

Fakultät für Physik und Astronomie

Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

Diplomarbeit

im Studiengang Physik

vorgelegt von

Johannes Braun

aus Landau/Pfalz

2003

Entwicklung eines
Kristallspektrometers für
röntgenspektroskopische
Untersuchungen an hochgeladenen
Ionen

Die Diplomarbeit wurde von Johannes Braun ausgeführt am
Max-Planck-Institut für Kernphysik in Heidelberg
unter der Betreuung von

Herrn Priv.-Doz. Dr. J.R. Crespo López-Urrutia

sowie von

Herrn Prof. Dr. J. Ullrich
Max-Planck-Institut für Kernphysik

Zusammenfassung:

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde ein Röntgenkristallspektrometer entwickelt, welches an der neuen Electron Beam Ion Trap (EBIT) am Max-Planck-Institut für Kernphysik (MPI-K) zum Einsatz kommen wird. Es soll die bisher verwendeten Germanium-Detektoren im Hinblick auf seine weitaus höhere Energieauflösung ergänzen und somit neue Möglichkeiten für Präzisionspektroskopische Messungen an hochgeladenen Ionen eröffnen. Schwere Ionen mit wenigen oder sogar nur einem Elektron stellen ideale Systeme dar, grundlegende physikalische Konzepte, wie die Relativistik, die Quantenelektrodynamik in starken Feldern sowie Kernstruktureffekte anhand ihrer Beiträge zur Bindungsenergie präzise zu vermessen und zu überprüfen. Ziel war ein Spektrometer mit möglichst großer Effizienz, Auflösung, Reproduzierbarkeit und Bedienungsfreundlichkeit unter den gegebenen apparativen Randbedingungen zu entwickeln. Die Diplomarbeit umfaßte dabei die Festlegung der Spezifikationen, sowie der Geometrie, seinen kompletten Entwurf, das Zeichnen aller seiner Elemente mit Hilfe einer professionellen 3D-Konstruktionssoftware, die Betreuung der Herstellung der Teile in der mechanischen Werkstatt des MPI-K. Nach erfolgtem Zusammenbau wurden erste Röntgenspektren mit einer radioaktiven Eisenquelle und einer Teströntgenquelle aufgenommen und ausgewertet. Hierbei sollten die Funktion demonstriert und charakteristische Eigenschaften, wie Auflösungsvermögen und Reproduzierbarkeit, ermittelt werden.

Abstract:

In this Diploma thesis, an x-ray crystal spectrometer was developed for use at the new Electron Beam Ion Trap (EBIT) facility of the Max-Planck-Institute for Nuclear Physics (MPI-K). The spectrometer will complement the existing Ge solid state detectors already in operation at the EBIT and, with its increased energy resolution, enable new precision spectroscopic measurements on highly charged ions to be made. Heavy ions with few or only one electron are ideal systems with which fundamental physical concepts such as relativity, quantum electrodynamics in heavy fields, and nuclear structure effects can be measured and verified. The aim was to develop a spectrometer with the highest possible efficiency, resolution, reproducibility, and ease-of-use under the conditions presented by the EBIT. This Diploma work details the overall concept and realisation of the spectrometer, from the drawings of all the elements with a professional 3D design package to the supervision of the manufacturing process at the mechanical workshop of the MPI-K. After assembly, the first x-ray spectra of a radioactive iron source and test x-ray source were recorded and analysed, thereby demonstrating the spectrometer's function and allowing its characteristics, such as line resolution and reproducibility, to be determined.

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	11
1 Electron Beam Ion Trap	15
1.1 Funktionsprinzip einer EBIT	16
1.2 Kenndaten der Heidelberger EBIT	17
2 Physikalische Grundlagen	19
2.1 Entstehung und Erzeugung von Röntgenstrahlung	19
2.2 Kristallstruktur	22
2.3 Das Gesetz von W. Bragg	24
2.4 Absolute Wellenlängenmessung in Reflexion	27
2.5 Absorption und Streuung von Röntgenstrahlung	29
3 Der Aufbau des Spektrometers	33
3.1 Vakuumkammer	33
3.1.1 Anschlüsse	35
3.1.2 Form der Vakuumkammer	36
3.1.3 Montage an die EBIT	36
3.2 Kristallmanipulationseinheit	37
3.2.1 Kristallhalter	37
3.2.2 Längs-Verschiebemanipulator	39
3.2.3 Die Rotationsplattform	40
3.2.4 Die Winkelmessung	40
3.3 Detektoreinheit	41
3.3.1 Kamerawagen	42
3.3.2 Kamera	43
4 Testmessungen	47
4.1 Erste Aufnahmen	47
4.2 Bestimmung des Auflösungsvermögens der Si(220) und LiF(220) Kristalle	51

4.2.1	Quellverbreiterung	51
4.2.2	Krümmung der Linien auf dem CCD-Chip	52
4.2.3	Meßverfahren und Anfitten der Meßdaten	53
4.3	Reflektivitätsvergleich der Kristalle	57
4.4	Reproduzierbarkeit bei Kristallverschiebung	60
	Zusammenfassung	63
	A Anhang	65
A.1	Farbtafeln	65
	Literaturverzeichnis	69

Tabellenverzeichnis

1.1	Kenndaten der Heidelberger EBIT	18
2.1	Netzebenenabstände der verwendeten Kristalle	24
2.2	Brechzahl δ in Abhängigkeit von der Wellenlänge λ	26
3.1	Kenndaten der Photometrics Series 300 CCD-Kamera	43
4.1	Bedingungen bei der Aufnahme von Abb. 4.3 und bei der Messung des Auflösungsvermögens von LiF220 bzw. Si220	50
4.2	FWHM der K_{α_1} -Linie (Si220)	55
4.3	FWHM der K_{α_1} -Linie (LiF220)	57
4.4	Reflektivität der Kristalle LiF220, Si220 und Ge220	59

Abbildungsverzeichnis

1.1	Potentialverlauf in der EBIT	17
1.2	Anordnung der Einzelkomponenten der Heidelberger EBIT	18
2.1	Bezeichnung der verschiedenen Übergänge innerhalb eines Atoms . . .	20
2.2	Entstehung von Bremsstrahlung im Coulombfeld eines Atomkerns . . .	21
2.3	Spektrum einer Wolframanode bei einer Elektronenenergie von 100 keV	21
2.4	Flächenzentriertes Gitter	23
2.5	Beispiele von Netzebenen und ihre Millerschen Indizes	23
2.6	Zur Herleitung des Bragg-Gesetzes	24
2.7	Modifizierung des Bragg-Gesetzes durch Brechung	25
2.8	Geometrie im Lauefall	27
2.9	Geometrische Verhältnisse bei der Messung mit zwei Kristallen zur absoluten Wellenlängenmessung	28
2.10	Transmission durch eine 25 μm Berylliumfolie in Abhängigkeit von der Röntgenenergie	30
2.11	Transmission durch 90 cm Heliumatmosphäre in Abhängigkeit von der Röntgenenergie	30
2.12	Transmission durch einen 0.1 mm und 3 mm dicken Siliziumkristall in Abhängigkeit von der Röntgenenergie	31
3.1	Prinzipielle Anordnung der Komponenten des Spektrometers	34
3.2	Anschlüsse der Vakuumkammer	36
3.3	Form der Vakuumkammer	37
3.4	Kristallmanipulationseinheit	38
3.5	Kristallhalter mit Faserung	39
3.6	Abbildendes Meßprinzip	41
3.7	Spektrale Nachweiswahrscheinlichkeit des SITe 003B CCD-Chips . . .	44
3.8	Ladungsverschiebung in einem CCD-Chip	45
3.9	Spektrometer mit CCD-Kamera	46
4.1	Targethalterung mit Target	48

4.2	Anschlußplan der Röntgenquelle	49
4.3	Die Eisenlinien auf dem CCD-Chip	50
4.4	Beitrag der Quellengröße auf die Linienbreite	52
4.5	Entstehung der Linienkrümmung auf dem CCD-Chip	53
4.6	Meßdaten (Si220) mit Lorentzsimulierter K_{α_1} - und K_{α_2} - Linie	55
4.7	K_{α_1} -Linie (Si 220) mit Voigtfit	56
4.8	Meßdaten (LiF220) mit Gaußsimulierter K_{α_1} - und K_{α_2} - Linie	58
4.9	K_{α_1} -Linie (LiF220) mit Voigtfit	58
4.10	Aufbau zur Messung der Aktivität der ^{55}Fe -Quelle	60
4.11	Veränderung der Position der K_{α_1} -Linie (LiF220) durch Betätigung des Z-Manipulators	61
4.12	Veränderung der Position der K_{α_1} -Linie (Si220) durch Betätigung des Z-Manipulators	62
A.1	Spektrometer	65
A.2	Spektrometer mit Röntgenquelle im Vordergrund	66
A.3	Spektrometer mit Turbomolekularpumpe	67

Einleitung

Die Vorstellungen, die wir heute über den Aufbau und die Struktur der Atome haben, sind vorwiegend zu Beginn des letzten Jahrhunderts entstanden. Um die Natur der Atome zu beschreiben, wurden Modelle entwickelt, welche die zum damaligen Zeitpunkt bereits gesammelten Erkenntnisse wiedergaben. Gleichzeitig sollten diese Modelle auch die Möglichkeit bieten, noch nicht erforschte Eigenschaften der Atome vorherzusagen. So konnte z.B. das Bohr'sche Atommodell gewisse experimentelle Beobachtungen treffend voraussagen. Doch mit der Weiterentwicklung der verschiedenen Meßmethoden wurde eine immer größere Präzision erreicht, und es ließen sich deutliche Abweichungen von den einfachen theoretischen Vorhersagen erkennen. Um diese Widersprüche aufzuheben, sind nach und nach neue, immer genauere theoretische Modelle, die Quantenmechanik, die relativistische Quantenmechanik und die Quantenelektrodynamik (QED) entwickelt worden. Experimentelle Fortschritte in der Atomphysik, die Entwicklung immer präziserer Meßmethoden, waren dabei fast immer der entscheidende Antrieb. Bis heute beschreibt die Quantenelektrodynamik die Natur der Atome am erfolgreichsten und bildet gewissermaßen die konzeptionelle Grundlage aller feldtheoretischen Modelle auf der z.B. auch die Quantenchromodynamik und das Standardmodell aufbauen.

Viele bedeutende Effekte in der Atomphysik sind aufgrund ihrer verschwindend kleinen Beiträge schwer nachzuweisen. In vielen Fällen wird die notwendige Meßgenauigkeit nur in Verbindung mit einem erheblich gesteigerten experimentellen Aufwand erreicht. Zu diesen Effekten zählen z.B. die Feinstrukturaufspaltung, die durch die Spin-Bahn-Kopplung auf den Elektronenspin hinweist und ein relativistischer Effekt ist; die Hyperfeinstruktur, viel kleiner noch, die den ersten Hinweis auf die Existenz des Kernspins gab; die Hyperfeinanomalie, die durch die Verteilung der Kernmagnetisierung entsteht, und die Lamb-Verschiebung, die zum ersten Mal eine Kopplung des Elektronenfeldes mit dem Photonfeld zeigte und die Entwicklung der QED auslöste.

Durch die Verfügbarkeit von hochgeladenen Ionen sind in letzter Zeit neue Mög-

lichkeiten entstanden. Die erwähnten Effekte skalieren nämlich häufig mit hohen Potenzen der Kernladung (Z), wie z.B. die Verschiebung der Niveaus durch Kerngrößenbeiträge im Atom mit Z^6 , die Beiträge der QED mit Z^4 und die Hyperfeinstrukturaufspaltung mit Z^3 . Benutzt man nun hochgeladene Ionen, die nur wenige Elektronen besitzen und somit theoretisch einfacher als die Vielelektronensysteme behandelt werden können, so nehmen diese Effekte Größen an, die, anstatt μeV bis meV , bis zu einigen 100 eV betragen können - z.B. erreicht die Lamb-Verschiebung des U^{91+} 1s-Niveau eine Größe von 469 eV . Das wiederum heißt, daß der Spektroskopiebereich, in dem man die gewünschten Informationen erhält, sich vom optischen bei Atomen hin zum Röntgenbereich bei hochgeladenen Ionen verschiebt.

Das im Rahmen dieser Diplomarbeit aufgebaute Spektrometer soll für hochaufgelöste Spektroskopie im Röntgenbereich eingesetzt werden. Die Entwicklung dieses Teilgebietes der Physik begann mit der Entdeckung der Röntgenstrahlung im Jahre 1895 durch Wilhelm Conrad Röntgen [Aga91], doch für weitere zwanzig Jahre war nicht klar, ob es sich dabei um Teilchenstrahlung oder um elektromagnetische Wellen handelte. Falls Röntgenstrahlung elektromagnetische Wellen wären, so sollte dies zur Beobachtung von Beugungserscheinungen an einem Gitter führen. Max von Laue hatte die Idee, die vermutete periodische Raumstruktur von Kristallen, die bis dahin ebenfalls noch nicht eindeutig nachgewiesen worden war, als Beugungsgitter zu nutzen [FKv12]. In einem ersten Versuch zum Nachweis der Röntgenbeugung an Kristallen konnten damit Laue, Friedrich und Knipping diese beiden grundlegenden Annahmen durch ein einziges Experiment (1912) bestätigen. Eine theoretische Erklärung formulierten bereits zu diesem Zeitpunkt von Laue [von12] selbst, wie auch Ewald [Ewa13]. Doch letztendlich lieferte W.L. Bragg eine einfachere Betrachtungsweise [Bra12], welche die Gitterstruktur eindeutig mit den Beugungsreflexen verband und zudem erklärte, warum unterschiedliche Gitterabstände in ein und demselben Kristall existieren können. Dies war die Grundlage für die daraufhin einsetzende Entwicklung von Kristallröntgenspektrometern.

Im Jahre 1914 erschien der erste Bericht von Rutherford und Andrade [RA14a, RA14b] über ein γ -Spektrometer, welches das Prinzip der Beugung an Kristallen in Transmission ausnutzte. Es folgte die Entwicklung verschiedener Spektromer-typen, welche Kristalle auf unterschiedliche Weise einsetzen. Yvette Cauchois erfand 1932 ein Spektrometer [Cau32], bei dem ein gekrümmter Kristall verwendet wurde. Es eignete sich dadurch besonders gut, Licht aus diffusen Quellen zu spektroskopieren. Um eine größere Effizienz zu erreichen, führte Jesse DuMond 1947 eine Geometrie ein [DuM47], bei der der Kristall zylindrisch gekrümmt ist. Andere, häufig verwendete, Geometrien wurden von von Hámos und Johann erfunden.

Für hohe Auflösung bei Energien im unteren MeV Bereich stehen heute weltweit Zwei-Kristall-Transmissionsspektrometer, eines ist das GAMS4 am Institute Laue-Langevin [KGD 88], zur Verfügung. Eine große Vielfalt an Instrumenten für alle Röntgenenergiebereiche, wurden für den Einsatz an modernen Synchrotronstrahlungsquellen entwickelt.

Das in dieser Diplomarbeit entworfene und aufgebaute Spektrometer benutzt flache Kristalle in Reflexionsgeometrie, wobei auch die Möglichkeit zu Transmissionsmessungen vorgesehen wurde. Die Vorgaben waren: Ein hohes Auflösungsvermögen, eine genaue und reproduzierbare Kristallpositionierung, die durch ein präzises Winkelmeßsystem erreicht wird und eine ausgezeichnete Quanteneffizienz, die durch die Verwendung eines kryogenischen Detektors (CCD) im Ultrahochvakuum (UHV) gewährleistet wird. Gleichzeitig ermöglicht das gute Vakuum die direkte Ankopplung an die Heidelberger Elektronenstrahl-Ionenfalle (Electron Beam Ion Trap, EBIT), die ebenfalls bei UHV Bedingungen betrieben wird. Diese Ionenfalle kann Ionen in extrem hohen Ladungszuständen stationär erzeugen und speichern. Sämtliche Meßdaten des Spektrometers können über einen PC ausgelesen werden; zudem lassen sich alle Einstellungen mit einem Computer vornehmen, was die Reproduzierbarkeit verbessert und eine einfache Bedienung ermöglicht. Die genannten Anforderungen an das Spektrometer, zusammen mit den apparativen Bedingungen, die von der EBIT vorgegeben waren, bestimmten die Planung und den Aufbau des Instruments.

Im ersten Kapitel werden Prinzip und Aufbau der EBIT beschrieben, an der das Spektrometer eingesetzt wird. Das zweite Kapitel widmet sich der Darstellung der physikalischen Grundlagen, wie die Entstehung von Röntgenstrahlung (2.1), die Kristallstruktur (2.2), die Braggreflexion (2.3) und die Absorption von Röntgenstrahlung (2.5), die für die Konstruktion ausschlaggebend waren. In Kapitel drei wird der Aufbau des Spektrometers mit seinen Einzelteilen, die Vakuumkammer, die Kristallmanipulationseinheit und die Detektoreinheit gezeigt und erläutert. Der Darstellung der Ergebnisse der Testmessungen, die zur Ermittlung des Auflösungsvermögens, der Reflektivität und der Reproduzierbarkeit durchgeführt wurden, folgt eine kurze Zusammenfassung.

Kapitel 1

Electron Beam Ion Trap

Die in der Praxis wichtigste Methode hochgeladene Ionen zu erzeugen, nämlich die Elektronenstoßionisation, wird mit zunehmender Ionenladung immer schwieriger. Die Gründe hierfür sind der stark abnehmende Wirkungsquerschnitt ($\sim Z^{-4}$), die immer höhere Energie, die dafür benötigt wird, sowie die zunehmende Bedeutung von Rekombinationsprozessen, unter anderem des Ladungsaustausches, der auftritt wenn die Ionen auf Restgasatome treffen und dessen Unterdrückung somit sehr hohe Anforderungen an das Vakuumsystem stellt. Um ein Elektron aus einem Atom zu lösen, benötigt man Schwerpunktsenergien, die höher sind als die Bindungsenergie des Elektrons. Solch hohe Stoßenergien können z.B. erreicht werden, in dem man einen relativistischen Ionenstrahl auf ein festes Folientarget schießt (sogenannte *Beam-foil-stripping*), oder aber indem man einen Elektronenstrahl mit erheblich, nämlich ($\frac{m_{Ion}}{m_e}$) geringerer Energie (m_{Ion} : Ionenmasse, m_e : Elektronenmasse) auf ein festes Ionentarget oder aber auf Ionen in einer Falle richtet. Die letztere Methode wird bei der Electron Beam Ion Trap (EBIT) verwendet und birgt den weiteren Vorteil in sich, daß die Ionen in der Falle im Vergleich zu den bei den beam-foil notwendigen Energien nur thermische Geschwindigkeiten besitzen und somit besser spektroskopisch untersucht werden können. Bereits vor 40 Jahren wurde gezeigt, daß es möglich ist, hochgeladene Ionen zu erzeugen, welche durch die Raumladung eines Elektronenstrahls gespeichert werden [Plu57]. Der Durchbruch gelang ein Jahrzehnt später, als Ewegenii Donets am Joint Institute für Kernforschung in Dubna (ehemals USSR) die erste Elektronenstrahl-Ionenquelle entwickelte [Don89]. Daraufhin wurde am Lawrence National Laboratory (USA), die auf das gleiche Prinzip basierende EBIT entwickelt, um Messungen an hochgeladenen, gespeicherten Ionen durchführen zu können. Mit der EBIT ist es nun möglich, alle Ionensorten bis hin zu „nacktem“ Uran (U^{92+}) zu erzeugen [MLK 88].

