

## Kapitel 3

### Experimentelles

In diesem Kapitel wird die experimentelle Seite dieser Arbeit kurz vorgestellt. Die verwendeten Versuchsaufbauten sind in den Abb.3.1. bis Abb.3.3. dargestellt.

#### 3.1. Die Probe

Die Züchtung der Kristalle wurde in Kapitel 2 beschrieben. Die gezogenen Kristalle sehen meistens gelblich aus, wobei die unteren Teile in der Nähe der Ampullenspitzen gelblich und durchsichtig (klar) und die oberen Teile einiger Kristallen undurchsichtiger aussahen.

Die Dimensionen der Proben betragen etwa (4-5)mm x (2,5-3.5) mm x (1,5-4) mm.

Die Proben sind an einem Probenhalter, der aus Kupfer besteht, mit Hilfe von Kupferplättchen oder Kupferdrähten so befestigt, daß Messungen in Transmission und Reflexion möglich sind.

Für Thermolumineszenz (TL) und Röntgenanregung wurde ein anderer Probenhalter gebaut (→ Abschn. 3.6).

#### 3.2. Kältetechnik

Außer TL-, Röntgen-Anregung und einiger UV-Anregungsmessungen wurden alle Messungen dieser Arbeit bei Heliumtemperatur (4,2 K) durchgeführt. Dafür wurden die Proben in einen Bad- oder Gaskryostaten mit drei optischen Fenstern eingebaut. Der Kristall am Probenhalter hing in einer He-Gasatmosphäre und hatte thermischen Kontakt mit dem He-Bad. Damit kein flüssiges Helium an die Probe gelangen kann, gibt es eine Filzdichtung um den Kopf des Probenhalters. So wird vermieden, daß Streuung des Anregungs- und Fluoreszenzlichts an He-Blasen die Meßergebnisse stören kann.

Für TL-Messungen wurde ein Kalt-Finger-Kryostat benutzt. Flüssiges Helium wurde in einen Heliumbehälter gefüllt und nach Bedarf mit Hilfe eines Nadelventils in einen kleineren Behälter dosiert, an dessen Boden der Probenhalter montiert war. Das Fenster der Anregungsseite bestand aus einer Captonfolie der Dicke 0,1 mm, damit die Röntgenstrahlen ohne größere Abschwächung an die Probe gelangen konnten.

#### 3.3. Lichtquellen und Optik

##### 3.3.1. Lichtquellen

Für die Absorptionsmessungen wurden eine 900 W Xe-Lampe, eine 35 W Deuterium-Lampe (für den ultravioletten und sichtbaren Bereich) und eine 25 W Halogenlampe (für den sichtbaren und nahen infraroten Bereich) benutzt. Die Xe-Lampe wurde auch für Anregungsspektren eingesetzt, wobei ein Doppelmonochromator für Wellenlängenselektion benutzt wurde (Abb.3.3.).

Für die selektive Anregung sind die Farbstofflaser FL2000 (Lambda Physik), gepumpt wird mit einem Stickstoff-Laser, und L123 (Firma ELTO), gepumpt mit einem Nd:YAG-Laser, verwendet worden. Der Stickstofflaser hat eine Pulsbreite von etwa 5 ns und eine mittlere Leistung von 14 - 20 mW bei 33 Hz. Dies entspricht einer Pulsleistung von etwa 42-60 kW

[Neukum, 1990]. Der Nd:YAG-Laser (Solar) hat eine Pulsbreite von etwa 10 ns und eine mittlere Leistung von etwa 100 W bei 30 Hz. Dies entspricht einer Pulsleistung von etwa 160 MW. Die Linienbreite des FL2000 Farbstofflasers beträgt etwa 0,5 nm und die des L123-Lasers etwa 0,005 nm bei optimaler Justage. Die erreichten Pulsleistungen lagen je nach Farbstoff und Laserbereich zwischen 5 kW und 30 kW für den FL2000 Farbstofflaser und zwischen 25 MW und 42 MW für den L123-Laser.

