

**Neue Entwicklungen bei der Untersuchung der  
Röntgenemission von Klebebändern  
beim Umwickeln im Vakuum**

Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades

Fachbereich C – Mathematik und Naturwissenschaften  
Fachgruppe Physik



**BERGISCHE  
UNIVERSITÄT  
WUPPERTAL**

vorgelegt von  
Dipl.-Phys. Daniel Krämer

Wuppertal 2013

Die Dissertation kann wie folgt zitiert werden:

urn:nbn:de:hbz:468-20140424-103716-0

[<http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn=urn%3Anbn%3Ade%3A468-20140424-103716-0>]

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>11</b>
2.1	Wechselwirkung von freien Elektronen mit Materie .....	11
2.2	Mittlere freie Weglänge.....	12
2.3	Elektrisches und magnetisches Feld.....	13
2.4	Bremsstrahlung.....	14
2.5	Charakteristische Röntgenstrahlung.....	15
2.6	Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie.....	15
2.7	Monte-Carlo-Simulationen mit <i>Win X-ray</i> .....	17
2.8	Kontaktelektrisierung .....	19
2.9	Gasentladung .....	21
2.10	Feldemission.....	23
2.11	Tribolumineszenz .....	25
2.12	Aufbau einer Klebebandrolle .....	25
2.13	Dynamik beim Ablösen eines Klebefilms.....	27
<b>3</b>	<b>Experimenteller Aufbau</b>	<b>29</b>
3.1	Vakuumkammer und Mechanik .....	30
3.2	Kraftmessung.....	32
3.3	<i>Amptek XR-100 CR</i> Detektor.....	33

3.4	PX2CR Verstärker und Pocket MCA Vielkanalanalysator.....	35
3.5	2D-Detektor.....	36
3.6	Elektronische Komponenten .....	37
3.7	PC-Steuerung .....	38
<b>4</b>	<b>Experimente</b>	<b>41</b>
4.1	Röntgenemission .....	41
4.2	Bildgebung .....	42
4.2.1	Analoge Röntgenbilder	
4.2.2	Digitale Bildgebung	
4.3	Klebebandsorten.....	46
4.4	Reproduzierbarkeit .....	49
4.5	Druckverlauf beim Abrollen einer Klebebandrolle.....	50
4.6	Druckabhängigkeit .....	51
4.7	Geschwindigkeitsabhängigkeit.....	54
4.8	Absorption an Metallfolien .....	56
4.9	Einfluss eines Magnetfeldes.....	58
4.10	Winkelabhängigkeit .....	61
4.11	Kraft beim Umwickeln einer Klebebandrolle .....	62
4.12	Metallisiertes Klebeband.....	64
4.13	Bedeckte Kupferbleche .....	66
4.14	EFM-Messung.....	69
<b>5</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>71</b>
5.1	Mechanismus zur Erzeugung der Röntgenstrahlung.....	71
5.1.1	Ladungstrennung	
5.1.2	Beschleunigung von freien Elektronen	
5.1.3	Erzeugung der Röntgenstrahlung	
5.2	Einfluss der Parameter auf die erzeugte Strahlung .....	78
5.2.1	Druckabhängigkeit	



---

5.2.2	Geschwindigkeitsabhängigkeit	
5.2.3	Einfluss des Magnetfeldes	
5.2.4	Winkelabhängigkeit	
5.2.5	Metallisiertes Klebeband	
5.3	Bildgebung .....	81
5.4	Strahlendosis.....	83
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>85</b>
<b>7</b>	<b>Ausblick</b>	<b>89</b>
	<b>Eidesstattliche Erklärung</b>	<b>99</b>
	<b>Danksagung</b>	<b>101</b>

