).

Dies wäre aber nur bei einem Raumwinkel von 4π der Fall gewesen. Wie zuvor mehrmals erwähnt, war das Strontium in einer Quellenhalterung verschlossen (Anhang B). Dort war das aktive Material verschachtelt. Die meiste Strahlung wurde von der Halterung selbst absorbiert. Sie konnte lediglich über eine Öffnung auf der Vorderseite (Durchmesser 1.5 mm) austreten. Ganz Aussen befand sich eine speziell angefertigte Hülle (Fig.43). Sie passte zur Quellenöffnung auf der Bestrahlungsbox. So würden nur 50.2 MBq zur Probe ankommen. Die Bestrahlungszeit betrug nun 38.2 h.

Später wurde eine geometrische Analyse durchgeführt. Falls diese einen Einfluss gehabt hätte, hätte die Bestrahlung voraussichtlich länger gedauert. Diese Überlegung war die folgende: die Kaptonstreifen waren konisch gewickelt. Somit traf der zum Grossteil parallele Teilchenstrahl mit einer gewissen Neigung auf das Kapton auf. Dies implizierte, dass weniger Teilchen pro mm^2 in der gleichen Zeit auftrafen. Dies ergab eine Abschätzung. Angenommen das Kapton wurde zu einem perfekten Kegel mit einer Länge von 1 cm und 3 mm geformt (etwa in den Massen der Heizungen). Die Kaptonoberfläche war somit um 8.5° gegenüber der Strahlung geneigt. Dies führte zu einer Bestrahlungszeit von 10.7 d. Kurzgefasst, die Strahlung entsprach mit den gemachten Annahmen etwa einen Zehntel.

4 Fazit

Dieser Versuch war Teil des viel komplexeren Mu3e Phase I Experimentes. Dort wurden Kaptonfolien vielseitig verwendet wie zur elektrischen Isolation, zum Eingrenzen von Helium sowie als strukturgebende Einheiten. Der durchgeführte Versuch wurde entwickelt um zu prüfen, ob das Kapton in Helium von ionisierender Strahlung während längerer Zeit unbeschädigt blieb. Diese Eigenschaft musste das Polyimid im Pixel Detektor vorweisen. Zum Versuch wurde eine Bestrahlungsbox mit Probenhalterung und einer Heizung zusammengebaut. Als Strahlungsquelle wurde eine Strontium-90 Quelle benutzt. Dieser β -Strahler hätte innerhalb kurzer Zeit idealerweise so viel Strahlung wie während des ganzen Mu3e Phase I Versuchs liefern sollen. Höhere Temperaturen hätte nach Van't Hoff die Reaktivität des Kaptons steigern sollen. Dazu dienten die Heizungen. Zur Kontrolle der Heizungen wurde eine ausgeklügelte Steuerung angefertigt.

Das Ergebnis zu diesem Versuch konnte Entwarnung geben. Kaptonproben welche unter ähnlichen Bedingungen wie während des ganzen Phase I Experiments ausgesetzt waren, hatten keine sichtbaren Schäden.

Damit ist die Diskussion noch nicht geschlossen. Aus der Diskussion im Abschnitt 3.8.3 folgt, dass die Strahlung nicht wirklich der gewollten Dosis ähnlich war. Pessimistisch könnte sie um einen Faktor 10 zu klein gewesen sein. Man sollte hier nicht nur physikalisch denken. Der durchgeführte Versuch sowie das Mu3e oder jedes andere Experiment haben ein gewisses Budget zur Verfügung. Darüber hinaus, besitzen diese Projekte nur ein gewisses Zeitfenster in dem sie aufgebaut und durchgeführt werden können, da die Ressourcen knapp sind. Um Geld und Zeit zu sparen, will man so sicher wie möglich gehen. Hier sollte ein Test, welcher einen Tag gedauert hat, Gewissheit für einen Versuch welcher 3 Jahre läuft geben. Das könnte hier und da Fragen aufwerfen. Wenn diese Ansichten nicht reichen, kann man immer wieder auf Mitarbeitende treffen, die gegenüber gewissen experimentellen Praktiken Skepsis aufzeigen. Beispielsweise könnte jemand bezweifeln ob die RGT-Regel das richtige Instrument gewesen wäre, um die Bildung von Radikalen so zu beschleunigen, dass man nur noch einen Tag messen muss um Gewissheit zu kriegen. Andere würden auch diese Faustregel benutzen wollen, würden ihr aber mehr Zeit zu wirken geben.