Je nach anzuregendem Kristallfeld-Multiplett und interessierendem Spektralbereich wurden folgende Farbstoffe benutzt:

Tabelle 3.1.: Die benutzten Farbstoffe

Farbstoff	Funktionsbereich	
	Nicht verdoppelt	Verdoppelt / Verdopplungskristall
Pyridin 1	(670–726) nm	(335 – 363) nm / KDP
Rhodamin 6G	(573–618) nm	(335 – 362) nm / KDP
Rhodamin B	(573–618) nm	(291 – 300) nm / KDP
Coumarin 153	(517–590) nm	Nicht verdoppelt
Coumarin 307	(480–530) nm	(244 – 271) nm / BBO
Coumarin 470	(436–486) nm	(224 – 240) nm / BBO
Stilbene 3	(418–433) nm	Nicht verdoppelt
DCM	(616–672) nm	(308 – 336) nm / KDP

### 3.3.2. Optik

Für die optischen Abbildungen kamen nur Suprasillinsen zum Einsatz. Die Suprasillinsen haben eine Transmission von 90% für den Wellenlängenbereich von 170 nm bis 1  $\mu$ m.

Für die polarisierten Anregungsspektren ist ein Glan-Thompson-Kristallpolarisator für Hochleistungslaser eingesetzt worden. Da das Licht vom Farbstofflaser fast vollkommen polarisiert ist, wurde ein  $\lambda/2$ -Plättchen vor den Polarisator gesetzt, damit man in beiden Polarisatorstellungen den stärkeren Anteil des Laserstrahls nutzen kann.

Bei den polarisierten Fluoreszenzspektren wurde ein Folienpolarisator benutzt. Vor dem Eingangsspalt des Spektrometers wurde ein  $\lambda/4$ -Plättchen eingesetzt. Damit wurde erreicht, daß das Licht zirkular polarisiert auf den Spalt fällt und somit die Polarisationsabhängigkeit des Spektrometers neutralisiert wird.

## 3.4. Wellenlängenselektion und Nachweis

### 3.4.1. Monochromatoren und Photomultiplier

Das von der Probe emittierte Licht wird mit Hilfe von Spektrometern selektiert und mit Photomultipliern nachgewiesen.

Benutzt wurden folgende Monochromatoren:

- McPherson (3m) für Absorption, Anregungs- und Fluoreszenzmessungen,
- Jarrell-Ash (1m) für Absorptionsmessungen im UV, TL-Messungen und Emissionsaufnahmen bei Röntgen-Anregung.
- Jobin-Yvon-Doppelmonochromator (0.75 m) für Anregungs- und Fluoreszenzmessungen.
- Spex-Doppelmonochromator (0.22 m) für Anregungs- und Fluoreszenzmessungen mit Xe-Lampe.

Der McPherson-Monochromator besitzt zwei sphärische Spiegel ( $f=3m$ ) und ein Beugungsgitter mit 1200 Strichen/mm. Die Kantenlänge des Gitters ist  $a=10,2$  cm.

Das Jarrell-Ash-Spektrometer besitzt zwei sphärische Spiegel mit der Fokusslänge  $f = 1$  m und ein Beugungsgitter mit 1180 Strichen/mm. Die Kantenlänge des Gitters ist  $\sim 10$  cm

Jeder Teil des Jobin-Yvon-Doppelmonochromators besitzt zwei sphärische Spiegel ( $f=0,75m$ ) und ein Beugungsgitter mit 1200 Strichen/mm. Die Kantenlängen des Gitters sind  $7,6$  cm x  $10,2$  cm. Die lineare Dispersion (nur erster Teil) ist unten in der Tab. 3.2 angegeben

Der Spex-Doppelmonochromator besitzt vier sphärische Spiegel ( $f=0,22m$ ), zwei Umlenkspiegel und zwei Beugungsgitter mit 1200 Strichen/mm. Die Kantenlängen der Gitter sind  $5$  cm x  $5$  cm.