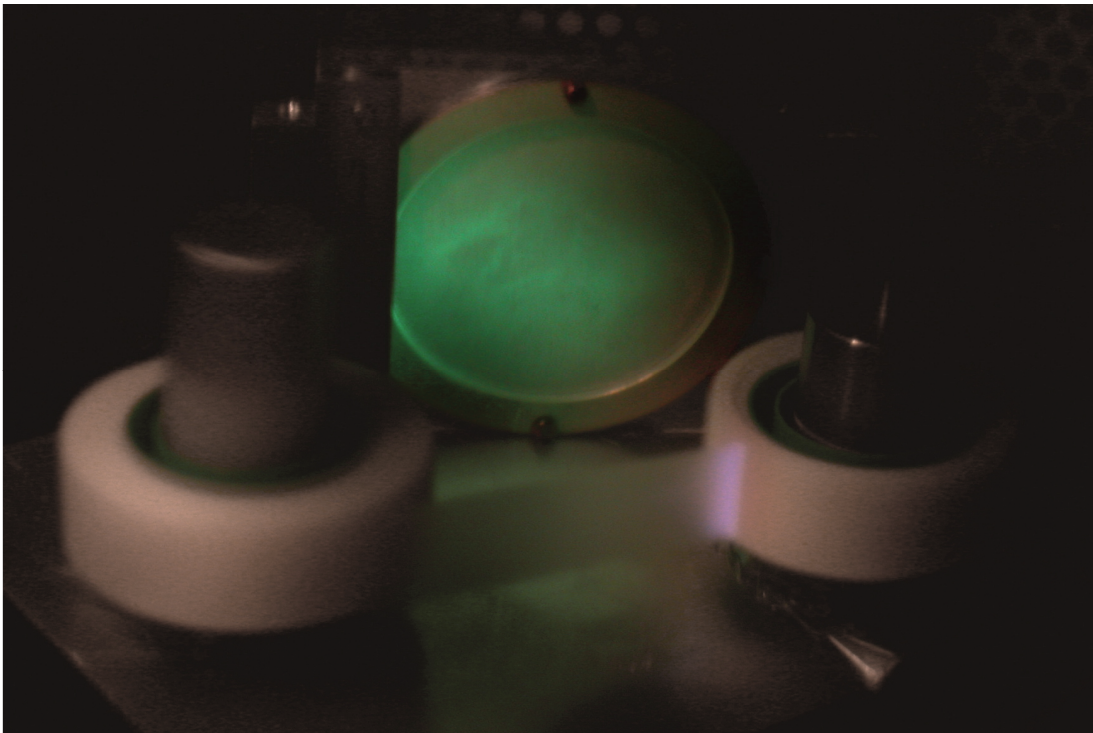


# 1 Einleitung

Im Jahr 2008 wurde ein – auch außerhalb des wissenschaftlichen Publikums – Aufsehen erregender Artikel [Cam08] in der Zeitschrift „Nature“ veröffentlicht, in dem gezeigt wurde, dass bei dem Abwickeln von Klebebändern im Vakuum hochenergetische Röntgenstrahlung entsteht, die intensiv genug ist, um medizinische Röntgenaufnahmen anzufertigen. Ebenso entsteht ein Leuchten in der Nähe der Ablösestelle, das – auch bei Normaldruck – bei einem schnellen Abziehen eines Klebestreifens sichtbar ist. Diese Erscheinungen sind jedoch schon lange zuvor beobachtet worden, bereits im Jahr 1939 beschrieb E. N. Harvey in „The luminescence of adhesive tapes“ (dt: „Die Lumineszenz von Klebebändern“) [Har39] das Leuchten, das beim Abrollen von „Scotch tape“ zu beobachten ist. Die Erklärung dieser „Tribolumineszenz“ wird grob mit einer „elektrischen Entladung des umgebenden Gases“ gegeben. Karasev et al. konnten im Jahr 1953 hochenergetische Elektronen und die Emission von Röntgenstrahlung bei der Trennung einer Klebeverbindung im Vakuum beobachten [Kar53]. Neuere Veröffentlichungen [Hor09, Cam08, Con09] haben gezeigt, dass elektromagnetische Strahlung ebenfalls im Radio- und Terahertz-Frequenzbereich emittiert wird und dieses Phänomen somit einen sehr weiten Bereich des elektromagnetischen Spektrums erfasst.

Die Motivation dieser Arbeit bestand darin, dieses Phänomen genauer und wissenschaftlich zu untersuchen. Die aufgestellte Hypothese lautet, dass Elektronen durch hohe Feldstärken beim Ablösen eines Klebebandes beschleunigt werden und ihre Energie durch Bremsstrahlungsverluste abgeben.

Ein erster einfacher Versuchsaufbau wurde mit einem Gleichstrommotor in einer Vakuumkammer realisiert. Beim Umwickeln einer Rolle, wie sie auch in dem Artikel verwendet wurde, konnte ein starkes bläuliches Leuchten beobachtet werden (Abbildung 1-1). Hinter den Rollen wurde ein Fluoreszenzschirm aufgestellt, der grün aufflackerte und ein Indiz für die gleichzeitig erzeugte Röntgenstrahlung ist. Wurde dasselbe Experiment an Luft wiederholt zeigte sich das Leuchten am Klebeband, jedoch nicht auf dem Fluoreszenzschirm.



*Abbildung 1-1: Foto mit 8 s Dauerbelichtung beim Umwickeln einer Klebebandrolle („Scotch Magic 810“) in der Vakuumkammer (frühe Version des Versuchsaufbaus). Das hellblaue Leuchten der Tribolumineszenz ist an der rechten Rolle zu erkennen, wo das Band abgewickelt wird. Ein Fluoreszenzschirm in der Mitte leuchtet grün und weist auf die Emission von Röntgenphotonen hin.*

Es wurde schnell deutlich, dass der erste Versuchsaufbau für genauere und reproduzierbare Analysen ungeeignet war, da beispielsweise die Geschwindigkeit der Rolle und der Gasdruck einen großen Einfluss auf das Phänomen zu haben schienen. Wird die eine Rolle mit konstanter Winkelgeschwindigkeit von dem Motor aufgewickelt, so ändert sich, aufgrund des zunehmenden Radius, stetig die Ablösegeschwindigkeit an der anderen Rolle. Daher wurde eine Mechanik mit einer Umlenkrolle entwickelt, die die Bandgeschwindigkeit messen und durch die Rotationsgeschwindigkeit des aufwickelnden Motors mit einer Elektronik regeln kann. Da die Röntgenstrahlung nicht an Luft bei Normaldruck entsteht, ist es auch offensichtlich, dass der Druck eine entscheidende Größe ist.

Ein energiedispersiver Röntgendetektor wurde verwendet, um neben der Intensität auch die Energieverteilung der erzeugten Strahlung untersuchen zu können. Mit einer freien Positionierbarkeit des Detektors konnte die räumliche Verteilung untersucht werden. Durch eine Kooperation mit der *tesa SE*<sup>1</sup> konnten neben gewöhnlichen, im Handel erhältlichen Klebebandrollen, viele verschiedene Sorten von Klebebändern untersucht werden, von denen einige Musterserien speziell angefertigt wurden. In einem Experiment wird eine Rolle *in situ* metallisiert und gleichzeitig die Emissionseigenschaften dieser Rolle gemessen.

Weltweit beschäftigen sich einige Forschungsgruppen mit diesem Thema, jedoch wurden in dem Umfang, mit der Vielfältigkeit der Möglichkeiten und in der Genauigkeit, erreicht durch den neu entwickelten experimentellen Aufbau dieser Arbeit, bisher keine Ergebnisse veröffentlicht. Diese Arbeit befasst sich ausführlich, nach einer Einführung der theoretischen Grundlagen (Kapitel 2), mit der Beschreibung des neu entwickelten experimentellen Aufbaus (Kapitel 3), einer Darstellung der gewonnenen Messergebnisse (Kapitel 4) und einer Diskussion (Kapitel 5) zur Erklärung der auftretenden Effekte und Abhängigkeiten der Parameter.

---

<sup>1</sup> tesa SE, Quickbornstraße 24, 20253 Hamburg



## 2 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen, z. B. für die Wechselwirkung von freien Elektronen und Röntgenphotonen mit Materie, aufgeführt. Die Herleitungen sind in der Literatur, auf die an den entsprechenden Stellen verwiesen wird, ausführlich beschrieben – daher werden hier nur die für diese Arbeit relevanten Aspekte zusammengefasst.

### 2.1 Wechselwirkung von freien Elektronen mit Materie

Werden freie Elektronen durch ein elektrisches Feld  $E$  beschleunigt und treten dann in einen Festkörper ein, werden sie an den Atomen gestreut. Bei einer elastischen Streuung bleibt die kinetische Energie des Elektrons erhalten, jedoch ändert sich die Trajektorie. Bei einer inelastischen Streuung kann ein Energieverlust aufgrund einer Reihe von Effekten auftreten. Dazu gehören die Erzeugung von Sekundärelektronen, Kathodolumineszenz, kontinuierlicher Röntgenstrahlung (Bremsstrahlung), charakteristischer Röntgenstrahlung und Phononen.

Das Volumen, in das die Elektronen in dem Festkörper eindringen, ist im Wesentlichen abhängig von der Energie der Elektronen  $E$ , der Ordnungszahl  $Z$  und der Dichte  $\rho$  des Materials und hat „tropfenförmige“ Gestalt (vergleiche Abbildung 2-4).

## 2.2 Mittlere freie Weglänge

Die mittlere freie Weglänge beschreibt die mittlere Entfernung, die ein Teilchen in einem Medium bis zu einer Wechselwirkung mit einem anderen Teilchen zurücklegen kann. Sie kann als Abschätzung für die Reichweite von Teilchen in einem Gas verwendet werden.