1.1 Funktionsprinzip einer EBIT

Die EBIT besteht aus einer Elektronenkanone, einer Anzahl von Fallenelektroden (sogenannte Driftröhren) in der Mitte eines supraleitenden Magneten und einem Elektronenkollektor (siehe Abb. 1.1). Elektronen, die aus der Kanone austreten, werden durch eine angelegte Hochspannung auf Energien von einigen hundert Elektronenvolt bis zu mehreren hundert keV beschleunigt und axial ins Magnetfeld injiziert. Dabei fliegen sie entlang der Feldlinien des Magnetfeldes, das durch die Helmholtzspulen des supraleitenden Magneten erzeugt wird. Da die Feldliniendichte zur Mitte des Fallenvolumens hin ansteigt, wird der Elektronenstrahl auf dem Weg dorthin immer stärker komprimiert. Durch diese Verringerung des Strahldurchmessers, der in der Mitte des Magnetfeldes in etwa $60 \mu\text{m}$ beträgt, steigt die Stromdichte und das Fallenvolumen verkleinert sich in radialer Richtung. Die Elektronen fliegen weiter zum Kollektor hin, werden abgebremst und dort bei einer Energie von etwa 2 keV wieder eingefangen. Abgebremst werden sie dadurch, daß der Kollektor in etwa das gleiche Potential besitzt wie die Elektronenkanone. Atome, die vom Elektronenstrahl getroffen werden, werden ionisiert. Das nun positiv geladene Ion wird „vom Elektronenstrahl angezogen“, da dieser eine negative Raumladung darstellt, die eine Potentialabsenkung von bis zu mehreren hundert Elektronenvolt verursachen kann. Dadurch kann das Ion in radialer Richtung nicht mehr aus dem Fallenvolumen entkommen, und die Anziehung bewirkt außerdem, daß das Ion schließlich wieder in den Elektronenstrahl gelangt und weiter ionisiert wird. Durch diesen sich ständig wiederholenden Prozeß erreicht man immer höhere Ladungszustände. Ist das Ionisationspotential des nächsthöheren Ladungszustandes höher als die Energie des Elektronenstrahls, so wird dieser Zustand nicht mehr erreicht. Zeitgleich werden von den Ionen wieder Elektronen vom Elektronenstrahl (Rekombination) oder von benachbarten Atomen (Ladungstransfer) eingefangen. Es stellt sich somit ein Gleichgewichtszustand ein. Wie schnell dieser erreicht wird, hängt in erster Linie von der Elektronenenergie, der Stromdichte und dem Restgasdruck ab. Bei den leichten bis mittelschweren Elementen sind die Rekombinationsprozesse im Vergleich zur Ionisation vernachlässigbar, und der erreichte Ladungszustand hängt ausschließlich von der Elektronenstrahlenergie ab. Bei sehr schweren Elementen am Ende des Periodensystems gewinnen die Rekombinationsprozesse an relativer Bedeutung, es stellt sich eine gewisse Ladungsverteilung der Ionen im Gleichgewicht ein. Entlang der Strahlachse wird die Falle durch eine Potentialbarriere begrenzt, welche durch einen Satz Elektroden, den bereits erwähnten Driftröhren, erzeugt wird. Durch Veränderungen der dort angelegten Spannungen kann die Falllänge verändert, bzw. können die Ionen extrahiert werden. Die extrahierten Ionen werden über ein Strahlrohr verschiedenen experimentellen Aufbauten zugeführt, welche z.B. die Dynamik

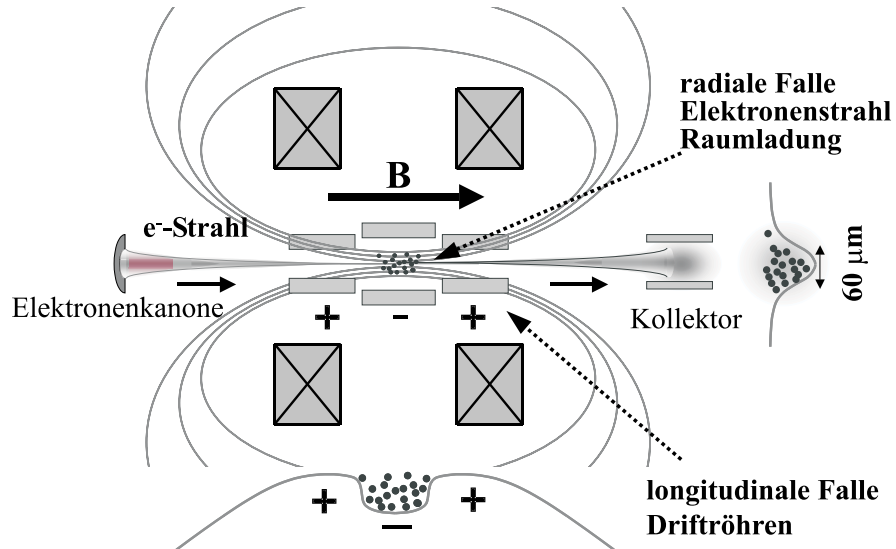


Abbildung 1.1: Potentialverlauf in der EBIT

von Atom-Ion-Stößen untersuchen. Über einen Gasinjektor besteht die Möglichkeit, Atome einer bestimmten Gassorte in das Fallenvolumen einströmen lassen. Festkörperlaserionen werden mit Hilfe der Laserionenquelle in die EBIT injiziert [MTW 03]. In der Heidelberger EBIT wurden, als sie sich noch in Freiburg befand, Ba^{53+} und Xe^{51+} -Ionen nachgewiesen [CBF 00]. In Heidelberg wurden bereits Ba^{56+-} , Xe^{54+-} und Hg^{78+-} -Ionen erzeugt.

1.2 Kenndaten der Heidelberger EBIT

In der Tabelle 1.1 sind die spezifischen Kenndaten der Heidelberger EBIT zusammengefasst [Wer00].

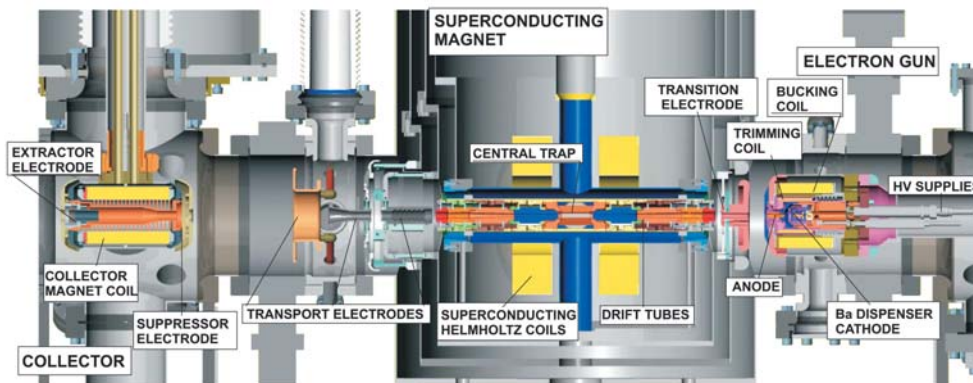


Abbildung 1.2: Anordnung der Einzelkomponenten der Heidelberger EBIT

Magnetfeld	8T (9T) bei einer Temperatur von 4K (2,5K)
Strahlenergie	bis 350 keV, momentan 100 keV
Elektronenstrom	bis 750 mA, momentan 350 mA
Stromdichte	maximal $10 \times 10^3 \text{ A/cm}^2$
Fallenlänge	variabel, von 2 cm bis 28 cm
Anzahl der Driftröhren	9
Extraktionsenergie	bis 30 keV aus der Falle, Nachbeschleunigung bis auf 350 keV pro Ladungszustand
Ionenstrom	10^3 bis 10^8 Ionen pro Sekunde
Emittanz	$2 \pi \text{ mm mrad}$ (geschätzt)

Tabelle 1.1: Kenndaten der Heidelberger EBIT

Kapitel 2

Physikalische Grundlagen

2.1 Entstehung und Erzeugung von Röntgenstrahlung

Bei der Röntgenstrahlung handelt es sich um elektromagnetische Wellen im Energiebereich von 0,1 bis 100 keV, wobei diese Grenzen durchaus fließend sind und oft unterschiedlich definiert werden. Seit der Entdeckung dieser Strahlung (1895) haben sich eine Fülle von Anwendungsgebieten erschlossen, die von medizinischen Röntgenbildern und Röntgen-Computertomographen über Materialforschung, bis hin zur Röntgenastronomie reichen. Man unterscheidet zwischen zwei Arten von Röntgenstrahlung: Die sogenannte „charakteristische“ Röntgenstrahlung, die von Atomen ausgesandt wird und je nach Element diskrete Wellenlängen aufweist, und die Bremsstrahlung, die ein kontinuierliches Spektrum aufweist. Die Entstehung beider soll im Folgenden erläutert werden.

Die charakteristische Röntgenstrahlung entsteht, wenn ein Elektron, das sich auf einem angeregten Niveau befindet, seine Energie durch z.B. einen elektromagnetischen Dipolübergang zu einem niederen Niveau abgibt; dabei wird ein Photon mit der entsprechenden Energie emittiert. Nach der klassischen Benennung der Hauptschalen mit den Buchstaben K ($n=1$), L ($n=2$), M ($n=3$) . . . , werden die Übergänge von der L- zur K-Schale mit K_α , von der M- zur K-Schale als K_β usw. klassifiziert. Übergänge zur L-Schale werden entsprechend mit L_α, L_β, \dots , zur M-Schale mit M_α, M_β, \dots bezeichnet. Da die Niveaus durch die Feinstruktur, der Wechselwirkung zwischen dem Bahndrehimpuls (\vec{l}) und dem Spin (\vec{s}) des Elektrons, aufgespalten sind, werden zusätzlich noch Zahlen zur Indizierung verwendet. So wird der Übergang von dem energetisch höheren P Niveau, dem ${}^2P_{\frac{3}{2}}$, zum ${}^1S_{\frac{1}{2}}$ mit K_{α_1} , und der Übergang vom energetisch tiefer liegenden Niveau ${}^2P_{\frac{1}{2}}$ zum ${}^1S_{\frac{1}{2}}$ mit K_{α_2} bezeichnet, wobei der Index $\frac{1}{2}$ und $\frac{3}{2}$ den jeweiligen Gesamtdrehimpuls (\vec{j}) angibt.

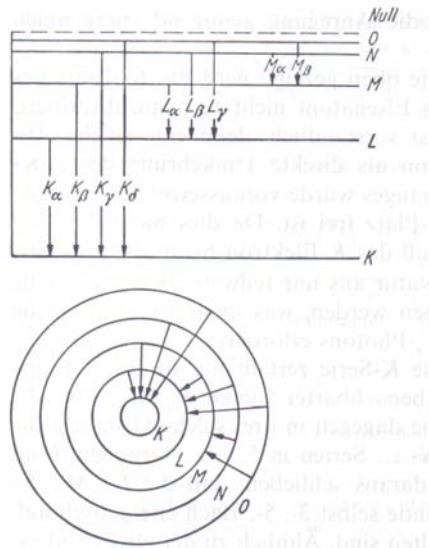


Abbildung 2.1: Bezeichnung der verschiedenen Übergänge innerhalb eines Atoms

Für den Zusammenhang zwischen der Frequenz der langwelligsten K_α -Linie und der Ordnungszahl (Z : auch Kernladungszahl) eines Elementes fand Moseley folgende empirische Formel:

$$\nu_{K_\alpha} = \frac{3}{4}R_\infty(Z - 1)^2 \quad (2.1)$$

Hierbei ist R_∞ die Rydbergkonstante. In dieser Näherungsformel wird die Ordnungszahl um eins vermindert, da das zweite Elektron in der K-Schale die Kernladung zum Teil abschirmt. Damit ein Übergang stattfinden kann, muß ein freier Zustand (ein Loch) in der K-Schale vorhanden sein. Dies kann man z.B. erreichen indem man ein Material mit Elektronen beschießt und somit die Elektronen unter anderem aus dem unteren Energieniveau herausschlägt. Dabei entsteht aber auch zusätzlich Bremsstrahlung, welche dem charakteristischen Spektrum überlagert ist.

Aus der Herleitung des elektromagnetischen Feldes eines schwingenden Dipols ist bekannt, daß eine beschleunigte elektrische Ladung elektromagnetische Wellen aussendet [Dem95]. Elektronen, die nun mit großer Geschwindigkeit auf ein Material (z.B. Eisen) treffen, werden im Coulombfeld der Kerne abgelenkt und erfahren dadurch eine Beschleunigung (Bild 2.2), die, bei entsprechender Energie der Elektronen zur Emission von Röntgenstrahlung führt. Die maximale Energie eines Photons ist gleich der kinetischen Energie eines vollständig abgebremsten Elektrons [Dem96].

2.1. Entstehung und Erzeugung von Röntgenstrahlung

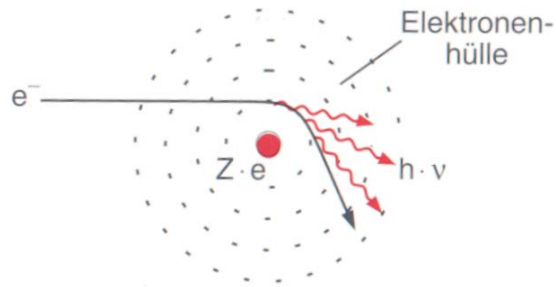


Abbildung 2.2: Entstehung von Bremsstrahlung im Coulombfeld eines Atomkerns

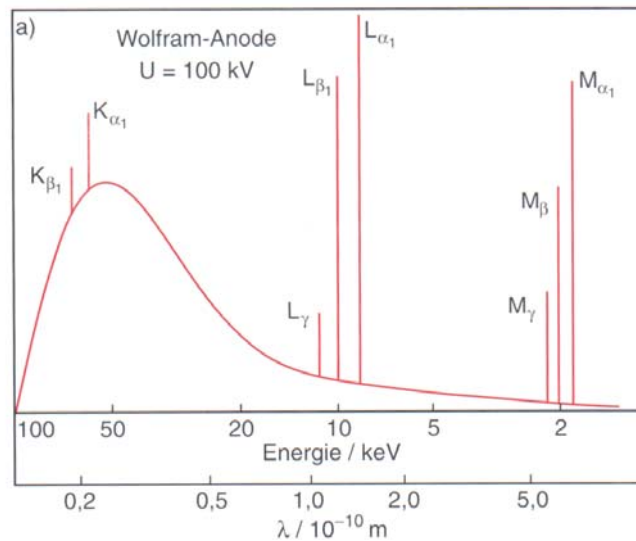


Abbildung 2.3: Spektrum einer Wolframanode bei einer Elektronenenergie von 100 keV

$$h\nu_{max} = E_{kin_{max}} = eU \quad (2.2)$$

Dabei ist U die Spannung, welche die Elektronen bei ihrer Beschleunigung durchlaufen. In Bild 2.3 ist ein charakteristisches Spektrum, zusammen mit der kontinuierlichen Bremsstrahlung zu sehen, welches entsteht, wenn ein 100 keV Elektronenstrahl auf eine Wolfram-Anode trifft.

Röntgenemission nach radioaktiven Zerfällen

Ein weiterer Prozess, bei dem ein freier Zustand in den unteren Niveaus eines Atoms entstehen kann und durch anschließende Rekombination charakteristische Röntgen-

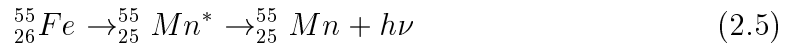
strahlung ausgesendet wird, ist der Elektroneneinfang durch den Atomkern. Hier wird mit weitaus größter Wahrscheinlichkeit ein Elektron der K-Schale im $^1S_{\frac{1}{2}}$ Niveau, das den kleinsten Bohr'schen Radius hat und somit sich am nächsten am Kern befindet, durch diesen eingefangen. Im Kern gehen dabei ein Proton und das eingefangene Elektron in ein Neutron und ein Elektronneutrino über.



Dabei wandelt sich der Kern in ein anderes Element um [Dem98], die Ordnungszahl Z verringert sich um eins.



Bei der Eisenquelle, die für Testmessungen verwendet wurde, wandelt sich Eisen (^{55}Fe) in angeregtes Mangan um; anschließend werden die charakteristischen Linien von Mangan emittiert.



2.2 Kristallstruktur

Kristalle sind Festkörper mit einer periodischen Struktur, d.h. die Atome sind in regelmäßigen Abständen auf sogenannten Gitterplätzen angeordnet. Die Abstände liegen in einer Größenordnung, die geeignet ist, Interferenz- und Beugungseffekte im Röntgenbereich hervorzurufen. Die jeweils sehr schwachen Reflektionen an den einzelnen Atomen addieren sich dann kohärent über viele Ebenen und führen zu einem stark ausgeprägten Reflektionsvermögen, wenn die entsprechende Winkelbedingung erfüllt wird (Kap. 2.3). Typische Kristalle können eine intrinsische Auflösung $\frac{\lambda}{\Delta\lambda}$ von 1000 bis 100000 aufweisen, und werden daher in vielen technischen Bereichen zur Auswahl monochromatischer Röntgenstrahlung aus einem breiten Spektrum (z.B. Bremsstrahlung), verwendet. Die in diesem Spektrometer eingesetzten Kristalle (Tabelle 2.1) haben eine flächenzentrierte kubische Anordnung (fcc), d.h. die Atome befinden sich an den Eckpunkten eines Würfels und in der Mitte einer jeden Seitenfläche. Die Gitterkonstante a gibt dabei die Kantenlänge an (siehe Bild 2.4).

Die Netzebenen werden durch Millersche Indizes gekennzeichnet. Diese Notation erlaubt es, die Stellung der Ebene im Kristallgitter in bezug auf ein Achsensystem (x,y,z) zu beschreiben. Eine Ebene ist vollständig durch die drei Schnittpunkte (a,b,c) mit den Koordinatenachsen definiert. Jeder weitere Punkt der Ebene kann durch die Ebenengleichung

$$\frac{x}{a} + \frac{y}{b} + \frac{z}{c} = h \times x + k \times y + l = 1 \quad (2.6)$$

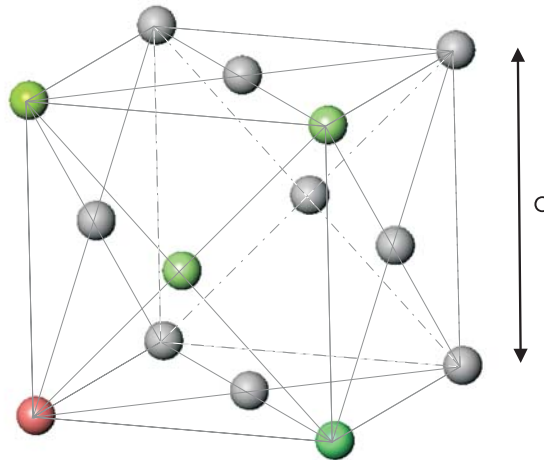


Abbildung 2.4: Flächenzentriertes Gitter (das Atom am Würfelursprung ist rot, die Atome der Vorderfläche sind grün gekennzeichnet)

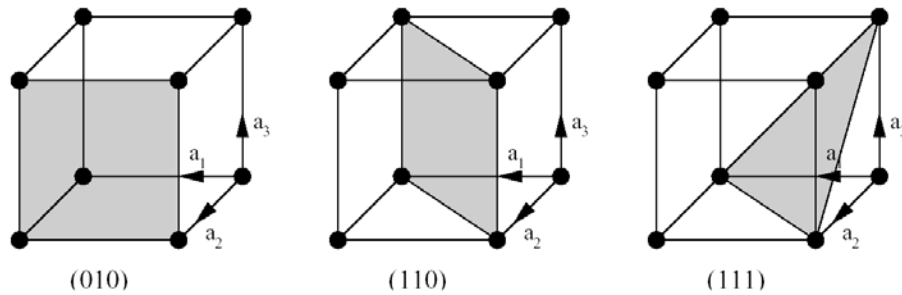


Abbildung 2.5: Beispiele von Netzebenen und ihre Millerschen Indizes [BD01]

ausgedrückt werden. Die Buchstaben $h = 1/a$, $k = 1/b$ und $l = 1/c$ geben hierbei die reziproken Achsenabschnitte an. Da es bei einer Kristallfläche nur auf ihre Ausrichtung und nicht auf den Abstand zum Ursprung ankommt, genügt zur Beschreibung der Ebene das Verhältnis der reziproken Achsenabschnitte. Dieses Verhältnis kann teilerfremd und ganzzahlig angegeben werden. In dieser Form bezeichnet man den Indextripel als Millersche Indizes und schließt ihn als Flächensymbol (hkl) in runde Klammern ein. Diese Form der Darstellung hat gegenüber der Verwendung von Achsenabschnitten den Vorteil, dass große Zahlen und der Index ∞ vermieden wird. Einige Beispiele für Netzebenen mit Millerschen Indizes sind in Abb. 2.5 gegeben. In der Tabelle 2.1 sind Kristallebenen verschiedener Kristalle, gekennzeichnet durch die Millerschen Indizes, zusammen mit den Netzebenenabständen aufgelistet. Diese Abstände werden für die Herleitung des Bragg'schen Gesetzes benötigt.

Kristall	Netzebenenabstand $2d$ [Å]
Lithiumfluorid (LiF) (420)	1,801
Lithiumfluorid (LiF) (220)	2,848
Germanium (Ge) (220)	4,00
Germanium (Ge) (111)	6,532
Silizium (Si) (220)	3,8403117
Silizium (Si) (111)	6,271

Tabelle 2.1: Netzebenenabstände der verwendeten Kristalle [Und86]

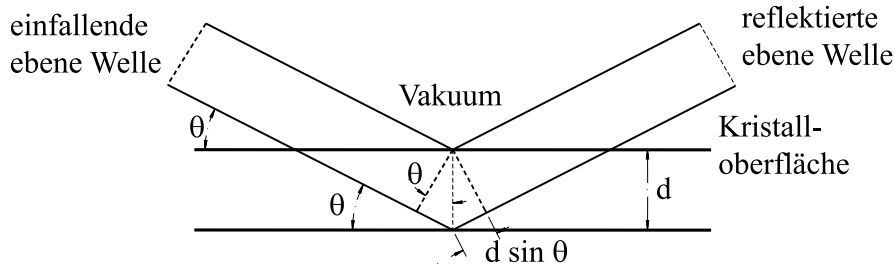


Abbildung 2.6: Zur Herleitung des Bragg-Gesetzes

2.3 Das Gesetz von W. Bragg

W. Bragg schlug vor, bei der Reflexion von Röntgenstrahlen an Kristallen die einzelnen Ebenen als teildurchlässige Spiegel anzusehen [Aga91]. Dabei sei, wie bei einem Spiegel üblich, der Einfallswinkel gleich dem Ausfallswinkel. Jede Ebene reflektiert nur einen kleinen Teil des einfallenden Röntgenquants. Man betrachtet nun eine Schar von parallelen Ebenen im gleichen Abstand d und Röntgenstrahlung der Wellenlänge λ , die unter dem Winkel θ auf den Kristall trifft (Abb. 2.6). Der Wegunterschied zweier Strahlen, die an zwei benachbarten Ebenen reflektiert werden beträgt $2d \sin \theta$. Damit es nun zur konstruktiven Interferenz kommt, muß dieser Unterschied ein ganzzahliges Vielfaches von λ sein. Dabei können die einfallenden und gestreuten Strahlen als parallel angesehen werden, da im Vergleich zum Ebenenabstand sowohl die Quelle wie auch der Beobachter sehr weit entfernt sind. Das Gesetz von Bragg lautet dann:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (2.7)$$

Braggreflektion kann nur auftreten wenn, $\lambda \leq 2d$ ist.

