

Untersuchung zur Beimischung von Alkoholdampf
in geschlossene Gaskreisläufe
für den Betrieb von Drift- und Proportionalkammern

von
Günter Kemmerling ✓

Diplomarbeit in Physik

vorgelegt der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der
Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule
Aachen

im November 1990

angefertigt im
III. Physikalischen Institut B (Prof. Dr. G. Flügge)

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Der H1-Detektor	2
3. Alterungseffekte in Nachweiskammern	6
3.1 Funktionsweise von Nachweiskammern	6
3.2 Entstehungsweise von Alterungseffekten	7
3.3 Beeinflussung des Kammerbetriebs	10
3.4 Methoden zur Vermeidung von Alterungseffekten	12
4. Experimenteller Aufbau	15
4.1 Die verwendete Proportionalkammer	16
4.1.1 Aufbau der Kammer	16
4.1.2 Signalverarbeitung	17
4.2 Das Gassystem	20
4.2.1 Herstellung von Gasmischungen	20
4.2.2 Zirkulation und Reinigung der Gase	20
4.2.3 Druckregulierung	22
4.3 Die Gasreiniger	24
4.3.1 Molekularsiebe	24
4.3.2 Der BTS-Katalysator	26
4.4 Der Gaschromatograph	27
5. Testergebnisse	32
5.1 Wechselwirkungen zwischen Äthanoldampf und Reinigern	32
5.1.1 Molekularsieb und Äthanol	32
5.1.2 BTS-Katalysator und Äthanol	33
5.2 Langzeittest der Betriebsparameter	35
5.2.1 Gaszusammensetzung	35
5.2.2 Pulshöhenverhalten	37
5.3 Erste Anwendung des Verfahrens mit H1-Komponenten	40
6. Zusammenfassung	44
Literaturverzeichnis	45

1. Einleitung

In der Hochenergiephysik werden die Wechselwirkungen zwischen den elementaren Bausteinen der Materie untersucht. Dazu soll auch der Speicherring HERA (Hadron-Elektron-Ring-Anlage) am Deutschen-Elektron-Synchrotron (DESY) in Hamburg beitragen. Dort werden Elektronen und Protonen in bisher unerforschten Energiebereichen zur Kollision gebracht.

Zur Bestimmung und Vermessung der dabei entstehenden Teilchen werden an den Kollisionsspunkten Detektoren gebaut (H1, Zeus), die als Systemkomponenten unter anderem Gas gefüllte Drift- und Proportionalkammern enthalten ([1] und [2]). In solchen Kammern wird aus den Elektronen einer primären Ionisationsspur eine Ladungswave erzeugt, die an einem Anodendraht als Spannungsimpuls registriert wird. Die physikalischen Meßgrößen der Kammern (z.B. Pulshöhe und Driftgeschwindigkeit) werden entscheidend durch die Eigenschaften der verwendeten Gase bestimmt. Elektronegative Verunreinigungen (O_2 , H_2O ...), die durch Diffusion in die Kammern gelangen, wirken sich negativ auf die Messungen aus. Eine Anreicherung solcher Verunreinigungen wird durch den Einsatz von Gassystemen vermieden. Sie sorgen mit offenen (Durchspülprinzip) oder geschlossenen (mit Reinigereinheit) Kreisläufen für einen ständigen Austausch der Kammergase.

Ein Problem beim Einsatz dieser Kammern an Speicherringen stellen Alterungseffekte dar. Es handelt sich dabei um Strahlungsschäden, die über die Bildung von Polymeren zu einer Beschichtung der Anoden- und Kathodenoberflächen führen und damit die Messungen beeinflussen ([3]). Unter Einwirkung hoher Teilchenflüsse, wie sie an Speicherringen vorherrschen, treten sie oft schon nach kurzer Betriebsdauer auf. Eine Möglichkeit zur Verhinderung solcher Effekte ist die Beimischung einer geringen Konzentration Alkoholdampf zum Kammergas ([4]). Zur Gasversorgung der Kammern konnten dabei bisher nur offene Kreisläufe benutzt werden, da dies unter herkömmlicher Betriebsweise in geschlossenen Kreisläufen zu unerwünschten Nebenreaktionen des Alkohols mit den Reinigermaterialien führt ([5]).

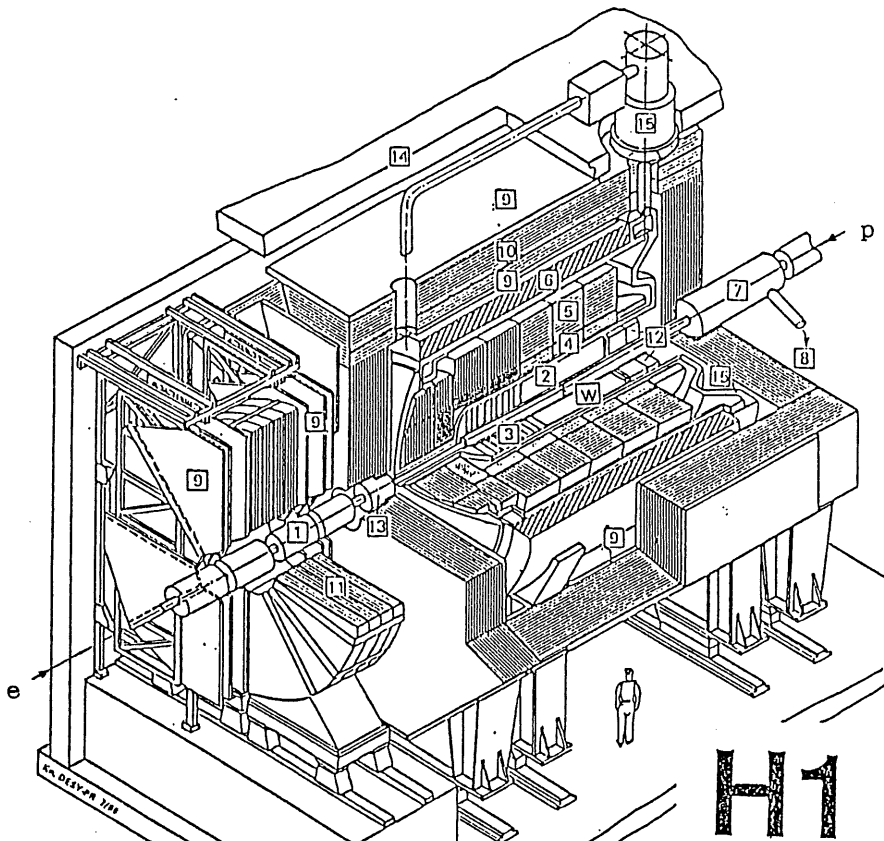
Ziel dieser Diplomarbeit ist es, ein Verfahren zu suchen, um Kammergase mit Alkoholzusätzen (speziell: Äthanol) in geschlossenen Kreisläufen zu reinigen. Das Verfahren sollte einfach, kostengünstig und über einen längeren Zeitraum (Runphasen von Experimenten an Teilchenbeschleunigern) stabil funktionieren. Daher sollten aufwendige Verfahren, die z.B. eine Gemischtrennung, konventionelle Reinigung und Neuanmischung der Gaskomponenten beinhalten, möglichst vermieden werden.

In den Gassystemen für die inneren Drift- und Proportionalkammern des H1-Detektors will man dieses Verfahren erstmals anwenden ([6]). Um die Gasparameter über längere Zeit zu stabilisieren und die Kosten für den Betrieb niedrig zu halten, verwendet man dort geschlossene Kreisläufe, in denen den Kammergasen aus oben genannten Gründen eine geringe Konzentration Alkoholdampf beigemischt werden soll.

2. Der H1-Detektor

In HERA werden Elektronen und Protonen in zwei übereinander liegenden Magnetringen gespeichert, beschleunigt und an Wechselwirkungspunkten zur Kollision gebracht. Bei Elektronenenergien von 30 GeV und Protonenenergien von 840 GeV erreicht man so Schwerpunktsenergien von 314 GeV.

In der HERA-Nordhalle wird um den Wechselwirkungspunkt der H1-Detektor ([1]) gebaut. Er ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Die Aufgaben dieses Detektors sind die genaue Vermessung



- | | | | |
|---|---|----|---|
| 1 | Beam pipe and beam magnets
<i>Strahlrohr und Strahlmagnete</i> | 9 | Muon chambers
<i>Myon-Kammern</i> |
| 2 | Central tracking chambers
<i>Zentrale Spurenkammern</i> | 10 | Instrumented Iron (iron slabs
+ streamer tube detectors)
<i>Instrumentiertes Eisen (Eisenplatten +
Streamerröhren-Detektoren)</i> |
| 3 | Forward tracking chambers and Transition radiators
<i>Vorwärtspurkammern und Übergangstrahlungsmodul</i> | 11 | Muon toroid magnet
<i>Myon-Toroid-Magnet</i> |
| 4 | Electromagnetic Calorimeter (lead)
<i>Elektromagnetisches Kalorimeter (Blei)</i> | 12 | Warm electromagnetic calorimeter
<i>warmes elektromagnetisches Kalorimeter</i> |
| 5 | Hadronic Calorimeter (stainless steel)
<i>Hadronisches Kalorimeter (Edelstahl)</i> | 13 | Plug calorimeter (Cu, Si)
<i>Vorwärts-Kalorimeter</i> |
| 6 | Superconducting coil (1.2 T)
<i>Supraleitende Spule (1,2 T)</i> | 14 | Concrete shielding
<i>Betonabschirmung</i> |
| 7 | Compensating magnet
<i>Kompensationsmagnet</i> | 15 | Liquid Argon cryostat
<i>Flüssig Argon Kryostat</i> |
| 8 | Helium cryogenics
<i>Helium Kälteanlage</i> | | |

Abbildung 2.1: Schnitt durch den H1-Detektor

der Spuren, die Identifikation sowie die Energie- und Impulsbestimmung der beim Zusammenstoß entstehenden Teilchen. Wegen der stark unterschiedlichen Impulse der primären Elektronen und Protonen werden die meisten Teilchen in Protonflugrichtung (Vorwärtsrichtung) erwartet. Daher ist der Aufbau des H1-Detektors bezüglich des Wechselwirkungspunktes asymmetrisch. Die für die Funktion des Detektors wesentlichen Komponenten sind (von innen nach außen):

- Spurrkammern (2 und 3)
Sie befinden sich direkt um den Wechselwirkungspunkt (w) und dienen zur Rekonstruktion der Spuren geladener Teilchen.
- Elektromagnetisches Kalorimeter (4)
Die Elektronen und Photonen werden hier vollständig absorbiert, woraus Energie und Richtung dieser Teilchen gemessen werden können. Außerdem kann man hier Elektronen und Photonen wegen ihrer charakteristischen Schauerbildung von Pionen und Hadronen unterscheiden, die ebenfalls einen Teil ihrer Energie im elektromagnetischen Kalorimeter deponieren.
- Hadron Kalorimeter (5)
Dort werden Pionen und Hadronen absorbiert und die abgegebene Energie gemessen
- Supraleitende Magnetspule (6)
Die Kalorimeter und die Spurrkammern befinden sich in einem solenoiden Magnetfeld von 1,2 Tesla, welches von der supraleitenden Magnetspule erzeugt wird. Dadurch kann der Impuls geladener Teilchen aus der Krümmung ihrer Bahn im Magnetfeld berechnet werden.
- Myon-Kammern (9)
Myonen können die Kalorimeter passieren. Daher sind in der äußersten Schicht des Detektors Kammern angebracht, die diese Teilchen nachweisen.

Die Untersuchungen in dieser Diplomarbeit wurden für das Spurrekonstruktionssystem (engl.: Tracking System) des H1-Detektors durchgeführt. Daher wird dieses System im folgenden näher beschrieben.

Das Tracking System (Abbildung 2.2) gliedert sich in einen Vorwärts-, Zentral- und Rückwärtsteil. In diesen Teilen sind zur Spurrekonstruktion bzw. Triggerung verschiedene Drift- und Proportionalkammern eingebaut.

Der Zentralteil des Tracking-Systems (Central Track Detector: CTD) besteht aus folgenden Komponenten:

- Zwei zentrale Jet-Kammern (CJC1, CJC2) vom Jade-Typ, mit Zellen, die um 30° in Bezug zur radialen Richtung verdreht sind. Sie dienen zur Bestimmung der $R \cdot \phi$ Koordinate und des Energieverlustes geladener Teilchen.
- Einer inneren (CIZ) und einer äußeren (COZ) z-Driftkammer, in denen die Drähte zur Bestimmung der genauen z-Koordinate von Teilchen polygonförmig um die Strahlachse verlaufen.

- Einer inneren (CIP) und einer äußeren (COP) Vieldrahtproportionalkammer, die zur Spurrekonstruktion und zur Triggerung eingesetzt werden.

The tracking detectors of the H1-experiment

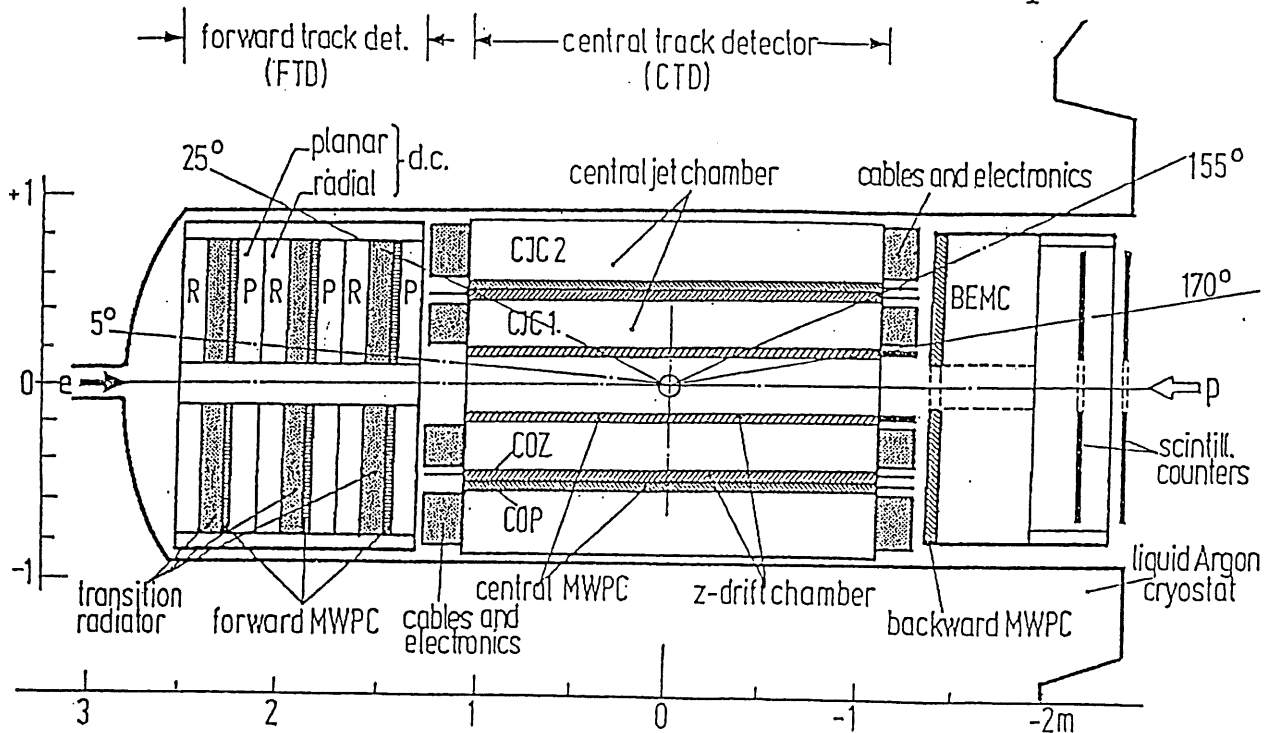


Abbildung 2.2: Schnitt durch das Tracking-System des H1-Detektors

Der Vorwärtsteil des Tracking-Systems (Forward Track Detector: FTD) umfaßt drei identische Supermodule. Jedes diese Supermodule ist zusammengesetzt aus (vom Wechselwirkungspunkt gesehen):

- Einer planaren Kammer (planar d.c.), bestehend aus drei Ebenen, die jeweils 60° gegeneinander gedreht sind. Sie dient ausschließlich der Spurrekonstruktion und ist auf eine gute Ortsauflösung optimiert.
- Einer Vieldrahtproportionalkammer (engl.: Multi Wire Proportional Chamber MWPC), bestehend aus zwei Ebenen, die Teil des H1 Triggers ist. Sie ist daher so konstruiert, daß sie schnell (< 100 nsec) ausgelesen werden kann.
- Einem Radiator, bestehend aus 400 Polypropylenfolien zur Erzeugung von Übergangsstrahlung.
- Einer radialen Driftkammer zur Bestimmung der $R \cdot \Phi$ Koordinate von Teilchen. Außerdem soll in dieser Kammer eine Elektron-Hadron Trennung durch Nachweis der in den Radiatoren erzeugten Übergangsstrahlung sowie eine Energieverlustmessung der Teilchen durchgeführt werden.

Zusammen decken diese Kammern den Vorwärtswinkelbereich von 5° bis 25° ab.

Den Rückwärtsteil bildet eine Vieldrahtproportionalkammer (Backward MWPC), die das System von Trigger-Kammern vervollständigt.

Das Tracking System befindet sich in unmittelbarer Nähe des Wechselwirkungspunktes. Um Meßverfälschungen durch Vielfachstreuung und Photon-Konversionen der Teilchen weitgehend zu vermeiden, wurde in diesem System auf eine Minimalisierung der verwendeten Materialien geachtet. Die Kammern sind daher nur mit dünnen Abschlußwänden ausgestattet, was sie mechanisch wenig belastbar macht. An die eingesetzten Gassysteme stellt dies eine besondere Anforderung bezüglich der Druckregulierung: der in den Kammern herrschende Druck darf nur geringfügig über dem Außendruck liegen und muß auf wenige μbar genau geregelt werden.