Die mittlere freie Weglänge von Elektronen  $\lambda_e$  in Abhängigkeit vom Druck  $p$  kann mit Hilfe der kinetischen Gastheorie näherungsweise angegeben werden durch

$$\lambda_e(p) = \frac{4kT}{\pi d^2 p} , \quad (2.1)$$

wobei  $k$  der Boltzmannkonstante,  $T$  der Temperatur und  $d$  dem Moleküldurchmesser entspricht [Con10]. Für Stickstoff ( $d = 300$  pm) ergibt sich bei Raumtemperatur ( $T = 293$  K) der in Abbildung 2-1 dargestellte Verlauf der mittleren freien Weglänge. Zwischen  $1 \times 10^{-3}$  mbar und 1 mbar (grau markierter Bereich) tritt die in dieser Arbeit beobachtete Röntgenstrahlung auf.

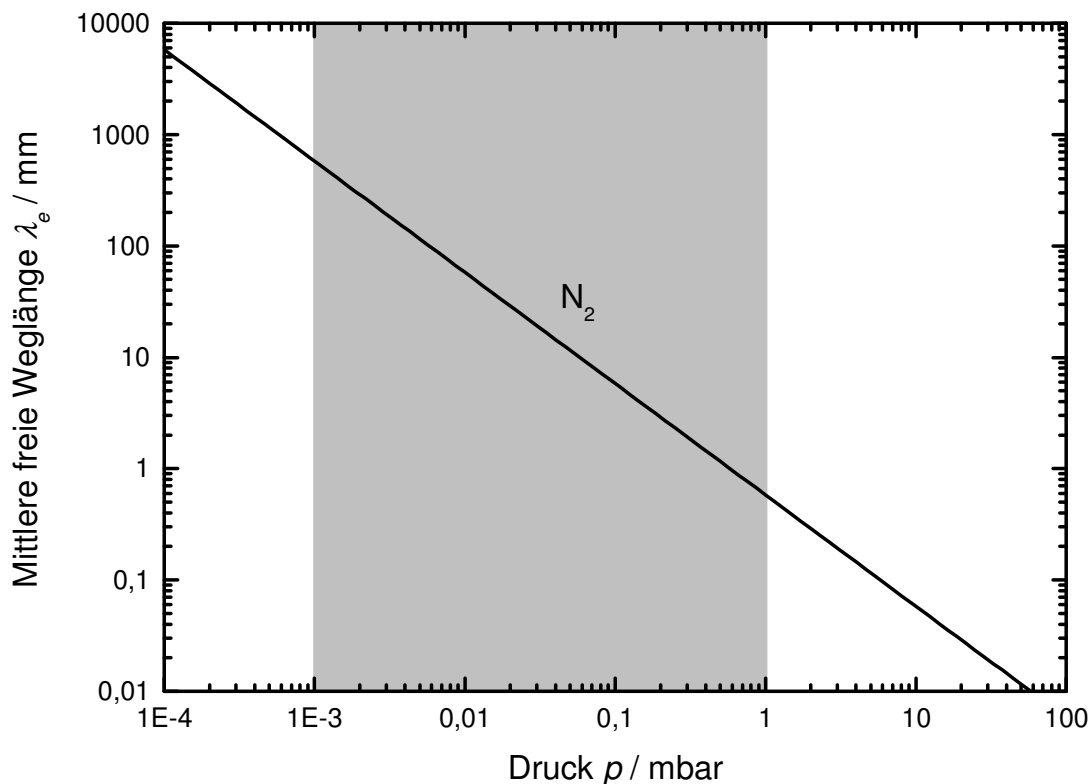


Abbildung 2-1: Mittlere freie Weglänge von Elektronen in Luft ( $N_2$ ) in Abhängigkeit von dem Druck. In dem grau hinterlegten Bereich tritt die Röntgenstrahlung auf.



## 2.3 Elektrisches und magnetisches Feld

In einem elektrischen Feld werden Elektronen durch die Kraft  $F = eE$  beschleunigt ( $e$ : Elementarladung =  $1,6 \times 10^{-19}$  C,  $E$ : elektrische Feldstärke). Im Fall eines homogenen Feldes zwischen zwei Elektroden mit einer Potentialdifferenz  $\Delta V$  ist die durch die Beschleunigung erhaltene kinetische Energie der Elektronen

$$E_{kin} = e\Delta V . \quad (2.2)$$

Bewegt sich ein Elektron mit einer Geschwindigkeitskomponente senkrecht zu einem magnetischen Feld, so bewirkt die Lorentzkraft eine Veränderung zu einer Spiralbahn. Der Radius  $r$  der Bahn eines Elektrons ist (mit der Elektronenmasse  $m_e$  und der magnetischen Flussdichte  $B$ ) gegeben durch

$$r = \frac{m_e v}{eB} . \quad (2.3)$$

Für die Geschwindigkeit  $v$  ist bei Elektronen mit mehreren keV Energie eine relativistische Korrektur in der Form

$$v = c \sqrt{1 - \frac{1}{\left(1 + \frac{E}{m_e c^2}\right)^2}} \quad (2.4)$$

anzuwenden ( $c$ : Lichtgeschwindigkeit). Die Bahnradien von Elektronen in Abhängigkeit von der Energie sind für verschiedene magnetische Flussdichten in Abbildung 2-2 dargestellt.