Die lineare Dispersionen dieser Monochromatoren sind in der Tabelle 3.2. aufgelistet.

Tab.3.2.: Die lineare Dispersion ( $d\lambda/dx$ ) der verwendeten Spektrometern

Spektrometer	Lineare Dispersion: [Å/mm]
McPherson-Monochromator	2,8
Jarrell-Ash-Spektrometer	8,12
Jobin-Yvon-Doppelmonochromator	13,5 (Nur erster Teil)
Spex-Doppelmonochromator	18 (Beide Teile)

Die Spektralauflösung eines Gitterspektrographs ist abhängig von der linearen Dispersion, der Spaltbreite  $b$ , der Gitterkante  $a$ , der Brennweite seines Spiegels  $f$  und der selektierten Wellenlänge. Dies ist gegeben durch [Demtröder, 1988]

$$\frac{d\lambda}{\lambda} = \frac{d\lambda}{dx} \left( \frac{f}{a} + \frac{b}{\lambda} \right)$$

Es ergibt sich danach für den McPherson -Monochromator eine Auflösung  $\Delta\lambda = 0.89 \text{ \AA}$  ( $2,34 \text{ cm}^{-1}$ ) bei  $\lambda = 6120 \text{ \AA}$  und  $b = 300 \text{ \mu m}$ .

Zum Nachweis der Photonen wurden die folgenden Photomultiplier der Firma Hamamatsu benutzt:

- R943-05 ; Empfindlichkeitsbereich: 300 - 930 nm,
- R4220 ; Empfindlichkeitsbereich: 180 - 600 nm
- R3310-02 ; Empfindlichkeitsbereich: 200 - 600 nm

### 3.4.2. Nachweiselektronik

Nachdem das selektierte Licht durch den Austrittsspalt des Monochromators auf den Photomultiplier fällt, erzeugt der Photomultiplier entsprechend den einfallenden Photonen und seinem Verstärkungsfaktor elektrische Impulse, die weiter zum Verstärker geleitet werden. Danach kommt ein Diskriminator zur Pulshöhenselektion zwecks Unterdrückung von Störpulsen zum Einsatz. Ein variables Zeitfenster, das mit dem Pulsgenerator verbunden ist, der gleichzeitig den Stickstofflaser triggert, wird dazu benutzt, um einerseits den Zeitbereich, in dem keine Fluoreszenz auftritt, auszublenden und so das Rauschen zu vermindern. Andererseits können so verschiedene Fluoreszenzen mit unterschiedlichen Lebensdauern getrennt werden. Am Nd:YAG-Laser Meßstand wurde eine schnelle Photodiode benutzt, um synchron zum Laserpuls das Zeitfenster zu steuern.

Das Ausgangssignal wird parallel von einem Oszilloskop (der Firma Le-Croy) angezeigt, um die in einem gegebenen Zeitfenster erscheinende Fluoreszenz zu beobachten und auch die Zeitfenstereinstellung kontrollieren zu können, und von einem Vielkanalanalysator ACE-MCS (Multi Channel Scaler; 2  $\mu$ s/Kanal oder einer neuen und noch schnelleren Version mit bis 5 ns/Kanal) für grafische Darstellung, Speicherung und weitere Bearbeitung der Meßergebnisse registriert.

### 3.5. Röntgenquelle

Für die Emissionsaufnahme bei Röntgen-Anregung und für die TL-Aufnahmen wurde eine Röntgenquelle der Firma C.H.F. Müller GmbH, Modell HX549/000 mit Molybdänkathode, 5 mA maximalem Röhrenstrom und 120 kV maximaler Röhrenspannung, benutzt.

### 3.6. Probenhalter für die Röntgen-Anregung und TL-Messungen

Für Röntgen-Anregung und TL- Aufnahmen wurde ein 7 cm langer Zylinder aus Kupfer, Durchmesser 1 cm, als Probenhalter benutzt.