Den obigen Einwänden kann man nur mit einem komplexeren Versuch Antworten. Der nächste Schritt wäre den letzten zu optimieren. Beispielsweise kann man die provisorischen Modifikationen durch die ursprünglich geplanten Verbindungen ersetzen. Dafür braucht man aber neue kürzere PCBs. Die Messung würde dann nicht über einen Tag, sondern über eine oder mehrere Wochen durchgeführt werden. Diese Neuentwicklungen würden aber den Rahmen einer Semesterarbeit deutlich sprengen.

References

- [1] Robert G. Bryant
Ullman's encyclopedia of industrial chemistry

Polyimides

Version 2, November 2014

Kap. 1, 2, 4.1

https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/14356007.a21_253.pub2?saml_referrer

- [2] W. Wright, M. Hallden-Abberton
Ullman's encyclopedia of industrial chemistry
Polyimides
Version 1, 2000
Kap. 2.1, Kap. 4 (Films) und Tabellen 1-11
https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/14356007.a21_253
- [3] M.D. Lechner, Klaus Gehrke, Eckard H. Nordmeier
Makromolekure Chemie
3. Auflage, 2003
Kap. 2.1
<https://www.springer.com/de/book/9783034850940>
- [4] Dielectric constant table, Honeywell concern
Seite 43
<https://www.honeywellprocess.com/library/marketing/tech-specs/Dielectric%20Constant%20Table.pdf>
- [5] Toshihiko Matsumoto
Alcyclic polyimides-A colorless and thermally stable polymer for opto-electronic devices
<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/187/1/012005>
- [6] BRAND's Chemie
Theorie der Farbigkeit
<http://www.bhbrand.de/downloads/1farbigkeit.pdf>
- [7] Information
Dupont Kapton, Summary of properties
Dupont concern
<https://www.dupont.com/content/dam/dupont/amer/us/en/products/ei-transformation/documents/EI-10142-Kapton-Summary-of-Properties.pdf>
- [8] K. Arndt, H. Augustin et al.
Technical design of the phase I Mu3e experiment
2009
Kap. 1, 2, 7, 11.2
<https://arxiv.org/abs/2009.11690>
- [9] Information
About Webb innvations

James Webb Space Telescope, Goddard space flight center, NASA
<https://www.jwst.nasa.gov/content/about/innovations/coating.html>

- [10] E. Hall, A. Giaccia
Radiology for the Radiologist
8. Auflage, Sektion I, Kap.1
https://www.academia.edu/39229645/Radiobiology_for_the_Radiologist_eighth_edition
- [11] M. Alonso, E. Finn
Quantenphysik und Statische Physik
5. Auflage, Teil 1, Kap.5
- [12] Dr. J. Kuhnhehn
Displacement damage
Fraunhofer institute for technical trend analysis INT
https://www.int.fraunhofer.de/content/dam/int/de/images/GeschaeftsfeldNEO/Displacement_Indesign-neue-version-07-10-web.pdf
- [13] W. Busjan, K. Wick, T. Zoufal
Shortlived absorption centers in plastic scintillators and their influence on the fluorescence light
1998, Kap. 1
https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168583X98009744?casa_token=sn0H7tGFLDsAAAAA:lKIyV36K4XVtpTiRFP8SbqDzJr7nSoRZ_qySzbq2Yf2Z_LBfYIQm51MRvY9kS3HycKEBUezLzw
- [14] Glenn F. Knoll
Radiation detection and measurement
3. Auflage, Kap. 8-9
- [15] Information
Nuclear data group, Nudat 2.8
<https://www.nndc.bnl.gov/nudat2/reCenter.jsp?z=%2038&n=%2052>
- [16] Sita Ganges Pinasti
Measurement of Yttrium-90 biodistribution in selective internal radiation therapy (SIRT): a comparison between PET and PECT imaging
Indonesian Journal of Physics and Nuclear Applications, 2019
Volume 4, no.2, pg. 45-57, Kap. 2.1
https://pdfs.semanticscholar.org/3d54/cd383d33c33686f575ef74b7ec09ab69be15.pdf?_ga=2.57325804.711543691.1625677593-1115854832.1625393703
- [17] A. Holleman, N. Wilberg
Lehrbuch der anorganischen Chemie 102. Auflage, Kap. VII, Abschnitt 1.3.2
<https://www.degruyter.com/document/doi/10.1515/9783110206845/html>