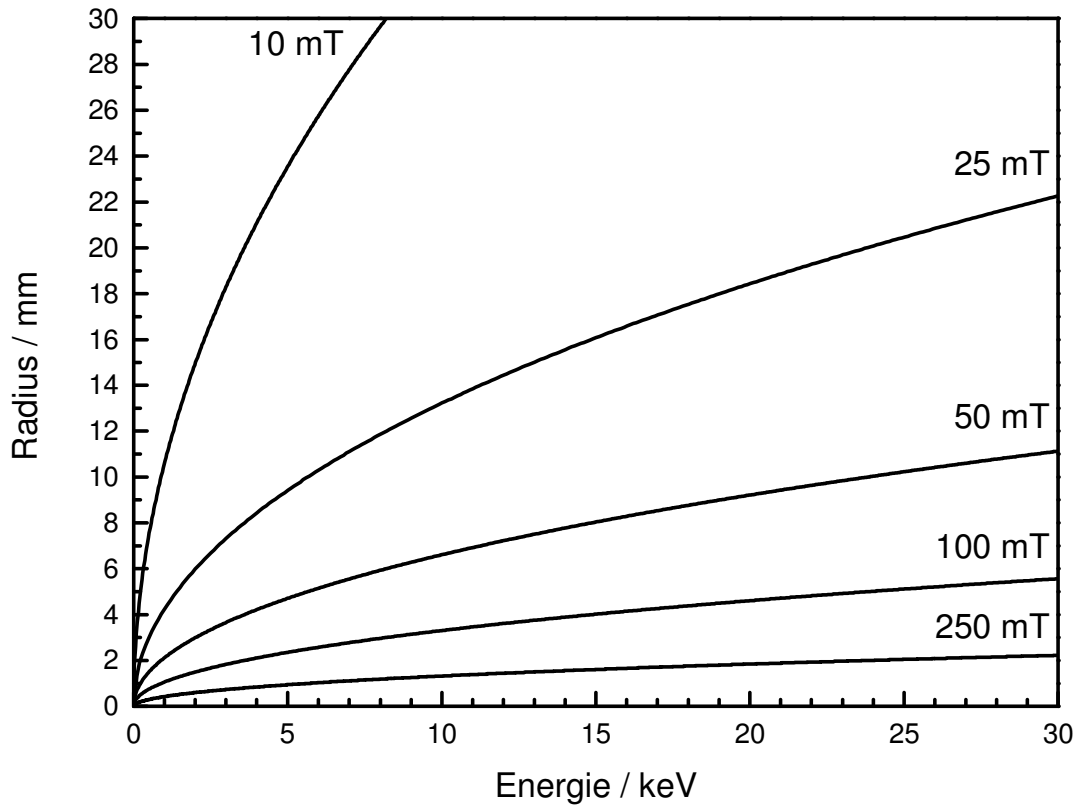


Abbildung 2-2: Bahnradien von Elektronen, die sich senkrecht zu einem magnetischen Feld bewegen, berechnet für verschiedene magnetische Flussdichten in Abhängigkeit von der Energie.

## 2.4 Bremsstrahlung

Im elektromagnetischen Feld eines Atomkerns können freie Elektronen abgebremst werden und geben dabei ihre Energie in Form eines Photons ab. Da ein beliebiger Energieübertrag stattfinden kann, ist die entstehende Strahlung kontinuierlich verteilt. Dabei können jedoch Photonen höchstens mit der Energie des eintreffenden Elektrons erzeugt werden. Der differentielle Streuquerschnitt für die nichtrelativistische Bremsstrahlung von Elektronen an Atomkernen lässt sich aus der Coulomb-Wechselwirkung herleiten [Jac06, Pra77]:

$$\frac{d\chi_{NR}}{d\omega} \approx \frac{16}{3} \frac{Z^2 e^2}{c} \left( \frac{e^2}{m_e c^2} \right) \frac{1}{\beta^2} \ln \left( \frac{\lambda' (\sqrt{E} + \sqrt{E - \hbar\omega})^2}{\hbar\omega} \right). \quad (2.5)$$

Dabei bedeuten  $Z$ : Ordnungszahl,  $e$ : Elementarladung,  $c$ : Lichtgeschwindigkeit,  $m_e$ : Masse des Elektrons,  $\beta$ : Geschwindigkeit,  $\lambda' \approx 1$ ,  $E$ : Energie des Elektrons vor der Streuung,  $\hbar$ : reduziertes Planksches Wirkungsquantum,  $\omega$ : Frequenz des Photons (siehe [Jac06]).

Der Energieverlust eines Elektrons durch Strahlung ist jedoch im Vergleich zu einem Energieverlust durch Stöße gering. Aus der  $Z^2$ -Abhängigkeit ist ersichtlich, dass die Intensität der Bremsstrahlung stark von der Ordnungszahl der Atome, an denen die Elektronen gestreut werden, abhängt [Sel85].

## 2.5 Charakteristische Röntgenstrahlung

Beschleunigte Elektronen, die auf ein Atom treffen, können bei ausreichender Energie Elektronen durch einen Stoß aus dem Atomschalen lösen (Ionisation). Die dadurch entstehende Lücke kann durch ein nachrückendes Elektron aus höheren Energieniveaus aufgefüllt werden. Die Energiedifferenz bei diesem Übergang wird in Form eines Photons abgestrahlt. Es sind nur Übergänge gemäß den Auswahlregeln

$$\begin{aligned}\Delta n &\geq 1 \\ \Delta l &= \pm 1 \\ \Delta j &= 0, \pm 1\end{aligned}\tag{2.6}$$

erlaubt ( $n$ : Hauptquantenzahl,  $l$ : Drehimpulsquantenzahl,  $j$ : Gesamtdrehimpulsquantenzahl). Die Photonen der charakteristischen Röntgenstrahlung haben für jedes Element diskrete Energien und werden nach der *Siegbahn*-Notation benannt, beispielsweise  $\text{Cu-K}_{\alpha 1}$  oder  $\text{Au-L}_{\beta 2}$ . Dabei gibt der Buchstabe nach dem Elementsymbol die Schale an, auf die das Elektron übergeht, der griechische Buchstabe die Energieniveaudifferenz und der Index dient zur Unterscheidung bei einer Feinstrukturaufspaltung [Tho09].

## 2.6 Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie

Röntgenphotonen, die in ein Material eindringen, können über verschiedene Prozesse wechselwirken. Die Photonen können durch elastische Streuung (Rayleigh-Streuung) oder inelastische Streuung (Compton-Streuung) an Atomen gestreut werden oder ihre Energie durch Photoionisation abgeben. Erst bei sehr hohen Energien (1,022 MeV) treten Paarerzeugungseffekte auf.

## Das Lambert-Beersche-Gesetz

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu(E)\rho x} \quad (2.7)$$

beschreibt die Abnahme der Intensität  $I$  in Abhängigkeit von der Primärintensität  $I_0$ , der Eindringtiefe  $x$  und der Dichte des Materials  $\rho$ . Der Massenschwächungskoeffizient  $\mu$  gibt die Abschwächung der Photonen in dem absorbierendem Material an und ist abhängig von der Energie der Photonen. Der Verlauf des Massenschwächungskoeffizienten für Photonen mit einer Energie zwischen 1 keV und 10 MeV wurde für Silizium mit der *NIST*<sup>1</sup>-Datenbank *XCOM* [Ber11] berechnet und ist in Abbildung 2-3 dargestellt.