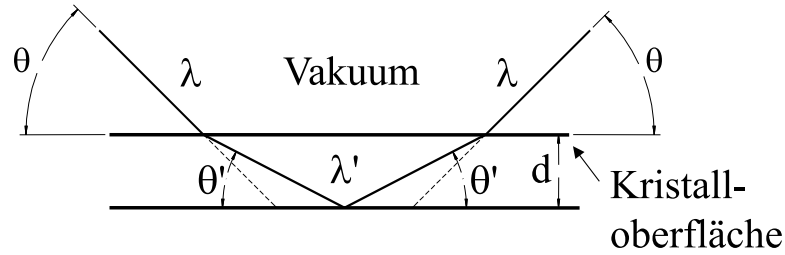


Abbildung 2.7: Modifizierung des Bragg-Gesetzes durch Brechung

Durch die Brechung der Röntgenstrahlung an der Kristalloberfläche modifiziert sich die Gleichung 2.7 zu:

$$2d \sin \theta' = n\lambda' \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (2.8)$$

Dabei ist λ' die Wellenlänge innerhalb des Kristalls und θ' der Winkel zwischen einer Netzebene und der Röntgenstrahlung im Kristall (Abb. 2.7).

Mit folgenden Bezeichnungen

$$\mu = 1 - \delta = \frac{\lambda}{\lambda'} = \frac{\cos \theta}{\cos \theta'} \quad (2.9)$$

erhält man:

$$\mu = \frac{\lambda}{\lambda'} = \frac{\lambda}{2 \frac{d}{n} \sin \theta'} = \frac{n\lambda}{2d \left(1 - \frac{\cos^2 \theta}{\mu^2}\right)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.10)$$

Eine Umformung ergibt:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \left(1 + \frac{\mu^2 - 1}{\sin^2 \theta}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.11)$$

Da μ nahe eins ist, kann man $\mu^2 - 1 = (\mu + 1)(\mu - 1) \simeq 2(-\delta)$ schreiben. Mit Hilfe der Taylorreihenentwicklung der Wurzel, die man nach dem linearen Term abbricht erhält man:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \left(1 - \frac{\delta}{\sin^2 \theta}\right) \quad (2.12)$$

Dies ist das modifizierte Bragg-Gesetz unter Berücksichtigung der Brechung, wenn die Absorption im Kristall vernachlässigbar ist [Ewa82]. Mit einem fiktiven Winkel Θ_B lässt sich die Gleichung in die bekannte Form bringen:

$$n\lambda = 2d \sin \theta_B \quad \text{mit: } \sin \theta_B = \sin \theta \left(1 - \frac{\delta}{\sin^2 \theta}\right) = \sin \theta - \frac{\delta}{\sin \theta} \quad (2.13)$$

Bezeichnung	Wellenlänge [Å]	$\delta \times 10^6$
Glas	0,7078	1,64
Kalkspat	1,537	8,80
Quartz	10,0	356

Tabelle 2.2: Brechzahl δ in Abhängigkeit von der Wellenlänge λ [Aga91]

Dann ist $\sin \theta - \sin \theta_B = \Delta(\sin \theta) = \cos \theta(\Delta\theta)$ und weiterhin ist

$$\Delta\theta = \theta - \theta_B = \frac{\sin \theta - \sin \theta_B}{\cos \theta} = \frac{\delta}{\sin \theta \cos \theta} = \frac{2\delta}{\sin 2\theta} > 0 \quad (2.14)$$

Hieraus ergibt sich ein Abweichung vom ursprünglichen Braggwinkel

$$\Delta\theta \approx \frac{\delta}{\theta} \sim \frac{10^{-6}}{\theta} \quad \text{für kleine Winkel } \theta \quad (2.15)$$

mit Werten für δ , die man Tabelle 2.2 entnimmt. Eine signifikante Abweichung vom Bragg-Gesetz ist also nur bei sehr kleinen Braggwinkel zu erwarten [Aga91]. Vergleicht man jedoch Spektren, die in verschiedenen Ordnungen aufgenommen wurden, so muß man die Abweichung in Betracht ziehen [Wid99].

Nach dem Bragg-Gesetz erhält man mit einem idealen Kristall und einer punktförmigen Quelle nur unter dem Winkel θ konstruktive Interferenz. Ein realer Kristall ist aber aus vielen Einzelkristallen aufgebaut, deren Ebenen im Mittel um den Winkel $\Delta\vartheta$ zueinander verkippt sind. $\Delta\vartheta$ wird als die Mosaizität eines Kristalls bezeichnet. Trägt man nun die Intensität der reflektierten Röntgenstrahlung in einem Winkelbereich um den Winkel θ auf, so erhält man eine Gaußkurve, die sogenannte Rockingkurve (Beispiele siehe Kap. 4.2). Die Mosaizität $\Delta\vartheta$ entspricht der Halbwertsbreite der Rockingkurve. In geringerem Maße tragen weitere Kristallfehler, wie Versetzungen, Fremdatome, Gitterfehler etc. zu einer Vergrößerung der Halbwertsbreite bei. Analog zum Reflektionsfall kann es auch bei Transmission unter dem entsprechenden Bragg-Winkel zu konstruktiver Interferenz kommen. Die Röntgenstrahlen werden dann z.B. bei einem fcc-Gitter, an den senkrecht zur Kristalloberfläche verlaufenden Netzebenen reflektiert. Dies bezeichnet man auch als den Laue Fall, wobei nun Röntgenstrahlung höherenergetisch sein muß, um nicht völlig absorbiert zu werden. Für einen 3 mm dicken Silizium Kristall beträgt die Transmission für 30 keV Photonen noch 40%, wohingegen 10 keV Photonen nur eine Eindringtiefe von ca. 0,1 mm haben (siehe Kap. 2.5). Im Gegensatz zur Reflexion, muß bei der Transmission die Beugung an der Kristalloberfläche nicht beachtet werden, da der Wegunterschied zweier Strahlen nur durch die unterschiedlichen Wege außerhalb des Kristalls verursacht werden, wie aus Abbildung 2.8 ersichtlich ist [Aga91].

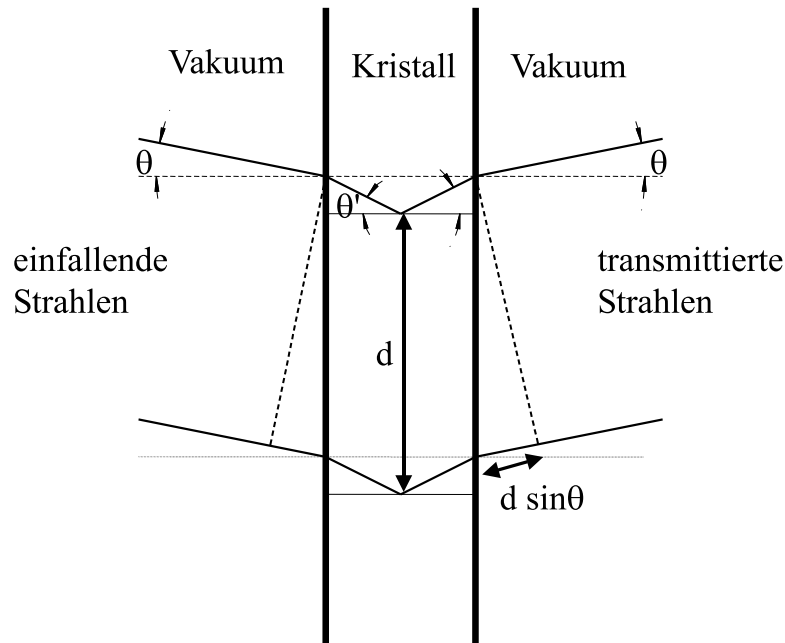


Abbildung 2.8: Geometrie im Lauefall

2.4 Absolute Wellenlängenmessung in Reflexion

Um die Wellenlänge exakt bestimmen zu können, ist es notwendig, den Braggwinkel möglichst genau zu kennen. Hierzu benötigt man die exakte Position von Quelle, Kristall und Detektor. Dies ist in den hier durchzuführenden Experimenten nur sehr schwer zu realisieren, da in unserem Falle die Position der Quelle nicht genau bestimmbar ist oder sogar variiert. Zum Beispiel kann sich das Fallenvolumen der EBIT mit der Ausrichtung des Elektronenstrahls um etliche μm verschieben. Um dennoch absolute Wellenlängenmessungen durchführen zu können, benötigt man ein Verfahren, welches auf relativen Winkeländerungen beruht. Dabei gibt es die Möglichkeit, verschiedene Kristalle mit unterschiedlichen Ebenenabständen zu nutzen (die Kristallebenen müssen dann parallel sein), oder man verwendet einen Kristall und mißt unter zwei verschiedenen Ordnungen der Reflexion. Die geometrischen Verhältnisse und Bezeichnungen sind in Bild 2.9 dargestellt.

Daraus ergeben sich folgende Gleichungen.

$$\lambda = 2d_1 \sin \theta_1 \quad (\text{Kristall 1}) \quad (2.16)$$

$$\lambda = 2d_2 \sin \theta_2 \quad (\text{Kristall 2}) \quad (2.17)$$

Bezeichnet man die meßbare Winkeldifferenz, die man ohne Absolutbezug experimentell hinreichend genau bestimmen kann, mit γ und faßt die Gleichungen 2.16

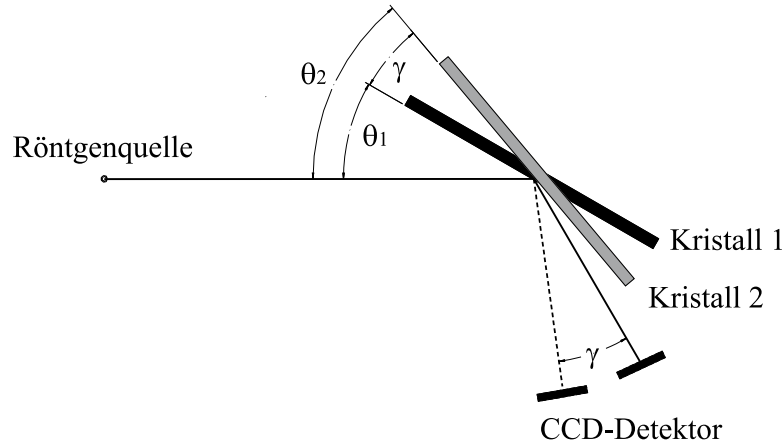


Abbildung 2.9: Geometrische Verhältnisse bei der Messung mit zwei Kristallen zur absoluten Wellenlängenmessung

und 2.17 zusammen, erhält man folgende Gleichungen:

$$d_1 \sin \theta_1 = d_2 \sin \theta_2 \quad (2.18)$$

$$\theta_1 - \theta_2 = \gamma \quad (2.19)$$

Mit Hilfe des Additionstheorems [BS96]

$$\sin(x \pm y) = \sin x \cos y \pm \cos x \sin y \quad (2.20)$$

erhält man für die Braggwinkel θ_1 und θ_2 :

$$\theta_1 = \arctan \left(\frac{d_2 \sin \gamma}{d_2 \cos \gamma - d_1} \right) \quad (2.21)$$

$$\theta_2 = \arctan \left(\frac{d_1 \sin \gamma}{d_2 - d_1 \cos \gamma} \right).$$

Diese Ergebnisse kann man nun in die Gleichung 2.16 oder 2.17 einsetzen und erhält die Wellenlänge λ der Röntgenstrahlung

$$\lambda = 2d_1 \sin \left(\arctan \left(\frac{d_2 \sin \gamma}{d_2 \cos \gamma - d_1} \right) \right) \quad (2.22)$$

$$\lambda = 2d_2 \sin \left(\arctan \left(\frac{d_1 \sin \gamma}{d_2 - d_1 \cos \gamma} \right) \right)$$

bzw. ihre Energie mit:

$$E = \frac{hc}{\lambda} . \quad (2.23)$$

2.5 Absorption und Streuung von Röntgenstrahlung

Um eine hohe Nachweiseffizienz zu erreichen, dürfen im Spektrometer möglichst wenige Photonen durch Absorption oder Streuung verloren gehen bevor sie im Detektor, in unserem Falle eine CCD Kamera, nachgewiesen werden. Röntgenstrahlung wird in Materie, äquivalent zu sichtbarem Licht, entsprechend dem Lambert-Beer'schen Gesetz absorbiert [Ger93].

$$I = I_0 e^{-\mu x} . \quad (2.24)$$

I ist die Intensität nach Durchqueren der Materie; I_0 die Ausgangsintensität. Dabei setzt sich der Schwächungskoeffizient μ aus dem Streukoeffizient μ_s und dem Absorptionskoeffizient α zusammen ($\mu = \mu_s + \alpha$). In den Energiebereichen, die mit diesem Spektrometer gemessen werden sollen, ist μ_s kaum noch von der Wellenlänge λ abhängig und kann daher als konstant angesehen werden. Für die Absorption in diesem Energiebereich ist hauptsächlich der Photoeffekt verantwortlich. Experimentell findet man folgenden Zusammenhang [Dem96]:

$$\alpha = n C Z^4 \lambda^3 . \quad (2.25)$$

Dabei ist n die Teilchenzahldichte, C eine Konstante und Z die Kernladungszahl. Da die Absorption mit Z^4 skaliert, verwendet man Materialien mit niedrigem Z , wie z.B. Beryllium ($Z=4$) als „Fenster“, um in einer Apparatur zwei Bereiche mit unterschiedlichem Druck trennen zu können. Wie man aus Gleichung 2.24 erkennt, sollte die als Fenster benützte Folie so dünn wie möglich sein. Wenn ein Spektrometer nicht in Vakuum betrieben wird, kann man es mit Helium ($Z=2$) füllen, um die Absorption gering zu halten. In den Abb. 2.10, 2.11 und 2.12 ist die Intensität der Röntgenstrahlung nach Durchqueren des Mediums in Abhängigkeit von der Röntgenenergie dargestellt.

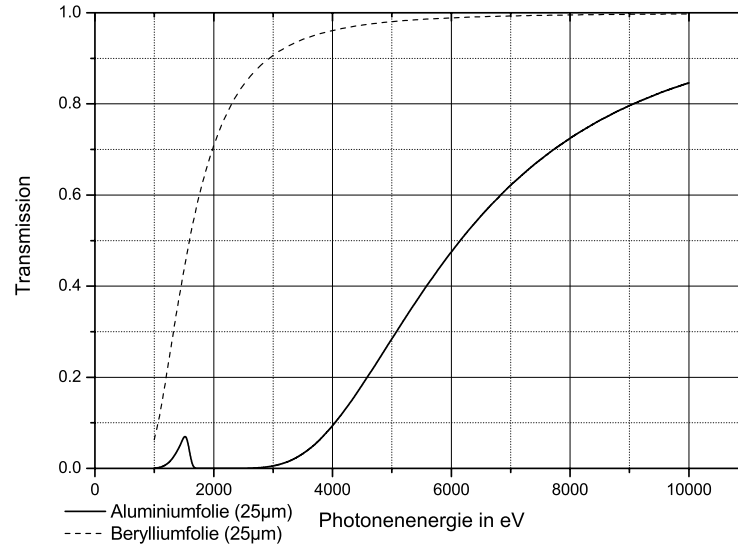


Abbildung 2.10: Transmission durch eine 25 μm Berylliumfolie in Abhängigkeit von der Röntgenenergie. Eine Folie dieser Stärke wird später zwischen Spektrometer und EBIT verwendet. Zum Vergleich ist die Transmission durch eine gleich dicke Aluminiumfolie gezeigt [Cen03].

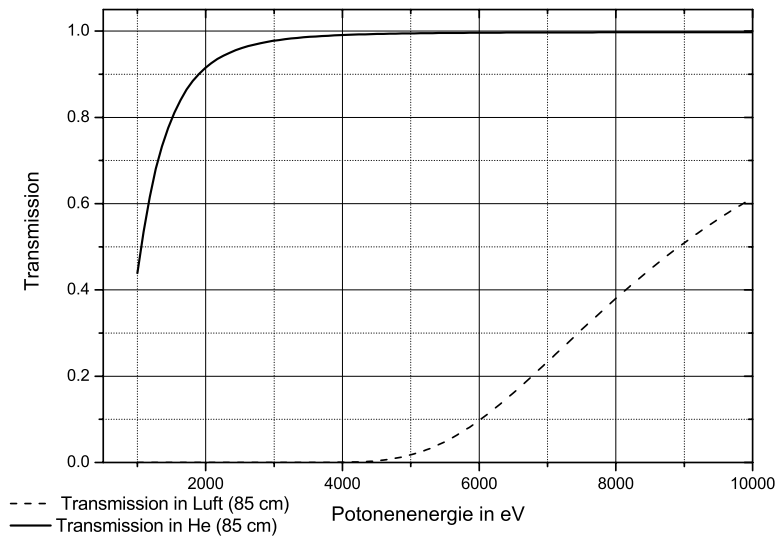


Abbildung 2.11: Transmission durch 90 cm Heliumatmosphäre in Abhängigkeit von der Röntgenenergie [Cen03]

2.5. Absorption und Streuung von Röntgenstrahlung

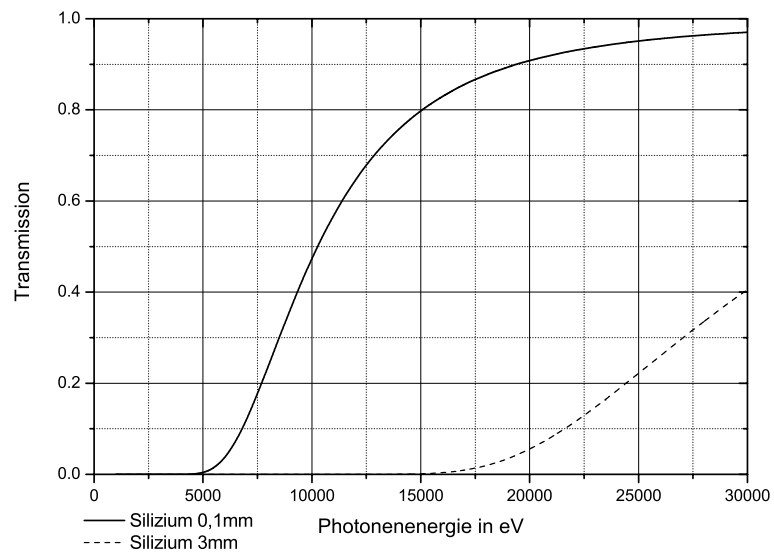


Abbildung 2.12: Transmission durch einen 0.1 mm und 3 mm dicken Siliziumkristall in Abhängigkeit von der Röntgenenergie [Cen03]

Kapitel 3

Der Aufbau des Spektrometers

Das aufzubauende Spektrometer sollte die Möglichkeit bieten, mit verschiedenen Kristallen Messungen sowohl unter Reflektions- als auch Transmissionsbedingungen durchführen zu können. Ziel war es, eine hohe Auflösung von ca. $\frac{\delta\lambda}{\lambda} < 10^{-3}$ für Präzisionsmessungen und eine hohe Quanteneffizienz bei gleichzeitig großem Raumwinkel, zu erreichen, um auch bei Prozessen mit geringen Zählraten eine gute Statistik zu gewährleisten. Um einen möglichst großen Raumwinkel erfassen zu können, ist ein geringer Abstand zwischen den Kristallen und der Ionenfalle notwendig. Die Kristalle müssen drehbar gelagert sein, damit die Braggbedingung für die zu messende Wellenlänge erfüllt wird. Auch der Röntgendetektor muß sich um die Kristallachse rotieren lassen, um die Röntgenstrahlen unter dem entsprechenden Winkel nachweisen zu können (siehe Abb. 3.1). Gleichzeitig sollen die Positionen mit Hilfe einer Winkelmeßvorrichtung exakt ($\frac{\delta\theta}{\theta} < 10^{-3}$ Grad) reproduzierbar sein. Befinden sich die Kristalle und der Detektor im Ultrahochvakuum (UHV), reduziert dies einerseits die Absorption bzw. Streuung an Luft (Kap. 2.5), andererseits wird eine Verunreinigung der Detektorfläche, die zu Veränderungen der Effizienz führen würde, vermieden. Ein weiterer Vorteil einer solchen Anordnung ist der bei Bedarf direkte, fensterfreie Zugang zur EBIT, in der ebenfalls ein UHV herrscht. Entsprechend der Funktion der einzelnen Bauteile läßt sich das Spektrometer in Vakuumkammer, Kristallmanipulationseinheit und Detektoreinheit unterteilen. Diese Teile werden im folgenden erläutert.