- [18] Block Transformatoren-Elektronik GmbH
Datenblatt zum RD Widerstandsblatt 100/0.1
https://www.block.eu/de_DE/produktvariante/rd-10001/
- [19] Kurt Reinschke
Lineare Regelungs- und Steuerungstheorie
2. Auflage, 2014, Kap. 1.2-1.3
<https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-642-40960-8>
- [20] Information
Offizielle Arduino Webseite, <https://www.arduino.cc/>
- [21] Datenblatt zu MLX90614 Familie
Single and Dualzone Infraredthermometer in TO-39 Melexis, Microelectronics Integrated Systems
<https://cdn-shop.adafruit.com/datasheets/MLX90614.pdf>
- [22] Information
Comparing the I²C BUS to the SMBUS
Maxim Integrated
<https://pdfserv.maximintegrated.com/en/an/AN476.pdf>
- [23] Datenblatt zu L293, L293D
<https://www.ti.com/product/L293D>
- [24] Information
Pull-up resistors
<https://learn.sparkfun.com/tutorials/pull-up-resistors/all>
- [25] Datenblatt
Einsatz von Thermoelementen
Konzern WIKA
https://www.wika.com/media/30__technical_information/german_6/ds_in0023_de_de.pdf
- [26] Datenblatt
Precision Thermocouple Amplifiers with Cold Junction Compensation
https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/ad8494_8495_8496_8497.pdf
- [27] Datenblatt zu Isotan, Isabellenhütte
<https://cdn-reichelt.de/documents/datenblatt/D800/ISOTAN.pdf>
- [28] Boris Wilthan
Verhalten des Emissionsgrades und thermophysikalische Daten von Legierungen bis in die flüssige Phase mit einer Unsicherheitsanalyse aller Messgrößen
Seite 177

https://www.tugraz.at/fileadmin/user_upload/Institute/IEP/Thermophysics_Group/Files/Diss-WilthanBoris.pdf

[29] Information

Farbcode nach DIN 47100/11.79 (adrige Verseilung)

<https://www.eme.ch/Portals/0/PDF/EME%20DIN%2047100%20Farbcode.pdf>

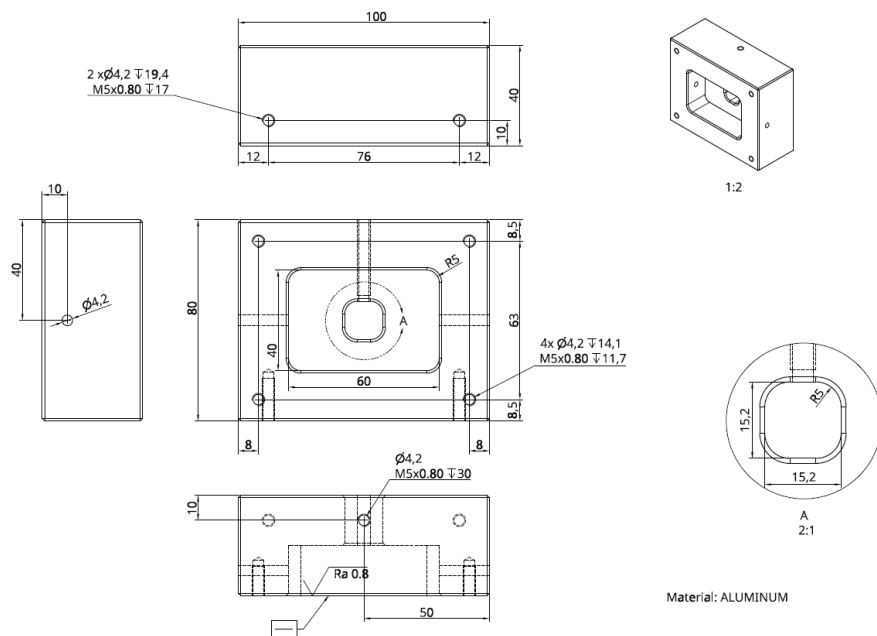


Figure 44: Die Bestrahlungsbox mit allen Details (Massen in mm, Öffnungen, Schraubenlöcher, usw.) aus verschiedenen Perspektiven. Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier-Aeschbacher (PSI).