Durch die kurzen Zeitabstände zwischen dem Aufeinandertreffen der Elektronenpakete mit dem Protonenstrahl (96 ns) beim Speicherring HERA und die vorgegebene maximale Länge der Driftwege sollen im Tracking-System Gasgemische eingesetzt werden, bei denen die Elektronen-Driftgeschwindigkeit in der Größenordnung von $40 \mu\text{m/ns}$ liegt, damit der H1-Detektor rechtzeitig wieder aufnahmebereit ist. Man verwendet Argon/Äthan- und Argon/Propan-Gemische, die diesen Anforderungen genügen und über die aus Voruntersuchungen gute Erfahrungen vorliegen ([7]).

Wegen der hohen Luminosität des HERA-Ringes entstehen an den Kollisionspunkten hohe Teilchenraten. Im Tracking-System befürchtet man daher, daß schon nach kurzer Zeit Alterungseffekte auftreten. Auf den Mechanismus ihrer Entstehung und ihre Auswirkungen beim Betrieb von Nachweiskammern wird im folgenden Kapitel eingegangen. Dabei wird auch beschrieben, welche Methoden man bei H1 zu ihrer Vermeidung einsetzt.

3. Alterungseffekte in Nachweiskammern

Hohe Intensitäten von Teilchenstrahlung führen in Drift- und Proportionalkammern häufig schon nach kurzer Zeit zu einer Beschichtung der Anoden- und Kathodenoberflächen. Daraus resultiert eine Verschlechterung der Nachweiseigenschaften, die soweit gehen kann, daß die Kammern zur Messung völlig unbrauchbar werden (Alterung) ([3]). Der weitverbreitete Einsatz und die ständig steigenden Anforderungen an die Kammern in Experimenten an Teilchenbeschleunigern machen die Erarbeitung von Methoden zur Vermeidung solcher Vorgänge notwendig.

3.1 Funktionsweise von Nachweiskammern

Im folgenden werden zunächst die für die Funktionsweise von Nachweiskammern wichtigsten Prozesse (Entstehung und Drift von Ladungsträgern sowie deren Gasverstärkung an der Anode) kurz beschrieben. Sie sind in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt.

Drift- und Proportionalkammern bestehen aus einem Gasvolumen, in dem zwischen Anodendrähten und Kathoden ein elektrisches Feld herrscht.

Hochenergetische Teilchen, die die Kammer durchqueren, verlieren über inelastische Stöße Energie an die Gasatome. Entlang der Bahn entstehen dadurch positive Ionen und freie Elektronen, die unter Einwirkung des elektrischen Feldes entsprechend ihrer Ladung zur Kathode bzw. Anode driften (a).

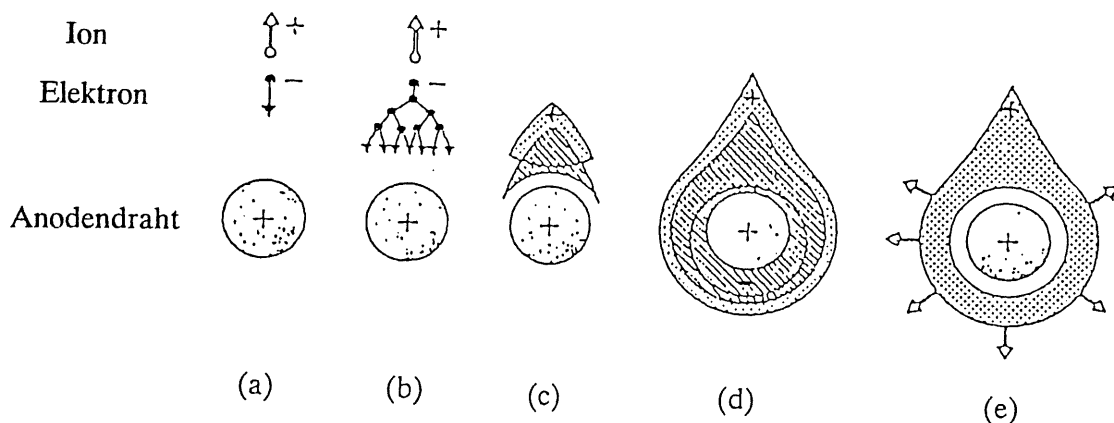


Abbildung 3.1: Entstehung der Elektron-Ion Lawine in der Nähe des Anodendrahtes ([8])

Die Elektronen erreichen dabei wesentlich höhere Driftgeschwindigkeiten, da sie im elektrischen Feld wegen ihrer kleinen Masse zwischen zwei Stößen mit Gasatomen erhebliche Energiebeträge aufnehmen können. In Nähe des Anodendrahtes ist die Feldstärke so hoch, daß diese Energie ausreicht, um weitere Atome zu ionisieren (b). Da auch die dabei entstehenden Elektronen zu weiterer Ionisation führen, kommt es zu einer lawinenartigen Vermehrung der Ladungsträger (Gasverstärkung) (c) und (d).

Während die Elektronen in wenigen Nanosekunden auf dem Anodendraht gesammelt werden, bewegen sich die Ionen langsam zur Kathode (e).

Als Kammergase verwendet man Mischungen von Edelgasen und Kohlenwasserstoffen. Edelgase besitzen eine klar definierte Ionisierungsenergie, so daß die Gasverstärkung im Vergleich zu anderen Gasen schon bei geringen Feldstärken einsetzt.

In reinen Edelgasfüllungen werden jedoch sowohl durch Photonen, die von angeregten Zuständen in der Ladungslawine ausgesendet werden als auch bei der Neutralisation der positiven Ionen an der Kathode durch Photoeffekt Sekundärelektronen ausgelöst, die zu unerwünschten Nachentladungen führen ([9]).

Der Zusatz von Kohlenwasserstoffen verhindert diesen Vorgang; Kohlenwasserstoffe sind wegen ihres hohen Wirkungsquerschnittes für Photonen in der Lage, wirkungsvoll die Photondichte zu reduzieren. Zusätzlich haben Kohlenwasserstoffe niedrigere Ionisationspotentiale als Edelgase (Tabelle 1), weshalb über Stöße ein Ladungsaustausch mit den positiven Ionen stattfindet. Da Ionen von Kohlenwasserstoffen an der Kathode dissoziieren und dabei Energie verlieren (Dissoziationsenergie), können sie die für eine Elektronenauslösung benötigte Energie nicht mehr an die Kathode abgeben.

Kammergas	niedrigste Dissoziationsenergie	erste Ionisationsenergie
<i>Ar</i>	–	15,8 eV
<i>Xe</i>	–	12,1
<i>H₂</i>	4,5 eV	15,6
<i>CO₂</i>	5,2	13,8
<i>CH₄</i>	4,5	12,6
<i>C₂H₆</i>	3,8	11,5
<i>i-C₄H₁₀</i>	3,7	10,6

Tabelle 1: Dissoziations- und Ionisationsenergie einiger Gase (aus [10])

Der Einsatz von Kohlenwasserstoffen führt allerdings, wie nachfolgend beschrieben wird, über die Bildung von Radikalen in der Ladungslawine und deren Polymerisation zu einer Beschichtung der Anoden- und Kathodenoberflächen.

3.2 Entstehungsweise von Alterungseffekten

Die Dissoziationsenergie von Kohlenwasserstoffen ist 2–3 mal geringer als ihre Ionisationsenergie (Tabelle 1). Daher führen inelastische Stöße mit Elektronen oder die Absorption von Photonen in der Ladungslawine wesentlich häufiger zum Aufbruch der Molekülverbindungen ([11]).

Die dabei entstehenden Radikale weisen wegen Ladungsverzerrungen ein hohes Dipolmoment auf. Durch die hohe Feldstärke in unmittelbarer Nähe der Anode werden die Radikale zur Drahtoberfläche hin angezogen. Die dort resultierende hohe Konzentration von Radikalen führt zu Polymerisationserscheinungen. Bei diesem Prozeß entstehen lange Kettenmoleküle, die sich bei Zimmertemperatur im festen oder flüssigen Zustand befinden. Sie lagern sich daher sehr leicht an die Oberfläche an, wobei in nachfolgenden Ladungslawinen auch chemische Reaktionen mit den Oberflächenatomen des Drahtes stattfinden können. In Abbildung 3.3 ist eine elektronenmikroskopische Aufnahme solcher Ablagerungen gezeigt. Beim Kammerbetrieb führen sie zu einer Beeinflussung der Meßgrößen (siehe Abschnitt 3.3)

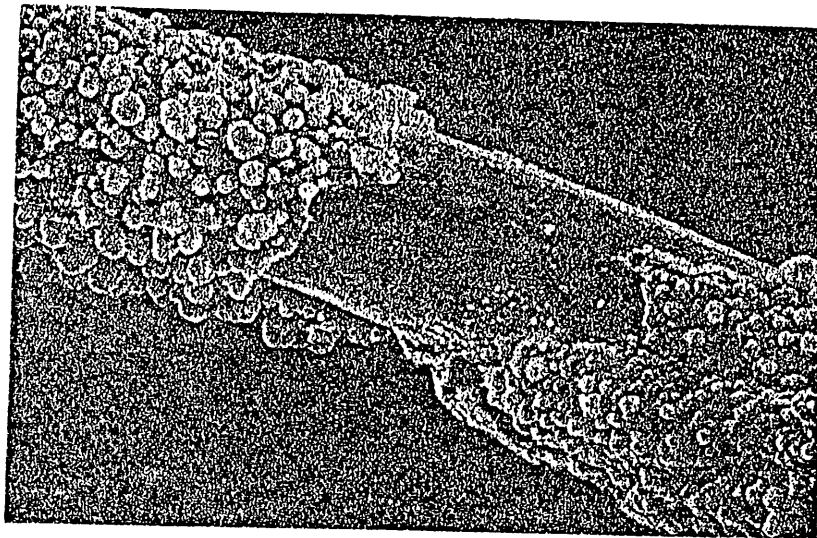
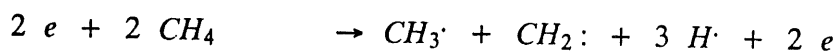


Abbildung 3.2 : Elektronenmikroskopische Aufnahme organischer Ablagerungen auf der Drahtoberfläche einer Driftkammer aus dem EMC-Experiment am CERN (Vergrößerung 1480-fach) ([12])

Im folgenden wird dieser Vorgang am Beispiel von Methan verdeutlicht ([10]).

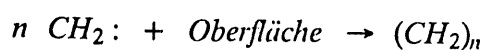
- Bildung von Radikalen durch inelastische Stöße:



- Zwischenreaktionen der Radikale:



- Polymerisation an der Oberfläche:



Ablagerungen auf der Kathode entstehen sowohl durch Polymere, die in der Ladungslawine eine positive Ladung erhalten haben und zur Kathode driften, als auch durch Polymerisationsprozesse, die beim Ladungsausgleich der positiven Ionen erfolgen ([13]). Da Kathoden meist flächenartig ausgelegt sind, führen sie zu einer dünneren Beschichtung als auf den Drähten.

Weitere Alterungsvorgänge werden durch Verunreinigungen der Gase verursacht ([14]):

- Halogenierte Kohlenwasserstoffe (CH_3Cl , $\text{C}_2\text{H}_3\text{F}$,...), die in vielen beim Kammerbau verwendeten Materialien (Klebern, Farben, Lacke ...) enthalten sind, können über Ausgasung ins Kammergas gelangen. Da sie niedrigere Bindungsenergien besitzen, wird die Konzentration von Radikalen in der Ladungslawine erhöht. Damit vergrößert sich auch die Polymerisationsrate.
- Silizium ist eines der weitverbreitetsten Elemente auf der Erde. Es kann auch trotz hoher Reinheitsmaßnahmen als feiner Staub in die Kammern gelangen, wo es eine höhere Ablagerungsrate bewirkt. Silizium besitzt die gleiche Valenzstruktur wie Kohlenstoff, ist aber wesentlich schwerer, wodurch schon kürzere Polymere, die aus diesen Elementen gebildet werden, an Oberflächen anlagern.
- Öl kann in feinverteilter Form zu einer schnelleren Alterung führen. Es kann z.B. aus Gasflaschen in die Kammern gelangen, wo es sich wegen des hohen Dipolmoments der Ölkomponenten an den Anoden und Kathoden ablagert.

3.3 Beeinflussung des Kammerbetriebs

Die im vorigen Abschnitt beschriebenen Ablagerungen auf den Elektrodenoberflächen erzeugen Feldverzerrungen und verschlechtern damit die Arbeitsweise von Nachweiskammern.

Durch die Ablagerungen auf dem Anodendraht vergrößert sich der Drahtdurchmesser, wodurch Elektronen nicht mehr in den Bereich hoher Feldstärke ($E-1/r$) kommen und deshalb auch keine weiteren Atome ionisieren können. Dadurch verringert sich die auf dem Draht auftreffende Ladung, was zu kleineren Pulshöhen führt.

In Abbildung 3.3 ist der zeitliche Verlauf dieses Vorganges am Beispiel der Pulshöhenverteilung einer Fe^{55} -Quelle, die Photonen mit einer Energie von 5,9 keV aussendet, in einer Proportionalkammer dargestellt.

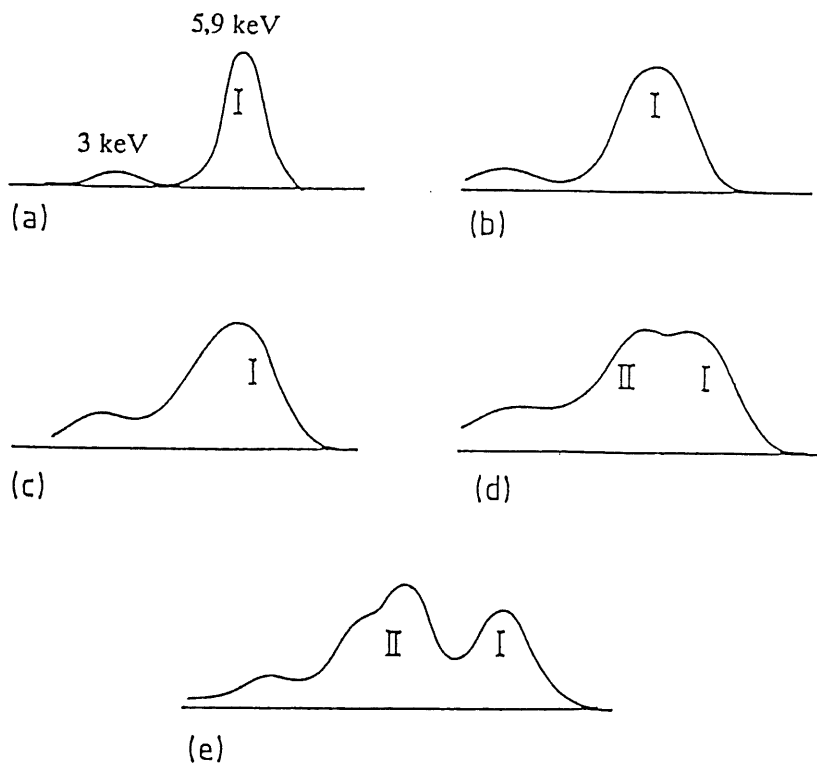


Abbildung 3.3 : Fünf aufeinanderfolgende Pulshöhenverteilungen einer Fe^{55} -Quelle ([15])

Bild (a) zeigt den Zustand zu Beginn der Messungen: Photo- und Escapepeak, die auf der horizontalen Skala 2,9 keV voneinander entfernt liegen, sind deutlich getrennt. Mit zunehmender Beschichtung des Anodendrahtes und der damit verbundenen Abnahme der Feldstärke an der Drahtoberfläche erfolgt eine Verbreiterung des anfangs schmalen Photopeaks (I) zu kleineren Pulshöhen (b-d), wobei auch neue Peaks (II) entstehen können (e).

Eine eindeutige Energiezuordnung ist in diesem Fall nicht möglich, was den Einsatz der Kammer bei Messungen nicht mehr zulässt. Das gleichzeitige Auftreten von "gealtertem" und "normalen" Peak ist auf den ungleichmäßigen Ablauf der Beschichtung entlang des Anodendrahtes zurückzuführen.

Ein quantitatives Maß für das Altern einer Nachweiskammer ist die auf dem Anodendraht aufgesammelte Ladung pro Längeneinheit. Bei bekannter Gasverstärkung läßt sich diese Größe aus der Zählrate ermitteln. Alterungseffekte treten meist ab dem Bereich von 10^{-4} - 10^{-1} Coulomb/cm. auf.