Er wurde an dem kleinen Heliumtank von unten angeschraubt. Der untere Teil wurde von zwei Seiten abgeschliffen, um Platz für die Befestigung der Probe und des Temperaturfühlers zu schaffen. Mit Hilfe von vier Schrauben und zwei kleinen Kupferstreifen wurden die Proben an dem Probenhalter befestigt (Abb. 3.2)

Zur Temperaturregelung wurde eine Heizung auf den Kupferzylinder aufgebracht. Als Heizung diente eine Manganindrahtwicklung (100 Ohm), die mit GE-Lack an den Zylinder festgeklebt wurde. Sie wurde mit einer Alu-Folie bedeckt, damit die Wärmestrahlung vom Probenhalter zum Kryostatenwärmeschild verringert wird.

Die Temperatur der Probe wurde mit Hilfe eines Pt-100 Widerstandes gemessen, der etwa 4 mm unterhalb der Probe mit GE-Lack, einem Kupferstück und Schrauben befestigt wurde. Die Temperaturmessung erfolgte über 4-Kontakte, wobei zwei für den angelegten Strom und zwei für die Spannungsmessung benutzt wurden.

Die Thermowiderstandskurve ist bekannt. Man kann durch direkten Vergleich die Temperatur ablesen.

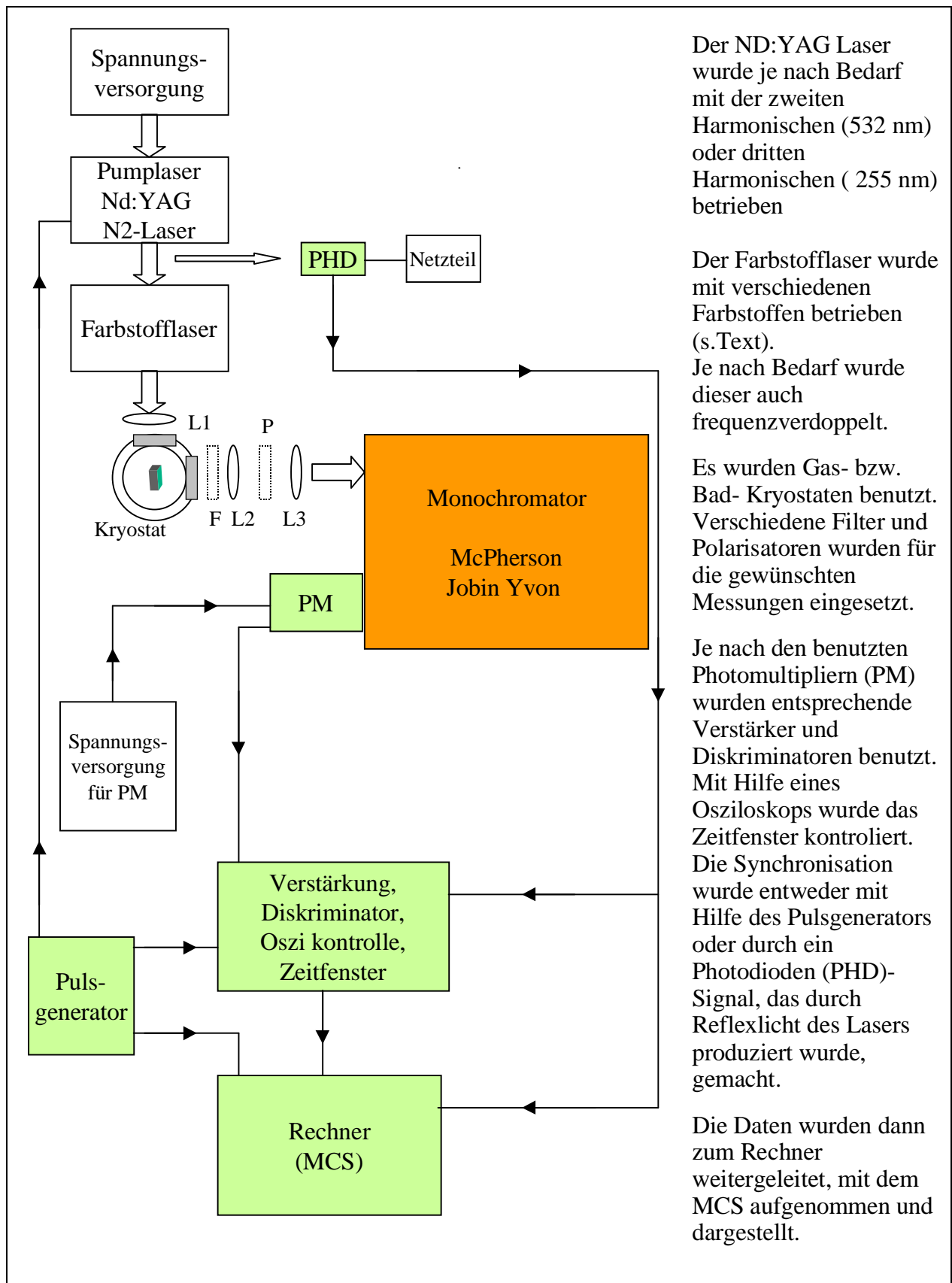
In Abb.3.1 ist die für die Anregungs- und Fluoreszenzmessungen und in Abb.3.2 die für die Röntgenanregung und TL-Messungen benutzte Meßapparatur dargestellt.