3.1 Vakuumkammer

Die Vakuumkammer muß stabil ausgelegt sein, da an ihr alle weiteren Bestandteile des Spektrometers befestigt werden und es nicht zu einer Verformung kommen darf, welche die Präzision beeinträchtigen würde. Als Material dient ein Stahl (1.4429) mit einer geringen Permeabilität ($\mu_{rel} = 1,03$), damit das Magnetfeld der EBIT auf

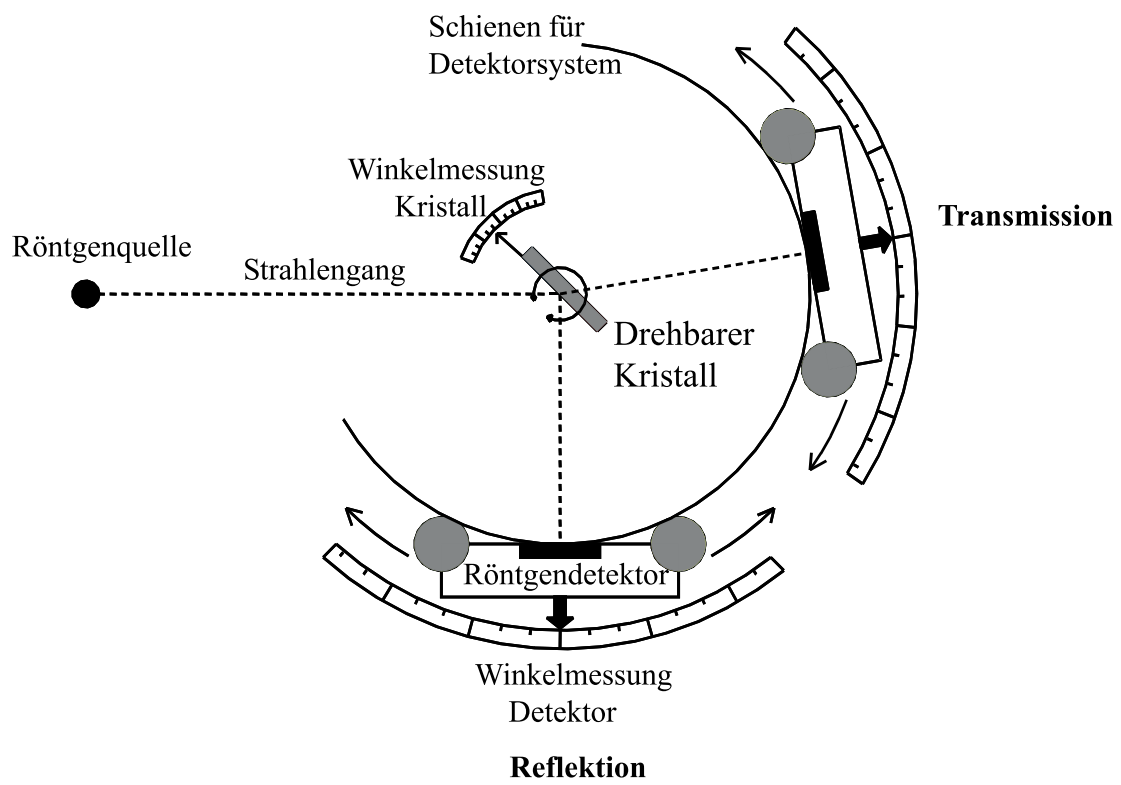


Abbildung 3.1: Prinzipielle Anordnung der Komponenten des Spektrometers

Grund des geringen Abstands zu ihr möglichst wenig beeinflusst wird. Eine zu große Störung der Homogenität des Magnetfeldes würde die Ausrichtung des Elektronenstrahls zunichte machen. Zur einfachen Montage an der EBIT, sollen die Halterungen des Spektrometers auf dem dort vorhandenen Schienensystem gleiten können.

3.1.1 Anschlüsse

Die Vakuumkammer besitzt mehrere Öffnungen zum Anschluß der verschiedenen Komponenten (Abb. 3.2).

In Richtung der Rotationsachse der Kristalle befindet sich an beiden Enden ein Flansch (CF100). Der eine dient zur Befestigung der Rotationsplattform, die ein Teil der Kristallmanipulationseinheit ist, der andere zur Aufnahme eines Gleitlagers und zum Anschluß der Vakuumpumpe. Es wurden relativ große Flanschdurchmesser gewählt, damit zum Einen der Kristallhalter durchgeführt werden kann, zum Anderen eine große Saugleistung der Pumpe gewährleistet ist.

In dem Verbindungsrohr zur EBIT (ebenfalls mit einem CF100 Flansch) befindet sich eine abnehmbare Berylliumfolie zur Trennung der Vakua von Röntgenquelle und Spektrometer. Um die Absorption von Röntgenstrahlung zu minimieren, ist diese Folie nur 25 μm dick und somit für Photonenenergien größer ca. 2.5 keV nahezu 100% durchlässig (siehe Kapitel 2.5). Die Trennung der Volumina kann durch ein Bypassventil umgangen werden, damit sich während des Abpumpens der gleiche Druck auf beiden Seiten der Folie einstellt und diese somit nicht zerstört wird. Der Strahlengang vom Kristall zum Detektor führt je nach Meßmethode (vertikal bei Reflektion und horizontal bei Transmission) durch eine von zwei weiteren Öffnungen. In diese sind Edelstahlmembranbälge eingeschweißt, welche eine flexible, ultrahochvakuumdichte Verbindung zwischen der Vakuumkammer und der entsprechenden Detektoreinheit herstellen. Ein weiterer Anschluß der Größe CF 40 dient z.B. zur Montage eines Strahlmanipulators mit dem bei Transmissionsmessungen ein direkter Röntgenstrahl von der Quelle zum Detektor ausgeblendet werden kann.

Das benötigte Vakuum ($< 10^{-8}$ mbar) wird durch eine Turbomolekularpumpe mit einer Saugleistung von 300 l/s erzeugt. Eine Scrollpumpe schafft das nötige Vorvakuum von ca. 10^{-2} mbar. Eine Ionisations-Druckmeßröhre mißt das Vakuum innerhalb des Spektrometers. Es werden durchweg Kupfer-Metalldichtungen verwendet, mit Ausnahme des Anschlusses für die Kamera, die über eine O-Ringdichtung (Viton) mit dem Kameraadapter (Kap. 3.3.1) verbunden ist.

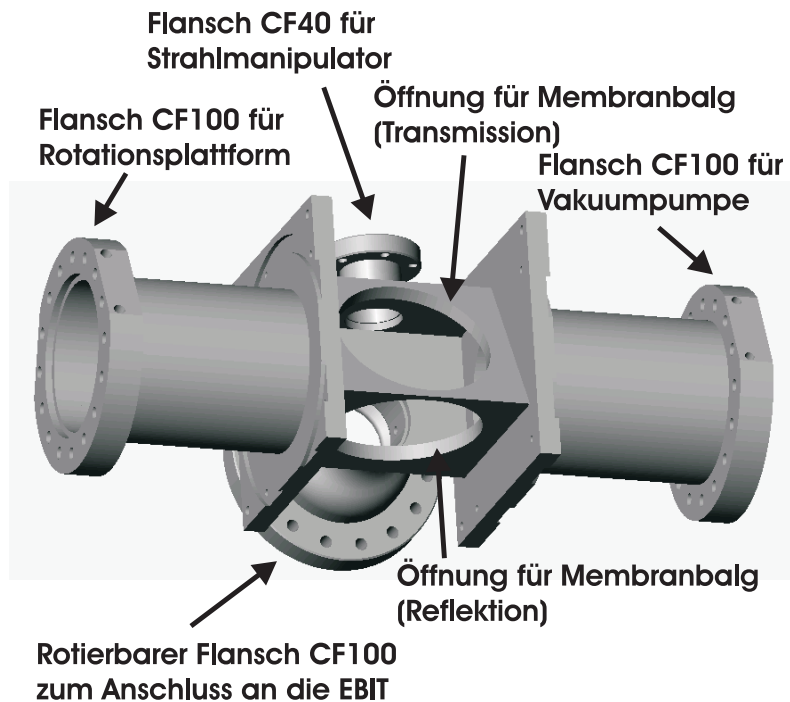


Abbildung 3.2: Anschlüsse der Vakuumkammer

3.1.2 Form der Vakuumkammer

Für die Wahl der Trapezform (siehe Abb. 3.3) der Vakuumkammer war ausschlaggebend, daß sich die Kristalle so nahe wie möglich an den Öffnungen für die Membranbälge befinden sollten, denn bei zunehmendem Abstand wird der Strahlengang durch die Kammerwände verdeckt. Dies würde zu einer nicht akzeptablen Verringerung des zu erfassenden Winkelbereichs ($\delta\theta \approx \pm 30^\circ$) und somit zu einem kleineren Meßbereich der Wellenlänge (λ) führen. Eine Wandstärke von 10 mm sorgt für die erforderliche Stabilität bei Belastung und verringert Vibrationen.

3.1.3 Montage an die EBIT

Damit bei der Montage des Spektrometers an die EBIT sich die Verbindungsflansche plan und zentrisch gegenüber befinden und damit die Rotationsachse der Kristalle parallel zur Achse der Ionenfalle verläuft, sind an den Spektrometerhalterungen Schrauben zur Höhenverstellung angebracht, die eine Ausrichtung erlauben. Zusätzlich kann über diese Schrauben die Spurweite der Rollen eingestellt werden, mit deren Hilfe sich das Spektrometer auf Schienen zur EBIT hin oder von ihr weg bewegt.

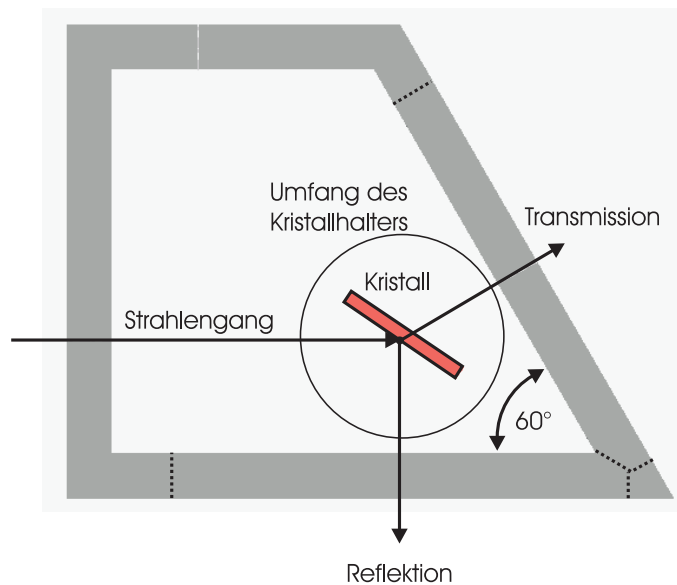


Abbildung 3.3: Form der Vakuummutter (gestrichelt angedeutet: Öffnungen für die Membranbälge)

3.2 Kristallmanipulationseinheit

Um die Braggbedingung für eine bestimmte Wellenlänge erfüllen zu können, muß der Winkel zwischen einfallendem Röntgenstrahl und Kristallebene veränderbar sein. Es ist Aufgabe der Kristallmanipulationseinheit (Abb. 3.4), die Kristalle, die sich im Vakuum befinden, zu drehen und den Drehwinkel exakt zu erfassen. Sie soll zudem mehrere Kristalle aufnehmen können, damit das Spektrometer nicht für jeden Kristallwechsel belüftet werden muß. Das Bestücken des Spektrometers mit den Kristallen, sowie ihr Wechsel im Vakuum soll einfach und schnell realisierbar sein. Zusätzlich ist eine hohe Reproduzierbarkeit der eingestellten Winkel notwendig, um Meßfehler, bedingt z.B. durch den Kristallwechsel, zu vermeiden. Die Kristallmanipulationseinheit besteht aus einem Kristallhalter, einer Drehplattform, einem Verschiebemanipulator und einer Winkelmeßeinrichtung, die im folgenden detailliert beschrieben werden.

3.2.1 Kristallhalter

Der Kristallhalter kann bis zu sechs Kristalle der Größe ($35 \text{ mm} \times 25 \text{ mm} \times (2,5\text{-}3,5) \text{ mm}$) aufnehmen. Die Kristalle liegen mit ihrer reflektierenden Oberfläche auf dem Halter auf und werden von der Rückseite mit schraubbaren Klemmbügeln ange-

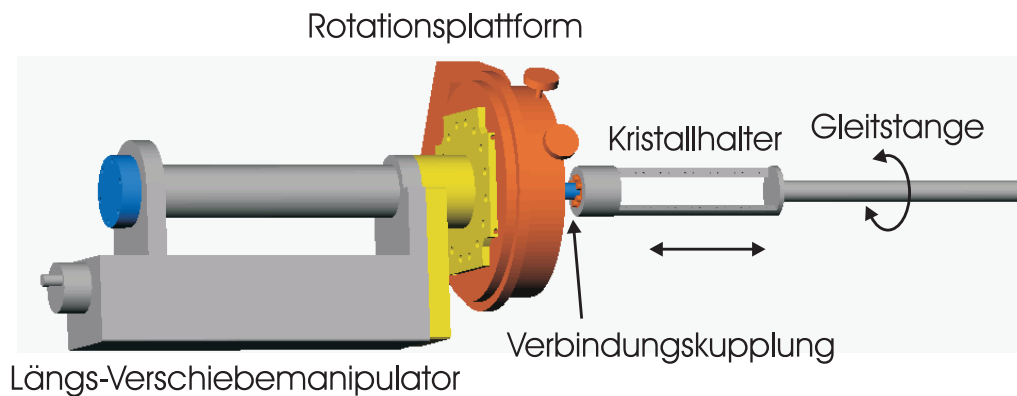


Abbildung 3.4: Kristallmanipulationseinheit

preßt (siehe Abb. 3.5). Der Andruck ist notwendig, damit die Kristalle ihre Position während der Drehung exakt beibehalten. Alle Kristalle liegen auf der gleichen Auflagefläche auf, was eine parallele Ausrichtung der Kristalle gewährleistet. Dies ist wichtig für die absoluten Wellenlängenmessungen, wie sie in Kapitel 2.4 beschrieben wurde. Um die Kristalle, die sich mitsamt dem Kristallhalter in der Vakuumkammer befinden, nahe bei den Öffnungen für die zum Detektor führenden Membranbälge plazieren zu können, was den zur Verfügung stehenden Meßbereich ($\delta\theta \approx \pm 30^\circ$) vergrößert (Kapitel 3.1.2), mußte der Aussendurchmesser des Kristallhalters so klein wie möglich ausfallen. Hierdurch sowie durch eine Faserung an der Vorderseite des Halters, die Messungen bis hin zu kleinsten Braggwinkeln erlaubt, wird der Materialquerschnitt der Längsschienen, auf denen die Kristalle aufliegen, reduziert. Der verringerte Querschnitt, die zur Aufnahme der 6 Kristalle notwendige Länge des Kristallhalters von 160 mm, und die Tatsache, daß sich auf der Rückseite der Kristalle keine weiteren Streben befinden dürfen, weil diese bei Transmissionsmessungen den Röntgenstrahl absorbieren würden, wirken sich negativ auf die Festigkeit aus. Um dennoch eine hohe Stabilität zu erreichen, wurde ein hochfestes Aluminium (Al Zn Mg Cu 1.5) verwendet. Die geringe Dichte dieses Materials ($2,7g/cm^3$) führt zu einem verminderten Eigengewicht, wodurch der Kristallhalter selbst weniger Belastung erfährt. Zusätzlich ist dieses Material antimagnetisch und beeinflusst somit nicht das Magnetfeld der EBIT. An einem Ende des Kristallhalters befindet sich eine Gleitstange, deren Durchmesser (20 mm) groß gewählt wurde, um Stabilitätsprobleme zu vermeiden. Über diese Gleitstange wird der Halter, mit Hilfe eines Teflungleitlagers, das im Flansch zum Anschluß der Vakuumpumpe montiert ist, gestützt. Am anderen Ende des Kristallhalters befindet sich eine Bohrung zur Aufnahme einer Verbindungskupplung, welche die Rotationsachse starr mit der Achse einer weiteren Stange verbindet. Diese Stange stellt die Verbindung zum beweglichen Teil des

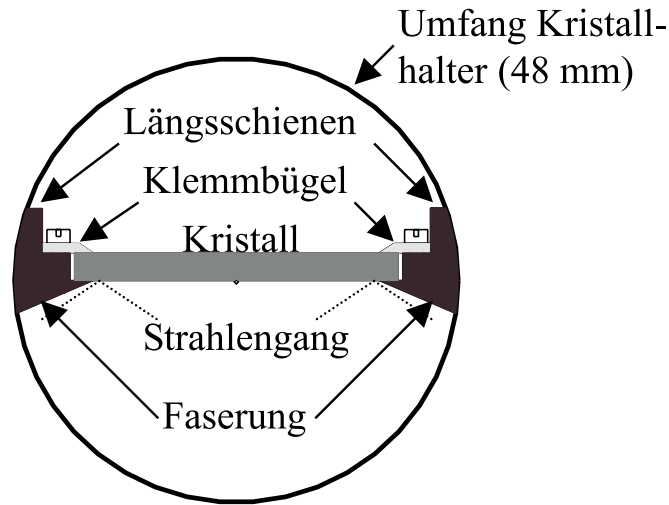


Abbildung 3.5: Kristallhalter mit Faserung (Strahlengänge für den Fall, daß der Kristall die Braggbedingung am Rande erfüllt)

Verschiebemanipulators her. Der Kristallhalter wurde aus einem Stück hergestellt, und somit ist die parallele Ausrichtung der Kristallaufgabeffläche zur Drehachse der Gleitstange gewährleistet. Nach vollzogenem Zusammenbau wurde ein Exzentrizität der Drehachse des Kristallhaltes von $e = 0,025$ mm gemessen.

3.2.2 Längs-Verschiebemanipulator

Der Längs-Verschiebemanipulator (Z-Manipulator) dient zum Verschieben der Kristalle und somit zu ihrem Wechsel im Vakuum. Über ihn wird die Bewegung von außen ins Vakuum übertragen. Dabei sorgt ein Membranbalg zur ultrahochvakuumdichten Trennung zwischen Atmosphäre Luft und Spektrometervolumen. Der Gleitschlitten des Z-Manipulators wird von zwei Stäben geführt, wodurch der Manipulator gegenüber Verdrehungen versteift wird, und damit Winkelfehler bestmöglich vermieden werden. Der kleine Innendurchmesser (32 mm) des Manipulatorflansches macht die Teilung des Kristallhalters in eine Stange und den eigentlichen Halter notwendig, da dieser nicht durch den Manipulator hindurchpaßt. Trotzdem wurde dieser Manipulator auf Grund seines geringen Eigengewichtes (8 kg) gewählt, um eine unnötige Belastung der Rotationsplattform zu vermeiden. Diese Belastung entsteht durch das wirkende Drehmoment (ca. 20 N/m), das von dem waagrecht montierten Z-Manipulator erzeugt wird.

3.2.3 Die Rotationsplattform

Die Rotationsplattform sorgt für die Drehung der Kristalle. Hierbei wird die Drehbewegung durch den Z-Manipulator auf den Kristallhalter übertragen. Bei der Auswahl der Plattform war die Winkelgenauigkeit ($0,005^\circ$) ausschlaggebend, die durch ein Schneckenradgetriebe (Schneckenraddurchmesser $d = 229$ mm) mit einer Übersetzung von 1:180 gewährleistet wird. Zusätzlich sollte sie in der Lage sein, dem in Kapitel 3.2.2 erwähnten Drehmoment standzuhalten. Die Plattform besitzt zwei differentielle Pumpstufen, um die Gleitdichtungen abzupumpen, wodurch sie sich zum Einbau in UHV eignet. Der Innendurchmesser von 100 mm ermöglicht es, den Kristallhalter zum Austausch der Kristalle entnehmen zu können, ohne dabei die Rotationsplattform entfernen zu müssen. Zum Antrieb der Plattform wird ein Schrittmotor verwendet, der nach der Untersetzung von 1:720 (ein weiterer Untersetzungsfaktor (1:4) kommt durch das zusätzlich verwendete Zahnriemengetriebe zustande) eine Winkelveränderung von $\frac{1,8^\circ}{720} = 0,0025^\circ$ pro Schritt bewirkt und somit die genaue Einstellbarkeit der Positionen gewährleistet.

3.2.4 Die Winkelmessung

Zur Erfassung der Drehwinkel von Kamera und Kristall wird ein kommerzielles optisches Winkelmesssystem verwendet. Hierzu wird ein Präzisionsmaßband mit aufgebrachtener Unterteilung, welches auf einen Ring mit wohldefiniertem Durchmesser montiert ist, mit einer Infrarotdiode optisch abgetastet. Es handelt sich dabei um das sogenannte „abbildende“ Meßprinzip. Vereinfacht beschrieben arbeitet diese Meßmethode mit schattenoptischer Signalerzeugung. Zwei Strichgitter, mit beispielsweise gleicher Teilungsperiode (zum einen im Abtastkopf, zum anderen auf dem reflektierenden Maßband), werden relativ zueinander bewegt. Das Trägermaterial der Abtastplatte ist lichtdurchlässig. Licht, das nun parallel durch eine Gitterstruktur fällt, erzeugt in einem bestimmten Abstand, in dem sich das Gegengitter mit gleicher Teilungsperiode befindet, Hell- bzw. Dunkelfelder. Durch die relative Bewegung der Gitter zueinander wird die Lichtintensität moduliert. Stehen die Lücken übereinander, fällt Licht durch, stehen Striche über den Lücken herrscht Dunkelheit. Photoelemente wandeln die Lichtänderungen in elektrische Signale um, die von einer Anzeigeeinheit gezählt werden, welche die Winkeländerung in Grad anzeigt. In regelmäßigen Abständen sind auf dem Maßband zusätzliche, kodierte Markierungen aufgebracht, die von einem zweiten Lesekopf abgetastet werden und die Absolutposition bzw. Nulllage angeben. Somit ist die Winkelmessung auch nach einer Meßunterbrechung reproduzierbar. Das abbildende Meßprinzip ist auf Grund von Beugungserscheinungen auf Strichabstände von 10-40 μm begrenzt. Eine Vergrößerung des Banddurchmessers führt, bei gleichbleibendem Strichabstand (12,74 μm),

3.3. Detektoreinheit

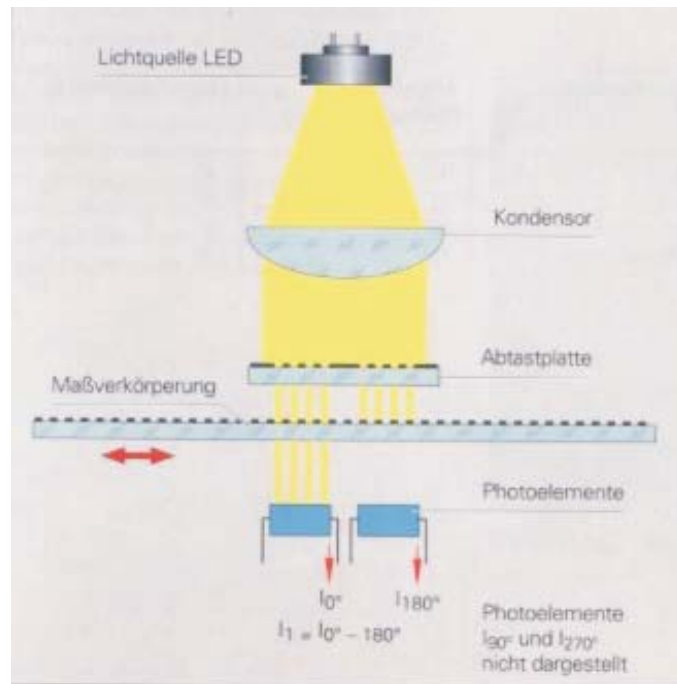


Abbildung 3.6: Abbildendes Meßprinzip; zum besseren Verständnis werden die Lichtstrahlen als durchgehend anstatt reflektierend gezeigt

zu einer Zunahme der Strichzahl pro Winkelsegment, was die Auflösung verbessert. Deshalb wurde für dieses Spektrometer ein Winkelmessgerät (ERA 881 C) mit einem großen Banddurchmesser von 458 mm verwendet. Die Systemgenauigkeit beträgt 3,5 Winkelsekunden.