In Abbildung 3.4 ist ein weiteres Beispiel für die Auswirkungen von Alterungseffekten dargestellt. Es sind die Zählraten einer Proportionalkammer bei verschiedenen Teilchenflüssen in Abhängigkeit von der angelegten Hochspannung aufgetragen. Die horizontal verlaufenden Plateaus

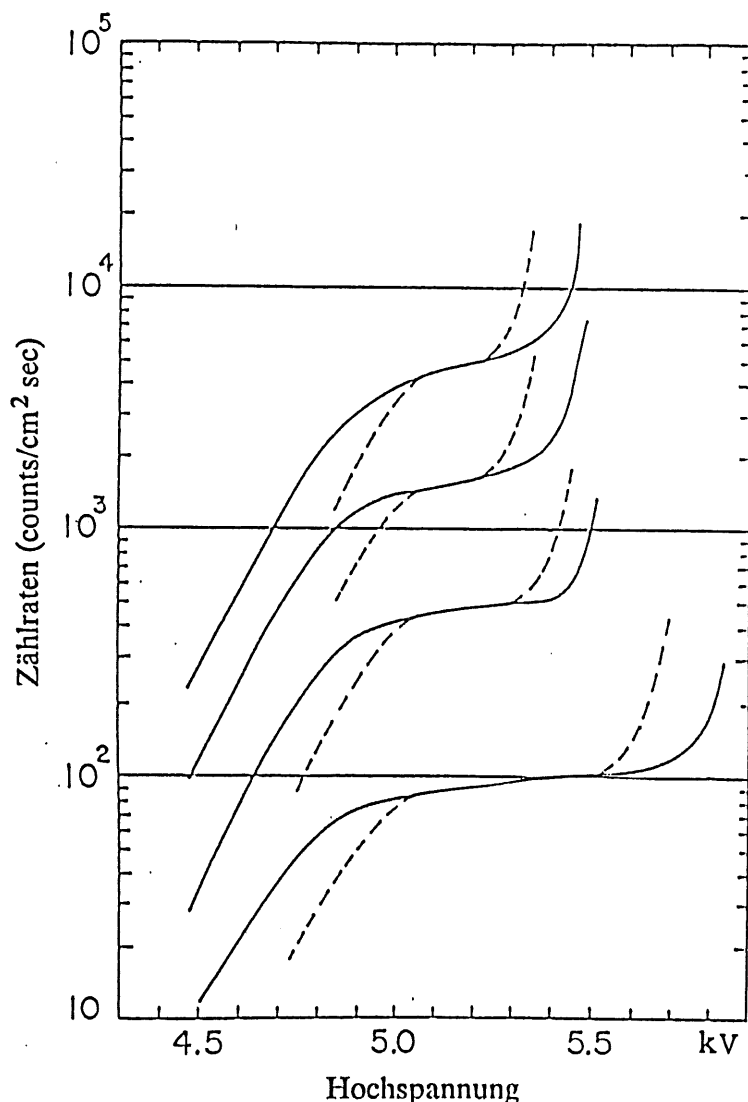


Abbildung 3.4 : Zählraten einer Proportionalkammer in Abhängigkeit von der angelegten Hochspannung vor (durchgezogene Linien) und nach (gestrichelte Linien) einer Bestrahlung, die einer Ladung von 10^{-4} C cm^{-1} entspricht. ([15])

entsprechen dem Arbeitsbereich der Kammer. Durchgezogene Linien sind vor, gestrichelte Linien nach einer Bestrahlung, die einer Ladung von 10^{-4} Coulomb pro Drahtzentimeter ent-

spricht, aufgenommen worden.

Man erkennt deutlich, daß durch die Bestrahlung der Anfang der Plateaus zu höheren Spannungen hin verschoben wird (Abfall der Gasverstärkung) und daß die Durchbruchsspannung (Spannung am Ende der Plateaus) schon früher einsetzt. Insgesamt ergibt sich daraus ein kleinerer Arbeitsbereich der Kammer. Bei hohen Zählraten wird sie für den Betrieb unbrauchbar.

Schnelle Alterungseffekte verursachen auch Dauerentladungen in Nachweiskammern. Sie werden durch den Maltereffekt hervorgerufen. Dünne, schlecht leitende Schichten auf der Kathodenoberfläche bewirken, daß ankommende Ionen eine längere Zeit zur Neutralisation benötigen. Bei hohen Zählraten kann sich deshalb Ladung auf der Schicht ansammeln. Das auf diese Weise entstandene Dipolfeld erreicht Stärken, die zu einer Emission von Elektronen aus der Kathode führen ([15]). Da diese Elektronen auf dem Weg zur Anode wieder neue Ionisation erzeugen, wird der Prozeß mit der Zeit selbsterhaltend.

3.4 Methoden zur Vermeidung von Alterungseffekten

Alle Methoden, die zu einer Verlangsamung oder sogar Vermeidung von Alterungseffekten führen können, zielen darauf ab, die Dichte von freien Radikalen in der Ladungslawine und damit auch die Polymerisationsrate an der Oberfläche zu verringern. In diesem Abschnitt werden einige Methoden vorgestellt ([14]), die auch bei H1 angewendet werden.

- Hochreine Gase

Um die Lebenszeit von Nachweiskammern zu verlängern, sollte man generell nur Gase und Gasmischungen höchster Reinheit verwenden. Sie tragen ebenso wie der Einsatz von Gasfiltern mit dazu bei, die Konzentration der in Abschnitt 3.2 erwähnten Verunreinigungen (Öl, Staub) zu verringern. Weiterhin ist bei der Auswahl der beim Bau von Kammern und Gassystemen benutzten Materialien sorgfältig vorzugehen, da auch durch sie über Ausgasung oftmals Verunreinigungen (Halogene) ins Kammergas gelangen. Tabelle 2 zeigt einige kritische Halogenverbindungen, die entweder wegen ihrer

Verunreinigung	Verwendung
$Cl_2C = Cl_2$	Reinigungsmittel
$F_2C = CF_2$	Teflon
CH_2Cl_2	Farben, Lacke
$FCCL_3$	Kühlmittel
Cl_2CF_2	Kühlmittel

Tabelle 2 : Verunreinigungen, die aus Gasflaschen oder über Ausgasung von verwendeten Materialien ins Kammergas gelangen können. (aus [14])

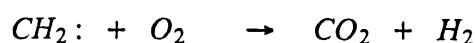
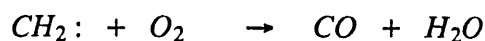
häufigen Anwendung in der Industrie in Gasflaschen vorliegen können oder beim Bau von Kammern und Gassystemen benutzt werden.

- Hohe Gasflüsse

Hohe Gasflußraten verringern durch Konvektion die Konzentration von freien Radikalen an den Elektrodenoberflächen. Daneben können sie auch locker gebundene oder zur Kathode driftende Polymere aus der Kammer transportieren, wodurch die Ablagerungsrate gesenkt wird.

- Beimischungen nicht-polymerisierender Gase

Diese Gase (Alkohole, Methylal, Wasserdampf,...) besitzen eine Sauerstoffverbindung der Form -OH, -OCO-, -O- oder -CO- (Tabelle 3), die bei der Dissoziation wegen ihrer Elektronegativität eine schnelle Rekombination oder die Bildung von leicht flüchtigen Endprodukten ermöglicht, z.B. durch Reaktionen wie :



Sie verringern damit die Konzentration von Radikalen in der Ladungslawine, die an einer Polymerisation teilnehmen können. Dieser Effekt wird noch dadurch verstärkt, daß sie schon in ihrer ursprünglichen Konfiguration ein hohes Dipolmoment haben, so daß sie sich bevorzugt an den Elektrodenoberflächen aufhalten.

Beimischung	Molekülstruktur	Dipolmoment
Wasserdampf	$H-O-H$	1,85 Debey
Alkohole	$R-O-H$ ($R=CH_3, CH_3CH_2, etc.$)	1,66-1,7
Ethere	$R-O-R'$ ($DME = R = R' = CH_3$)	1,29
Methylal	$R-O-R'-O-R$ ($R = CH_3, R' = CH_2$)	

Tabelle 3: Nicht polymerisierende Beimischungen (aus [14])

Ihre weiteren Eigenschaften sind ähnlich denen der Kohlenwasserstoffe; sie besitzen hohe Wirkungsquerschnitte für die Absorption von Photonen und ein verglichen zu Edelgasen niedriges Ionisationspotential (Ausnahme: Wasserdampf). Ihre ausschließliche Verwendung neben Edelgasen ist jedoch wegen der geringen Dampfdrücke nicht möglich.

Wasserdampf hilft zusätzlich noch auf eine andere Weise; er kann die Leitfähigkeit dünner Polymerschichten erhöhen, wodurch die Emission von Sekundärelektronen vermieden wird.

In den inneren Drift- und Proportionalkammern des H1-Detektors will man als nicht polymerisierende Beimischung überwiegend Äthanol verwenden, der sich in experimentellen Untersu-

chungen als besonders wirksam erwiesen hat ([16] und [17]). Er wird über ein gekühltes Gefäß, in dem er in flüssigem Zustand vorliegt, entsprechend seinem Dampfdruck den Kammergasen zugemischt. Dies soll auch in geschlossenen Kreisläufen geschehen. Unter normalen Betriebsbedingungen kommt es dabei aber zu Reaktionen des Äthanol mit denen zur Entfernung von elektronegativen Verunreinigungen benötigten Reinigern ([5]); die katalytischen Bestandteile der Reiniger bewirken eine Zersetzung des Äthanol zu Acetaldehyd, das für den Kammerbetrieb unerwünscht ist.

4. Experimenteller Aufbau

Von der H1-Kollaboration wurde der Wunsch geäußert, nach einem Verfahren zu suchen, um Kammergase mit Äthanolzusätzen in geschlossenen Kreisläufen zu reinigen. Das Verfahren sollte Nebenreaktionen des Äthanol bei der Reinigung vermeiden und einen langfristigen Einsatz der Reiniger gewährleisten.

Eine Möglichkeit zur Durchführung dieses Vorhabens ist es, das Gasgemisch vor den Reinigern zu trennen, seine unkritischen Bestandteile auf herkömmliche Art zu reinigen und anschließend neu anzumischen ([18]). Da dieses Verfahren jedoch sehr kompliziert und über längere Zeit instabil ist, wurde es für die H1-Gassysteme nicht in Betracht gezogen ([19]).

In dieser Diplomarbeit wird die Möglichkeit untersucht, durch Variation der Reiniger-Betriebsparameter eine Zersetzung des Äthanol bei der Reinigung zu verhindern. Als Reinigermaterialien wurden dabei Typen von Molekularsieben und Kupferkatalysatoren verwendet, die sich in Voruntersuchungen als besonders wirksam erwiesen haben ([7]). Da sich der Anwendungsbereich dieser Reiniger in der Industrie nicht auf Gasgemische erstreckt, die Äthanol enthalten, lagen über dieses Verfahren keine konkreten Kenntnisse vor.

Für die Messungen wurde ein experimenteller Aufbau gewählt, der einen späteren Einsatzfall simuliert. Ein geschlossener Gaskreislauf (Abschnitt 4.2) mit Reinigereinheit wurde zum Betrieb einer volumenmäßig großen Proportionalkammer (Abschnitt 4.1) benutzt. Die dabei verwendeten Reinigermaterialien werden in Abschnitt 4.3 beschrieben. Während der Versuchsdurchführung wurde kontinuierlich die Gaszusammensetzung mit Hilfe eines Gaschromatographen (Abschnitt 4.4) überwacht.

4.1 Die verwendete Proportionalkammer

Proportionalkammern sind Nachweiskammern, die in einem Bereich von elektrischer Feldstärke und Druck arbeiten, in dem die bei einem Teilchendurchgang primär erzeugte Ladung proportional zu der am Anodendraht nachgewiesenen Ladung ist. Sie werden zur Messung des Energieverlustes geladener Teilchen oder zur Bestimmung eines Teilchendurchganges benutzt.

In diesem Abschnitt wird der Aufbau und die Funktionsweise der in den Untersuchungen benutzten Proportionalkammer beschrieben. Sie wurde mit dem Gassystem und der zur Datenaufnahme verwendeten Elektronik bei Experimenten am CERN und Fermilab eingesetzt, weshalb über ihr Langzeitverhalten gute Erfahrungswerte vorlagen.

4.1.1 Aufbau der Kammer

Die Kammer besteht aus einem Epoxyharz-Rahmen mit den Außenmaßen von 2 x 1 m und einer Dicke von 4 cm (Abbildung 4.1) ([20]). Der Gasraum wird durch zwei 50 μm dicke aluminisierte Mylarfolien abgeschlossen, die gleichzeitig als Kathoden dienen. Sie sind mit doppelseitig-

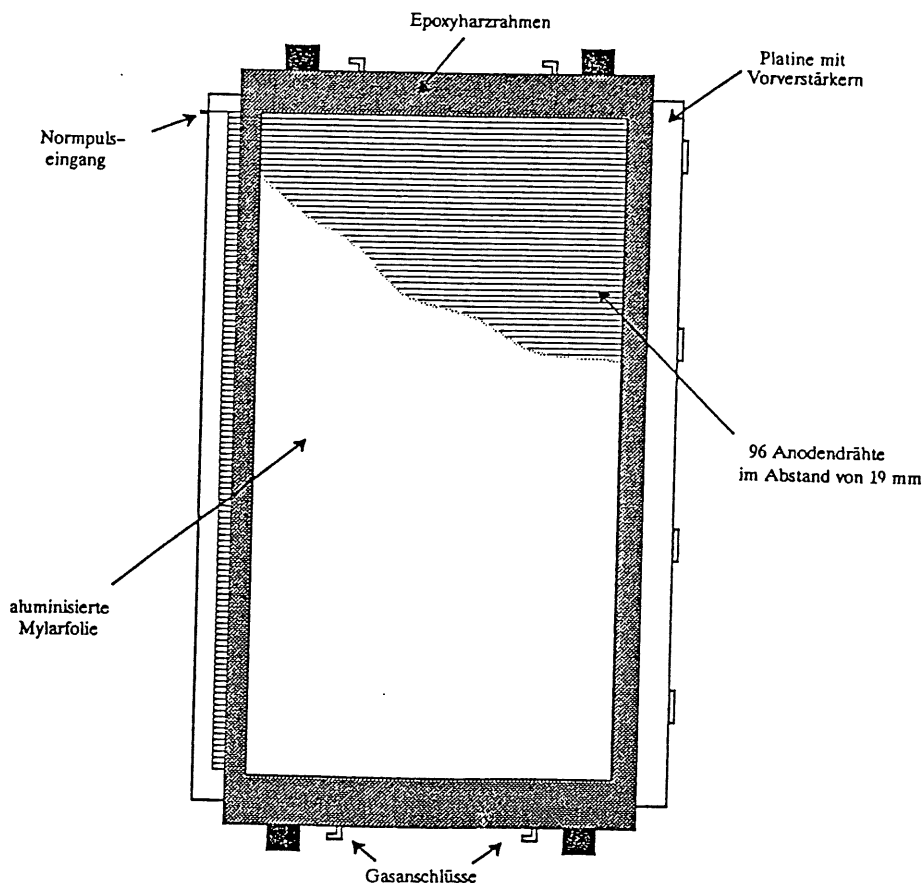


Abbildung 4.1: *Prinzipische Skizze Proportionalkammer*

gem Klebeband auf dem Kammerrahmen befestigt. Im Inneren des Rahmens befindet sich eine 2 mm dicke, mit Kupfer beschichtete Platte, auf der alle erforderlichen Leiterbahnen zur Befesti-

gung der Zähldrähte untergebracht sind. Insgesamt sind 96 Anodendrähte ($20\ \mu\text{m}$ ϕ Wolframdrähte, vergoldet) im Abstand von 19 mm horizontal verspannt. Jeweils drei Drähte sind zur Signalverarbeitung vor dem Vorverstärker (Abbildung 4.2) zu einem Auslesekanal zusammengefaßt; es existieren also insgesamt 32 Auslesekanäle.

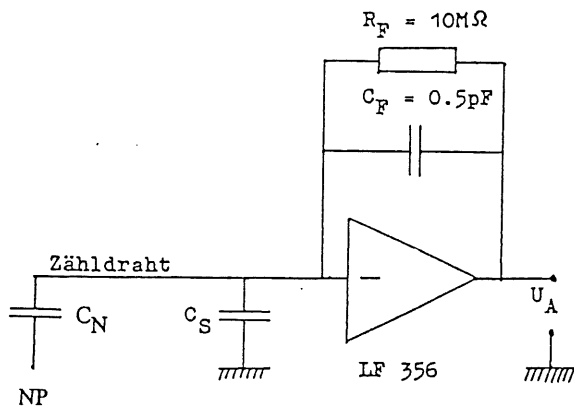


Abbildung 4.2 : Schaltbild Vorverstärker ([21])

Auf der dem Vorverstärker gegenüberliegenden Seite der Zähldrähte ist die Möglichkeit zur kapazitiven Einkopplung von Pulsen gegeben. Dadurch können Kammer und nachgeschaltete Elektronik kalibriert werden.

4.1.2 Signalverarbeitung

In den Untersuchungen wurden die Pulshöhen von 5,9 keV-Röntgenquanten aufgenommen, die von einer Fe^{55} - Quelle ausgesendet werden. Abbildung 4.3 zeigt schematisch den Aufbau der dazu verwendeten Elektronik.

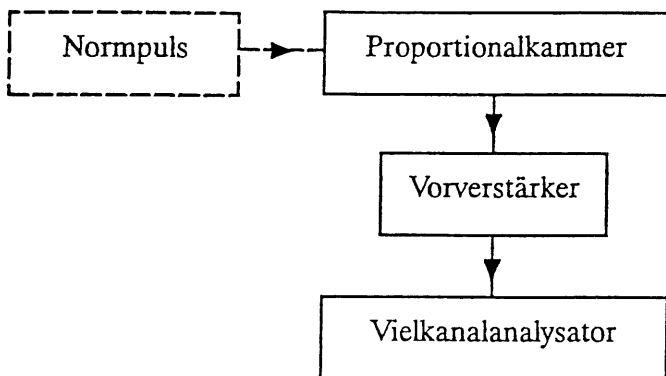


Abbildung 4.3: Schema der Signalverarbeitung

Die Kammerpulse werden durch einen Vorverstärker verstärkt und über eine Kabelverbindung

dem Vielkanalanalysator (VKA) zugeführt. Im Vielkanalanalysator werden die Pulse digitalisiert, entsprechend ihrer Pulshöhe in Kanäle eingeordnet und auf einem Bildschirm zur Darstellung gebracht

Zur Kalibration des elektronischen Aufbaus können über einen Kondensator Normpulse auf den Zählrohr eingekoppelt werden. Sie werden wie gewöhnliche Kammerpulse behandelt und auf dem Bildschirm des Vielkanalanalysator zur Darstellung gebracht. Durch Variation der Größe des Normpulses kann man die Beziehung zwischen Signalen vor und hinter dem Vorverstärker überprüfen. In Abbildung 4.4 sind die Pulshöhen vor und hinter dem Vorverstärker dargestellt. Wie man der Abbildung entnehmen kann, herrscht zwischen diesen Größen eine lineare Beziehung.