Die TL-Aufnahmen wurden in nullter Ordnung des Spektrometers aufgenommen. Nachdem die Probe etwa 1 Stunde mit Röntgenstrahlung bestrahlt worden war, wurde die Temperatur erhöht. Der angelegte Strom für die Heizung mußte manuell reguliert werden, was die erwünschte zeitlineare Temperaturerhöhung erschwerte.

Es wurden bei verschiedenen Temperaturen Fluoreszenzspektren unter Röntgenanregung aufgenommen, wobei Röntgenröhren-Spannung und -Strom konstant gehalten wurden. Dadurch wurden temperaturabhängige Fluoreszenzspektren erhalten.

### Literatur zum Kapitel 3:

- **Demtröder W. (1988)** „*Laser Spectroscopy*“, Springer Verlag, Germany
- **Neukum J. (1995)**, Dissertation am Institut für Festkörperphysik der THD: „*Spektroskopie und Dynamik der Quantenhochkonversion des  $Pr^{3+}$  in  $CsCdBr_3$ -Eigenschaften des Wirtskristalls*“



Der ND:YAG Laser wurde je nach Bedarf mit der zweiten Harmonischen (532 nm) oder dritten Harmonischen ( 255 nm) betrieben

Der Farbstofflaser wurde mit verschiedenen Farbstoffen betrieben (s.Text). Je nach Bedarf wurde dieser auch frequenzverdoppelt.

Es wurden Gas- bzw. Bad- Kryostaten benutzt. Verschiedene Filter und Polarisatoren wurden für die gewünschten Messungen eingesetzt.

Je nach den benutzten Photomultipliern (PM) wurden entsprechende Verstärker und Diskriminatoren benutzt. Mit Hilfe eines Oszilloskops wurde das Zeitfenster kontrolliert. Die Synchronisation wurde entweder mit Hilfe des Pulsgenerators oder durch ein Photodioden (PHD)-Signal, das durch Reflexlicht des Lasers produziert wurde, gemacht.

Die Daten wurden dann zum Rechner weitergeleitet, mit dem MCS aufgenommen und dargestellt.