3.3 Detektoreinheit

Die Detektoreinheit dient dem Nachweis der Röntgenstrahlung, die unter dem Braggwinkel reflektiert bzw. transmittiert wird. Hierzu muß sie sich auf einer Kreisbahn um die Kristallrotationsachse bewegen. Die Positionen sollen reproduzierbar sein und exakt erfaßt werden. Die Führung der Detektoreinheit muß eine hohe Stabilität aufweisen, um den auftretenden Kräften (ca. 800 N) standzuhalten. Eine größtmögliche Quanteneffizienz wird benötigt, damit Ereignisse mit geringen Zählraten nachgewiesen werden können. Hierzu soll auch das Rauschsignal des Detektors klein sein. Im Folgenden werden der Kamerawagen (insgesamt sind zwei erforderlich, je einer für die Reflexions- und einer für die Transmissionsmessung) und die Kamera beschrieben. Wagen und Kamera bilden zusammen die Detektoreinheit.

3.3.1 Kamerawagen

Der Kamerawagen besteht aus einer Grundplatte ($240 \times 204 \text{ mm}^2$) und zwei Seitenwänden, an denen die Rollen, die den Wagen führen, befestigt sind. Auf beiden Seiten des Wagens befinden sich vier Rollen, je zwei davon besitzen eine exzentrische Lagerung, die es erlaubt, den Wagen an die Führungsschienen anzupressen. Dies garantiert, unabhängig von seiner Lage, einen immer gleichbleibenden Abstand des Wagens zur Rotationsachse der Kristalle. Generell läßt sich dieser Abstand durch verschiedene Montagemöglichkeiten der Grundplatte mit den Seitenwänden um 10 mm vergrößern oder verkleinern. Dies wurde vorgesehen, um die Membranbälge, welche die flexible Verbindung zur Vakuumkammer herstellen, nicht zu überdehnen. Die Membranbälge besitzen einen Innendurchmesser (Außendurchmesser) von 101 (126) mm. Der flexible Bereich besteht aus 60 Segmenten und läßt sich auf 170 mm strecken bzw. auf 36 mm komprimieren.

Die Schienen, auf denen sich der Kamerawagen um die Rotationsachse der Kristalle bewegt, befinden sich an den Seitenwänden des Spektrometers. Sie wurden aus hochfestem Aluminium hergestellt, um Verschleißerscheinungen zu minimieren. Zudem verhindern die antimagnetischen Eigenschaften des Materials eine Beeinflussung des EBIT-Magnetfeldes. Das Schienensystem besteht aus einer Führungsschiene (auf der Seite der Vakuumpumpe), die den Kamerawagen in seiner Spur hält, und einer Stützschiene (auf der Seite des Z-Manipulators), die den Wagen nur in radialer Richtung führt. Es wurden nicht auf beiden Seiten Führungsschienen verwendet, damit der Kamerawagen sich bei thermischer Ausdehnung nicht verkeilt. Auf der Oberseite des Kamerawagens befindet sich ein Flansch (CF160) zur Montage des Kameraadapters, der die Verbindung zur Kamera mit ihrer O-Ringdichtung herstellt.

Ein Planetengetriebe (1:40) mit anschließendem Schneckenradgetriebe (1:60) wird zum Antrieb des Kamerawagens verwendet. Dabei besitzt das Schneckenradgetriebe einen Befestigungslochkreis, um es unter verschiedenen Winkeln befestigen zu können. Die unterschiedlichen Anbaupositionen des Getriebes zusammen mit den Antriebsmotoren, deren magnetischen Eigenschaften sich störend auf das Magnetfeld der EBIT auswirken könnten, ermöglichen gegebenenfalls eine Reduzierung dieser Beeinflussung. Ein Zahnrad im Schneckenradgetriebe greift direkt in die Verzahnung auf der Seitenwand (Vakuumpumpenseite). Mit dieser weiteren Untersetzung wird eine Gesamtuntersetzung von 1:2000 erreicht, was mit einem Schrittmotor eine Positioniergenauigkeit von $\frac{1,8^\circ}{2000} = 0,0009^\circ$ erlaubt. Der Schrittmotor des Kamerawagens, wie auch derjenige der Rotationsplattform, erhält seine Steuersignale von einer Schrittmotorenansteuereinheit, die von einem PC über eine RS 232 Schnittstelle angesteuert wird. Zur Winkelerfassung dient, wie bei den Kristallen, ein Winkelmeßsystem des Typ ERA 881 C (siehe Kap. 3.2.4); hierzu befindet sich seitlich am Spektrometer ein weiteres Maßband.

3.3. Detektoreinheit

Kamera	CH 360 von Roper Scientific (Photometrics)
CCD-Chip	SITe 003B Back illuminated without AR coating
Sensorfläche	24,6 mm × 24,6 mm
Auflösung	1024 × 1024
Pixelgröße	24 μm × 24 μm
Dunkelstrom	0,006 Elektronen pro Sekunde und Pixel bei - 110° Celsius
Verstärkung (1-fach)	5,3 Elektronen pro Graustufe Verstärkungsrauschen 12,1 Elektronen
Verstärkung (4-fach)	1,3 Elektronen pro Graustufe Verstärkungsrauschen 6,6 Elektronen
Dewarvolumen	1,1 Liter

Tabelle 3.1: Kenndaten der Photometrics Series 300 CCD-Kamera

3.3.2 Kamera

Zum Nachweis der Röntgenstrahlen wird eine CCD-Kamera mit einer Chipgröße von 24,6 mm × 24,6 mm verwendet. Der CCD-Chip (SITe003B) besitzt keine UV-Antireflexbeschichtung, welche die Effizienz verringern würde. Er ist in 1024 × 1024 Pixel unterteilt, die als unabhängige Lichtdetektoren betrachtet werden können. Dieser zweidimensionale Detektor ermöglicht einerseits die gleichzeitige Beobachtung eines Winkelbereiches und somit eines Energieintervalls (dessen Breite von der Energie selbst und dem verwendeten Kristall abhängt), und andererseits die gleichzeitige Detektion von Röntgenstrahlen über einen weiten Bereich (24,6 mm) des Fallenvolumens. Auf Grund ihrer Größe (24 μm × 24 μm) sind die Pixel in der Lage, bis zu 350000 Elektronen zu speichern. Zusammen mit dem 16 Bit Analog-Digital-Wandler erreicht man somit eine große Dynamik. In Tabelle 3.1 sind die Kenndaten der Kamera zusammengefaßt und in der Abb. 3.7 ist die spektrale Empfindlichkeit des CCD-Chips wiedergegeben.

Charge-Coupled-Device (CCD) Prinzip

Die Photonenenergie wird im CCD-Chip in elektrische Ladung umgewandelt. In jedem Pixel befindet sich ein p-n-Übergang, ähnlich einer Diode, nur mit höherer n-Dotierung, um die Sperrschicht zu vergrößern. Treffen Photonen in den Sperrschichtbereich, so erzeugen sie dort Elektron-Lochpaare, die durch die Diffusionsspannung innerhalb des Sperrbereichs getrennt werden. In einem Siliziumhalbleiter ist hierzu jeweils eine Energie von 3,62 eV (bei einer Temperatur von 300 K) notwendig [Leo92]. Neben der Photonenanregung werden freie Ladungsträger auch durch thermische Anregung erzeugt. Diese unerwünschten Elektronen bezeichnet man als

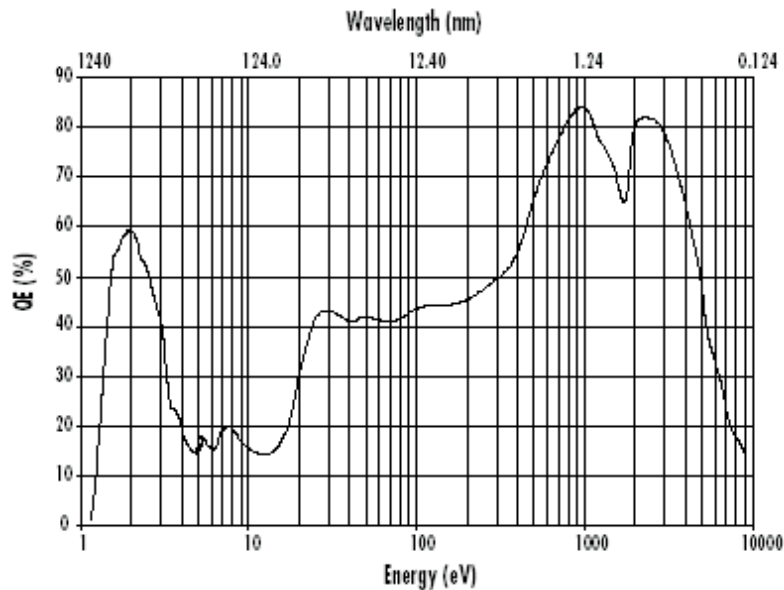


Abbildung 3.7: Spektrale Nachweiswahrscheinlichkeit des SITe 003B CCD-Chips

Dunkelstrom, weil er entsteht, ohne daß der Chip belichtet wird. Er läßt sich minimieren, indem man den Chip kühlt. Die Elektronen, die während der gesamten Belichtungszeit in der Sperrzone frei werden, sammeln sich im n-Bereich (sie werden aufintegriert), der zusammen mit einer isolierenden Metalloxidschicht und einer Elektrode (Gate) einen Kondensator bildet. Durch Veränderung der Gate-Potentiale an den verschiedenen Pixeln können die Ladungen von einem zum nächsten Pixel verschoben, zusammengefaßt oder durch den Chip zu einem Ausleseregister transportiert werden (siehe Abb. 3.8). Von dort werden die Elektronen einem Ladungsverstärker zugeführt, dessen Ausgang mit einem Analog-Digital-Converter verbunden ist, der ein entsprechendes digitales Signal erzeugt. Über eine PCI-Interface-Karte in einem PC kann diese Signal von der Software V++ gelesen werden.

Kühlsystem

Um den Dunkelstrom des CCD-Chips zu minimieren, muß die Kamera gekühlt werden. Unter der empfohlenen Arbeitstemperatur (-110°C) verringert sich die Beweglichkeit der elektrischen Ladungsträger derart, daß die Effizienz beeinträchtigt wird. Man erreicht diese Temperatur in dem man den CCD-Chip einerseits mit flüssigem Stickstoff (-193°C) kühlt und andererseits mit einem Peltierelement heizt, welches zusätzlich über eine Regelelektronik für eine konstante Temperatur sorgt. Da das Dewargefäß in der Kamera für Langzeitmessungen ein zu kleines Volumen hat, wur-

3.3. Detektoreinheit

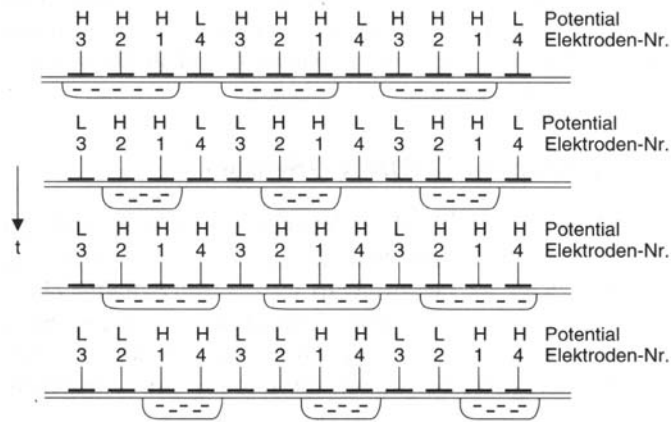


Abbildung 3.8: Ladungsverschiebung von links nach rechts in einem CCD-Chip

de ein Nachfüllsystem konstruiert, welches die Kamera fortlaufend mit flüssigem Stickstoff versorgt. Durch dieses System ist eine ausreichende Kühlung in jeder Kameraposition gewährleistet. Zudem entstehen an der Kamera keine Erschütterungen, welche die Präzision des Spektrometers verringern könnten. In einem externen Dewar (ca. 30 Liter) wird flüssiger Stickstoff durch einen Heizwiderstand verdampft, wodurch es in diesem Dewar zu einem Druckanstieg kommt. Dieser drückt den flüssigen Stickstoff durch ein Steigrohr in einen vakuumisolierten Verbindungsschlauch, der direkt mit dem Dewargefäß der Kamera verbunden ist, welcher dadurch gefüllt wird. Die Menge des Stickstoffflusses ist über die Heizleistung des Widerstandes regelbar. Durch dieses Nachfüllsystem können, ohne weiteres Füllen, Meßzeiten von 20 Stunden erreicht werden.

Einen Überblick über die Anordnung der verschiedenen Bauteile des Spektrometers gibt Abb. 3.9.

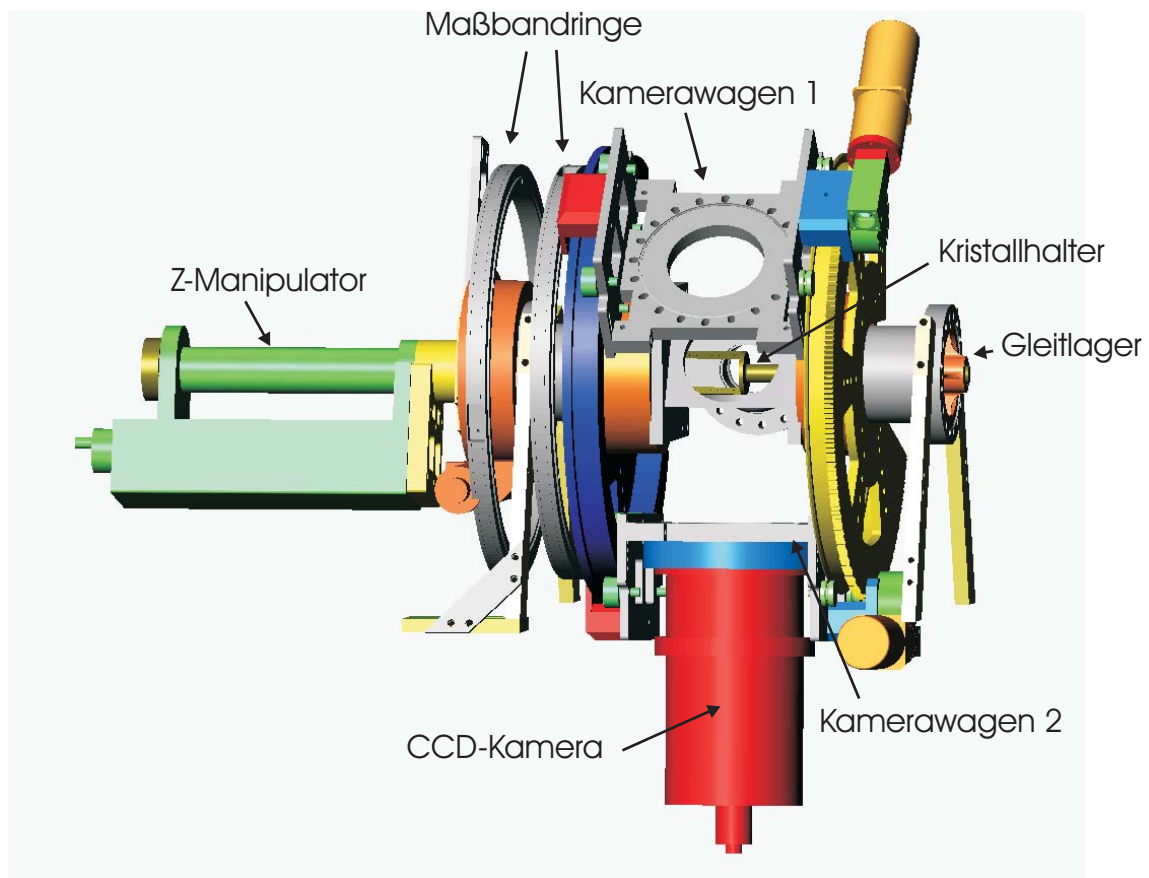


Abbildung 3.9: Spektrometer mit CCD-Kamera (für Reflektionsmessung auf Kamerawagen 2 montiert; Membranbälge nicht dargestellt)

Kapitel 4

Testmessungen

Nach erfolgtem Zusammenbau des Spektrometers wurde eine erste Inbetriebnahme durchgeführt. Hierzu wurde zunächst die Beweglichkeit der Einzelkomponenten bei belüftetem Spektrometer getestet. Besondere Beachtung fanden dabei die Membranbälge, da eine eventuelle Beschädigung durch Überdehnung unbedingt zu vermeiden ist. Der in diesem Test ermittelte, maximal überstreichbare Winkelbereich beträgt $\pm 30^\circ$. Nach dem Evakuieren des Spektrometers wurden sämtliche Tests unter Überwachung des Drucks (7×10^{-6} mbar) wiederholt, um Hinweise auf mögliche Lecks zu erhalten. Der gewünschte Enddruck (zum Anschluß an die EBIT) von $< 10^{-8}$ mbar wurde dabei noch nicht erreicht, da die Rotationsplattform nicht differentiell gepumpt wurde.

In diesem Kapitel werden erste Röntgenlicht-Aufnahmen, der Reflektivitätsvergleich der Kristalle und die Reproduzierbarkeit einer Messung bei Kristallverschiebung beschrieben.

4.1 Erste Aufnahmen

Um bei den Testaufnahmen die Belichtungszeit möglichst kurz zu halten (< 5 min) und somit den kosmischen Untergrund zu reduzieren, wurde eine eigens dafür aufgebaute Röntgenquelle mit einer Elektronenkanone und auswechselbarem Target als Antikathode benutzt (Abb. 4.1). Die Intensität des Elektronenstroms betrug ca. $40 \mu\text{A}$ bei einer variablen Strahlenergie von 6-20 keV. Mit dem auswechselbaren Target, in dem die Röntgenstrahlung entsteht (Kapitel 2.1), ist es möglich, die charakteristischen Linien verschiedener Elemente, wie z.B. von Eisen (^{56}Fe), Chrom (^{52}Cr) und Kupfer (^{64}Cu) etc., für Messungen zu nutzen. Das Target ist, wie üblich bei einer Röntgenantikathode, schräg angefertigt (Abb. 4.1), wodurch weniger Strahlung vom Targetmaterial selbst absorbiert wird. Dies begünstigt die Emission in gewünschter

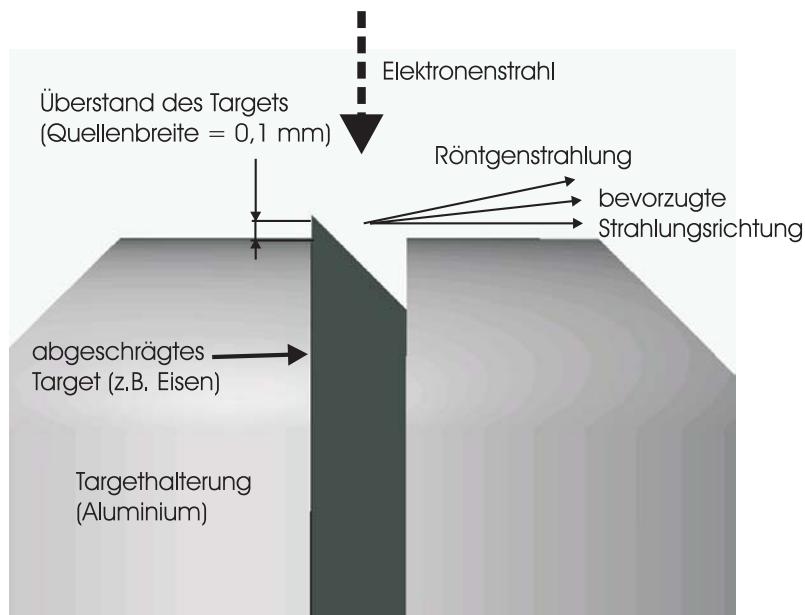


Abbildung 4.1: Targethalterung mit Target

Richtung, in der somit eine erhöhte Intensität erzielt wird. Bezüglich Quellgröße und Abstand zwischen Spektrometer und Quelle sollten ähnliche Bedingungen herrschen wie bei späteren Messungen an der EBIT.