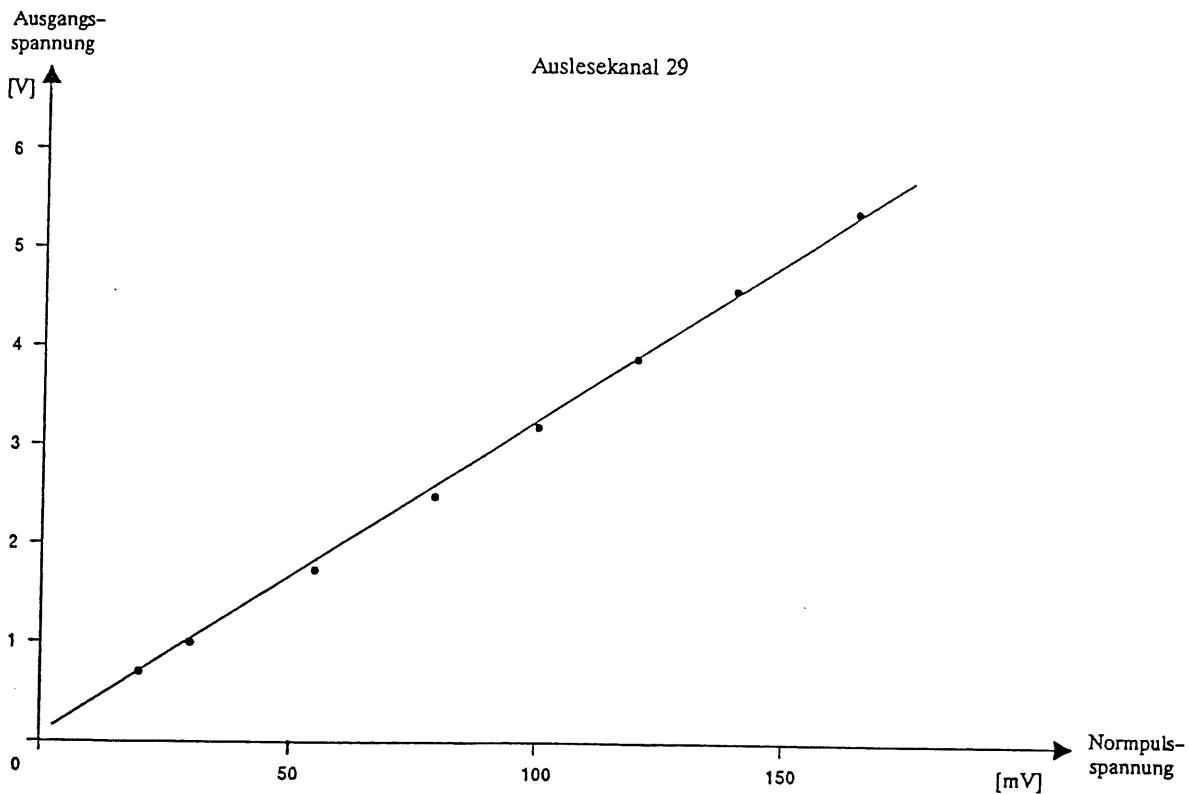


Abbildung 4.3: Spannung vor und hinter dem Vorverstärker

Da mit dem Normpuls auch eine bestimmte Ladung Q auf den Signaldraht eingekoppelt wird, läßt sich näherungsweise die Gasverstärkung berechnen. Dies geschieht auf die folgende Weise: Die Spannungshöhe U des Normpulses, die Einkoppelkapazität C_N und die auf dem Signaldraht eingekoppelte Ladungsmenge Q sind über die Gleichung

$$Q = U \cdot C_N$$

miteinander verknüpft. Dieser Ladungsmenge Q entsprechen $N = Q/e$ Elektronen ($e =$ Elementarladung). Durch Variation der Spannungshöhe kann man somit den Kanälen des VKA's eine bestimmte Anzahl Elektronen zuordnen.

Ein γ -Quant, das die Energie E_γ völlig in Argon abgibt, erzeugt N' Elektronen:

$$N' = \frac{E_\gamma}{\bar{E}_{Ion}}$$

\bar{E}_{Ion} : mittlere Ionisationsenergie

Durch Vergleich der Lage des Photopeaks mit der den Kanälen zugeordneten Anzahl von Elektronen läßt sich daraus die Gasverstärkung G berechnen:

$$G = \frac{N}{N'}$$

Im Test betrug die Einkoppelkapazität 0,5 pF und da jeweils drei Drähte zusammengefaßt sind ergibt sich daraus eine Gesamtkapazität von 1,5 pF. Die mittlere Ionisationsenergie für Argon als Zählgas beträgt 26 eV.

Zur Bestimmung der Energieauflösung des Photopeaks konnte weiterhin auch eine Energieeichung der Kanäle im VKA durchgeführt werden. Bei der Absorption der γ -Quanten im Argon wird ein Elektron aus der K-Schale und ein Röntgenfluoreszenzquant der Energie 3 keV frei. Wenn beide Teilchen nachgewiesen werden, entspricht die zugehörige Pulshöhe der gesamten Energie des γ -Quants (Photopeak). Das Röntgenfluoreszenzquant kann jedoch aus der Proportionalkammer entweichen, wodurch in der statistischen Gesamtverteilung auch kleinere Pulshöhen beobachtet werden (Escapepeak). Die Energiedifferenz von Photo- und Escapepeak beträgt 3 keV, weshalb durch ihre Lage im Vielkanalanalysator eine Energieskala gegeben ist. Durch Messung der Halbwertsbreiten des Photopeaks und deren Vergleich mit der Energieskala läßt sich so die Energieauflösung ($\Delta E/E$) angeben.

4.2 Das Gassystem

Gassysteme benutzt man, um konstante Arbeitsbedingungen für Nachweiskammern zu erhalten. Sie regeln und überwachen

- die Zusammensetzung der Gasmischungen
- die Zirkulation und die Reinheit der Kammergase
- die Druckverhältnisse in den Kammern

Im folgenden wird beschrieben, wie der zu den Tests verwendete Gaskreislauf (Abbildung 4.5) die oben genannten Funktionen erfüllt.

4.2.1 Herstellung von Gasmischungen

Über den Einlaßteil (Inlet) können mit einem Druckminderer versehene Gasflaschen an das Gassystem angeschlossen werden. Bestückt mit einer Reihe von verschiedenen Gasen können so Gaskreislauf und Kammer gespült und Gasmischungen hergestellt werden.

Ein Spülen von Gaskreislauf und Kammer ist notwendig, um die Luft, die sich anfangs im System befindet, in einen Abgaskanal (Vent) zu verdrängen. Man benutzt dazu meist Helium, weil es sich wegen seiner hohen Diffusionsfähigkeit sehr schnell mit der Luft vermischt. Nach einer Durchflußmenge, die dem 5–6 maligen Volumen des Systems entspricht, sinkt dadurch die Luftkonzentration auf wenige ppm (parts per million) und der Vorgang kann abgeschlossen werden.

Nach dem Spülen werden Gaskreislauf und Kammer mit dem Zählgas (Argon) gefüllt. Anschließend werden die Kohlenwasserstoffgase entsprechend dem für die Gasmischung gewünschten Partialdruckverhältnis im 50 l Vorratsbehälter (barrel) beigemischt. Dabei ist darauf zu achten, daß die Gasmischung im barrel zusammen mit dem Zählgas in der Kammer insgesamt die gewünschten Mischungsanteile ergeben. Ein Anmischen über das Partialdruckverhältnis ist zwar strenggenommen nur für ideale Gase richtig; da sich aber die verwendeten Gase (Argon, Äthan, Propan) nicht im Bereich des kritischen Druckes oder der kritischen Temperatur befinden, gilt diese Methode auch hier.

Die Beimischung von Äthanol erfolgte in einem Gefäß, das Äthanol in flüssigem Zustand enthielt. Es konnte gespült und anschließend über das Öffnen der Ventile X1 und X2 in den Kreislauf geschaltet werden. Dadurch wurde dem durchströmenden Gas Äthanol entsprechend dem zu der Temperatur des Gefäßes gehörenden Dampfdruck beigemischt. Diese Temperatur betrug 19°C (Temperatur im Meßraum), was einem Äthanol dampfdruck von etwa 57 mbar entspricht

4.2.2 Zirkulation und Reinigung der Gase

Für die Umwälzung der Gase sorgt die Membranpumpe P1, die eine Förderleistung von max. 28 l/min besitzt. Durch die Zirkulation werden eindiffundierende Verunreinigungen aus der Kammer zu einer Reinigereinheit transportiert, wo sie durch Adsorption entfernt werden. Damit wird eine Anreicherung der Verunreinigungen im Kreislauf vermieden.

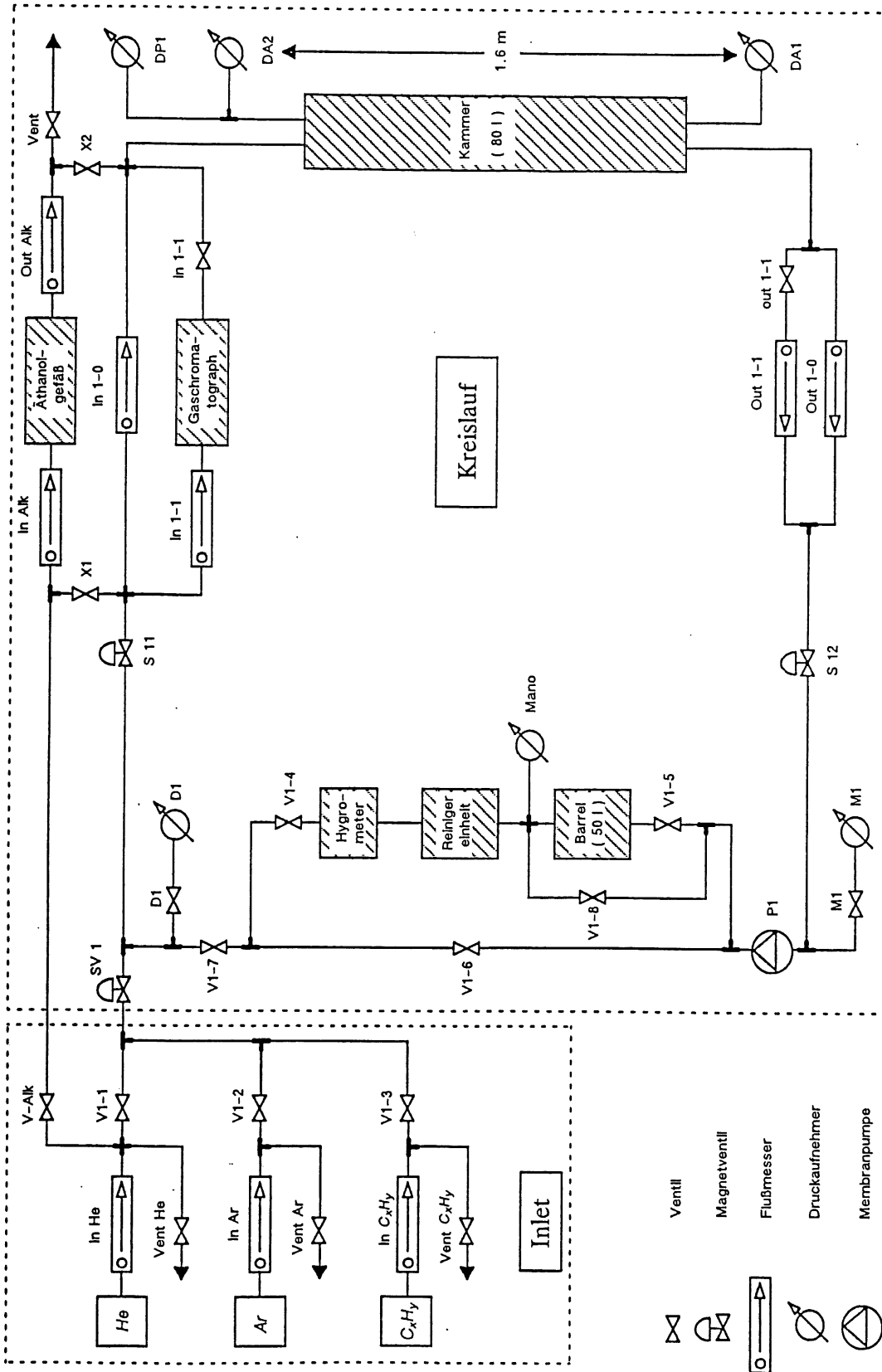


Abbildung 4.5: Schaltplan des Gassystems

Die Reinigereinheit ist gesondert in Abbildung 4.6 dargestellt. Sie enthält zur Entfernung von Sauerstoff einen BTS-Katalysator und zur Entfernung von Wasserdampf ein Molekularsieb 3A, deren Funktionsweise in Abschnitt 4.3 erklärt wird. Die Reinigermaterialien (jeweils 1kg) waren in einem Edelstahlgefäß untergebracht, das zur Regeneration oder zum Betrieb mit Heizspiralen erwärmt werden konnte. Die Temperatur der Reiniger wurde mit einem digitalen Thermometer im Einlaß des Edelstahlgefäßes gemessen. Der Wassergehalt der Gasmischung konnte im Auslaß der Reinigereinheit mit einem Hygrometer bestimmt werden.

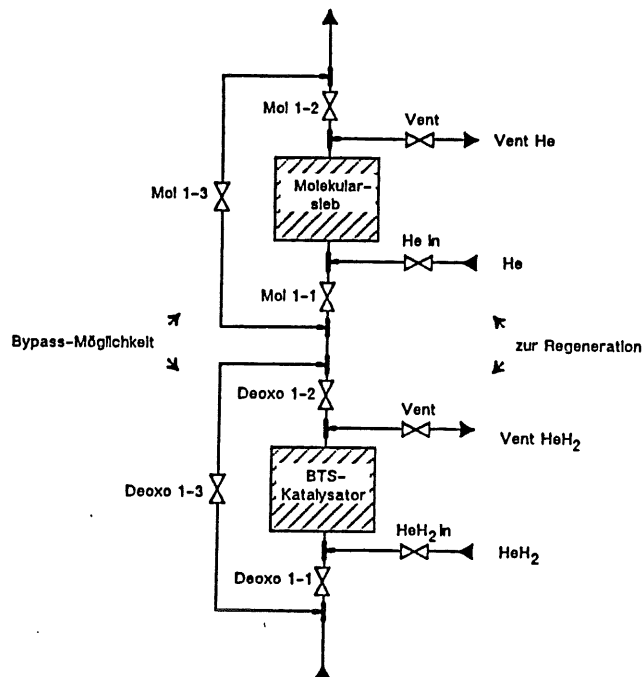


Abbildung 4.6: *Prinzipische Skizze Reinigereinheit*

Für die Untersuchung der Wechselwirkungen zwischen den Reinigermaterialien und Äthanol konnte jeder Reiniger getrennt in den Kreislauf geschaltet werden.

4.2.3 Druckregulierung

Die im Test verwendete Kammer ist mit dünnen Abschlußfolien ausgestattet, die gleichzeitig als Kathodenflächen dienen. Daher ist die Druckregulierung besonders wichtig; sie verhindert das Ausbeulen der Folien und eine daraus resultierende Feldverformung. Dieses Problem erweitert sich im H1-Tracking System in der Weise, daß neben Feldverformungen auch Druckschwankungen direkt an die benachbarten Kammern übertragen werden.

Die Überwachung und Regelung des Kammerdrucks erfolgt in dem hier verwendeten Gassystem durch einen Microprozessor TM 990. Über eine angeschlossene Tastatur können ihm ein Sollwert und bestimmte Regelgrenzen eingegeben werden, die er mit dem Signal des Drucksens-

sors DA1 vergleicht. Dieser Drucksensor mißt den statischen Druck der Kammer gegenüber Außendruck und ist wegen des großen Kammervolumens von ca. 80l unempfindlich auf jegliche Flußschwankungen. Bei Überschreiten des Regelwertes wird durch den Prozessor das Magnetventil S11, bei Unterschreiten das Magnetventil S12 geschlossen. Stabilisiert wird das System durch die Regulierung der Durchflußmenge an den manuellen Nadelventilen In 1-0, In 1-1 bzw. Out 1-0, Out1-1. Mit dieser Anordnung erreicht man eine Regelgenauigkeit von $\pm 10 \mu\text{bar}$.

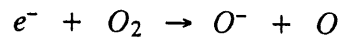
Der Drucksensor DP1 ist mit Notabschaltern verbunden und dient als zusätzliche Absicherung gegen Unter- bzw. Überdruck bei einem Ausfall der Regelung.

Über die 1,6 m hohe Gassäule zwischen den Drucksensoren DA1 und DA2 kann durch die Druckdifferenz die Gasdichte und damit auch die Größenordnung der Gaszusammensetzung schnell bestimmt werden.

Eine genaue Bestimmung der Zusammensetzung der Kammergase erfolgte durch einen Gaschromatographen (Abschnitt 4.4).

4.3 Die Gasreiniger

An die Kammergase werden hinsichtlich der Reinheit besondere Anforderungen gestellt. Schon geringe Konzentrationen elektronegativer Verunreinigungen wie O_2 oder H_2O , die durch Diffusion eindringen können, stören den Betrieb von Nachweiskammern. Sie fangen z.B. durch den Prozeß



Elektronen ein und bilden dabei schwere negative Ionen, die auf dem Weg zum Zählrohr wegen ihrer geringen Geschwindigkeit keine neuen Gasatome ionisieren. Dadurch verringert sich die Gasverstärkung und damit auch die gemessene Pulshöhe.

In geschlossenen Kreisläufen, in denen die Gase ständig zirkulieren, werden daher Reiniger zum Entfernen solcher Verunreinigungen eingesetzt.

4.3.1 Molekularsiebe

Molekularsiebe sind Alkali- oder Erdalkalialuminosilicate, die kristallographisch in die Gruppe der Zeolithe gehören. Ihre Kristalle ordnen sich zu einer verzerrten oktaedrischen Struktur an, wodurch Hohlräume definierter Größe entstehen. Moleküle, die klein genug sind, können in die gebildeten Höhlen eindringen und werden dort durch van der Waals Kräfte festgehalten.