A Zeichnungen zur Bestrahlungsbox

Im folgenden werden noch einige Pläne zur verwendeten Bestrahlungsbox gezeigt. Diese Zeichnungen wurden von Dr. Frank Meier-Aeschbacher über einer geteilten Onshape-Datei zur Verfügung gestellt (Fig.44-Fig.46).

B Zeichnungen zur Quelle

Im folgenden werden noch Zeichnungen (Fig.47 und Fig.48) zur Quellenhalterung gezeigt. Beide wurden vom PSI zur Verfügung gestellt.

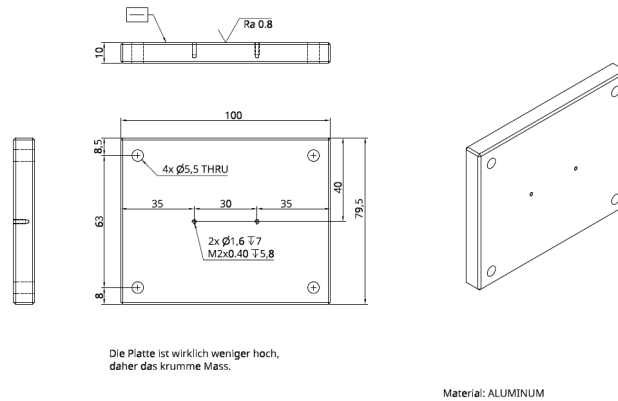


Figure 45: Der Deckel der Bestrahlungsbox mit den Massen mm. Links in Bild wird eine seitliche Sicht gezeigt. Oben im Bild sieht man den Deckel von oben. Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier-Aeschbacher (PSI).

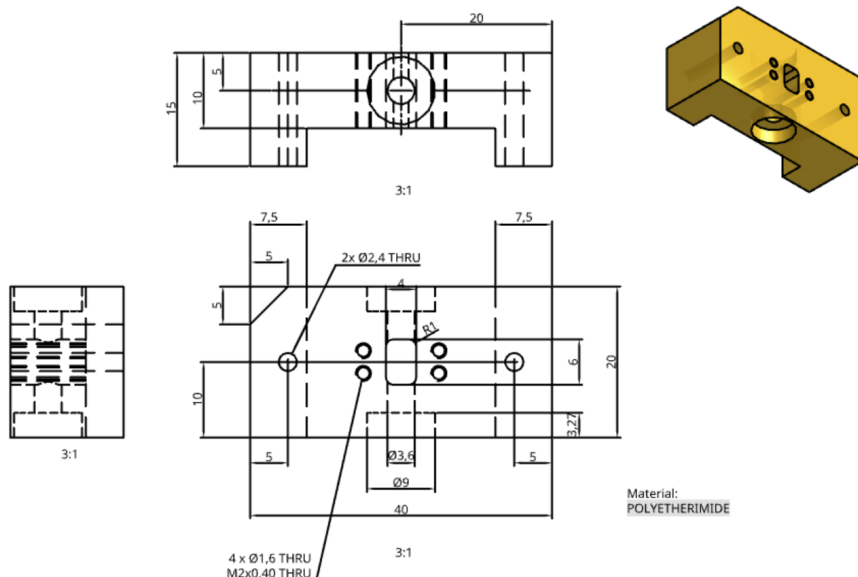


Figure 46: Die Massen (in mm) zur Probenhalterung. In der unteren Bildmitte sieht die Halterung so, wie sie auch auf dem Boxdeckel geschraubt wurde. Oberhalb und links von dieser Zeichnung werden die seitlichen Ansichten gezeigt. Quelle: Darstellung von Dr. Frank Meier-Aeschbacher (PSI).