Die Quellenbreite wird durch den Überstand des Targets über die Aluminiumhalterung eingestellt, da Röntgenstrahlung, welche innerhalb der Targethalterung entsteht, von dieser absorbiert wird, und beträgt typisch 0,1-0,4 mm. Die Länge der Quelle wird durch den Elektronenstrahldurchmesser (ca. 3-4 mm) definiert. Es besteht die Möglichkeit, das Target und die Halterung über den tragenden Kupferstab zu kühlen. Dazu besitzt dieser Anschlüsse zur Versorgung mit Kühlwasser.

Zur Erzeugung des Elektronenstrahls, welcher die Antikathode trifft, wird eine einfache Elektronenkanone verwendet. Diese besitzt ein Heizfilament zur Erzeugung der freien Elektronen, einen Wehneltzylinder, der einerseits den Entstehungsort der Elektronen exakt definiert und andererseits den Emissionsstrom regelt, und eine Einzellinse, bestehend aus drei Elektroden, mit der der Strahl fokussiert werden kann. Weiterhin läßt sich die Strahlrichtung mit elektrostatischen Ablenkplatten in X- und Y-Richtung variieren. Die elektrische Beschaltung ist in Abb. 4.2 dargestellt. Unter den in Tabelle 4.1 gegebenen Bedingungen wurde die Abbildung 4.3 aufgenommen. Hierbei ist zu beachten, daß die Winkelangabe der Kamera sich auf den Winkel zwischen der Vertikalen bezüglich Quell- und Kristallmittelpunkt und der Kameraachse bezieht (positiv ist gegen den Uhrzeigersinn). Beim Kristallwinkel ist der Winkel zwischen dieser Vertikalen und der Kristalloberfläche angegeben. In

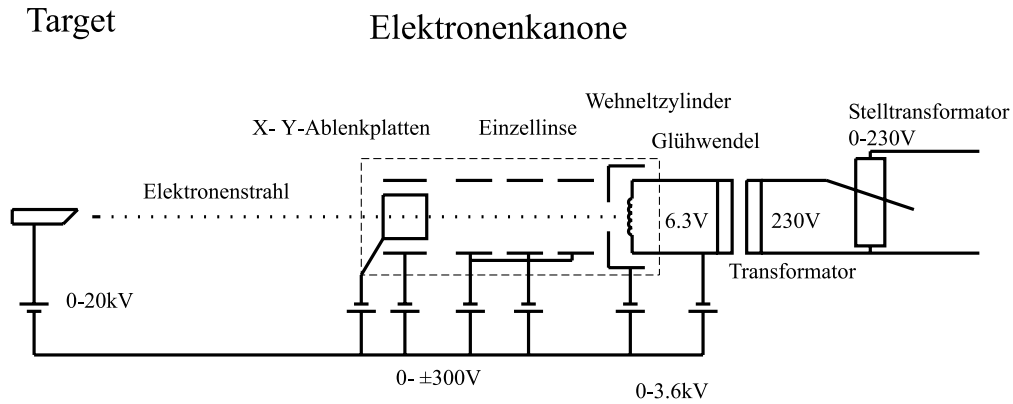


Abbildung 4.2: Anschlußplan der Röntgenquelle

Abb. 4.3 ist der gesamte CCD-Chip (1024×1024 Pixel) zu sehen. Man erkennt die K_{α_1} - ($6403,84$ eV) und die K_{α_2} -Linie ($6390,84$ eV) von Eisen (^{56}Fe) [Und86], wobei die K_{α_1} -Linie in etwa die doppelte Intensität besitzt. Dies liegt daran, das der Zustand $^2P_{\frac{3}{2}}$ energetisch vierfach entartet ist und somit sich vier Elektronen auf diesem Energieniveau befinden, die Röntgenstrahlung, durch einen elektrischen Dipolübergang zum $^1S_{\frac{1}{2}}$ Niveau, aussenden. Im Gegensatz dazu ist der $^2P_{\frac{1}{2}}$ Zustand nur zweifach entartet und deswegen mit nur zwei Elektronen besetzt, welche in das $^1S_{\frac{1}{2}}$ Niveau übergehen können. Daraus ergibt sich ein statistisches Verhältnis von 2:1. Eine Veränderung des Kamerawinkels hin zu kleineren Braggwinkeln (höhere Energie) bewirkt, daß die erwähnten Linien, im Bild weiter rechts liegen. Hieraus folgt, daß Linien links im Bild eine höhere Energie besitzen als rechts abgebildete Linien, was eine weitere Möglichkeit ist, die Linien im Bild den entsprechenden Übergängen im Atom zuzuordnen. Bildpunkte die außerhalb der Linien ein Signal aufweisen, entstehen durch Bremsstrahlung (Kap. 2.1), oder kosmische Strahlung. Der Auslesevorgang führt zum einen zu einer Verlängerung der eingestellten, da der Strahlengang während dieser Zeit nicht mechanisch unterbrochen werden kann. Zum anderen wird hierdurch zusätzlich ein Untergrund erzeugt, da verschobene Pixel durch Strahlung der "falschen" Wellenlänge getroffen werden. Der Auslesevorgang dauert je nach Zusammenfassung (binning) der Pixel einige Millisekunden (wenn alle Pixel horizontal aufaddiert werden) bis hin zu 10,65 Sekunden (wenn alle Pixel einzeln ausgelesen werden).

Kameratemperatur	-110°C
Kamerawinkel	
bei LiF220	+4°
bei Si220	+29°
Kristallwinkel	
bei LiF220	-46,25°
bei Si220	-60°
Belichtungszeit	300 s
Abstand Quelle-Kristall	634 ± 5 mm
Quellengröße	0,1 × ca. 4 mm ²
Target	Eisen (⁵⁶ Fe)
Elektronenenergie	ca. 20 keV
Antikathodenstrom	40-50 μA

Tabelle 4.1: Bedingungen bei der Aufnahme von Abb. 4.3 und bei der Messung des Auflösungsvermögens von LiF220 bzw. Si220

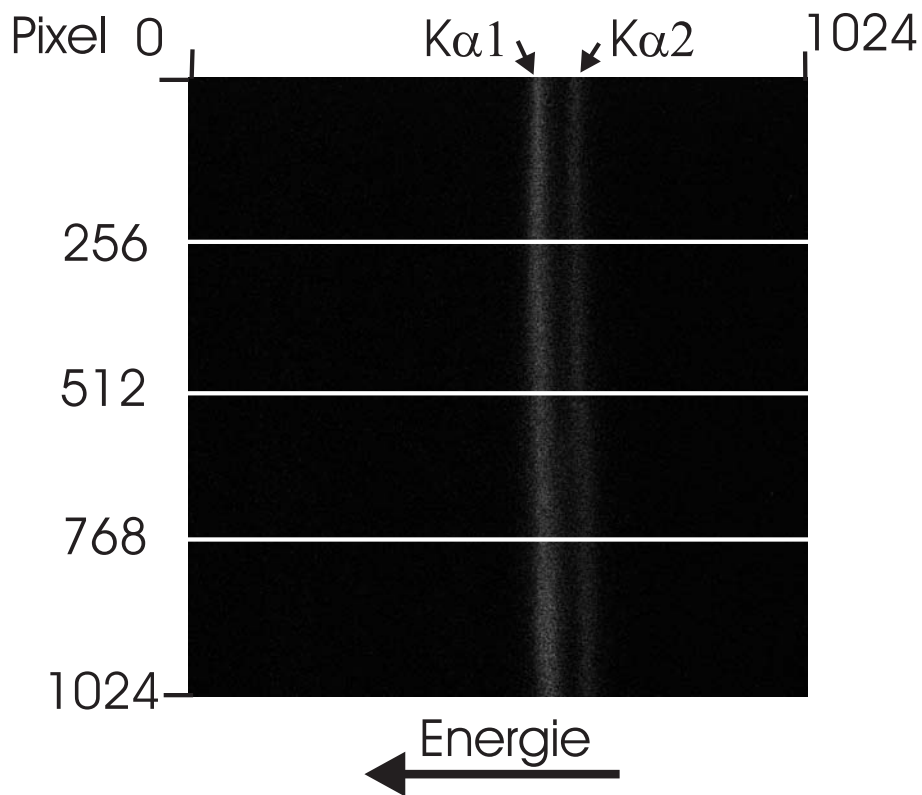


Abbildung 4.3: Die Eisenlinien auf dem CCD-Chip

4.2 Bestimmung des Auflösungsvermögens der Si(220) und LiF(220) Kristalle

Mit dieser Messung sollte das Auflösungsvermögen ($\frac{\lambda}{\Delta\lambda}$) der verwendeten Kristalle Si und LiF bestimmt werden. Es gibt den minimalen energetischen Abstand an, bei dem zwei Linien noch voneinander getrennt werden können. Nach dem Rayleigh-Kriterium muß hierzu der Abstand der Maxima zwei sich überlappender Spektrallinien größer als deren Halbwertsbreite sein. Die aus dieser Messung gewonnenen Daten ermöglichen für zukünftige Experimente die Abschätzung des Meßfehler, der durch die jeweils verwendeten Kristalle bedingt ist. Es lassen sich somit Aussagen über die erreichbare Präzision von Messungen, sowie die Qualität der Kristalle gewinnen. Das Auflösungsvermögen eines Kristalls wird unter anderem durch seine endliche räumliche Ausdehnung und durch Kristalldefekte reduziert. Kristalldefekte lassen sich in Punktdefekte und Defekte mit makroskopischer Ausdehnung einteilen. Erstere sind z.B. die Leerstellen (es befindet sich kein Atom auf dem entsprechenden Gitterplatz), Zwischengitteratome (es ist ein Atom zwischen anderen auf einem nicht vorhanden Gitterplatz angeordnet) und Fremdatome (ein Atom einer anderen Sorte ist im Kristall vorhanden). Zu den makroskopischen Defekten gehören die Stufenversetzung (eine weitere einatomige Kristallschicht ist teilweise in den Kristall eingeschoben) und die Korngrenzen (der Kristall besteht aus mehreren kleinen Kristallen, die sich zeitgleich bei der Herstellung ausbilden). D.h., die Braggbedingung wird für eine vorgegebene Wellenlänge λ in einem gewissen Winkelintervall ($\theta \pm \Delta\vartheta$) erfüllt, da Teilbereiche des Kristalls unterschiedliche Abweichungen von der Orientierung zur Flächennormalen aufweisen (Mosaizität $\Delta\vartheta$, sie charakterisiert die Qualität des Kristalls) und es so zu konstruktiver Interferenz kommt.

Wenn die Linienbreite der Röntgenstrahlung nicht durch die Größe der Quelle, die natürliche Linienbreite und die Ortsauflösung des Detektors bestimmt ist, d.h. daß all diese Einflüsse im Vergleich zur gemessenen Linienbreite klein sind, dann ist das Auflösungsvermögen eines Kristalls gleich der Halbwertsbreite (FWHM) der gemessenen Kurve (*rocking curve*). Der Einfluß der Quellgröße wird im nächsten Abschnitt erläutert.

4.2.1 Quellverbreiterung

Die hier verwendete Geometrie nutzt keine gekrümmten Kristalle, wie es die Johann oder von Håmos Instrumente tun. Einerseits wird man dadurch von der genauen Festlegung der relativen Positionen von Quelle, Kristall und Detektor auf dem sogenannten Rowland-Kreis, die in den erwähnten Geometrien erforderlich ist, frei,

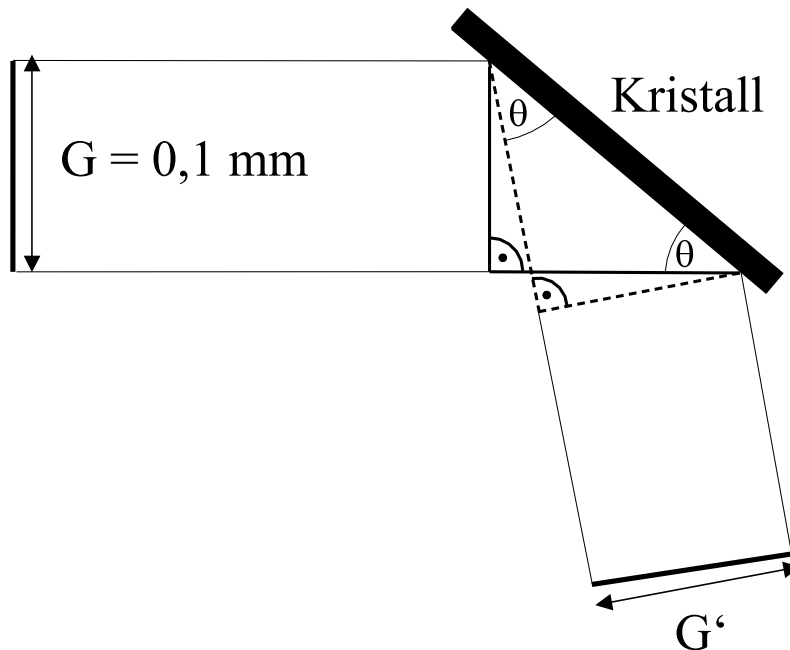


Abbildung 4.4: Beitrag der Quellengröße auf die Linienbreite. Die eingezeichneten Dreiecke besitzen dieselbe Hypotenuse, den gleichen Winkel θ und somit gleich lange Gegenkatheten. Daraus folgt: $G' = G$. G : Quellengröße, G' : Quellengröße auf dem CCD-Chip

andererseits ist man aber empfindlich auf die Größe der Quelle, weil jede Verschiebung dieser in einer Richtung transversal zum einfallenden Strahl in der Ebene, die durch diesen und den dritten Strahl definiert wird, sich in eine ebenso große Verschiebung des reflektierten Strahls auswirkt. Diese Geometrie eignet sich daher nur für "punktförmige" Quellen, oder für "linienförmige" Quellen die normal zu dieser Ebene stehen (wie z.B. die EBIT in der hier gewählten Konfiguration). Für die Behandlung der Quellverbreiterung bedeutet dies, daß die geometrische Ausdehnung unserer Testquelle in der erwähnten Richtung (G) sich eins zu eins auf die Linienbreite überträgt (Abb. 4.4, d.h., $G' = 0,1 \pm 0,03$ mm und somit 4 ± 1 Pixel beträgt).

4.2.2 Krümmung der Linien auf dem CCD-Chip

Für Röntgenstrahlen der Energie E , die unter einem Winkel α zur Verbindungsachse Quelle-Kristall auf den Kristall treffen, erscheint der Netzebenenabstand d um den Faktor $\cos \alpha$ vergrößert (siehe Abb 4.5). Die Braggbedingung wird daher nicht mehr an der ursprünglichen Stelle auf der Kristalloberfläche erfüllt, sondern an einer anderen, die um ein Winkelinkrement β von dieser abweicht. Dadurch verschiebt sich der Auftreffpunkt auf dem CCD-Chip in Richtung kleinerer Energien, wie aus der

4.2. Bestimmung des Auflösungsvermögens der Si(220) und LiF(220) Kristalle

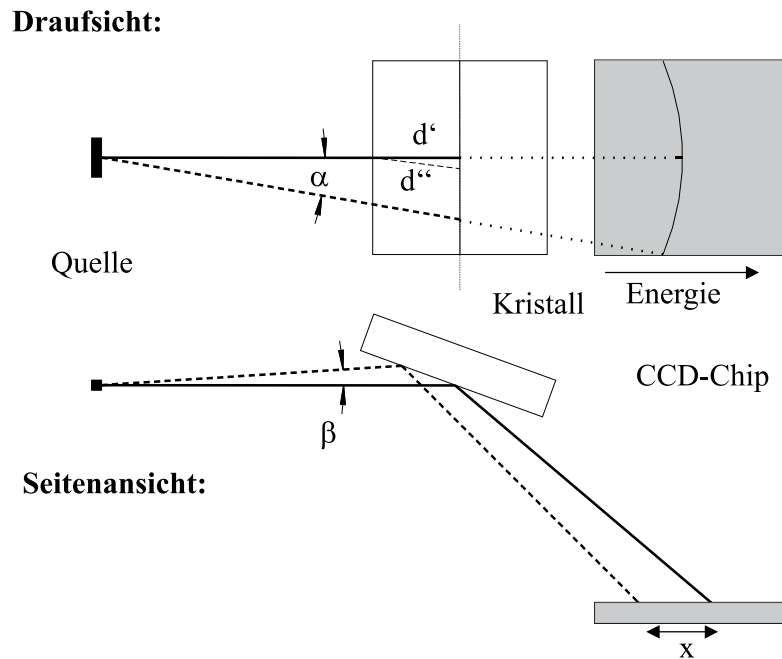


Abbildung 4.5: Entstehung der Linienkrümmung auf dem CCD-Chip

Abbildung ersichtlich ist.

4.2.3 Meßverfahren und Anfitzen der Meßdaten

Bei der Messung des Auflösungsvermögens des Si 220 Kristalls wurden für die Röntgenquelle die gleichen Parameter wie in Tabelle 4.1 angegeben eingestellt. Die Belichtungszeit betrug 60 s und das *binning* (das Zusammenfassen von Ladungen verschiedener Pixel) wurde so durchgeführt, daß die in den Pixelreihen 1 bis 256, 257 bis 512, 513 bis 768 und 769 bis 1024 gesammelten Elektronen in vertikaler Richtung (siehe Abb. 4.3) im CCD-Chip zusammengeführt wurden. Hierdurch verbessert sich das Signal-Rauschverhältnis, da für die in jedem Bildbereich gesammelte Ladung einer vertikalen Reihe von jeweils 256 Pixel nur eine Analog-Digital-Konversion durchgeführt werden muß. Dies wiederum ermöglicht eine kurze Belichtungszeit. Das Auflösungsvermögen wird dabei durch die Krümmung der Linien auf dem Chip nicht zu sehr reduziert, da nur Teilbereiche des Bildes aufsummiert wurden. Die im folgenden erläuterte Vorgehensweise wurde dann mit jedem Teil des Bildes durchgeführt. Da die Linienform der gemessenen Daten sowohl durch die natürliche Linienbreite, die ein Lorentzprofil aufweist, als auch durch die Mosaizität der Kristalle, die eine gaußförmige Verbreiterung der Linie bewirkt, beeinflusst wird, werden die experimentellen Daten mit einer Voigt-Funktion gefittet. Diese Funktion ist eine Faltung

aus der Lorentz- und der Gauß-Funktion.

Aus Lorentzfunktion:

$$y = y_0 + \frac{2A}{\pi} \times \frac{w}{4(x - x_c)^2 + w^2} \quad (4.1)$$

und Gaußfunktion:

$$y = y_0 + \frac{A}{w\sqrt{\frac{\pi}{2}}} e^{-2\frac{(x-x_c)^2}{w^2}} \quad (4.2)$$

erhält man so die Voigtfunktion:

$$y = y_0 + A \frac{2 \ln 2}{\Pi^{\frac{3}{2}}} \frac{\omega_L}{\omega_G} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{e^{-t^2}}{\left(\sqrt{\ln 2} \frac{\omega_L}{\omega_G}\right)^2 + \left(\sqrt{4 \ln 2} \frac{x-x_c}{\omega_G} - t\right)^2} dt. \quad (4.3)$$

Der Fit ermöglicht die Trennung der Lorentz- und Gauß-Breiten ω_L und ω_G , wodurch das Auflösungsvermögen der Kristalle, welches im Gauß'schen Beitrag enthalten ist, bestimmt werden kann. Beim Fitten der K_{α_1} -Linie von Eisen wurde die bekannte natürliche Linienbreite ($\omega_L = (2,55 \pm 0,03)$ eV [Mar97]) als fester Parameter vorgegeben. Die sich unter dieser Annahme im Fit ergebende Gaußbreite ω_G wurde dann für die Berechnung des Auflösungsvermögen verwendet. Dabei war eine Einschränkung des Fitbereichs notwendig, und die Meßpunkte der K_{α_2} -Linie wurden nicht berücksichtigt, da das Auswerteprogramm nicht in der Lage war, mehrere nebeneinander liegende Voigtprofile anzupassen.