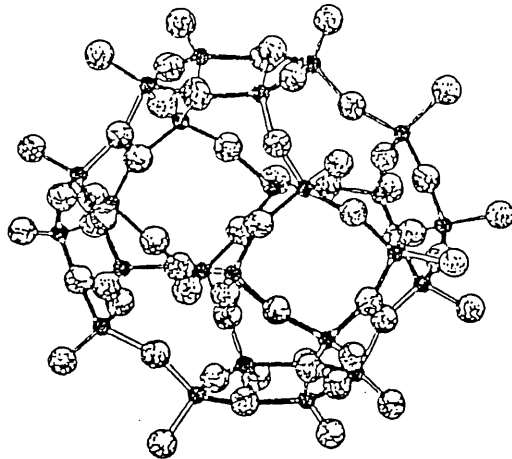
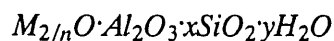


Abbildung 4.7: Kristallstruktur von Molekularsieben ([22])

Technisch werden fast ausschließlich künstliche Zeolithe verwendet. Sie haben die allgemeine Zusammensetzung



M : Metallkation der Wertigkeit n (in der Regel Na, Al oder Ca)

x, y : Verhältniszahlen, die nicht ganzzahlig sein müssen und vom Molekularsiebtyp abhängen
Die charakteristische Porenstruktur erhält man durch Austreiben des Kristallwassers.

Die wichtigste Kenngröße eines Molekularsiebes ist der effektive Durchmesser der Poren. Einige Hersteller verwenden eine Nomenklatur, aus der der effektive Porendurchmesser ersichtlich ist. Die Bezeichnung besteht in diesen Fällen aus einer Zahl, die den Porendurchmesser in Å angibt und einem Buchstaben, der den Kristallgittertyp angibt, z.B. 3A, 4A, 5A.

Molekularsiebe sind in verschiedenen Korngrößen als Kugeln, Stangenpreßlinge oder in Pulverform erhältlich. Sie adsorbieren selektiv nach Molekülgröße oder nach Polarität.

Bei Adsorption nach Molekülgröße ist der kritische Moleküldurchmesser maßgebend. Darunter versteht man den Durchmesser, der das Molekül umschreibenden Kugel oder bei Kettenmolekülen den Durchmesser des größten Umkreises senkrecht zur Kette. Die Tabelle 4 gibt die kritischen Durchmesser einiger Gase und die zur Adsorption geeigneten Molekularsiebe an.

Molekül	krit. Durchmesser [Å]	Adsorption durch		
		3A	4A	5A
He	2	x	x	x
Ar	3,8		x	x
Xe	4,7			x
H ₂	2,4	x	x	x
N ₂	3,0	x	x	x
O ₂	2,8	x	x	x
H ₂ O	2,6	x	x	x
CO ₂	2,8		x	x
CH ₄	4,0		x	x
C ₂ H ₆	4,4		x	x
C ₃ H ₈	4,9			x
CH ₃ OH	3,0		x	x
C ₂ H ₅ OH	n.b.		x	x

Tabelle 4: Kritische Moleküldurchmesser einiger Gase und auf Grund ihrer Porenweite zur Adsorption geeignete Molekularsiebe ([23])

Für die selektive Adsorption nach der Polarisierbarkeit gilt, daß polare Stoffe bevorzugt vor polarisierbaren oder unpolaren Stoffen adsorbiert werden. Da Wasser ein sehr polares Molekül ist, besitzen Molekularsiebe eine bevorzugte Affinität gegenüber Wasser.

Die Aufnahmekapazität eines bestimmten Molekularsiebes ist abhängig von seiner Aktivierung, der Konfiguration des Trocknungsbettes, der Eingangskonzentration an Wasser und der Gasflußrate. Theoretisch beträgt sie zwischen 20 und 25% des Gewichtes. Auf Grund der oben genannten Veränderlichen kann die tatsächliche Trocknungskapazität allerdings deutlich niedriger sein als die zu erwartende.

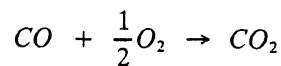
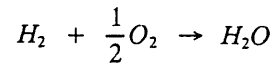
Im Test wurde ein Molekularsieb 3A verwendet. Es sollte laut Literatur (siehe Tabelle 4) keinen Äthanol adsorbieren und wird den Hauptbestandteil der Molekularsiebe in den H1-Systemen bilden.

4.3.2 Der BTS-Katalysator

Der BTS-Katalysator ist ein Produkt der Firma BASF und dient hauptsächlich zum Entfernen von Sauerstoff aus Gasen und Flüssigkeiten.

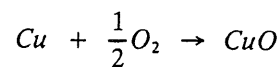
Er besteht zu ca. 30% aus Kupfer, das sich in feinverteilter Form auf einem Trägermaterial befindet und durch verschiedene Zusätze aktiviert ist. ([24])

Der Katalysator kann katalytisch oder adsorptiv eingesetzt werden. Bei katalytischer Arbeitsweise stellt er Gleichgewichte ein und vermittelt kontinuierlich ablaufende Reaktionen. So kann er beispielsweise Sauerstoff aus Wasserstoff oder Kohlenmonoxid über die Reaktionen



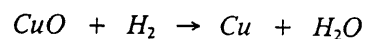
entfernen.

Bei adsorptiver Arbeitsweise reagiert sein hoher Kupfergehalt mit dem Sauerstoff des zu reinigenden Gases über die Reaktion



Für die Adsorption von Sauerstoff aus Wasserstoff genügt bereits Raumtemperatur. Um bei adsorptiver Arbeitsweise die Aufnahmekapazität zu erhöhen wird das Reinigermaterial geheizt. Typische Arbeitstemperaturen sind dabei 130–150°C.

Wenn der Katalysator gesättigt ist, wird er über die Reaktion



regeneriert. Dazu wird er in einem Inertgasstrom (He) auf ca. 120–140 °C erhitzt. Anschließend wird dem Inertgas eine geringe Menge Wasserstoff zugesetzt. Die einsetzende Reaktion läßt sich an einem deutlichen Temperaturanstieg und an einer Kondensatbildung (Wasser) erkennen. Temperaturen von mehr als 200 °C sind dabei zu vermeiden. Die Regeneration ist beendet, wenn keine Kondensatbildung mehr im Abgas zu beobachten ist.

4.4 Der Gaschromatograph

Die Gaschromatographie ist ein physikalisches Trennverfahren für Stoffgemische, die gasförmig vorliegen oder völlig verdampft werden können. Die Trennung beruht auf einer selektiven, mehrmaligen Verteilung der Probenkomponenten zwischen einer unbewegten (stationären) und einer sich gerichtet bewegenden (mobilen) Phase ([25]).

Technisch erreicht man dies durch folgende Methode: Die stationäre Phase, die flüssig oder fest vorliegen kann, wird in ein dünnes Metall-, Kunststoff-, oder Glasrohr eingefüllt (Trennsäule). Die mobile Phase, die sich gegenüber den Stoffkomponenten und der Stationären Phase neutral verhalten muß, durchströmt kontinuierlich dieses Rohr. Erfolgt am Anfang der Säule nun eine Probenaufnahme, so verteilen sich ihre Komponenten entsprechend den stoffspezifischen Verteilungskoeffizienten auf die stationäre und die mobile Phase. Durch den Gasstrom wandern die einzelnen Komponenten mit unterschiedlicher Geschwindigkeit durch die Säule, so daß sie am Ende der Säule zeitlich getrennt austreten. Die Funktion der mobilen Phase ist dabei die eines Träger- oder Schleppgases. Zur qualitativen und quantitativen Analyse wird der Säule ein Detektor nachgeschaltet. Die Identität einer Komponente ergibt sich aus seiner Retentionszeit, das ist die Zeit zwischen Probenaufnahme und Austritt aus der Säule. Die Stoffmenge wird durch zeitliche Integration des Detektorsignals bestimmt.

Im folgenden werden die Komponenten des Aufbaus und deren Funktionsweise des bei den Messungen eingesetzten Gaschromatographs vom Typ Varian 3700 ([26]) beschrieben. Sie sind in Abbildung 4.8 schematisch dargestellt

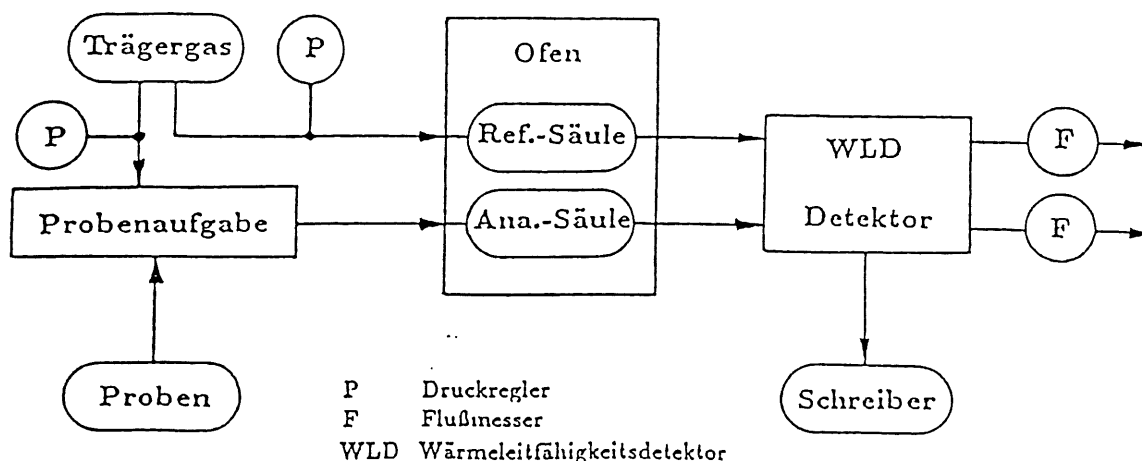


Abbildung 4.8: Schema Gaschromatograph (aus [27])

a) Trägergas

Als Trägergas wurde Helium verwendet. Helium ist ein Edelgas und verhält sich daher gegen Probe und stationäre Phase neutral. Bei Verwendung eines Wärmeleitfähigkeitsdetektors erhöht es zusätzlich die Empfindlichkeit, da schwerere Gase einen vergleichbar geringeren Wärmeleitwert haben. Weiterhin ist es sicherer zu handhaben als beispielsweise Wasserstoff, das ebenfalls

einen hohen Wärmeleitwert hat.

Der Trägergasfluß wurde mit einem präzisen Druckminderer stabilisiert und konnte mit geeichten Schwebekörper-Flußmessern abgelesen werden (typ. 20–30 ml/min).

b) Probenaufgabe

Die Probenaufgabe erfolgte mit einem 6-Wege Ventil, dessen Schaltungszustände in Abb. 4.9 zu sehen sind. In (a) wird eine 180 µl Sammelschleife (Sample-Loop) mit Gas aus dem Kreislauf gefüllt. Das Trägergas strömt direkt zur Analysen-Säule.

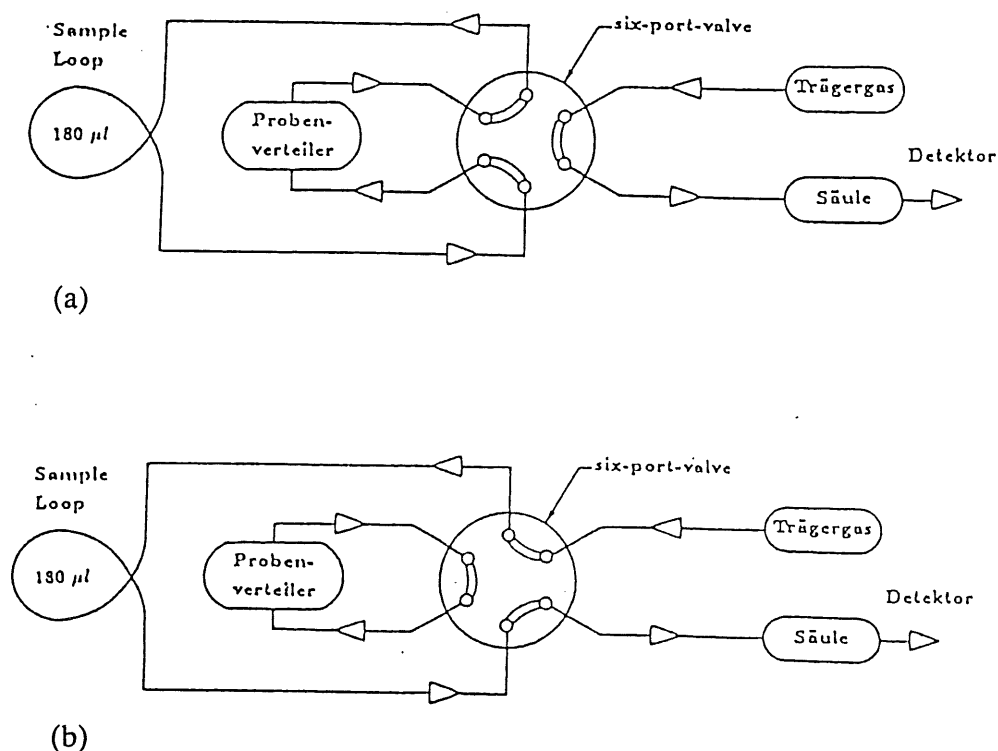


Abbildung 4.8 : Schema Probenaufgabe (aus [27])

Durch Umschalten des Ventils (b) wird die Analyse gestartet. Der Probeninhalt wird durch das Trägergas zur Säule transportiert, während der Gaskreislauf kurzgeschlossen ist. Bei konstantem Druck und Temperatur gelangt so bei jeder Analyse dieselbe Probenmenge zur Säule.

c) Trennsäule

Zur Analyse von Gasen verwendet man dicht gepackte Edelstahlsäulen. Da die Verteilungskoeffizienten von Stoffen stark temperaturabhängig sind, befinden sich die Trennsäulen in einem auf 0,1°C exakt thermostatisierbaren Konvektionsofen mit Gebläse.

In der Testanordnung wurde eine dicht gepackte Porapak Q Säule verwendet. Sie enthält Polymere auf Ethylvinylbenzol/Divinylbenzol-Basis die zur Trennung von polaren Substanzen wie Äthanol besonders geeignet sind ([25]).

d) Der Wärmeleitfähigkeitsdetektor

Wärmeleitfähigkeitsdetektoren sind konzentrationsabhängige Detektoren, d.h. ihr Ausgangssignal ist proportional zu der in der Detektorzelle befindlichen Stoffmenge der Probe.

Abbildung 4.9 zeigt die elektrische Schaltung des Detektors (Wheatstone'sche Brücke).

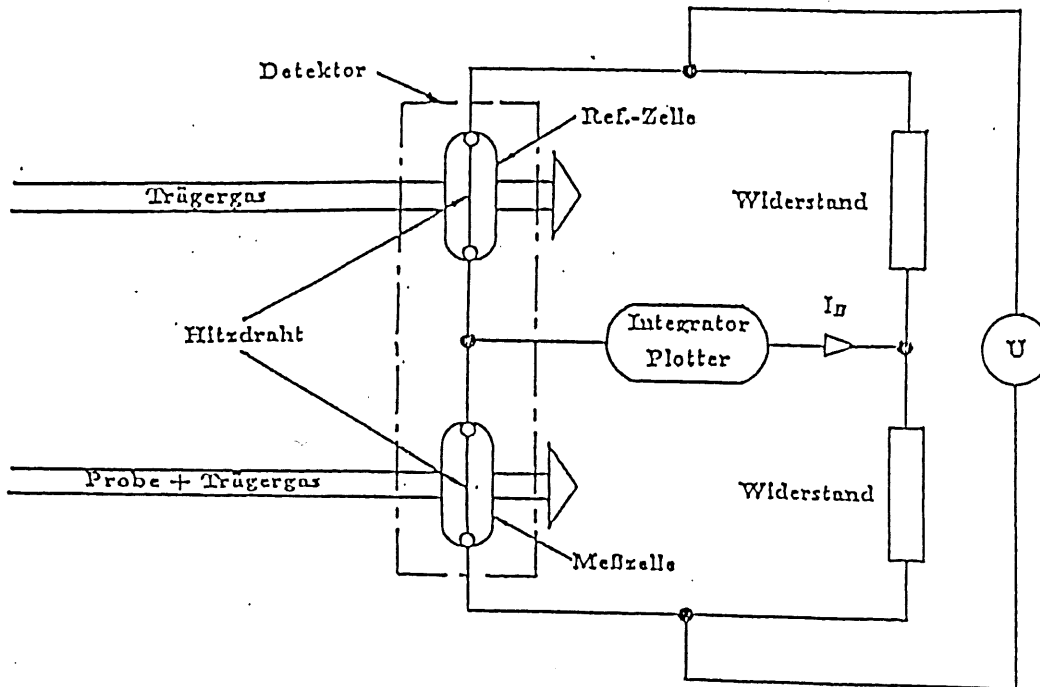


Abbildung 4.9: Schaltung Wärmeleitfähigkeitsdetektor (aus [27])

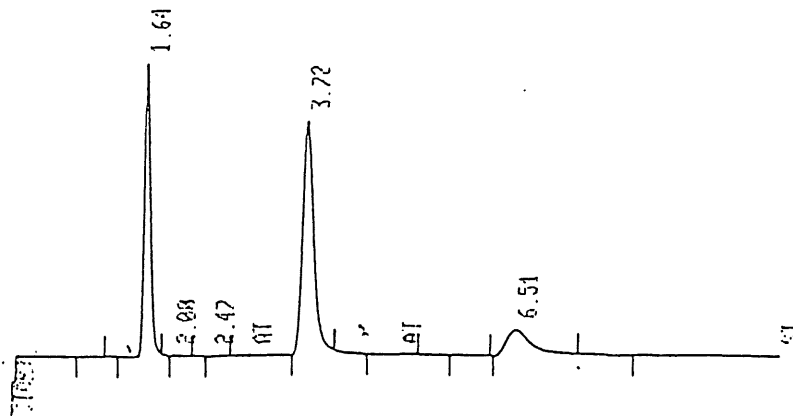
Der Detektor besteht aus einer Meß- und einer Referenzzelle, in denen jeweils ein Hitzdraht aus einer Wolfram Legierung eingebaut ist. Der Widerstand dieses Materials vergrößert sich mit steigender Temperatur. Die Referenzzelle wird konstant mit Helium durchspült. Strömt in die Meßzelle zusätzlich zum Trägergas eine Probenkomponente mit einer kleineren Wärmeleitfähigkeit als Helium, so steigt infolge der Temperaturerhöhung der Widerstand und damit auch der Brückenstrom. Dieser Strom wird laufend gemessen und an einen Integrator-Plotter zur Auswertung weitergegeben. Die Empfindlichkeit des Detektors steigt, wenn die Differenz der Wärmeleitfähigkeit zwischen Probe und Trägergas groß und die Grundeinstellung des Brückenstromes I_D möglichst hoch ist. Praktisch erreicht man eine Vergrößerung des Brückenstromes durch Steigerung der Temperaturdifferenz zwischen Detektorblock (eigene Heizung) und Hitzdraht.

e) Der Integrator-Plotter

Die qualitative und quantitative Auswertung erfolgte mit einem Integrator-Plotter der Firma Hewlett-Packard ([28]).

