Zeitschrift: Helvetica Physica Acta
Band: 37 (1964)
Heft: I

Artikel: Thermolumineszenzmessung mit Doppelstrahlspektrometer
Autor: Brunner, G.O.
DOI: https://doi.org/10.5169/seals-113469

Nutzungsbedingungen
Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation
L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use
The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 14.12.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Thermolumineszenzmessung mit Doppelstrahlspektrometer

von **G. O. Brunner**

Institut für Kristallographie und Petrographie der ETH, Zürich

(15. VIII. 63)

Abstract. The conversion of a commercial 'low cost' spectrometer for measurement of thermoluminescence is described. The main features of the instrument are: a) suppression of the measured 'black body' radiation by a factor of 100 by the double beam technique, b) possibility of spectral investigation of the radiation, c) strong demagnification of the beam permits use of small sample quantities (approx. 1 mg).

Einleitung, Methode

Thermolumineszenzmessungen («glow-Kurven») waren bisher auf eine Maximaltemperatur beschränkt, bei der die Intensität der «Schwarzkörperstrahlung» etwa diejenige der zu messenden Lumineszenzstrahlung erreicht[1]). Durch Anwendung eines Doppelstrahlverfahrens (bekannt zum Beispiel bei registrierenden Spektrometern) konnte die in der Messung wirksame Schwarzkörperstrahlung bis zu einem Faktor 100 reduziert werden. Dabei wird alternierend die Strahlung von einer vorher ausgeheizten Probe (Referenzprobe) und von der unbehandelten Probe (Messprobe) auf den Empfänger abgebildet. Die Schwarzkörperstrahlung tritt in beiden Proben in der Regel näherungsweise gleich stark auf und erzeugt ein Gleichstromsignal, das nicht weiter verarbeitet wird. Thermolumineszenz wird nur von der Messprobe emittiert. Infolge der alternierenden Abbildung erzeugt sie ein Wechselstromsignal, das verstärkt und registriert wird. Als einfachste Lösung wurde zu diesem Zwecke ein kommerzielles UV-VIS-Spektrometer*) umgebaut, womit sich ausserdem die Möglichkeit spektraler Untersuchungen ergab. Im kürzerwelligen Teil des Thermolumineszenzspektrums ist damit auch eine weitere Temperatursteigerung möglich, da das Maximum der Schwarzkörperstrahlung im IR liegt.

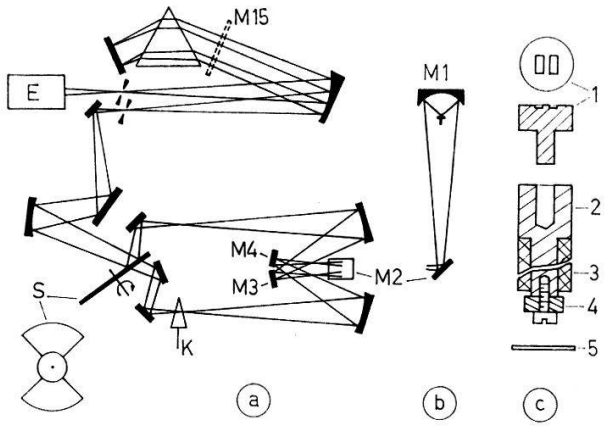
Um mit möglichst geringen Substanzmengen messen zu können, wurde der Spektrometerspalt stark verkleinert auf die Proben abgebildet.

Optischer Teil

Figur 1 zeigt den Strahlengang der Apparatur. M 1 bis M 4 sowie M 15 sind die beim Umbau neu zugefügten Spiegel. Der Empfänger wird hinter dem Austrittsspalt des Monochromators montiert. Der elliptische Spiegel M 1 bildet den Spektrometerspalt (maximal 12 × 2 mm) sechsfach verkleinert auf die Proben ab. Mit einer

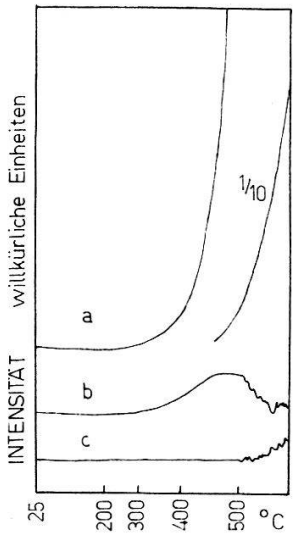
*) Perkin-Elmer Mod. 137 UV. Messbereich 190–750 mμ.

Monochromatoröffnung von f/5 und unter Berücksichtigung von Vignettierungsverlusten werden somit etwa 15% der in den Halbraum emittierten Strahlung aufgefangen. Zum Registrieren einfacher glow-Kurven (ohne spektrale Zerlegung) wird vor dem Prisma ein Planspiegel M 15 montiert.