Damit die natürliche Linienbreite vorgegeben werden konnte, war eine Umrechnung in Pixel notwendig. Dazu wurde die folgende Kalibrierung der Dispersion (D) durchgeführt:

$$D = \frac{\Delta E}{\Delta x} = \frac{E_{K_{\alpha_1}} - E_{K_{\alpha_2}}}{xc_2 - xc_1} \quad (4.4)$$

Mit xc_1 und xc_2 werden die Positionen der beiden Maxima bezeichnet, die man dem Fit von Abb. 4.6 entnimmt. Zur Bestimmung dieser Werte wurde ein Lorentzkurve durch die K_{α_1} - und K_{α_2} -Linie gefittet, da mit dieser Funktion die Berücksichtigung von mehreren Maxima möglich war und die Gesamtlinienbreite vorwiegend durch die Lorentzbreite verursacht wird. Der Fehler der Kalibrierung ist durch folgende Formel gegeben:

$$\Delta D = \sqrt{\left(-\frac{E_{K_{\alpha_1}} - E_{K_{\alpha_2}}}{(xc_2 - xc_1)^2} \times \Delta xc_2\right)^2 + \left(\frac{E_{K_{\alpha_1}} - E_{K_{\alpha_2}}}{(xc_2 - xc_1)^2} \times \Delta xc_1\right)^2} \quad (4.5)$$

4.2. Bestimmung des Auflösungsvermögens der Si(220) und LiF(220) Kristalle

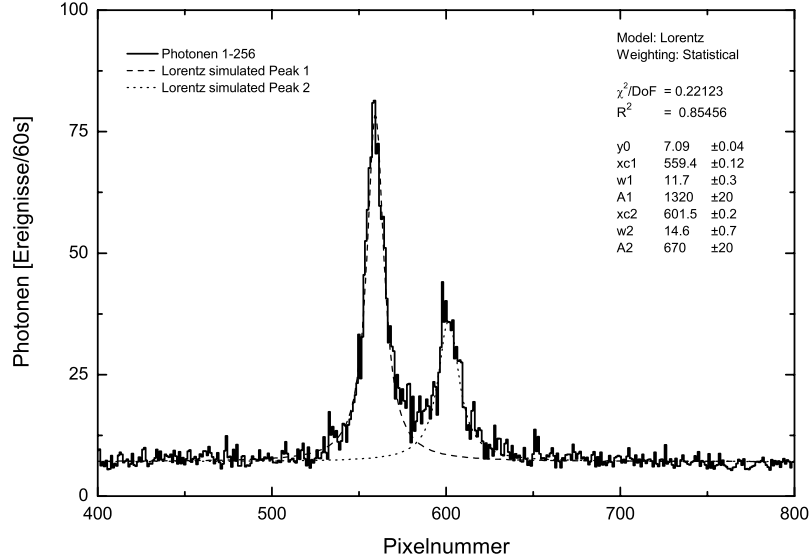


Abbildung 4.6: Meßdaten (Si220) mit Lorentzsimulierter K_{α_1} - und K_{α_2} - Linie

Aus Bildbereich 3 (Pixelreihen 513 bis 768) ergibt sich $D = (0,315 \pm 0,002)$ eV/Pixel. Dort und in Bereich 2 ist aufgrund der Linienkrümmung das beste Auflösungsvermögen zu erwarten. Die natürliche Linienbreite (FWHM(Lorentz)) errechnet sich damit zu $8,11 \pm 0,1$ Pixel. Die Gaußbreiten in den vier Teilbereichen des CCD-Chips, die man nun mit dem festgehaltenen Parameter und dem Voigtfit erhält (Abb. 4.7), sind in Tabelle 4.2 wiedergegeben.

Pixelreihe	FWHM (Gauß) [Pixel]
1-256	$8,17 \pm 0,52$
257-512	$8,27 \pm 0,64$
513-768	$6,80 \pm 0,59$
769-1024	$6,79 \pm 0,46$

Tabelle 4.2: FWHM der K_{α_1} -Linie in den einzelnen Bereichen des CCD-Chips bei der Bestimmung des Auflösungsvermögens von Si220, durch Anpassung eines Voigtprofils mit fester Linienbreite von 8,11 Pixel.

Aus diesen Werten ergibt sich ein Mittelwert der FWHM (Gauß) von $7,5 \pm 0,4$ Pixel. Diese Halbwertsbreite setzt sich nun aus der Quellverbreiterung und dem Auflösungsvermögen des Kristalls zusammen. Da als geometrische Quellfunktion eine Rechteckfunktion mit 4 Pixeln Breite angenommen werden kann, muß diese nach

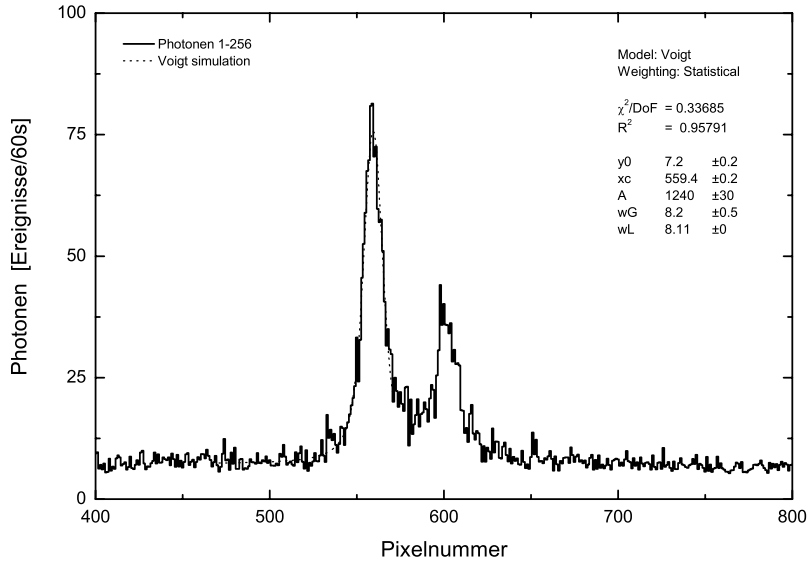


Abbildung 4.7: K_{α_1} -Linie (Si 220) mit Voigtfit

Faltung mit der noch unbekanntten Auflösungsfunktion eine FWHM (Gauß) von 7,5 Pixel ergeben. Die Faltung der Auflösungsfunktion mit der Rechteckfunktion ergibt eine Funktion die nur unmerklich von dem Gaußprofil abweicht und somit diese Vorgehensweise ermöglicht. Durch iteratives Annähern wurde festgestellt, daß mit eine Gaußbreite von 6.8 Pixel diese Bedingung erfüllte. Daher ist die Auflösung des Kristalls 6,8 Pixel FWHM (Gauß).

Das Auflösungsvermögen A in Elektronenvolt ist dann gegeben durch

$$A[eV] = D \times FWHM(Gau\beta)[Pixel] \quad (4.6)$$

mit einem Fehler von

$$\Delta A = \sqrt{(FWHM(Gau\beta) \times \Delta D)^2 + (D \times \Delta FWHM(Gau\beta))^2} \quad (4.7)$$

Einsetzen der gemessenen Werte ergibt ein Auflösungsvermögen des Si220 Kristalls bei 6,4 keV von $2,1 \pm 0,2$ eV, das meist in der Form $\frac{E}{\Delta E} \approx 3000$ angegeben wird. Man erkennt in Abb. 4.7, daß die gemessenen Daten gegenüber dem Voigtprofil immer noch eine leichte Asymmetrie aufweisen, die durch das zu starke vertikale Binning entsteht und somit das tatsächliche Auflösungsvermögen besser sein dürfte.

4.3. Reflektivitätsvergleich der Kristalle

Pixelreihe	FWHM (Gauß) [Pixel]
1-256	$19,65 \pm 0,58$
257-512	$24,16 \pm 0,64$
513-768	$27,14 \pm 0,65$
769-1024	$26,05 \pm 0,68$

Tabelle 4.3: FWHM der K_{α_1} -Linie in den einzelnen Bereichen des CCD-Chips bei der Bestimmung des Auflösungsvermögens von LiF220

Bei der Bestimmung des Auflösungsvermögens des LiF220 Kristalls wurde die Messung unter den gleichen Bedingungen wie zuvor durchgeführt. Bei der Auswertung wurden jedoch in diesem Falle an die K_{α_1} - und K_{α_2} -Linien Gauß- anstatt einer Lorentzkurven gefittet, da hier die Gesamtlinienbreite in erster Linie durch den Kristall selbst bestimmt ist. Die Quellbreite kann ebenfalls vernachlässigt werden, da sie im Vergleich zur Gesamtlinienbreite klein ist. Die Werte zur Berechnung entnimmt man den Abb. 4.8 und 4.9 und die Werte für die ermittelten FWHM (Gauß) der einzelnen Bereiche sind in Tabelle 4.3 angegeben.

Der Mittelwert der Gaußbreiten ist $24,25 \pm 1,65$ Pixel. Das Auflösungsvermögen des LiF220 Kristalls beträgt $(5,1 \pm 0,4)$ eV bzw. $\frac{E}{\Delta E} \approx 1250$.

4.3 Reflektivitätsvergleich der Kristalle

Mißt man strahlende Prozesse mit nur geringen Wirkungsquerschnitten, und daher bei geringen Photonenflüssen, so kann eine hohe Reflektivität der Kristalle die Meßstatistik und damit die Ergebnisse erheblich verbessern. Mit den im folgenden beschriebenen Experimenten soll daher die Reflektivität der Kristalle ermittelt werden. Die Wahl eines Kristalls für zukünftige Messungen mit diesem Spektrometer wird somit nicht nur unter den Gesichtspunkten der Energie der nachzuweisenden Röntgenstrahlung und dem Auflösungsvermögen entschieden, sondern auch unter Berücksichtigung der relativen Reflektivität der einzelnen Kristalle. Ebenfalls läßt sich, mit Hilfe der Quanteneffizienz des Detektors und der absoluten Reflektivität der Kristalle, eine totale Nachweiswahrscheinlichkeit des Spektrometers angeben, mit der die Zählrate in Experimenten bei bekanntem Raumwinkel, Anregungswahrscheinlichkeit und Ionendichte abgeschätzt werden kann. Zum Vergleich der Kristalle untereinander ist es notwendig, eine Quelle mit gleichbleibender Intensität zu verwenden. Da die Messungen innerhalb weniger Stunden durchgeführt werden können, eignete sich hierzu eine radioaktive Eisenquelle (^{55}Fe) mit einer Halbwertszeit von 2,73 Jahren. Die Entstehung der Röntgenstrahlung in dieser Quelle wurde in Kapitel 2.1 beschrieben. Damit die absolute Reflektivität der Kristalle bestimmt werden

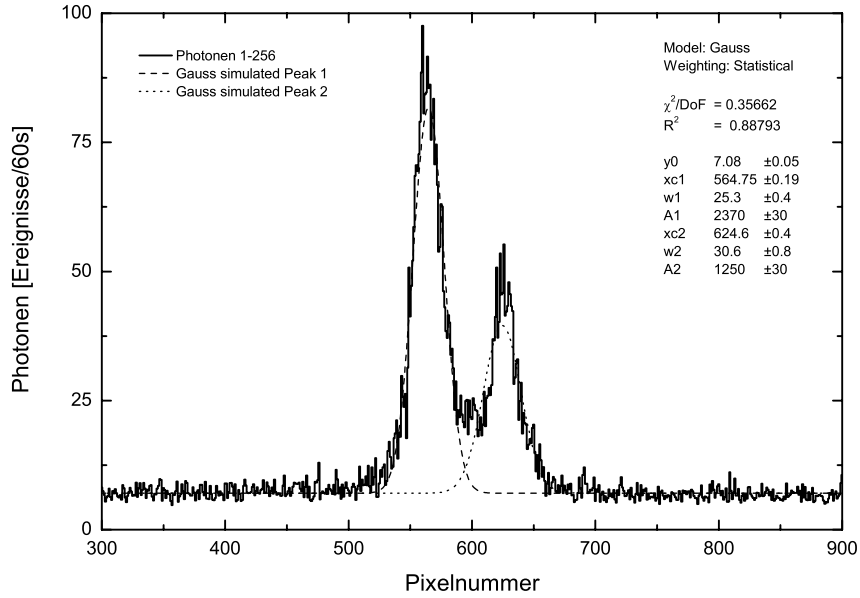


Abbildung 4.8: Meßdaten (LiF220) mit Gaußsimulierter K_{α_1} - und K_{α_2} - Linie

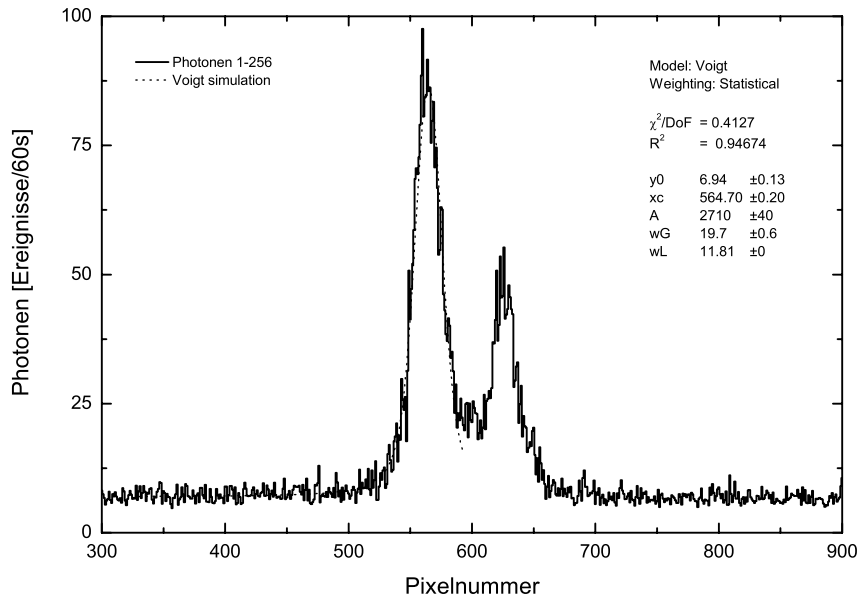


Abbildung 4.9: K_{α_1} -Linie (LiF220) mit Voigtfit

4.3. Reflektivitätsvergleich der Kristalle

Kristall	Linie	gem. γ -Anz.	reflekt. γ -Anz. ($K_{\alpha_1} + K_{\alpha_2}$)	$\frac{\text{reflektiert}}{\text{einfallend}} \times 10^{-4}$
LiF220	K_{α_1}	1850 ± 40	9000 ± 180	$15,8 \pm 0,9$
LiF220	K_{α_2}	1130 ± 40		
Si220	K_{α_1}	380 ± 20	1900 ± 120	$4,4 \pm 0,3$
Si220	K_{α_2}	240 ± 20		
Ge220	K_{α_1}	980 ± 30	4700 ± 120	$11,5 \pm 0,6$
Ge220	K_{α_2}	570 ± 30		

Tabelle 4.4: Anzahl der Photonen (K_{α_1} und K_{α_2}) je nach Kristall und das gesamt Reflexionsvermögen der Kristalle.

kann, benötigt man die momentane Aktivität der Quelle. Diese wurde in einer Messung mit einem Germanium-Detektor ermittelt. Der entsprechende Experimentaufbau ist in Abb. 4.10 zu sehen. Die gemessene Zählrate betrug $(22,3 \pm 0,3) \frac{1}{s}$. Auf ihrem Weg zum Detektor (Nachweiswahrscheinlichkeit bei 5,9 keV (K_{α_1} von Mangan [Und86]), ca. 95%), wurde ein Teil der Röntgenstrahlung durch die Heliumatmosphäre (Transmission: 0,995 (siehe Abb. 2.11)) und das Berylliumfenster (Transmission: 0,887), das sich zum Schutz vor dem Detektor befindet, absorbiert. Beachtet man diese Faktoren, so ergibt sich eine korrigierte Zählrate von $(26,6 \pm 0,3) \frac{1}{s}$, unter einem Raumwinkel von,

$$\Omega[sr] = \frac{\pi \times r^2}{a^2} \times 4\pi = (3,4 \pm 0,14) \times 10^{-4} \quad (4.8)$$

mit den Werten für $a = (847 \pm 3)$ mm und $r = (2,5 \pm 0,1)$ mm.

Nach der Messung der Zählrate wurde die Quelle in ein Strahlrohr am Spektrometer eingebaut, so daß der Abstand Quelle-Kristall (420 ± 3) mm betrug. Es wurden Spektren mit den Kristallen LiF220, Si220 und Ge220 mit einer Belichtungszeit von 30 min aufgenommen und anschließend die Anzahl der im CCD-Detektor nachgewiesenen Photonen bestimmt. Hierzu wurde wieder ein Fit durchgeführt, um die Anzahl der Photonen für beide Übergänge K_{α_1} und K_{α_2} getrennt angeben zu können. In Tabelle 4.4 ist die Photonenzahl zusammen mit den tatsächlich reflektierten Photonen (Nachweiswahrscheinlichkeit 33 %, siehe Abb. 3.7) angegeben. Berechnet man den Raumwinkel unter dem die Photonen auf den Kristall treffen und daraus deren Anzahl, dann läßt sich das Verhältnis der einfallenden- zu reflektierten- Photonen angeben (Tab. 4.4). Zur Berechnung braucht man die aktive Kristalloberfläche (785 mm^2), deren Normale mit dem einfallenden Stahl den jeweiligen Braggwinkel θ einschließt. Deshalb muß die Kristallfläche mit dem Faktor $\sin \theta$ multipliziert werden.

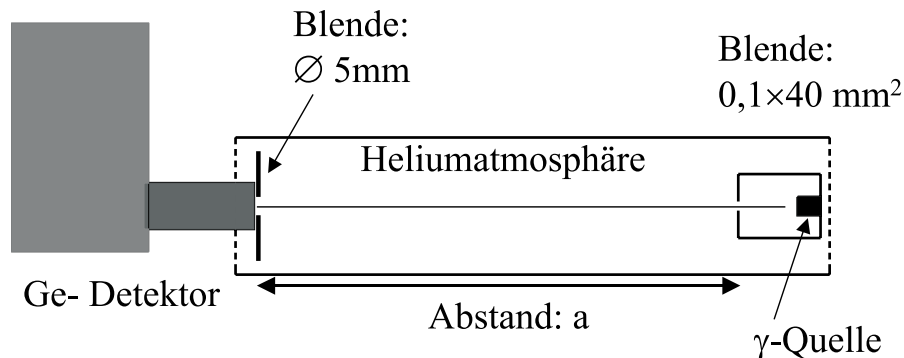


Abbildung 4.10: Aufbau zur Messung der Aktivität der ^{55}Fe -Quelle: $a = (850 \pm 3)$ mm

4.4 Reproduzierbarkeit bei Kristallverschiebung

Werden Messungen mit zwei verschiedenen Kristallen durchgeführt, wie z.B. die Absolutmessung (Kapitel 2.4), so ist es notwendig, den Fehler zu kennen, der durch die Verschiebung der Kristalle entsteht. Man kann hierzu den Bewegungsfreiraum der Kristalle (in Grad) abschätzen, der dadurch entsteht, dass die Führung des beweglichen Teils des Längs-Verschiebemanipulators nicht völlig starr sein kann. Gleichzeitig wird durch die Betätigung des Handrades des Z-Manipulators eine Kraft auf die Rotationsplattform ausgeübt. Da diese Plattform in sich drehbar gelagert ist, entstehen auch hier leichte Veränderungen der Winkeleinstellung. Ein weiterer möglicher Beitrag kommt durch Verschiebung der Kristalle zustande, weil hierdurch eine andere Einfallfläche auf dem Kristall die Reflexion verursacht, wodurch anders orientierte Teilkristalle zur Reflexion beitragen. Um die Summe dieser Effekte zu messen, wurde bei gleichen Parametern wie bei der Bestimmung des Auflösungsvermögens der Kristallhalter zwischen jeder Messung um etwa 100 mm in Längsrichtung verschoben und anschließend der gleiche Kristall an die ursprüngliche Meßposition gebracht. Die Messungen, die mit dem LiF220 Kristall durchgeführt wurden, sind in Abb. 4.11 gezeigt, die mit dem Si220 Kristall durchgeführten in Abb. 4.12. Die Fehlerbalken der einzelnen Meßpunkte geben dabei den bei der Bestimmung der Linienmitte ermittelten Fehler an. Bei der Berechnung der Standardabweichung ($\sigma = 1,4$) der Position der K_{α_1} -Linie wurden die Meßpunkte 1 und 16 aufgrund ihrer großen Abweichungen nicht berücksichtigt. Deren Ursache liegt in der hier angewandten, entgegengesetzten Drehrichtung beim Positionieren des Kristalls, worauf somit bei zukünftigen Messungen unbedingt geachtet werden muß. Die Reproduzierbarkeit ist bei Messungen mit verschiedenen Kristallen um den Faktor vier schlechter als der Fehler der Einzelmessung ($\pm 0,4$). Hier ist jedoch in Zukunft eine erhebliche Verbesserung zu erwarten, sobald zum Antrieb der bereits vorhandene Schrittmotor

4.4. Reproduzierbarkeit bei Kristallverschiebung

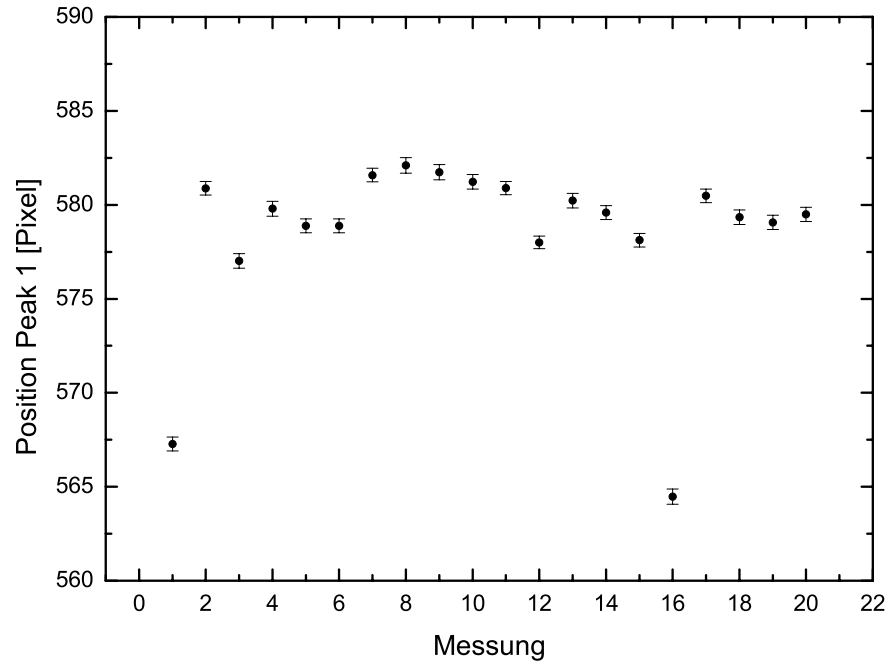


Abbildung 4.11: Veränderung der Position der K_{α_1} -Linie (LiF220) durch Betätigung des Z-Manipulators

eingesetzt werden wird. Das Gleiche gilt für die Messung mit dem Si-Kristall; hier beträgt die Standardabweichung sogar $\sigma = 2,7$, was durch die Verwendung der Handkurbel bedingt ist, wodurch erheblich größere Kräfte auf die Kristallmanipulationseinheit wirken. Somit ist in diesem Falle eine noch deutlichere Verbesserung durch Verwendung des Schrittmotors zu erwarten.