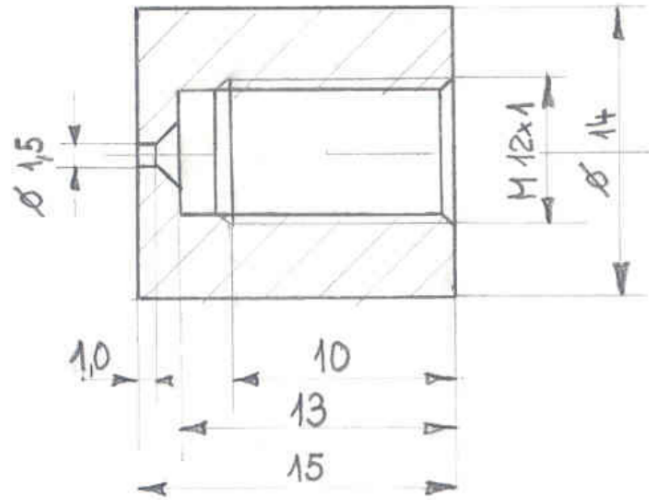


Figure 47: Skizze zur Quellenhalterung (Masse in mm). Diese war zusätzlich von der äusseren Schale (Fig.43) umgeben. Die Kapsel (Fig.48) mit dem radioaktiven Material wurde bei der Fertigstellung von rechts in die Öffnung eingeschraubt (Schraubenstruktur in Fig.43 sichtbar) und versiegelt. Die Strahlung entweicht dem zu Folge praktisch nur aus der Öffnung links (1.5 mm). Quelle: PSI.

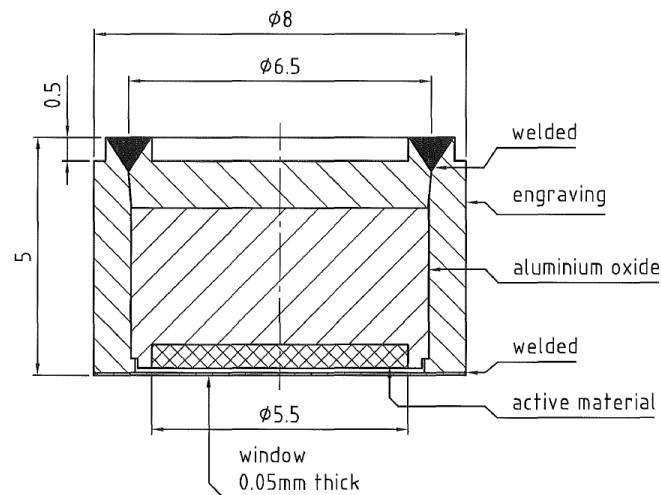


Figure 48: Eine Skizze der Kapsel, welche das radioaktive Strontium-90 enthielt. Der Bereich in oberen Teil des Bildes ist zugeschweisst. Das aktive Material (unten im Bild) lag auf ein dünnes und Strahlungsdurchlässiges Fenster. Quelle: PSI.

C Eigenständigkeitserklärung

Auf der nächsten Seite wird noch eine Eigenständigkeitserklärung geliefert.

Eigenständigkeitserklärung

Die unterzeichnete Eigenständigkeitserklärung ist Bestandteil jeder während des Studiums verfassten Semester-, Bachelor- und Master-Arbeit oder anderen Abschlussarbeit (auch der jeweils elektronischen Version).

Die Dozentinnen und Dozenten können auch für andere bei ihnen verfasste schriftliche Arbeiten eine Eigenständigkeitserklärung verlangen.

Ich bestätige, die vorliegende Arbeit selbständig und in eigenen Worten verfasst zu haben. Davon ausgenommen sind sprachliche und inhaltliche Korrekturvorschläge durch die Betreuer und Betreuerinnen der Arbeit.

Titel der Arbeit (in Druckschrift):

UNTERSUCHUNG ZUR STRAHLENHÄRTE VON KAPTON IN HELIUM UNTER VERWENDUNG EINER STRONTIUM-90 QUELLE

Verfasst von (in Druckschrift):

Bei Gruppenarbeiten sind die Namen aller Verfasserinnen und Verfasser erforderlich.

Name(n):

CARATSCH

Vorname(n):

GIAN LUCA

Ich bestätige mit meiner Unterschrift:

- Ich habe keine im Merkblatt Zitier-Knigge beschriebene Form des Plagiats begangen.
- Ich habe alle Methoden, Daten und Arbeitsabläufe wahrheitsgetreu dokumentiert.
- Ich habe keine Daten manipuliert.
- Ich habe alle Personen erwähnt, welche die Arbeit wesentlich unterstützt haben.

Ich nehme zur Kenntnis, dass die Arbeit mit elektronischen Hilfsmitteln auf Plagiate überprüft werden kann.

Ort, Datum

26.10.2021

Unterschrift(en)



Bei Gruppenarbeiten sind die Namen aller Verfasserinnen und Verfasser erforderlich. Durch die Unterschriften bürgen sie gemeinsam für den gesamten Inhalt dieser schriftlichen Arbeit.