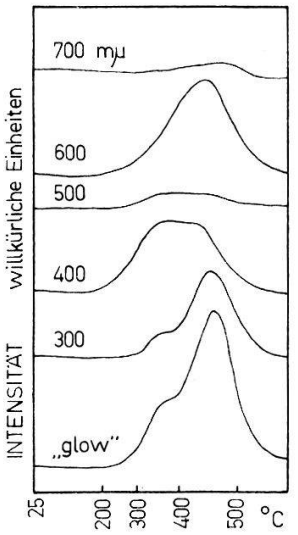


Figur 1

Strahlengang im modifizierten Spektrometer. a) Aufsicht, b) Seitensicht, c) Heizkörper und Probenkopf. E Empfänger, S rotierender Sektorspiegel, K Kammblende, 1. Probenkopf mit Vertiefungen für Mess- und Referenzprobe, Silber, 2. Silberstab mit Bohrung für Probenkopf, 3. Heizwicklung, 4. Träger, 5. Strahlungsschild, unterhalb Ofen angebracht.



Figur 2



Figur 3

Figur 2 Wirksamkeit der Doppelstrahlmethode. Wölsendorfer Fluorit, $\lambda = 700$ mμ, Aufheizdauer 135 s. a) Einstrahlig, Schwarzkörperstrahlung voll wirksam, b) Doppelstrahlig, Schwarzkörperstrahlung kompensiert, c) Differenzkurve zwischen zwei vorher ausgeheizten Proben. Ein Teil der Kurve a) ist mit zehnfach verkleinertem Ordinatenmaßstab gezeichnet.

Figur 3 Wölsendorfer Fluorit, aufgenommen bei verschiedener Wellenlänge (λ in mμ), sowie gewöhnliche glow-Kurve ohne spektrale Zerlegung. Aufheizdauer 135 s.

Elektronischer Teil

Die Elektronik umfasst folgende Teile (vom ursprünglichen Spektrometer übernommen): Stromversorgung, Empfänger (Photomultiplier EMI 9529 B), Wechselstrom-Verstärker (27 Hz) mit zwei um 180° phasenverschobenen Ausgängen, mechanischer Vollweggleichrichter (synchron gekoppelt mit dem rotierenden Sektorspiegel), sowie (zusätzlich angebracht): Kathodenfolger an den Verstärkerausgängen, RC-Filter zur Glättung des Signals nach der Gleichrichtung, *y-t*-Schreiber.

Der Heizofen besteht aus einem mit Nichrome-Draht umwickelten Silberstab, auf den der Probenkopf aufgesetzt wird. Die Drahtwicklung wird mit konstanter Spannung aufgeheizt.

Die im ursprünglichen Spektrometer vorhandenen Teile: Strahlungsquellen, mit Schreiber gekoppelter optischer Nullabgleich, automatische Verstärkungskontrolle sowie einige Spiegel werden nicht verwendet.

Arbeitsbeispiele

Figur 2 zeigt die Wirksamkeit der Doppelstrahlmethode. Aufgenommen wurde die Thermolumineszenz von CaF_2*) bei 700 mμ Wellenlänge im Doppelstrahlbetrieb (b) sowie mit blockiertem Referenzstrahl im Einstrahlbetrieb, entsprechend der sonst üblichen Technik (a). Mit einer Kammblende im Meßstrahl (K in Figur 1) ist es möglich, die Transmission in den beiden Strahlenwegen auf $< 1\%$ Unterschied abzugleichen, so dass die Schwarzkörperstrahlung, sofern sie in beiden Proben gleich stark auftritt, zu $< 1\%$ als AC-Signal wirksam ist. (Starke Gleichstrom-Belastung des Empfängers durch die Schwarzkörperstrahlung äussert sich in erhöhtem Rauschen.) Zum Abgleich wird als Mess- und Referenzprobe das gleiche Material erhitzt. Differenzmessungen nach dem Doppelstrahlverfahren sind auch in anderen Fällen nützlich, zum Beispiel zur Messung von Intensitätsänderungen nach Bestrahlung, wenn sich Maxima mit verschiedenem Verhalten gegenseitig überlagern.

Um den dreidimensionalen Zusammenhang $I = f(T, \lambda)$ zu erfassen, ist es üblich, entweder bei konstanter Wellenlänge die Kurven $I = f(T)$, $\lambda =$ konst.[2]) oder bei näherungsweise konstanter Temperatur die Spektren $I = f(\lambda)$, $T \approx$ konst.[3]) zu registrieren. Die Apparatur bietet beide Möglichkeiten. Bei schwach leuchtenden Substanzen ist der erste Weg vorzuziehen, da dann die Aufheizgeschwindigkeit a frei wählbar ist und die Strahlungsintensität proportional a zunimmt[4]).

Figur 3 zeigt vom gleichen Fluorit wie in Figur 2 die glow-Kurve sowie Aufnahmen $I = f(T)$ bei verschiedener Wellenlänge. Bei spektraler Zerlegung sind mindestens drei Maxima zu erkennen, in der gewöhnlichen glow-Kurve nur zwei**).