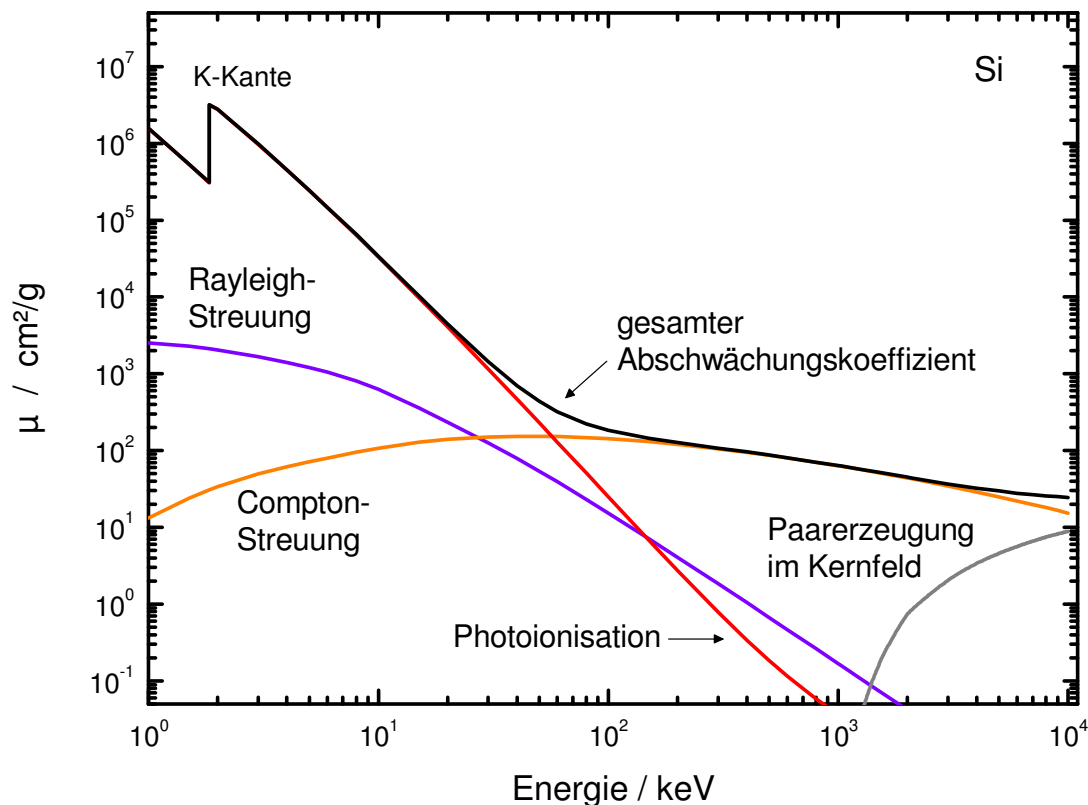


Abbildung 2-3: Massenschwächungskoeffizient  $\mu$  von Silizium gegen die Energie der Photonen aufgetragen. Im niedrigen Energiebereich dominiert die Photoionisation, bei hohen Energien die inelastische Compton-Streuung. Bei über 1 MeV treten Paarerzeugungseffekte auf.

<sup>1</sup> National Institute of Standards and Technology

Für Photonen bis ca. 50 keV dominiert die Photoionisation, sodass für die gesamte Abschwächung die elastische und inelastische Streuung vernachlässigt werden kann. Der Massenschwächungskoeffizient nimmt im Allgemeinen zu größeren Energien hin ab, jedoch ist bei ca. 1,8 keV ein sprunghafter Anstieg zu erkennen. Diese „Absorptionskante“ entspricht der Ionisierungsenergie des Silizium-1s-Niveaus.

Die Absorption ist mit  $Z^4$  von der Ordnungszahl des Materials abhängig [Vic48], die Reichweite oder Transmission ist daher bei Materialien mit leichten Elementen wesentlich größer. So beträgt beispielsweise die Absorptionslänge (die Strecke, in der die einfallende Strahlung auf  $1/e$  abgefallen ist) für Photonen mit einer Energie von 25 keV ca. 17 mm bei Kohlenstoff und nur ca. 60  $\mu\text{m}$  bei Kupfer [Hen93].

## 2.7 Monte-Carlo-Simulationen mit *Win X-ray*

Mit der Software *Win X-ray* [Gau06] können Monte-Carlo-Simulationen der Trajektorien von Elektronen, die in ein Medium eindringen, berechnet werden. Ebenso können die Röntgenspektren, die bei der Wechselwirkung der Elektronen in dem Medium entstehen, simuliert werden. Dabei werden experimentelle Parameter, wie die Art des Detektors, dessen Abstand und Orientierung und die Absorption von Berylliumfenstern, mit einbezogen. Abbildung 2-4 zeigt jeweils 100.000 Trajektorien von Elektronen, die mit einer Energie zwischen 10 keV und 50 keV punktförmig auf das Material einer Klebebandrolle treffen. Die chemische Zusammensetzung des Klebebandes wurde mit einer Mischung aus  $\text{C}_3\text{H}_6$  (Polypropylen) und  $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_2$  (Butylacrylat) mit einer Dichte von  $0,9 \text{ g/cm}^3$  angenommen.

Die Eindringtiefe der Elektronen beträgt bei einer Energie von 10 keV nur wenige Mikrometer und vergrößert sich auf ca. 65  $\mu\text{m}$  bei 50 keV. In einem Klebefilm mit einer Dicke zwischen 50  $\mu\text{m}$  und 80  $\mu\text{m}$  werden die Elektronen mit einer Energie unterhalb 50 keV vollständig absorbiert, erst energiereichere Elektronen können eine solche Schicht durchdringen. Die Reichweite von Elektronen ist somit wesentlich geringer als die von Photonen, die für dieses Material mehrere Zentimeter beträgt.

Die durch den Energieverlust der Elektronen auftretende Bremsstrahlung wurde für eintretende Elektronen mit Energien zwischen 10 keV und 200 keV berechnet, die Energiespektren sind in Abbildung 2-5 dargestellt.

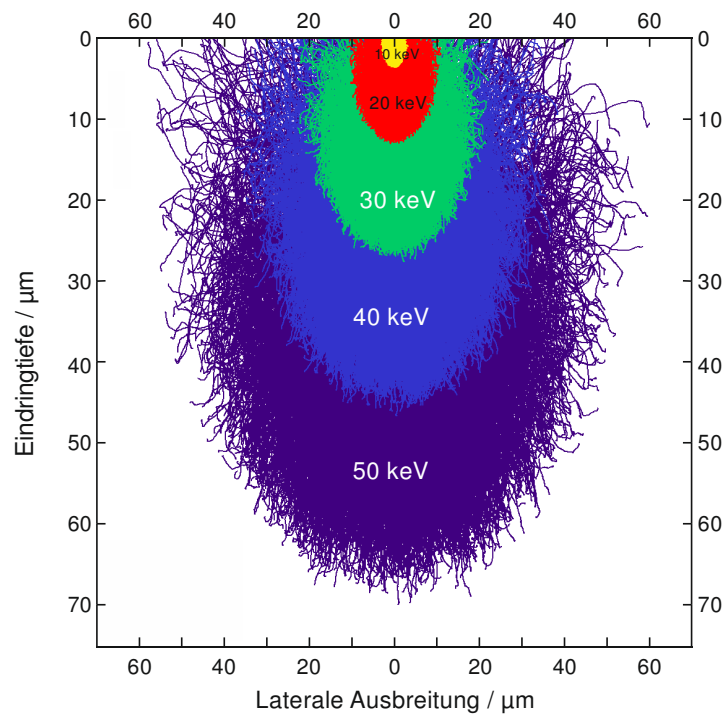


Abbildung 2-4: Mit Monte Carlo-Simulationen ermittelte Eindringtiefen von Elektronen in das Material einer Klebebandrolle (Polypropylen/Butylacrylat,  $\rho = 0,9 \text{ g/cm}^3$ ) für verschiedene Energien.