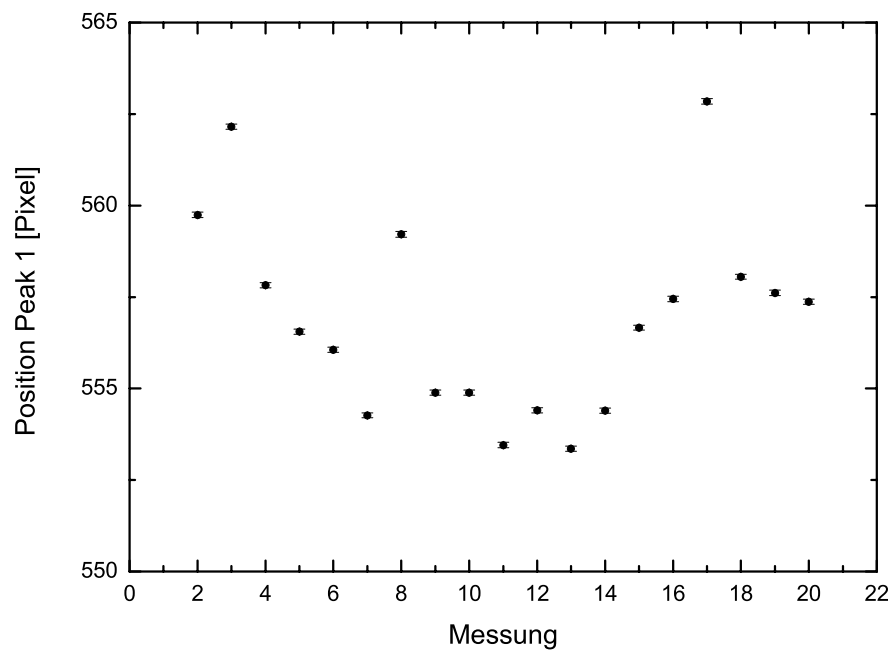


Abbildung 4.12: Veränderung der Position der K_{α_1} -Linie (Si220) durch Betätigung des Z-Manipulators

Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit waren die Konstruktion, der Aufbau und der Test eines Röntgenkristallspektrometers, welches an der Elektronenstrahl-Ionenfalle (EBIT) des Max-Planck-Instituts für Kernphysik zur Präzisionspektroskopie von hochgeladenen Ionen zum Einsatz kommen wird. Das Spektrometer verwendet hierzu flache Kristalle in Reflexionsgeometrie, wobei auch die Möglichkeit zu Transmissionsmessungen vorgesehen wurde. Zum Nachweis der Röntgenstrahlung dient ein ortsauflösender kryogener Detektor (CCD) im Ultrahochvakuum, wodurch eine ausgezeichnete Quanteneffizienz gewährleistet wird.

Der Schwerpunkt der Arbeit lag dabei auf der Konstruktion und dem Aufbau eines Spektrometers, das den Anforderungen für einen Betrieb an der EBIT gerecht werden mußte. Eine besondere Herausforderung bestand im Erreichen der gewünschten hohen Präzision und in der möglichst exakten Reproduzierbarkeit. Zudem sollte ein Kristallwechsel schnell und ohne Belüften des Spektrometers durchführbar sein. Ein möglichst großer Meßbereich, Bedienungsfreundlichkeit, sowie andere apparative Randbedingungen, welche durch die EBIT vorgegeben waren, stellten zusätzliche Ansprüche an den Entwurf.

Die Funktion des Spektrometers wurde mittels einer eigens aufgebauten Röntgenquelle, bestehend aus Elektronenkanone und Target, demonstriert. Hierbei sorgten ähnliche geometrische Bedingungen wie bei der EBIT für Ergebnisse, die eine Übertragung der daraus gewonnenen charakteristischen Eigenschaften auf zukünftige Experimente an der Ionenfalle erlauben. Durch die Auswertung der gewonnenen Daten konnte so z.B. das Auflösungsvermögen des LiF(220) Kristalls bei einer Röntgenenergie von $6,4 \text{ keV}$ zu $5,1 \pm 0,4 \text{ eV}$ und das des Si(220) Kristalls, bei gleicher Energie, zu $2,1 \pm 0,2 \text{ eV}$ bestimmt werden. Mit einer radioaktiven Eisenquelle wurde das Reflexionsvermögen des Si(220)-, LiF(220)- und des Ge(220)-Kristalls ermittelt.

Alle Testmessungen wurden auf einem separaten Teststand durchgeführt. Nach der Montage an die EBIT, eröffnet dieses Spektrometer die Möglichkeit, präzise spektro-

skopische Messungen an hochgeladenen Ionen, z.B. dem bereits produzierten Hg^{78+} , im Röntgenbereich durchzuführen. In naher Zukunft werden Ionen in verschiedenen Ladungszuständen bis hin zum U^{92+} zur Verfügung stehen und somit lassen sich systematische Untersuchungen zu grundlegenden physikalischen Theorien, wie z.B. der Relativistik und der Quantenelektrodynamik in starken Feldern, die sich in Effekten, wie z.B. Feinstrukturaufspaltung, Hyperfeinstruktur sowie Lamb-Verschiebung äußern, anhand ihrer Beiträge zur Bindungsenergie genau vermessen bzw. überprüfen.

Anhang A

A.1 Farbtafeln

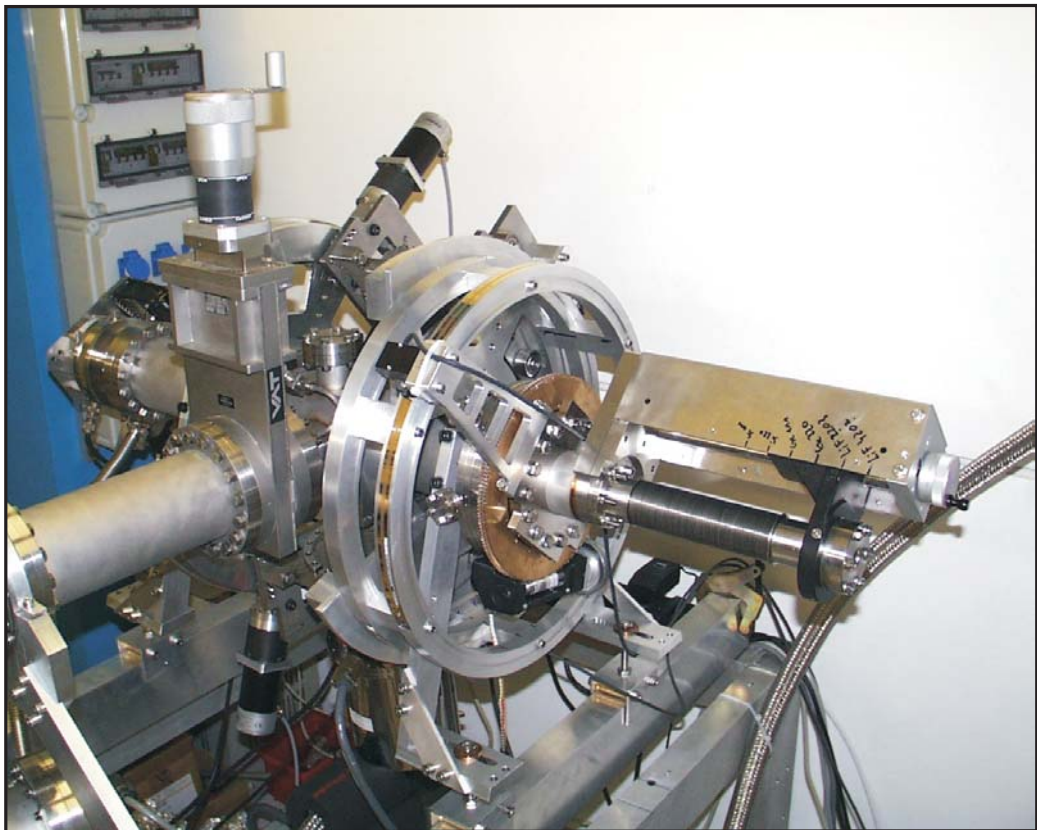


Abbildung A.1: Das Spektrometer. Im Vordergrund die Kristallmanipulationseinheit.

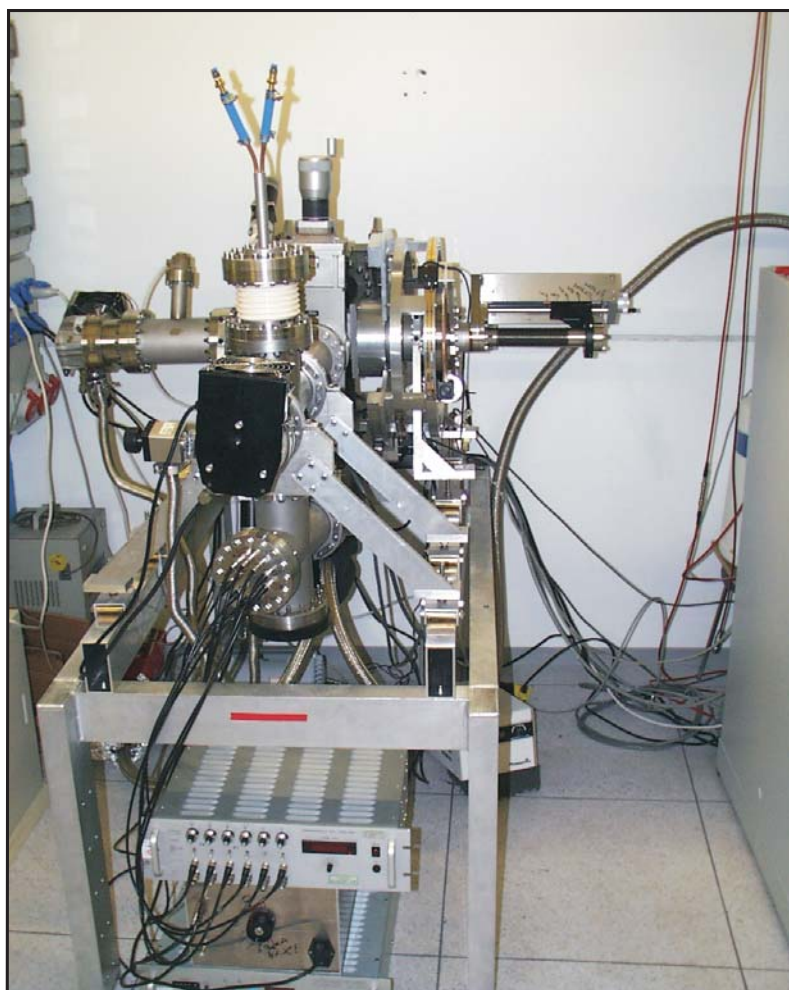


Abbildung A.2: Spektrometer mit Röntgenquelle im Vordergrund

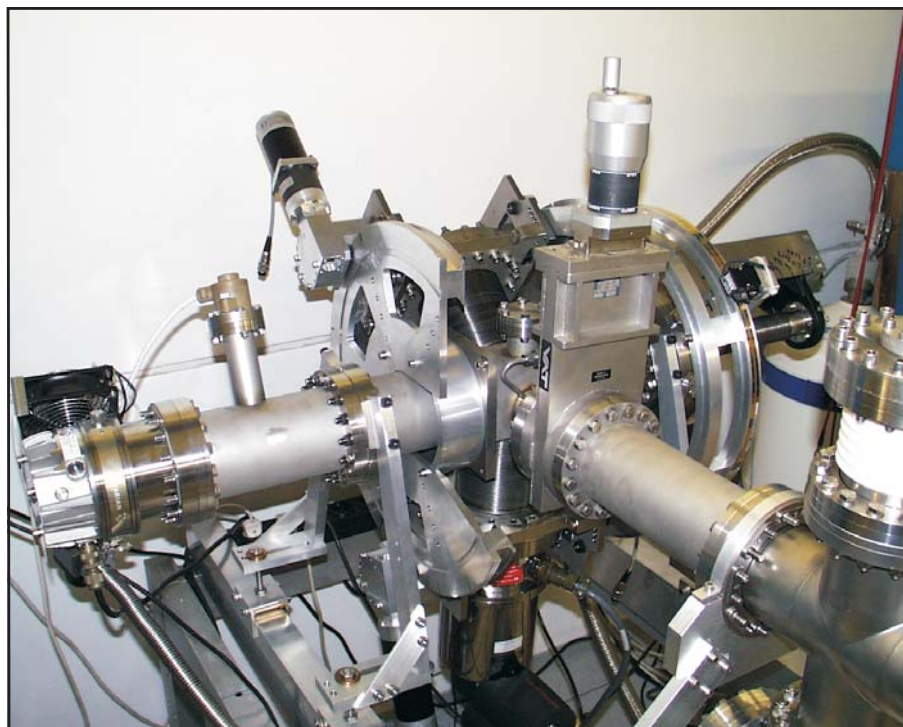


Abbildung A.3: Spektrometer mit Turbomolekularpumpe (links), Antrieb der Detektoreinheit (hinten), CCD-Kamera (unten)

Literaturverzeichnis

- [Aga91] AGARWAL, B.K.: *X-Ray Spectroscopy*. Heidelberg : Springer-Verlag, 1991
- [BD01] BÄHREN, L. ; DOTSENKO, I.: *K 226 - X-Ray diffraction on crystalline structures (Advanced Laboratory Course)*. 2001. – Internet: <http://cips02.physik.uni-bonn.de/~baehren/f-praktikum/reports/fp2-k226-Baehren.pdf>
- [Bra12] BRAGG, W.L.: The Diffraction of Short Electromagnetic Waves by a Crystal. In: *Proc. Cambridge Phil. Soc.* 17 (1912), S. 43–57
- [BS96] BRONSTEIN, I. N. ; SEMENDJAJEW, K. A. ; ZEIDLER, E. (Hrsg.): *Teubner Taschenbuch der Mathematik*. Stuttgart - Leipzig : B. G. Teubner, 1996
- [Cau32] CAUCHOIS, Y.: Spectrographie des rayons x par transmission d'un faisceau noncanalisé à travers un cristal coubré. In: *J. Phys. Rad.* 3 (1932), S. 320–336
- [CBF 00] CRESPO LÓPEZ-URRUTIA, J.R. ; BAPAT, B. ; FEUERSTEIN, B. ; A.WERDICH ; ULLRICH, J.: First Results from the Freiburg Electron Beam Ion Trap FreEBIT. In: *Hyperfine Interactions* 127 (2000), S. 497–501
- [Cen03] CENTER FOR X-RAY OPTICS: *X-Ray Interactions with Matter*. Internet: <http://www-crxo.lbl.gov/>. 2003. – E.O. Lawrence Berkeley National Laboratory
- [Dem95] DEMTRÖDER, W.: *Experimentalphysik 2 (Elektrizität und Optik)*. Berlin : Springer-Verlag, 1995
- [Dem96] DEMTRÖDER, W.: *Experimentalphysik 3 (Atome, Moleküle und Festkörper)*. Berlin : Springer Verlag, 1996
- [Dem98] DEMTRÖDER, W.: *Experimentalphysik 4 (Kern-, Teilchen- und Astrophysik)*. Berlin : Springer-Verlag, 1998

-
- [Don89] DONETS, E.D. ; BROWN, I.G. (Hrsg.): *The Physics and Technology of Ion Sources*. New York : Wiley, 1989
- [DuM47] DUMOND, J. W. M.: A High Resolving Power, Curved-Crystal Focusing Spectrometer for the Short Wave-Length X-Rays and Gamma-Rays. In: *Rev. Sci. Instr.* 18 (1947), S. 626–638
- [Ewa13] EWALD, P.P.: Zur Theorie der Interferenzen der Röntgenstrahlung. In: *Phys. Z.* 14 (1913), S. 465–472
- [Ewa82] EWALD, P.P. ; BONNELLE, C. (Hrsg.) ; MANDE, C. (Hrsg.): *Advances in X-Ray Spectroscopy*. New York : Pergamon, 1982
- [FKv12] FRIEDRICH, W. ; KNIPPING, P. ; VON LAUE, M.: Interferenz-Erscheinungen bei Röntgenstahlung. In: *Sitzungsberichte der Königlich Bayerischen Akademie der Wissenschaften* (1912), S. 303–322
- [Ger93] GERTHSEN, Vogel: *Physik*. 17. Berlin Heidelberg : Springer-Verlag, 1993
- [KGD 88] KESSLER, E. G. ; GREENE, G. L. ; DEWEY, M. S. ; *et al.*: High accuracy, absolute wavelength determination of capture gamma-ray energies for $E < 5$ MeV and direct determination of binding energies in light nuclei. In: *J. Phys. G: Nucl. Phys. Suppl.* 14 (1988), S. 167–174
- [Leo92] LEO, W.R.: *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments*. Berlin Heidelberg : Springer-Verlag, 1992
- [Mar97] MARSHALL SPACE FLIGHT CENTER (NASA). *AXAF Project Science: Widths for Characteristic X-Ray Lines*. Internet: <http://wwwastro.msfc.nasa.gov/xray/xraycal/linewidths.html>. 1997
- [MLK 88] MARRS, R.E. ; LEVINE, M.A. ; KNAPP, D.A. ; HENDERSON, J.R.: In: *Phys. Rev. Lett.* 60 (1988), S. 1715
- [MTW 03] MIRONOV, V. ; TRINCZEK, M. ; WERDICH, A. ; GONZÁLEZ MARTÍNEZ, A.J. ; GUO, P. ; ZHANG, X. ; BRAUN, J. ; CRESPO LÓPEZ-URRUTIA, J.R. ; ULLRICH, J.: In: *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B* (2003). – in press
- [Plu57] PLUMLEE, R. H.: In: *Rev. Sci. Instrum.* 28 (1957), S. 830
- [RA14a] RUTHERFORD, E. ; ANDRADE, E. N. da C.: The wavelengths of soft x-rays from Radium. In: *Phil. Mag.* 27 (1914), S. 854–868

- [RA14b] RUTHERFORD, E. ; ANDRADE, E.N. da C.: The spectrum of the penetrating x-rays from Radium B and Radium. In: *Phil. Mag.* 28 (1914), S. 263–273
- [Und86] UNDERWOOD, J. H. ; VAUGHAN, D. (Hrsg.): *X-Ray Data Book-let*. California 94720 : Lawrence Berkeley Laboratory, 1986
- [von12] VON LAUE, M.: Eine Quantitative Prüfung der Theorie Für Die Interferenzerscheinungen Bei Röntgenstrahlen. In: *Sitzungsberichte der Bayerischen Akademie der Wissenschaften* (1912), S. 363–373
- [Wer00] WERDICH, A. A.: *Konstruktion und Aufbau einer Laser-Ionenquelle für die Freiburger Elektronenstrahl-Ionenfalle*. Freiburg, Albert-Ludwigs-Universität, Diplomarbeit, 2000
- [Wid99] WIDMANN, K.: *High-Resolution Spectroscopic Diagnostics of Very High-Temperature Plasmas in the Hard X-Ray Regime*. Graz, Technische Universität, Dissertation, 1999

Danksagung

Ein Dankeschön an alle die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Mein Dank gilt vor allem Prof. Dr. J. Ullrich für die Aufnahme in seine Arbeitsgruppe und die daraus entstandene Möglichkeit, eine solch interessante Diplomarbeit durchführen zu können. Meinem Betreuer Priv.-Doz. Dr. José Ramón Crespo López-Urrutia danke ich für die Unterstützung während der Diplomarbeit und seine Bereitschaft, die Experimentalphysik mit Hilfe seiner Erfahrung zu erklären. Desweiteren danke ich allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe von Prof. Ullrich für die gute Zusammenarbeit und Arbeitsklima.

Ein Dankeschön an die Mitarbeiter der mechanischen Werkstatt des MPI-K, die Herren Mallinger, Reißfelder, Winkler, . . . , die einen großen Anteil am erfolgreichen Aufbau des Spektrometers hatten und mit denen das Arbeiten viel Spaß bereitete. Mein Dank gilt auch meinen Kollegen:

- Daniel Fischer, da eine Diplomarbeit, die man mit \TeX schreibt, im Vergleich zu einer Handgeschriebenen, einfacher besser aussieht .
- Hjalmar Bruhns und seinen Programmierkenntnissen, da das Notieren von 1024×1024 Grauwerten etwas mühsam sein kann.
- Günter Brenner, für das Korrekturlesen und den erweiterten Infinitiv.
- Mike Trinczek, für das Jahr zusammen in einem Büro, die daraus entstandene Freundschaft und die Unterstützung in jeglicher Hinsicht.
- Meinen Kommilitonen Thorsten Ergler und Thomas Ferger, für das Frühstück freitag morgens und dafür, daß ich nicht immer die Brötchen mitbringen mußte.

Danke Janina und Antonia, durch euch erfahre ich immer wieder neu, was das Leben so wertvoll macht.

Erklärung:

Ich versichere, daß ich diese Arbeit selbständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den

.....

Johannes Braun