---

*) Fluorit, dunkelviolett, Grube Nabranken bei Wölsendorf. Das Material entfärbt sich beim Erhitzen. Die Schwarzkörperstrahlung ist in der Referenzprobe daher schwächer als in der Messprobe und kann nicht vollständig kompensiert werden. Das Maximum der Differenzkurve b) in Figur 2 ist möglicherweise durch die Änderung des Absorptions- und Emissionsvermögens während dem Erhitzen bedingt. Selbst in diesem ausgesucht ungünstigen Falle ist der Vorteil der Doppelstrahlmethode offensichtlich. Es scheint, dass Mehrfachreflexion in der Pulverschicht die Unterschiede im Emissionsvermögen abschwächt (Analogie zur Wirkungsweise eines Hohlraumes). In anderen Fällen (Kalkstein, Quarz) traten keine Komplikationen durch Entfärbung auf.

**) Es erfolgte keine Korrektur für die variable spektrale Spaltbreite des Monochromators und die spektrale Empfindlichkeit des Empfängers. Im interessierenden λ-Bereich sind aber beides monotone Funktionen; der qualitative Kurvenverlauf wird dadurch nicht verändert.

Versuche mit gepulvertem Kalkstein ($CaCO_3$) zeigten, dass von einer Schichtdicke der Probe von etwa 0,25 mm an die gemessene Strahlungsintensität konstant ist. Im Probenkopf wurden daher zwei Vertiefungen von 0,3 mm Tiefe angebracht (für Mess- und Referenzprobe). Diese werden mit den pulverisierten Proben vollgestrichen. Die Reproduzierbarkeit der Intensitäten ist dabei $\pm$ 5-15 %. Da eine Probenfläche von je etwa 2 $\times$ 0,4 mm auf den Empfänger abgebildet wird, beträgt die wirksame Substanzmenge rund 0,3 mg. Um jedoch Justierungsschwierigkeiten zu vermeiden, wurden für Routinemessungen die von den Proben bedeckten Flächen relativ gross dimensioniert, so dass etwa 2–4 mg Substanz benötigt werden. Der Wechsel der Apparatur von einer Betriebsart auf die andere (Absorptionsspektren oder Thermolumineszenz) ist relativ leicht auszuführen. Eine verbesserte Apparatur ist zur Zeit im Bau.)*

Die Anschaffung des Spektrographen wurde durch Mittel des Schweizerischen Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung ermöglicht, ferner konnte ein Stipendium aus dem Arbeitsbeschaffungskredit des Bundes zur Förderung der wissenschaftlichen und technischen Forschung benützt werden. Herrn Prof. Dr. F. LAVES danke ich für wohlwollenden Rat und Unterstützung und die Durchsicht des Manuskriptes. Herrn Prof. Dr. E. BAIER und Herrn Dr. H. U. BAMBAUER danke ich für die Überlassung vonFluoritproben, den Herren Prof. Dr F. G. HOUTERMANS, Dr. N. GRÖGLER und D. LIENER für anregende Diskussionen.

Literatur

[1]) Für neuere Apparaturen siehe zum Beispiel [2]) [3]) [4]) sowie ASHBY, G. E., KELLAGHER, R. C., Am. Mineral. *43*, 695–706 (1958); LEWIS, D. R., WHITAKER, T. N., CHAPMAN, C. W., Am. Mineral. *44*, 1121–1140 (1959).

[2]) HALPERIN, A., KRISTIANPOLLER, N., J. Opt. Soc. Am. *48*, 996–1000 (1958).

[3]) HALPERIN, A., KRISTIANPOLLER, N., BEN-ZVI, A., Phys. Rev. *116*, 1081–1089 (1959); VITOL, I. K., Opt. Spectr. (USA) *9*, 282–283 (1960).

[4]) Das Signal-Rausch-Verhältnis wird aber nur mit $\sqrt{a}$ verbessert, da mit grösserem a eine kleinere Zeitkonstante des Anzeigesystems gewählt werden muss. HOUTERMANS, E. G., JÄGER, E., SCHÖN, M., und STAUFFER, H., Ann. Phys. *20*, 283–292 (1957), sowie JOHNSON, N. M., AMMENTORP, W. F., und DANIELS, F., Am. Min. *46*, 447–450 (1961) beschreiben Apparaturen mit a bis zu 90°C/sec.

*) Die Verbesserungen umfassen: a) Servosteuerung für lineare Aufheizung; b) Umschaltspiegel für Verwendung von Multiplier, PbS-Zelle oder Thermoelement-Empfänger; c) Umschaltspiegel zur Umgehung von Monochromator und Spalt; d) Kammer für Arbeiten im Vakuum oder in Schutzgas; e) Bestrahlungsvorrichtung mit ^{60}Co; f) Kühlvorrichtung für Probe und Multiplier.