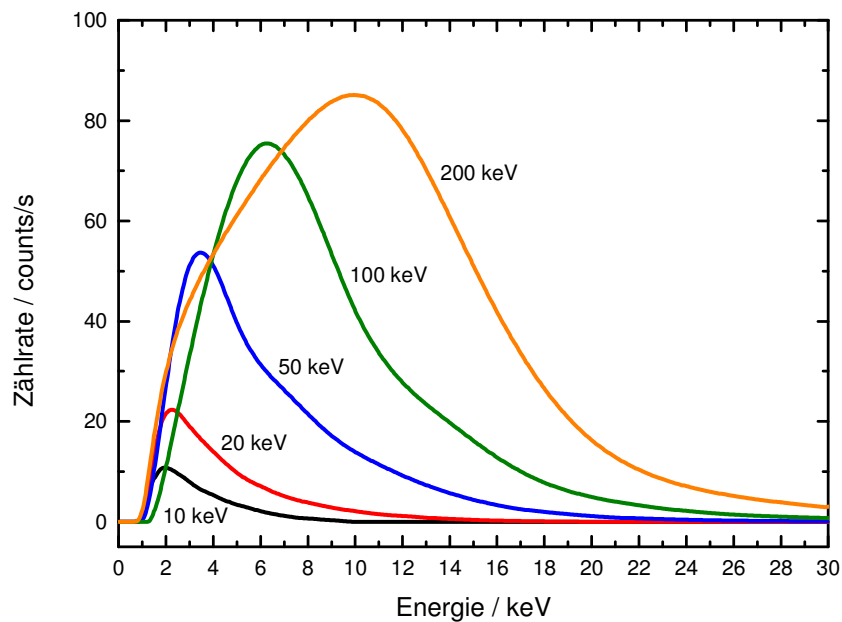


Abbildung 2-5: Mit Win X-Ray simulierte Röntgenbremsstrahlungsspektren für Elektronen zwischen 10 keV und 200 keV, die in einer Klebebandrolle abgebremst werden. Berücksichtigte Parameter:  $1 \mu\text{A}$  Elektronenstrom,  $45^\circ$  Detektorwinkel, 15 cm Abstand, Si-Detektor (Fläche  $25 \text{ mm}^2$ , Dicke  $500 \mu\text{m}$ ) mit  $25 \mu\text{m}$  Beryllium-Fenster.

Die Röntgenstrahlung besteht nur aus dem Bremskontinuum und nicht aus der charakteristischen Strahlung, da die Emissionslinien der beteiligten Elemente (Wasserstoff, Kohlenstoff und Sauerstoff) unterhalb von 1 keV liegen und nicht mit dem verwendeten Detektor messbar sind (vergleiche Abschnitt 3.3). Die maximale Intensität der Verteilungen ist für 10 keV Elektronen bei ca. 2 keV Photonenenergie zu finden und bei 200 keV Elektronen bei ca. 10 keV. Die gesamte Zählrate ist bei gleicher Anzahl Elektronen bei höherer Elektronenenergie größer, da die Elektronen ihre Energie in mehreren Streuprozessen abgeben und dadurch mehrere Photonen erzeugen können.

## 2.8 Kontaktelektrisierung

Bei einem Kontakt oder dem Reiben von zwei Oberflächen aneinander kann es zu einem Ladungstransfer bzw. einer elektrostatischen Aufladung kommen. In dem Fall von einem metallischen Kontakt ist dieser Vorgang sehr gut theoretisch beschreibbar und ist auf einen Transfer von Elektronen, aufgrund der Anpassung der Fermi-Niveaus, zurückzuführen. Im Gegensatz dazu ist der beobachtete Ladungstransfer bei einem Metall-Isolator- oder einem Isolator-Isolator-Kontakt weitestgehend ungeklärt und wird noch in der Literatur diskutiert [Bay11, McC08, Dia04].

Viele Untersuchungen zur Kontaktelektrisierung werden in sogenannten „triboelektrischen Reihen“ zusammengefasst. Dabei werden Materialien nach ihrer Fähigkeit, Ladungen aufzunehmen oder abzugeben, angeordnet. Ein Beispiel für eine solche Liste ist in Tabelle 2-1 gegeben, in der Materialien, die sich eher positiv aufladen, weiter oben in der Liste stehen und die, die sich mehr negativ aufladen, weiter unten zu finden sind. Dabei ist zu betonen, dass diese empirisch gefundenen Rangfolgen teilweise Inkonsistenzen aufweisen und vor allem nicht auf fundamentale Materialparameter, wie z. B. Austrittsarbeit, chemisches Potential, Dielektrizitätskonstante, Ionisierungsenergie, Elektronenaffinität oder Elektro-negativität zurückzuführen sind [Hog04]. Daraus lässt sich schließen, dass bei den beobachteten Aufladungen nicht nur ein Prozess oder eine Materialeigenschaft für den Ladungstransfer verantwortlich sein kann, sondern dass ein Zusammenspiel mehrerer Effekte verantwortlich ist.