Bei gleichen Gaschromatographiebedingungen tritt eine Gaskomponente immer zum selben

Zeitpunkt aus der Säule. Der Integrator druckt den Zeitwert, der zum Maximum des Peaks gehört, als Retentionszeit aus. Aus den Retentionszeiten werden direkt die Gase identifiziert. Abbildung 4.10 zeigt einen typischen Analysenbericht des Integrators.



RUN # 113

JUN/04/90 09:51:07

AREA%:

RT	AREA	TYPE	RR/HT	AREA%
1.64	1498300	PB	0.090	83.259
2.08	952	BB	0.037	0.053
2.47	867	BB	0.103	0.048
3.72	282270	PB	0.169	15.770
6.51	15558	PB	0.348	0.089

Auswertung :

Gaskomponente	A _i ·R _i	Volumen %
Argon	35483	88,5
unbekannt		
unbekannt		
Propan	4376	10,9
Äthanol	216	0,54

TOTAL AREA= 1789900

MUL. FACTOR= 1.0000E+00

Abbildung 4.10: Chromatogramm HP-Integrator

Die durch den Detektor geströmte Substanzmenge m_i ist der Peakfläche A_i direkt proportional. Dabei versteht man unter der Peakfläche die über der Nulllinie stehende Fläche; d.h. die zeitlich integrierte Intensität des Detektorsignals.

$$m_i = R_i A_i$$

Die Proportionalitätsfaktoren R_i (engl.: Responsefaktoren) sind von der Wärmeleitfähigkeits-

Gaskomponente	R_i^{-1}
Ar	42
C_2H_6	51,2
C_3H_8	64,5
C_2H_5OH	72

Tabelle 5: Responsefaktoren der benutzten Gase (aus [29])

differenzen zwischen dem Trägergas und den einzelnen Gaskomponenten abhängig. Sie wurden der Literatur entnommen (29]) und sind in Tabelle 5 aufgeführt. Die Berechnung der prozentualen Volumenanteile der Komponenten geschieht auf folgende Weise:

Die vom Integrator ausgedruckten Flächencounts werden mit dem Responsefaktor multipliziert. Daraus erhält man die "wahre" Fläche der Komponente. Anschließend werden die wahren Flächen der Komponenten summiert, woraus sich Gesamtfläche des Chromatogramms ergibt. Der prozentuale Volumenanteil ist dann der Quotient aus wahrer Fläche und Gesamtfläche.

$$(Vol\%)_i = \frac{R_i A_i}{\sum_{i=1}^n R_i A_i} \cdot 100\%$$

5. Testergebnisse

Die Untersuchungen wurden im Jahre 1989 am III. Physikalischen Institut B an der RWTH-Aachen und 1990 am Rutherford Appleton Laboratory (RAL) in England durchgeführt. Sie gliedern sich im wesentlichen in drei Phasen. Zuerst wurden die Wechselwirkungen zwischen Äthanol-
dampf und den verwendeten Reinigermaterialien bestimmt. Insbesondere wurden dabei das Adsorptionsverhalten und die Nebenreaktionen des Äthanol an den Reinigern untersucht. Hieraus resultierten Betriebsparameter für die Reiniger, unter denen unerwünschte Nebenreaktionen des Äthanol vermieden werden konnten (Abschnitt 5.1). Um zu überprüfen, ob unter diesen Betriebsbedingungen die von Nachweiskammern an die Reiniger gestellten Anforderungen bezüglich Aufnahmekapazitäten für Wasserdampf und Sauerstoff ausreichen, wurde zur Simulation späterer Einsatzbedingungen ein Langzeittest der Betriebsparameter durchgeführt (Abschnitt 5.2). Im letzten Abschnitt werden Ergebnisse aus der praktischen Erprobung dieses Verfahrens mit den Gassystemen und Kammern des H1-Forward Track Detectors (FTD) am RAL vorgestellt.

5.1 Wechselwirkungen zwischen Äthanol- dampf und Reinigern

Der Anwendungsbereich der eingesetzten Gasreiniger (Molekularsieb 3A, BTS-Katalysator) erstreckt sich üblicherweise nicht auf Gasmischungen, die Äthanol-
dampf enthalten. Daher lagen über mögliche Nebenreaktionen des Äthanol bei der Reinigung nur unzureichende Kenntnisse vor. In der ersten Testphase wurden deshalb Untersuchungen durchgeführt, die Klarheit über die Wechselwirkungen zwischen Äthanol-
dampf und Reinigern schaffen sollten.

Zum Test wurden zunächst Gaskreislauf und Proportional-
kammer mit Helium gespült. Für die Untersuchungen wurde dann eine Argon/Äthan - Mischung (90/10) hergestellt, die auch später bei H1 benutzt werden soll. Das verwendete Äthan 2.0 enthielt dabei als Verunreinigung auch eine geringfügige Konzentration Propan, das ebenfalls bei H1 benutzt werden soll.

Um die an den Reinigern stattfindenden Reaktionen getrennt beobachten zu können, wurde jeweils nur ein Reiniger in den Kreislauf geschaltet. Über das Alkoholgefäß, das mit flüssigem Äthanol definierter Menge gefüllt war, wurde den Kammergasen dann Äthanol entsprechend seinem Dampfdruck bei 19°C beigemischt. Eine Kontrolle auf mögliche Reaktionen erfolgte durch den Gaschromatographen.

5.1.1 Molekularsieb 3A und Äthanol

Das verwendete Molekularsiebmaterial war neu und bei Temperaturen von 200°C mit Helium 4.6 regeneriert worden. Nach Abkühlung des Molekularsiebes auf Zimmertemperatur wurde das Argon/Äthan/Äthanol-Gasgemisch durch den Reiniger geleitet.

Das Molekularsieb adsorbierte zunächst entgegen den Literaturangaben ([24]) Äthanol. Daher wurde die Einleitung des Alkohols solange fortgesetzt, bis der Reiniger mit Äthanol gesättigt war. Danach wurde die adsorbierte Menge aus der verdampften Flüssigkeit im Alkoholgefäß bestimmt. Sie betrug 40 ml flüssigen Äthanol/kg Reinigermaterial. Eine solche geringe Adsorption kann auf eine herstellungsbedingte Variation der Porengrößen des Molekularsiebmaterials

zurückgeführt werden und sollte keine grundsätzliche Beeinträchtigung des Reinigers darstellen.

Im Gaschromatographen wurden nach der Sättigung des Reinigers mit Äthanol keine zusätzlichen Komponenten des Gases beobachtet. Man kann daher annehmen, daß zwischen Molekularsieb und Äthanol neben den erwähnten Adsorptionserscheinungen keine unerwünschten Nebenreaktionen auftreten.

5.1.2 BTS-Katalysator und Äthanol

Die Zusammenführung von Äthanol und BTS-Katalysator ist im Hinblick auf unerwünschte Reaktionen wesentlich kritischer.

Ein großtechnisches Verfahren zur Herstellung von Aldehyden ist die katalytische Wasserstoffabspaltung an Alkoholen ([31]). Bei höherer Temperatur stellt dabei Kupfer einen guten Dehydrierungskatalysator dar; leitet man die Dämpfe von Alkoholen bei 250 bis 400° über feinverteiltes Kupfer, so reagieren sie gemäß



Da der eingesetzte BTS-Katalysator zu ca. 30% aus Kupfer besteht, sind solche Reaktionen auch hier möglich. Ob und unter welchen Bedingungen sie auftreten, war wegen der besonderen Aktivierung des Reinigers nicht bekannt ([31]). Um die Temperatur für ein Einsetzen von Reaktionen des Äthanol am Reiniger zu bestimmen, wurde der BTS-Katalysator anfangs nur bei Zimmertemperatur betrieben.

Für die Untersuchungen wurde neues, in oxidiert Form vorliegendes Katalysatormaterial in die Reinigerpatrone gefüllt und bei Temperaturen von 180°C mit einem HeH₂-Gemisch (95/5) regeneriert. Nach Abkühlung der Reinigerpatrone auf Zimmertemperatur wurde das Argon/Äthan/Äthanol-Gasgemisch durch den Reiniger geleitet.

Dabei zeigte sich, daß wie beim Molekularsieb zunächst Äthanol adsorbiert wird. Diese Adsorption wird durch das molsiebähnliche Trägermaterial des Reinigers (Silizium- und Manganoxide) verursacht. Die Adsorptionsmenge betrug hier 80 ml flüssigen Äthanol/kg Reinigermaterial.

Nach der Absättigung des BTS-Katalysators mit Äthanol waren bei Zimmertemperatur im Gaschromatographen keine weiteren Gaskomponenten sichtbar. Bei diesen Temperaturen besitzt der Reiniger allerdings nur eine geringe Aufnahmekapazität für Sauerstoff ([24]). Um zu testen, ob eine Steigerung der Aufnahmekapazität, d.h. ein Betreiben bei höheren Temperaturen, möglich ist, wurde der Reiniger dann von Zimmertemperatur ausgehend langsam erwärmt. Bei Überschreiten von 120°C wurden dabei in den Chromatogrammen zusätzliche Gaskomponenten beobachtet. Abbildung 5.1 zeigt Chromatogramme, die bei Temperaturen des BTS-Katalysators über und unter 120°C aufgenommen wurden. Deutlich sichtbar sind bei Temperaturen über 120°C die zusätzlichen Komponenten am Anfang und Ende des Äthanolpeaks sowie eine zusätzliche Komponente am Propanpeak. Es kann davon ausgegangen werden, daß es sich hierbei um Produkte aus Reaktionen der Gase am BTS-Katalysator handelt (Aldehyde und Dissoziationsprodukte). Eine Identifikation dieser Komponenten ist sehr aufwendig und geht über den Rahmen dieser Diplomarbeit hinaus.

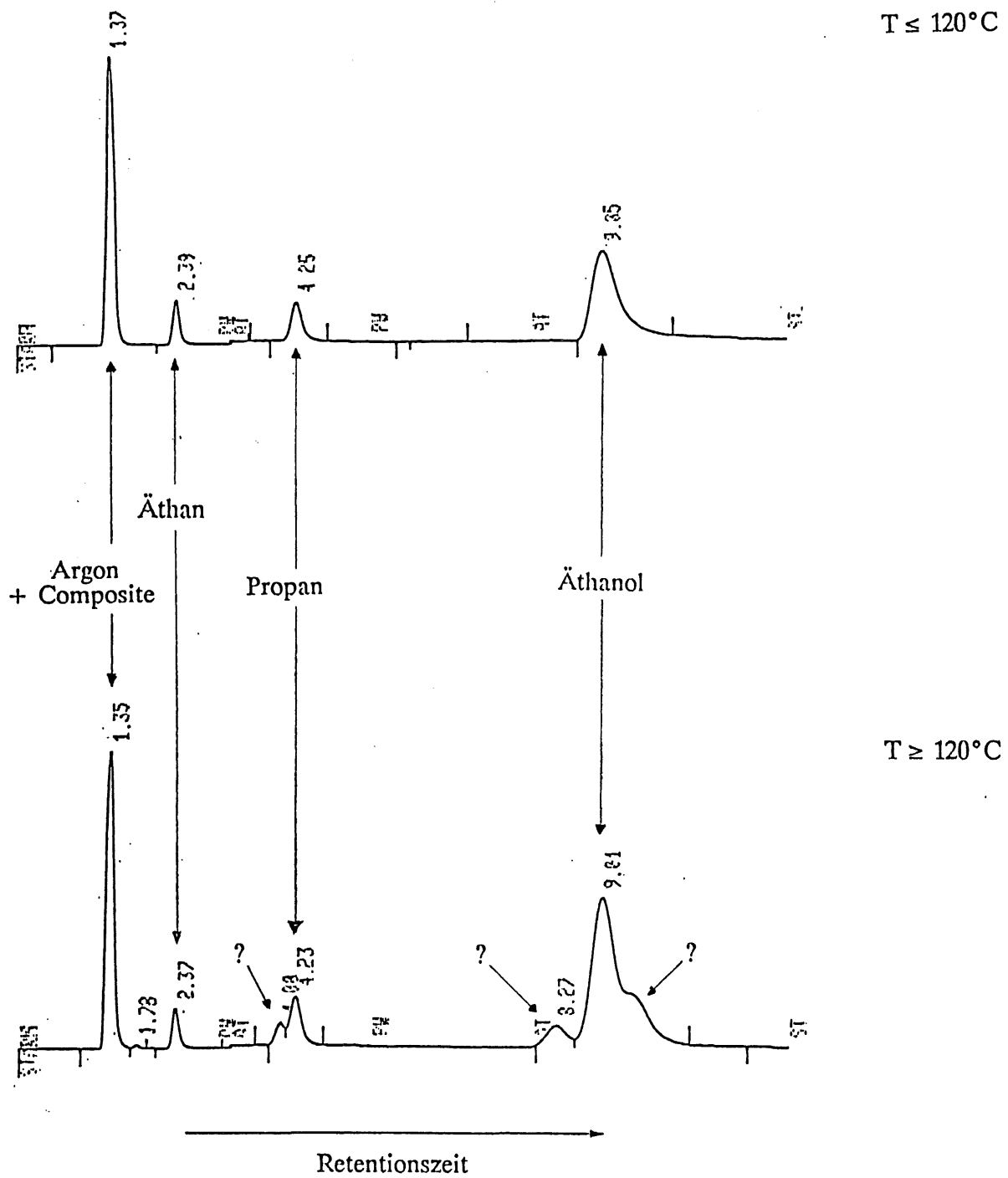


Abbildung 5.1: Gegenüberstellung von Chromatogrammen über und unter Betriebstemperaturen des BTS-Katalysators von 120°C

Bei Betriebstemperaturen des BTS-Katalysators unter 120°C wurden innerhalb der Nachweisgrenzen des Gaschromatographen keine zusätzlichen Gaskomponenten beobachtet. Zur Vermeidung von Nebenreaktionen sollte der Katalysator beim Betrieb mit Äthanol-Gasgemischen deshalb nicht über diese Temperatur erhitzt werden. Diese Einschränkung an die Betriebsbedingungen des BTS-Katalysators bedeutet laut Herstellerangaben ([24]) ein Herabsetzen der max. Aufnahmekapazität von 50 l O₂ /kg Reinigermaterial auf ca. 20 l O₂ /kg Reinigermaterial. Im nachfolgenden Langzeittest wurde untersucht, ob diese geringere Aufnahmekapazität für den Betrieb einer Proportionalkammer ausreichend ist.

5.2 Langzeittest der Betriebsparameter

Sinn dieses Versuchsabschnittes war die Kontrolle, ob die Reinigungsfunktion, d.h. die Aufnahmekapazität der Reiniger bezüglich Sauerstoff und Wasserdampf, in ausreichendem Maße erhalten bleibt und ob über längere Zeit eine Akkumulation von Reaktionsprodukten des Äthanol im Kreislauf zu verzeichnen ist.