Abb.3.1.: Aufbau der Meßanordnung für Fluoreszenz –und Anregungsspektren sowie für polarisierte und temperaturabhängige Aufnahmen

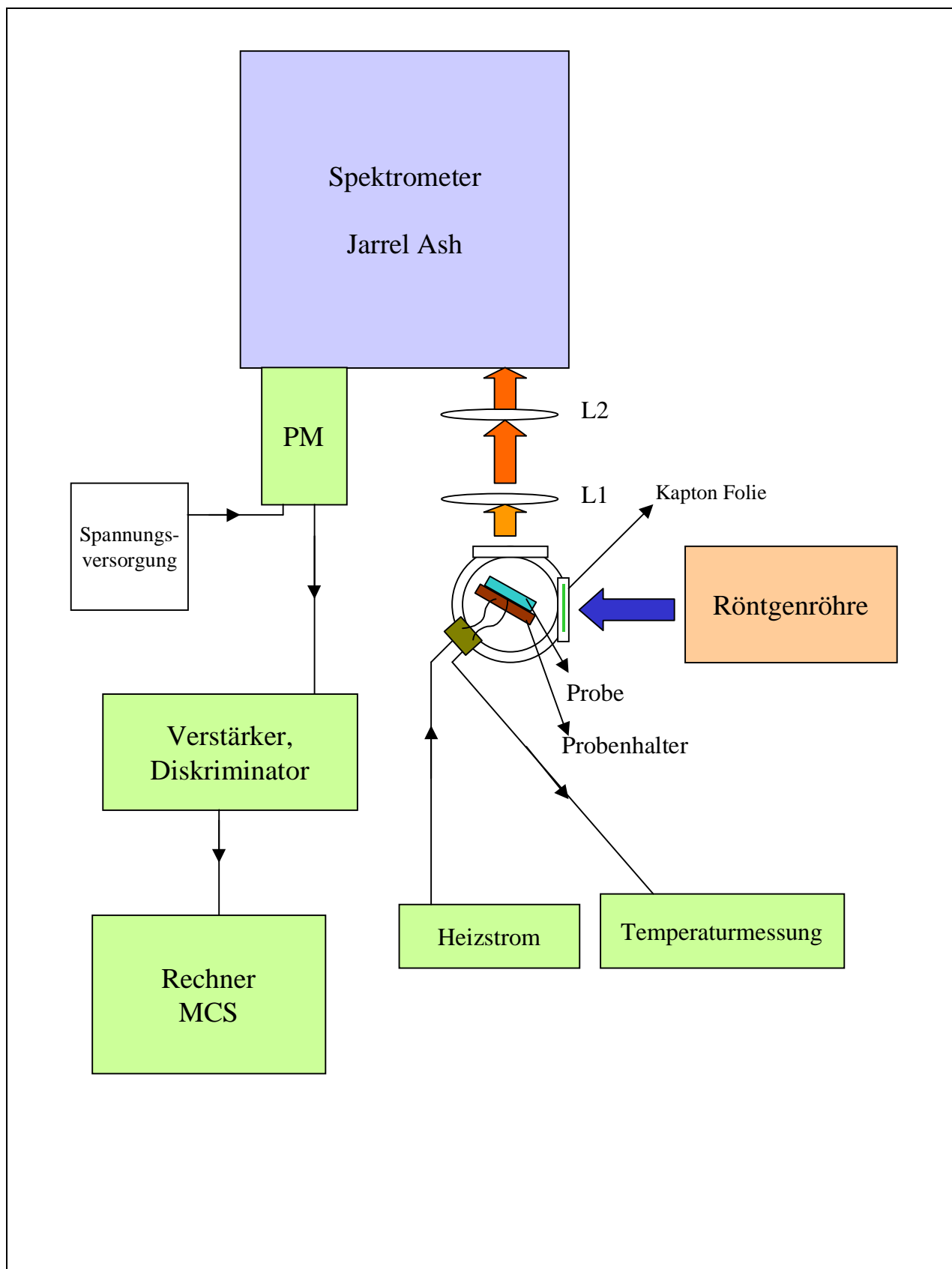


Abbildung 3.2.: Aufbau der Meßanordnung für TL und Röntgen-Anregung