*Tabelle 2-1: Auflistung einer Auswahl an Materialien in einer triboelektrischen Reihe [Dia04, Ada87]. Die Materialien neigen dazu bei Reibungskontakt Ladungen abzugeben (oberes Ende) oder aufzunehmen (unteres Ende).*

<b>Positive Aufladung</b>	
Luft	+ + +
Glas	
Polyamid (PA)	+ +
Aluminium	+ +
Cellulose	+
Stahl	Neutral
Polyethylenterephthalat (PET)	-
Kupfer	
Gold	
Polystyrol (PS)	
Polyurethan (PU)	- -
Polyethylen (PE)	- -
Polypropylen (PP)	
Polyvinylchlorid (PVC)	
Polytetrafluorethylen (PTFE)	
Poydimethylsiloxan (PDMS)	- - -
<b>Negative Aufladung</b>	

Als ein möglicher Prozess wird ein Materialtransfer vorgeschlagen, welcher mit Hilfe von Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) und Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS) für einige Materialien auch nachgewiesen wurde [Bay11]. Dabei können auf sehr kleiner Skala einzelne Atome oder Moleküle übertragen werden, wodurch sich die Polarität lokal ändern kann. Ebenfalls wird eine Ladungstrennung durch eine heterolytische Spaltung von Molekülbindungen und die Bildung freier Radikale als Möglichkeiten genannt. Auf der Oberfläche von Polymeren befindliche Wassermoleküle spielen eine wichtige Rolle bei einigen Mechanismen, z. B. bei der Bildung hydrierter Protonen und einer Ladungstrennung durch die Dissoziation von Wassermolekülen [Kno11]. Bei vielen Modellen wird stets von einem Ionentransfer und nicht etwa von einem Elektronentransfer ausgegangen [Dia98, Kno11, Low80, McC07].



Die Ladungsübertragung bei den sich berührenden Materialien ist insbesondere von dem mikromechanischen Kontakt und von Oberflächeneigenschaften auf Nanometerskala abhängig. Es konnte mit Kelvinsondenmikroskopie gezeigt werden, dass die Kontaktelektrisierung stets in einer Mosaik-Struktur vorliegt und auf jeder Fläche sowohl positive und auch negativ geladene Zonen entstehen [Rez09, Bay11]. Die Nettosumme dieser lokalen, teils sehr hohen, Ladungsdichten ergibt dann die makroskopisch beobachtete Aufladung. Dies wurde auch bei dem Kontakt von zwei Flächen aus demselben Material beobachtet, für das nach den meisten Modellen kein Ladungstransfer vorausgesagt werden kann, da die Materialparameter identisch sind.

Die durch Kontaktelektrisierung beobachteten Ladungsdichten liegen bei ca.  $10^{14}$  Elementarladungen pro Quadratmeter [McC07]. Auf kleinen Längen- und Zeitskalen im Nanobereich sind jedoch wesentlich höhere Ladungsdichten von bis zu  $10^{17}$  Elementarladungen pro Quadratmeter möglich [Cam08].

## 2.9 Gasentladung

Elektrische Ladungen können sich bei einer Kontaktelektrisierung in einer gewissen Dichte ansammeln, bis durch eine Entladung eine Rekombination der Ladungsträger stattfindet. Entgegengesetzt zu den bei dem Aufladungsmechanismus beteiligten Ionen werden bei einer Entladung Elektronen emittiert, welche für die Kompensation der Ladungen sorgen. Bei zwei parallelen Flächen mit einer Potentialdifferenz  $\Delta V$  im Abstand  $d$  herrscht bei einer Ladungsdichte  $\rho$  ein konstantes elektrisches Feld  $E$  für das gilt

$$E = \frac{\rho}{\epsilon_0} = \frac{\Delta V}{d} . \quad (2.8)$$

Dabei ist  $\epsilon_0$  die Permittivität des Vakuums und beträgt ca.  $8,85 \times 10^{-12}$  As/Vm. Bei einer Zunahme des Abstandes  $d$  muss also die Potentialdifferenz  $\Delta V$  ebenfalls ansteigen. Zu einem elektrischen Durchschlag kann es in einem Gas kommen, wenn ein freies Elektron durch das elektrische Feld beschleunigt wird und bei der Kollision mit einem Gasmolekül dieses ionisiert. Durch eine lawinenartige Vervielfachung von Elektronen und ionisierten Teilchen kann sich ein leitfähiger Pfad durch das Gas bilden. Die Durchschlagsspannung  $U$ , ab der ein solcher Prozess einsetzen kann, lässt sich aus einer *Townsend*-Entladung [Pen57] ableiten. Diese ist gegeben durch

$$U(pd) = \frac{B pd}{\ln(A pd) - \ln(\ln(1 + \frac{1}{\gamma}))} \quad (2.9)$$

und hängt von dem Produkt  $pd$  aus dem Gasdruck  $p$  und dem Abstand  $d$  der beiden Flächen ab.  $A$  und  $B$  sind hierbei empirisch gefundene Parameter der Gassorte und  $\gamma$  der zweite Townsend-Koeffizient, der die mittlere Anzahl der ausgelösten Sekundärelektronen angibt. Der Verlauf der Durchschlagspannung ist als *Paschen-Gesetz* bekannt und ist für Luft in Abbildung 2-6 gezeigt. Während beispielsweise bei Normaldruck (1013 mbar) und 10 mm Abstand eine Spannung von über 30 kV für einen Durchschlag notwendig ist, sinkt die erforderliche Spannung bei verminderten Drücken ab. Ein Minimum ist bei ca. 10 mbar·mm und bei einer Spannung von ca. 300 V zu finden. Bei kleinerem  $pd$  steigt die notwendige Spannung wieder an, da immer weniger Gasmoleküle im Zwischenraum zu finden sind. Bei sehr geringen Drücken verliert das Paschen-Gesetz an Gültigkeit, da die mittlere freie Weglänge (siehe Abschnitt 2.2) größer ist, als die Entladungsstrecke und somit keine Stoßionisation mehr geschehen kann [Osm94].