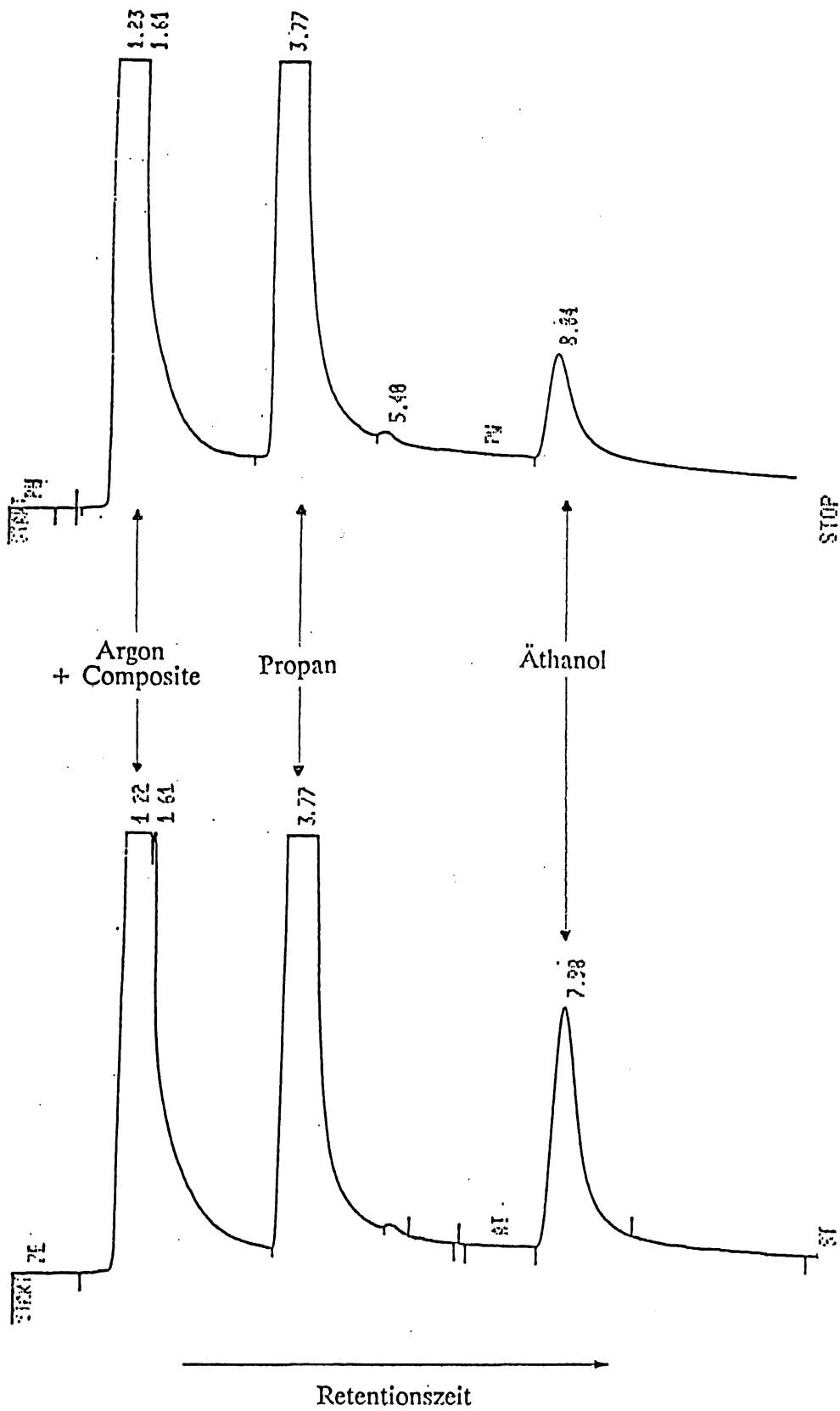
Für den Langzeittest wurde neues Reinigermaterial eingefüllt und regeneriert, um eine Beschädigung durch die Untersuchungen in der ersten Testphase auszuschließen. Der BTS-Katalysator wurde zur Vermeidung von Nebenreaktionen bei Temperaturen von 70–80°C betrieben. Während der Durchführung wurden in regelmäßigen Abständen die Gaszusammensetzung und das Pulshöhenverhalten einer Proportionalkammer überprüft.

Um den späteren Einsatzfall möglichst realistisch zu simulieren, wurde dabei eine Proportionalkammer benutzt, die insgesamt eine Oberfläche von 4 m² Mylarfolie (Dicke: 50 µm) besitzt und deshalb durch Diffusion eine ständige Quelle für elektronegative Verunreinigungen (speziell: O₂) darstellt. Eine Beschreibung der Kammer wurde im Abschnitt 4.1 gegeben.

5.2.1 Gaszusammensetzung

Zu Beginn wurde Gassystem und Kammer mit Helium gespült. Anschließend wurde eine Argon/Propan - Mischung im Verhältnis von 85/15 hergestellt, die auch später bei H1 verwendet werden soll. Die Beimischung von Äthanol erfolgte wie in der ersten Testphase entsprechend seinem Dampfdruck bei 19°C im Alkoholgefäß. Die Konzentration von Äthanol sollte, wie später bei H1 in der Größenordnung von 1% liegen. Um ein Ansteigen der Konzentration im Kreislauf über diesen Wert zu verhindern, erfolgte daher die Beimischung von Äthanol lediglich in kurzen Zeitabschnitten. Die eigentliche Testphase begann dann nach Absättigung der Reiniger mit Äthanol.

Reaktionsprodukte des Äthanol, die bei den Untersuchungen im vorigen Abschnitt wegen zu niedriger Konzentrationen im Gaschromatographen nicht nachgewiesen werden konnten, hätten in einem Test über längere Zeit durch Akkumulation in Erscheinung treten sollen. In Abbildung 5.2 sind Chromatogramme gezeigt, die im Abstand von einem Monat aufgenommen wurden. Um auch schon Konzentrationen wahrnehmen zu können, die der Integrator - Plotter noch nicht als Peak erkennt und integriert, wurde die Verstärkung gegenüber den in der ersten Testphase gezeigten Chromatogrammen um den Faktor 2⁶ erhöht. Die beiden erkennbaren zusätzlichen Komponenten bei Retentionszeiten von 1.61 und 5.40 waren Kohlenwasserstoffe, die als Verunreini-



12.5.89

11.6.89

Abbildung 5.2: Chromatogramme aus dem Langzeittest

gungen in den Gasflaschen vorlagen und damit ins System gelangten. Weitere Komponenten, insbesondere solche wie sie im vorigen Abschnitt bei Betriebstemperaturen des BTS-Katalysators über 120°C auftraten, wurden während der gesamten Testphase nicht beobachtet.

5.2.2 Pulshöhenverhalten

Ein gutes Maß für die Funktionstüchtigkeit der Reiniger sind die Sauerstoff- und Wasserdampfkonzentrationen im Kreislauf. Letztere konnte mit Hilfe eines Hygrometers ([32]) bestimmt werden und blieb während des gesamten Langzeittests konstant unter 1 ppm. Zur quantitativen Messung der Sauerstoffkonzentrationen standen allerdings keine Meßgeräte zur Verfügung. Auch der Gaschromatograph konnte dazu nicht eingesetzt werden, da bei gleichzeitiger Verwendung von Argon als Zählgas eine Trennung des Sauerstoffes nicht möglich ist. Um qualitative Aussagen über die Sauerstoffkonzentrationen machen zu können, wurden daher die Pulshöhen eines Fe⁵⁵-Präparates mit der Proportionalkammer aufgenommen. Die Pulshöhen in einer Proportionalkammer sind ein empfindlicher Indikator für Veränderungen in der Sauerstoffkonzentration; eine Anreicherung von Sauerstoff in der Kammer, wie sie bei einem Ausfall des BTS-Katalysators schon nach wenigen Stunden erfolgt, hätte einen schnellen Abfall der Pulshöhen bedeutet.

In Abbildung 5.3 ist der Verlauf der Pulshöhen bei einer konstanten Hochspannung über einen Zeitraum von 2 Monaten gegenüber den Mischungsanteilen von Propan und Äthanol dargestellt. Es sind anfangs einige größere Schwankungen zu beobachten, die durch Veränderungen des Äthanolgehaltes hervorgerufen wurden. Insgesamt zeigt sich ein leichter Abfall der Pulshöhen mit der Zeit. Es wird angenommen, daß dies durch geringfügige Diffusionen von Verunreinigungen (z.B. N₂) verursacht wird, die von den Reinigern nicht adsorbiert werden. Da sie im Gaschromatographen nicht von Argon getrennt werden können, erscheinen sie auch nicht in den Chromatogrammen. Einen solcher Abfall der Pulshöhen mit der Zeit wurde auch beim Einsatz dieses Kammertyps in früheren Experimenten festgestellt ([20]). Er kann für den langfristigen Betrieb solcher Kammern als "normal" angesehen werden. Dies gilt auch für das Verhalten der Gasverstärkung, die in Abbildung 5.4 für zwei Messungen, die in einem Abstand von 1 Monat aufgenommen wurden, dargestellt ist. Der Anstieg der Gasverstärkung, der im wesentlichen durch das Mischungsverhältnis von Edelgasen zu Kohlenwasserstoffen bestimmt wird, blieb während dieses Zeitraums auf 1% konstant. Um gleiche Pulshöhen zu erreichen mußte die angelegte Hochspannung lediglich um 50 V nachgefahren werden.

Die Energieauflösung des Photopeaks blieb während des gesamten Langzeittests konstant bei $\Delta E/E = 19 \pm 1\%$, was für Proportionalkammern ein gutes Ergebnis darstellt.

Die in diesem Versuchsabschnitt erzielten Resultate sind im Vergleich zu früheren Messungen als durchaus "typisch" für den Betrieb solcher Kammern zu betrachten. Die Aufnahmekapazitäten der Reiniger bezüglich elektronegativer Verunreinigungen sollten daher für den Betrieb von Nachweiskammern mit geschlossenen Gaskreisläufen ausreichen.

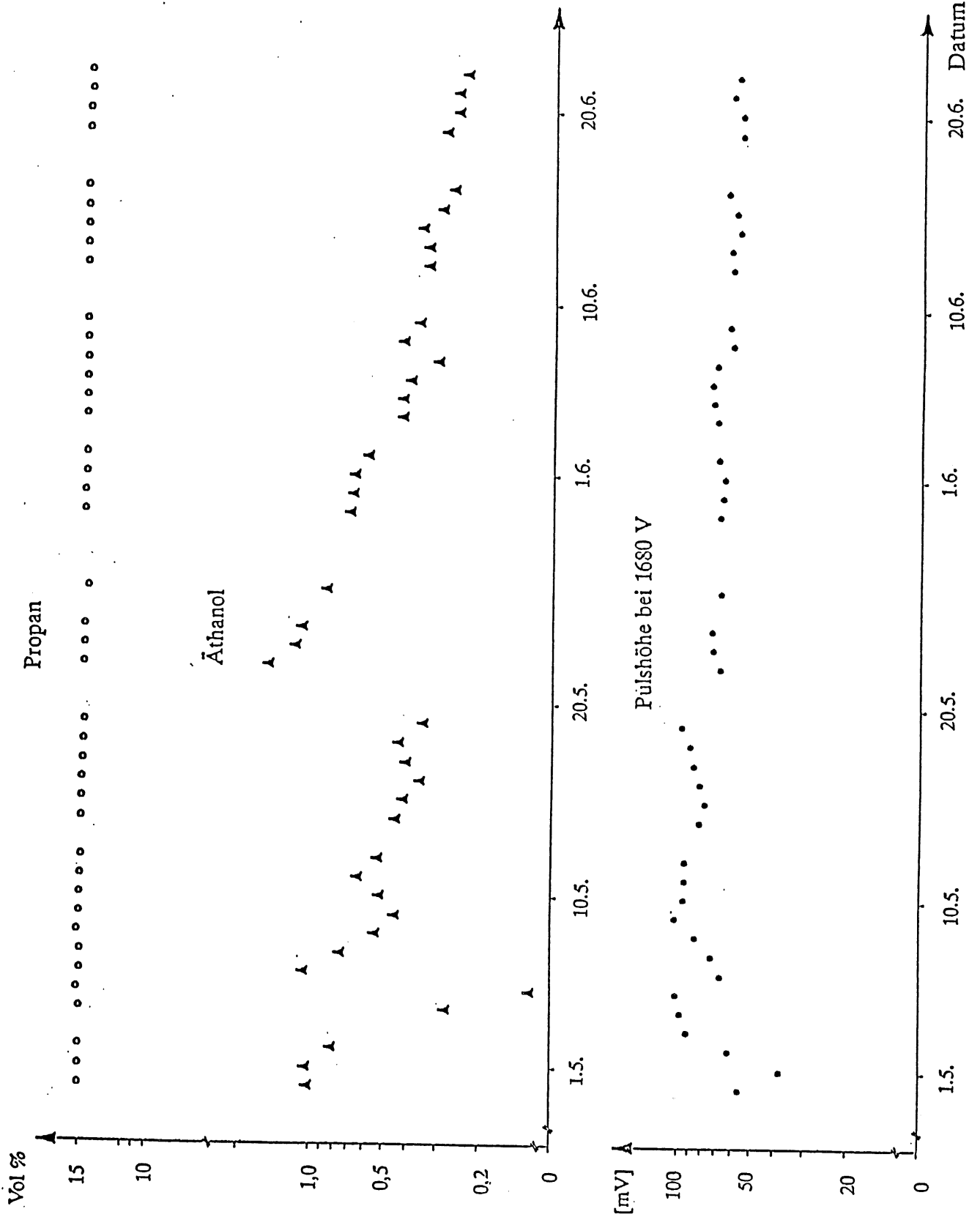


Abbildung 5.3: Langzeitverhalten der Pulshöhen und Mischungsanteile

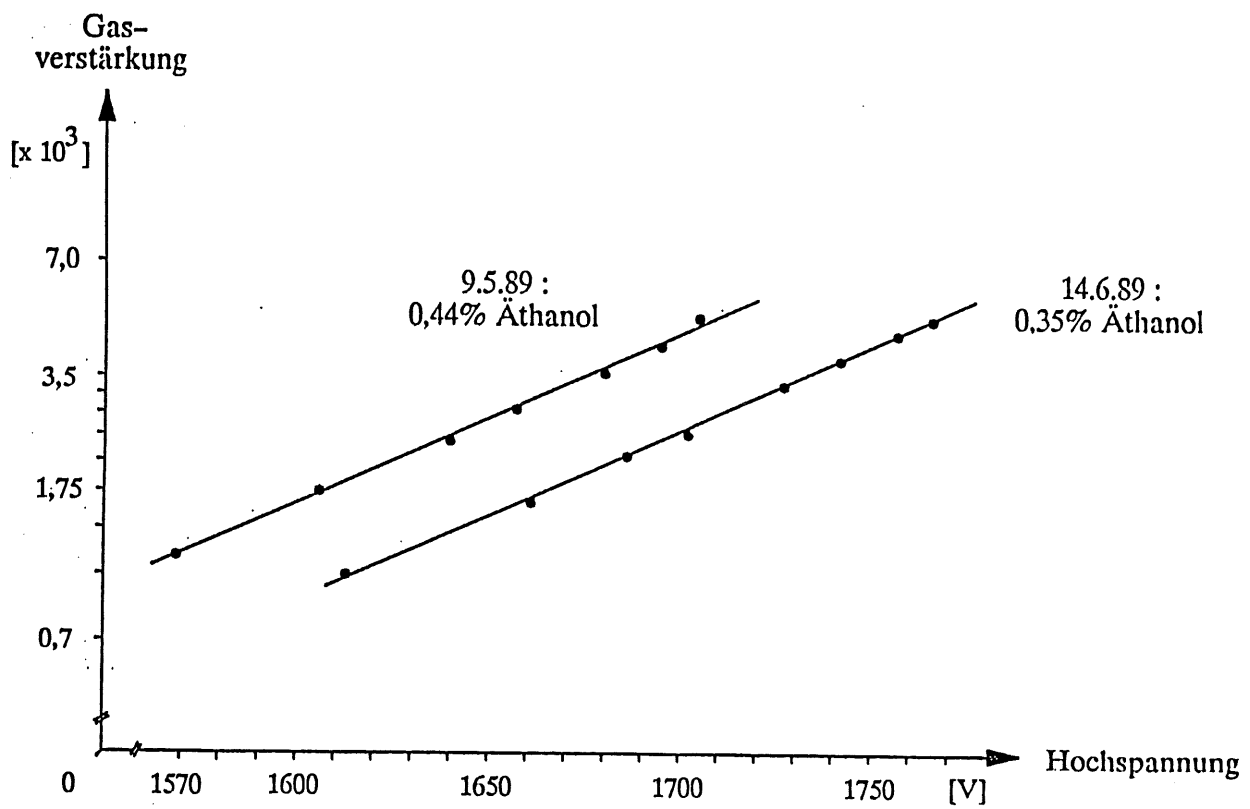


Abbildung 5.4: Verlauf der Gasverstärkung

5.3 Erste Anwendung des Verfahrens mit H1-Komponenten

Auf Grund der positiven Untersuchungsergebnisse wurde das in dieser Arbeit ermittelte Verfahren zur Äthanolbeimischung beim Test der Komponenten des H1-Forward Track Detectors (FTD) am RAL vom 19.05.–15.08.90 angewendet. Dort wurde das Zusammenwirken des FT-Gassystems mit den Kammern eines der drei identischen Supermodule analysiert. Das FT-Gassystem ist in seiner Funktion ähnlich dem im Langzeittest verwendeten Gassystem und besteht aus einem offenen und zwei geschlossenen Kreisläufen. Zusätzlich existiert noch ein Reservekreislauf, der zu Spülzwecken und bei Funktionsstörungen eines anderen Kreislaufes eingesetzt werden kann. Eine genaue Beschreibung dieses Systems wird in [33] gegeben.

Im Kreislauf 1, der die planaren Driftkammern und die Vieldrahtproportionalkammern (MWPC) mit Gas versorgt, sollte eine Gasmischung Argon/Propan/Äthanol im Verhältnis von 89/10/1 hergestellt und konstant gehalten werden. Dabei wurde Äthanol über eine provisorische Vorrichtung beigemischt, die aus einem Alkoholgefäß in einem gewöhnlichen Kühlschranks besteht. Eine Regelung der Temperatur und damit des Äthanolampfdrucks war dadurch nur bedingt möglich. Als Reinigermaterialien wurden BTS-Katalysator (2kg), Molekularsieb 3A (1,5kg) und Molekularsieb 5A (0,5kg) verwendet. Der BTS-Katalysator arbeitete wie im Langzeittest bei Temperaturen von 70–80°C.

Zur Überwachung der Gaszusammensetzung standen folgende Geräte zur Verfügung:

- ein Gaschromatograph
- Infrarot-Meßgeräte (Propan, Äthanol)
- ein Sauerstoff-Meßgerät
- Hygrometer im Hin- und Rückfluß der Kammern

Zu Beginn des Tests wurden der Gaskreislauf und die beiden Kammern mit Argon gespült. Anschließend wurde Propan entsprechend seinem Mischungsanteil eingefüllt und das Äthanolgefäß in den Kreislauf geschaltet.

Es zeigte sich, wie erwartet, eine Adsorption von Äthanol durch das Reinigermaterial. Durch die kontinuierliche Beimischung von Äthanol im Hinfluß blieb aber die Gaszusammensetzung in den Kammern davon unberührt. Darüber hinaus wurde die Adsorption von Propan beobachtet. Sie wird zum einen durch die gegenüber dem Langzeittest zusätzliche Verwendung von Molekularsiebmaterial 5A verursacht; in den Poren dieses Materials können sich Propanmoleküle anlagern. Zum anderen wird auch durch den flüssigen Äthanol im Alkoholgefäß Propan adsorbiert. Um die adsorbierte Menge wieder auszugleichen wurde Propan nachgefüllt.