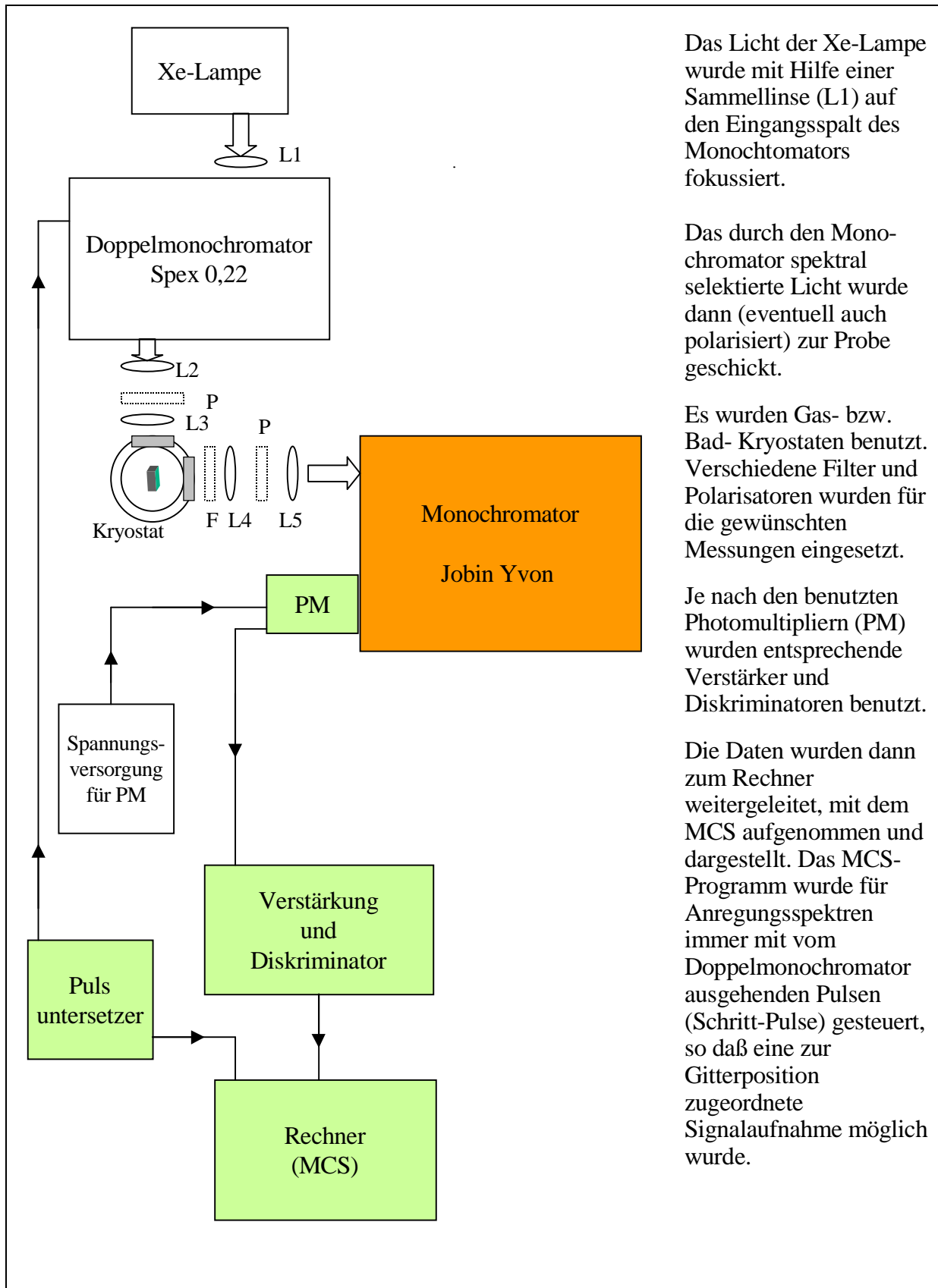


Abbildung 3.3.: Aufbau der Meßanordnung mit Xe-Lampe für Anregungs- und Emissionsspektren sowie für polarisierte und temperaturabhängige Aufnahmen