In Abbildung 5.5 sind die Hauptbestandteile der Kammergase über den Zeitraum des Tests aufgetragen. Nach Ablauf von 10 Tagen wurde eine Zunahme des Propananteils beobachtet. Dies wird dadurch erklärt, daß Molekularsieb 5A eine im Vergleich zu Propan höhere Affinität zu Äthanol besitzt, so daß bei zunehmender Sättigung dieses Materials mit Äthanol Propan frei wird. Durch Nachfüllen von Argon konnte das gewünschte Mischungsverhältnis wieder hergestellt werden, das dann bis zum Ende der Messungen konstant blieb.

Die Äthanolkonzentration stieg mit der Zeit geringfügig an. Dieser Anstieg konnte auf eine Temperaturerhöhung im Kühlschrank und der damit verbundenen Erhöhung des Äthanolampf-

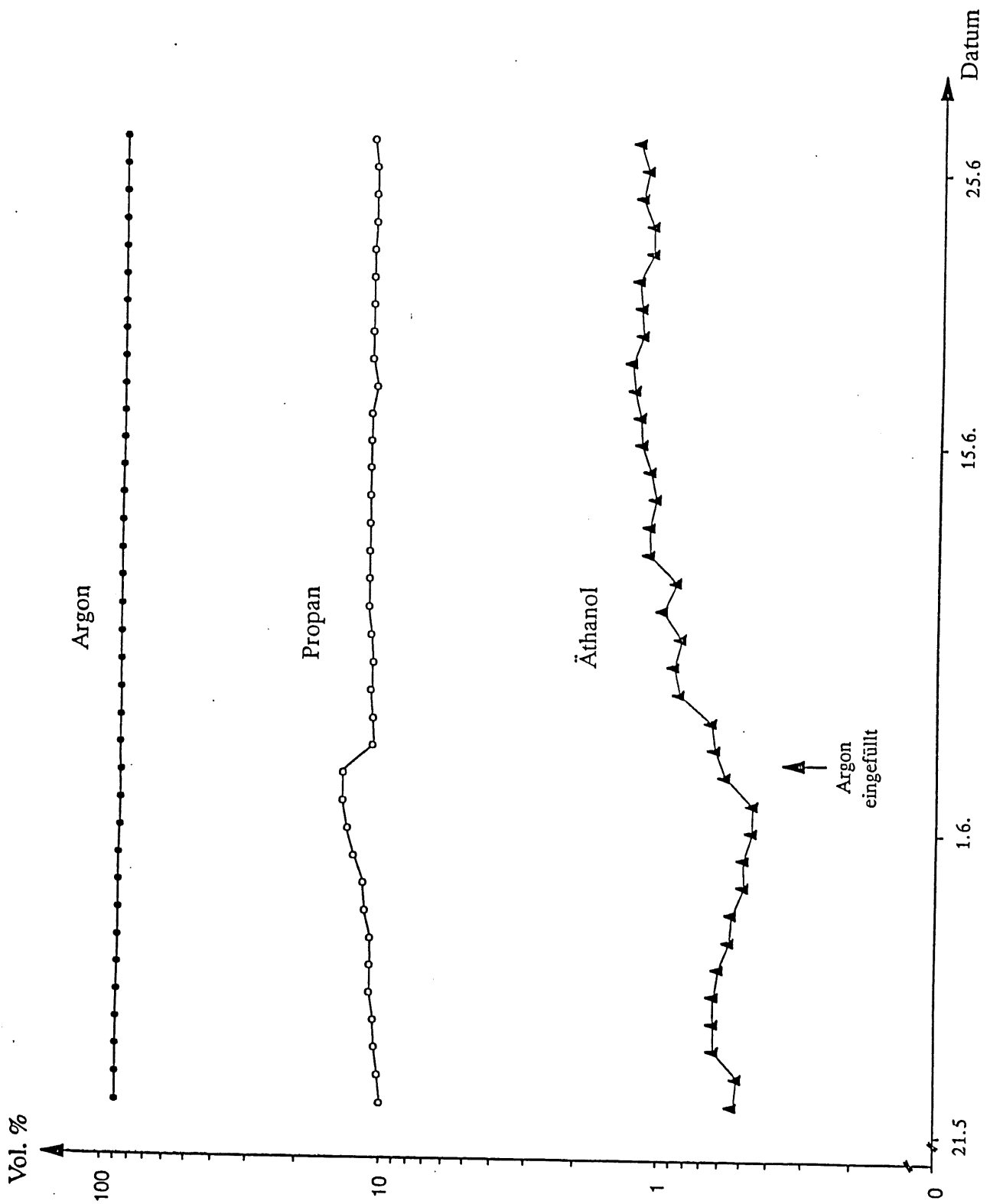


Abbildung 5.5: Mischungsanteile während der Testphase

drucks zurückgeführt werden.

Entscheidend für die Funktionstüchtigkeit der Reiniger waren die Sauerstoff- und Wasserdampfkonzentrationen im Kreislauf. Sie sind in Abbildung 5.6 dargestellt. Die Sauerstoffkonzentration blieb während der Testphase im wesentlichen konstant bei Werten von 40–60 ppm.

Die Wasserdampfkonzentration zeigte während der gesamten Testphase eine leicht abfallende Tendenz von anfangs 2000 ppm zu 800 ppm zum Ende der Messungen. Daraus folgt, daß sowohl der BTS-Katalysator wie auch die Molekularsiebe über einen Zeitraum des Tests eine einwandfreie Funktion zeigten.

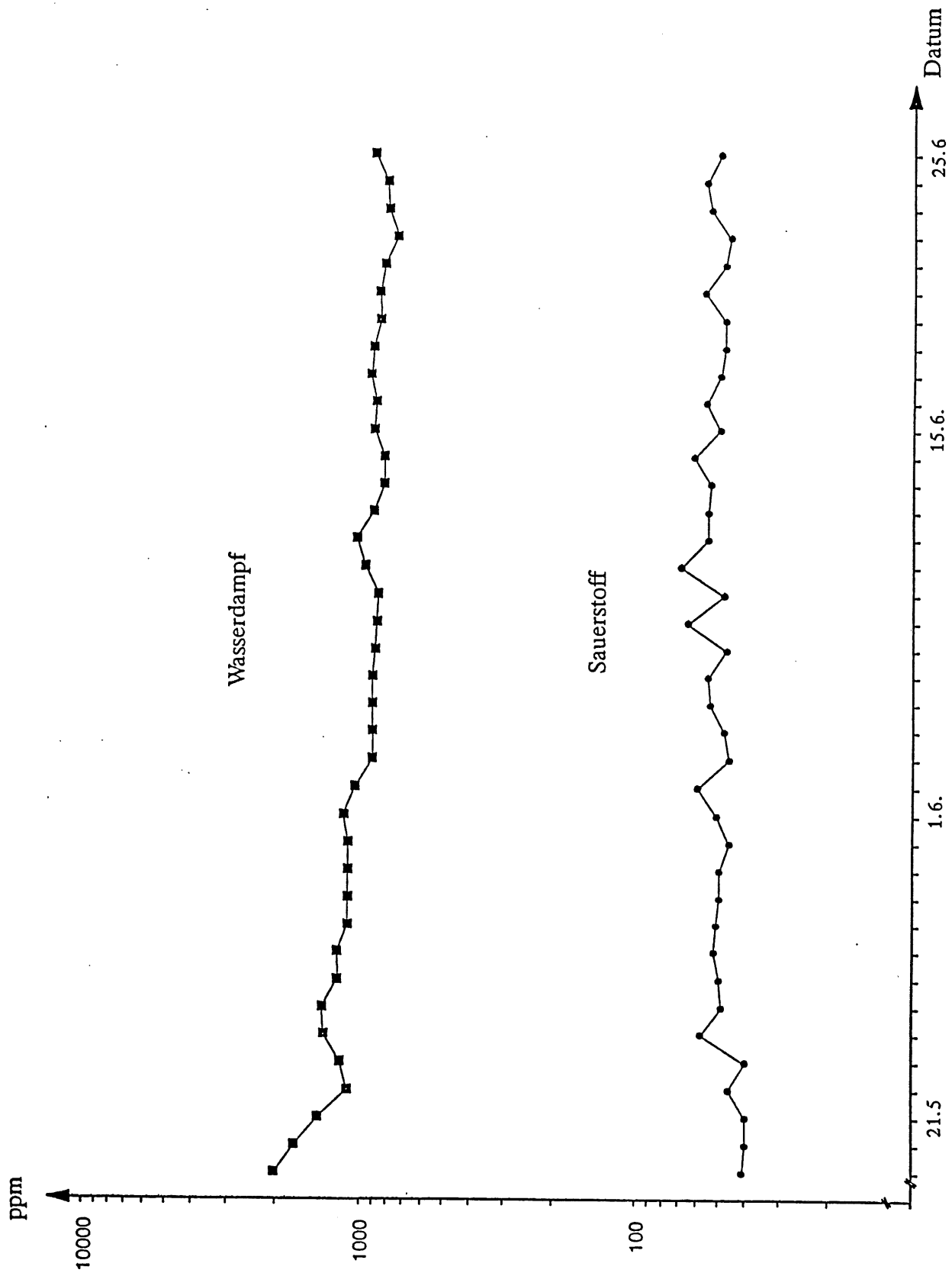


Abbildung 5.6: Sauerstoff- und Wasserdampfkonzentrationen

6. Zusammenfassung

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, ein Verfahren zu ermitteln, um Äthanol-Gasgemische in geschlossenen Gaskreisläufen zu reinigen. Dieses Verfahren sollte Nebenreaktionen des Äthanol bei der Reinigung vermeiden und darüber hinaus einen langfristigen Betrieb der Reiniger ermöglichen.

Es wurde dazu eine Testreihe durchgeführt, in der die Wechselwirkungen zwischen Äthanol und Reinigern untersucht wurden. Als Reiniger wurden dabei Typen von Kupferkatalysatoren (BTS-Katalysator) und Molekularsieben (Molekularsieb 3A) verwendet, über deren Funktionstüchtigkeit aus früheren Experimenten Erfahrungswerte vorlagen. Zur Überwachung der Gaszusammensetzung standen ein Hygrometer und ein Gaschromatograph zur Verfügung.

In dieser Testreihe wurde mit dem Gaschromatographen beobachtet, daß am BTS-Katalysator bei Betriebstemperaturen über 120°C Nebenreaktionen des Äthanol auftreten. Es handelt sich dabei vermutlich um Dehydrierungsreaktionen, in denen der Äthanol über Wasserstoffabspaltung zu Aldehyd zersetzt wird. Unterhalb dieser Temperaturen wurden innerhalb der Nachweisgrenzen des Gaschromatographen keine Nebenreaktionen festgestellt. Zusätzlich zeigten beide Reiniger ein Adsorptionsverhalten bezüglich Äthanol (BTS-Katalysator: 80 ml flüssiges Äthanol/kg Reinigermaterial; Molekularsieb 3A: 40 ml flüssiges Äthanol/kg Reinigermaterial).

In einem anschließenden Langzeittest wurde bei Betriebstemperaturen des BTS-Katalysators unter 120°C überprüft, ob diese Betriebsbedingungen für den langfristigen Einsatz einer Proportionalkammer mit Äthanol-Gasgemischen ausreichend sind. Als Entscheidungskriterium diente dabei der Feuchtegehalt der Gase und das Verhalten der Pulshöhen einer Fe^{55} -Quelle, die mit der Proportionalkammer aufgenommen wurden. Über einen Zeitraum von zwei Monaten wurden in diesem Test keine außergewöhnlichen Veränderungen in den Pulshöhen und im Feuchtegehalt der Gase beobachtet. Daraus wurde geschlossen, daß die Beimischung von Äthanol nicht in so hohem Maße Einfluß auf die Betriebsweise der Reiniger nimmt, daß sie für den Einsatz in geschlossenen Gaskreisläufen unbrauchbar werden.

Eine erste praktische Erprobung dieses Verfahrens erfolgte beim Test des H1-Forward Track Detector im Rutherford Appleton Laboratory. Dort stand zur Gasüberwachung zusätzlich ein Sauerstoffmeßgerät zur Verfügung. Auch bei diesem Test zeigte sich, daß die Reiniger mit den oben genannten Betriebsbedingungen für den Einsatz in geschlossenen Gaskreisläufen geeignet sind. Die Sauerstoff- und Wasserdampfkonzentrationen blieben während des gesamten Testzeitraums auf einem Niveau (O_2 : 40-60 ppm ; H_2O : 1000-2000 ppm), das zum Betrieb der dort verwendeten planaren Driftkammer und der Vieldrahtproportionalkammer ausreichend war.

Durch die positiven Untersuchungsergebnisse wurde der Entschluß gefaßt, das in dieser Arbeit ermittelte Verfahren auch beim Betrieb der Drift- und Proportionalkammern am H1-Detektor anzuwenden.

Literaturverzeichnis

- [1] H1-Detektor HERA, Technical Proposal (1986)
- [2] Zeus-Detektor HERA, Technical Proposal (1986)
- [3] siehe: Proceedings of the Workshop on Radiation Damage to Wire Chambers, Lawrence Berkley Laboratory (1986)
- [4] I. Juricic und J.A. Kadyk, Results from Some Anode Wire Aging Tests, aus [3]
- [5] Gespräche mit verschiedenen Herstellerfirmen von Gasreinigungssystemen
- [6] W. Struczinski und H. Gräßler, Gassystems for the Forward and Central Region, III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, (1987)
- [7] zu den Voruntersuchungen existieren mehrere Aachener Arbeiten, so z.B.:
B.Krause und S. Masson, Untersuchung der Signalform, Driftgeschwindigkeit, Diffusion und Ortsauflösung in verschiedenen Gasgemischen, Diplomarbeit III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, (1987)
H. Wenzel, Testergebnisse zur Ortsmessung und Teilchenidentifikation der radialen Kammern für den H1-Detektor, Diplomarbeit III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, (1989)
W. Pilgram, Untersuchung der Ortsauflösung in einem Testsegment der radialen H1-Driftkammer, Diplomarbeit III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, (1989)
H. Nierobisch, Untersuchung von Driftkammersignalen, Dissertation III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, (1989)
- [8] F. Sauli, Principles of Operation of Multiwire Proportional and Drift Chambers, CERN 77-09, (1977)
- [9] K. Kleinknecht, Detektoren für Teilchenstrahlung, Teubner Verlag (1984)
- [10] J. Va'vra, Aging of Gaseous Detectors, SLAC-Pub-5207, (1990)
- [11] D.W. Hess, Plasma Chemistry in Wire Coating, aus [3]
- [12] H. Boerner und R.D. Heuer, New Technics to Analyse Wire Coating, aus [3]
- [13] Danilov et al., Study of Drift Chamber Ageing with Propane, DESY 88-090 (1988)
- [14] J. Va'vra, Review of Wire Chamber Aging, aus [3]
- [15] F. Sauli, When Everything Was Clear, aus [3]
- [16] I. Juricic und J.A. Kadyk, Anode Wire Aging Measurements and a Search for Remedies, IEEE Transactions on Nuclear Science, Vol. NS-34, No. 1, (1987)
- [17] M. Atac, Wire Chamber Aging and Wire Material, IEEE Transactions on Nuclear Science, Vol. NS-34, No. 1, (1987)

- [18] ein solches Verfahren zur Xe-Rückgewinnung ist beispielsweise beschrieben in :
TRD Gas Systems, The Zeus Detector, Status Report (1989)
- [19] G. Keßler, H. Grässler, I. Hildebrandt, W. Struczinski, E. Schenuit, Interne Gespräche über die H1-Gassysteme
- [20] W. Struczinski, Identifizierung hochenergetischer Teilchen durch Übergangsstrahlung, Habilitationsschrift III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, (1986)
- [21] U. Pützhofen, Entwicklung und Test eines Übergangsstrahlungsdetektors, Dissertation III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, (1979)
- [22] Der Supelco Reporter, Vol. 8, No. 6, (1989)
- [23] Ullmans Encyclopädie der technischen Chemie, Band 2, Verfahrenstechnik I
- [24] Technisches Merkblatt der Firma BASF, Katalysator R3-11
- [25] A. Wollrab, Gaschromatographie, Verlag Moritz Diesterweg (1983)
- [26] Gaschromatograph: Modell 3700, Firma VARIAN, Darmstadt
- [27] S.Masson, Herstellung und Analyse von Gasmischungen, III. Physikalisches Institut, RWTH Aachen
- [28] 3390A Integrator, Firma Hewlett Packard
- [29] W. A. Dietz, Response Factors for Gas Chromatography Analysis, Journal of Gaschromatography Vol. 5, (1967)
- [30] A. F. Hollemann, F. Richter, Lehrbuch der organischen Chemie, Walter de Gruyter Verlag (1961)
- [31] Gespräche mit der Firma BASF
- [32] Panametrics Feuchtemeßgerät
- [33] S. Masson, III. Physikalisches Institut RWTH Aachen, eine detaillierte Beschreibung des Gassystems existiert als H1 interne Information, die in seiner Dissertation veröffentlicht wird

Danksagung

Mein erster Dank gilt Herrn Prof. Dr. G. Flügge, der es mir ermöglichte, dieses interessante Thema zu bearbeiten.

Priv. Doz. Dr. W. Struczinski, der diese Arbeit betreut hat, möchte ich für seine Unterstützung und seine wertvollen Hinweise und Ratschläge bei der Durchführung der Testmessungen danken.

Bei Dr. H. Grässler und S. Masson möchte ich mich außer für die gute Zusammenarbeit auch für ihre ständige Diskussionsbereitschaft und ihr Interesse an dieser Arbeit bedanken.

Dr. V. Commichau und Dr. K. Hangarter danke ich für ihre Hilfe bei allen Fragen bezüglich Gassystem und Ausleseelektronik.

E. Bock, K. Boffin und den Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt sei für ihre Hilfsbereitschaft bei den Vorbereitungen der Testmessungen gedankt.

Schließlich möchte ich mich auch bei allen Mitarbeitern des III. Physikalischen Instituts, die mich während meiner Arbeit unterstützt haben, bedanken.