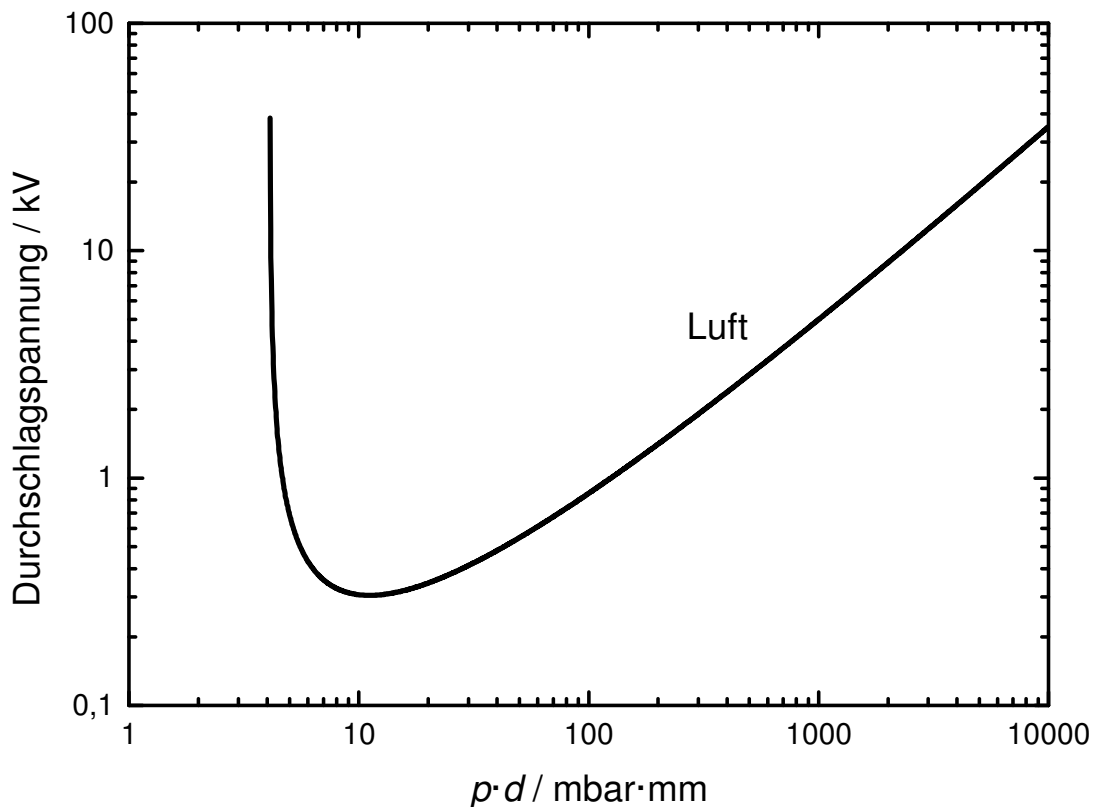


Abbildung 2-6: Paschenkurve für Luft, die die Durchschlagspannung zwischen zwei Elektroden im Abstand  $d$  beim Druck  $p$  angibt.  $A = 1,127 \text{ mm}^{-1} \text{ mbar}^{-1}$ ,  $B = 0,0274 \text{ kV mm}^{-1} \text{ mbar}^{-1}$ ,  $\gamma = 10^{-2}$  [Baz98].

## 2.10 Feldemission

Bei niedrigem Druck können sich Ladungsträger auf einer Oberfläche in hoher Dichte ansammeln, ohne dass ein elektrischer Durchschlag durch die Ionisation von Gasmolekülen stattfindet. Die Elektronen können bei geringer Feldstärke unterhalb von  $10^9$  V/m die Potentialbarriere nicht überwinden und nicht ins Vakuum oder auf eine gegenüberliegende Fläche übergehen. Wird bei gleichem Abstand zweier Flächen die Ladungsdichte und damit die Feldstärke erhöht, so können Elektronen durch den quantenmechanischen Tunneffekt das Material verlassen. Dieser Vorgang wird als Feldemission bezeichnet und ist in Abbildung 2-7 schematisch gezeigt.

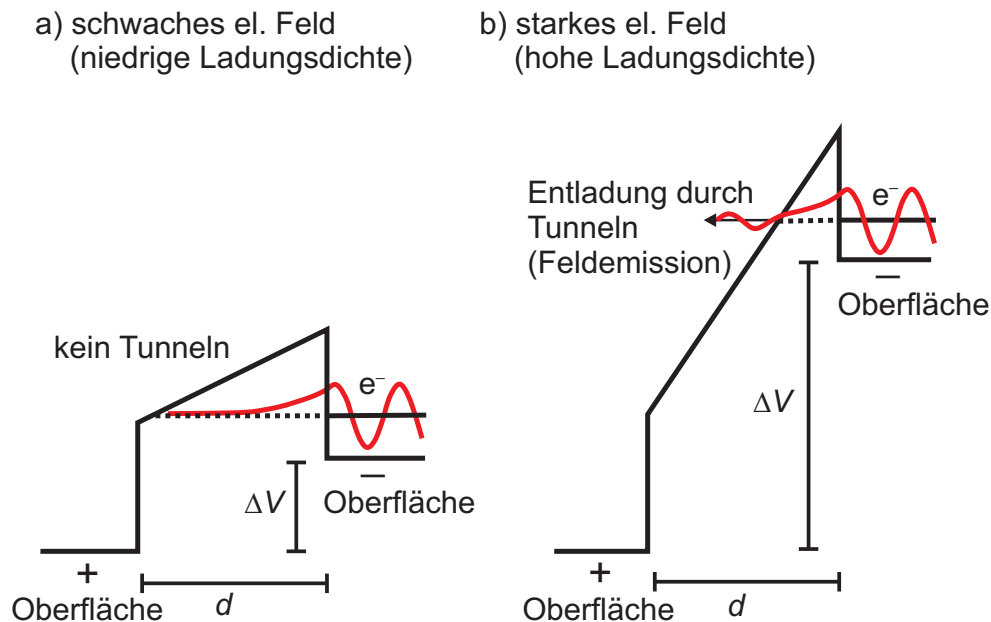


Abbildung 2-7: Potentialverlauf von zwei geladenen Oberflächen im Abstand  $d$ . a) Bei niedriger Ladungsdichte und einem schwachen elektrischen Feld können die Elektronen die Oberfläche nicht durch Tunneln verlassen. b) Bei einer hohen Ladungsdichte und einem starken elektrischen Feld können Elektronen die Potentialbarriere durch Tunneln überwinden (Feldemission). Nach [McC08].

Durch die bereits beschriebene Kontaktelektrisierung werden keine erzeugten Ladungsdichten und Feldstärken beobachtet, die groß genug für Feldemission sind. Eine Klebebandrolle, die abgerollt wird, weist eine erhebliche Oberflächenrauheit auf [Per10]. Es konnte gezeigt werden, dass durch eine Konzentration von Ladungsträgern an Unebenheiten eine Felderhöhung derart stattfindet, dass eine Feldemission von Elektronen möglich ist [Laz10]. In Abbildung 2-8 ist skizziert, wie Elektronen oder Ionen durch Oberflächendiffusion an Erhöhungen der Oberfläche eine Konzentration der Ladungsträger bilden. Die Feldlinien haben dort eine höhere Dichte und die dadurch lokal erhöhte Feldstärke ist ausreichend für die Feldemission. Durch diesen Effekt kann eine Entladung zwischen zwei Flächen stattfinden oder bei höheren Drücken eine Elektronenlawine im dazwischen befindlichen Gas ausgelöst werden. Bei Isolatoren können lediglich die Ladungen, die sich durch Kontaktelektrisierung angesammelt haben, bei einer Entladung übertragen werden. Ein Nachliefern von Elektronen, wie es bei metallischen Elektroden der Fall ist, ist nicht möglich. Daher kann sich keine stationäre Entladung einstellen, vielmehr findet die Entladung in kurzen Pulsen, mit einer Pulsdauer von nur einigen Nanosekunden, statt [Cam08, Dic87].

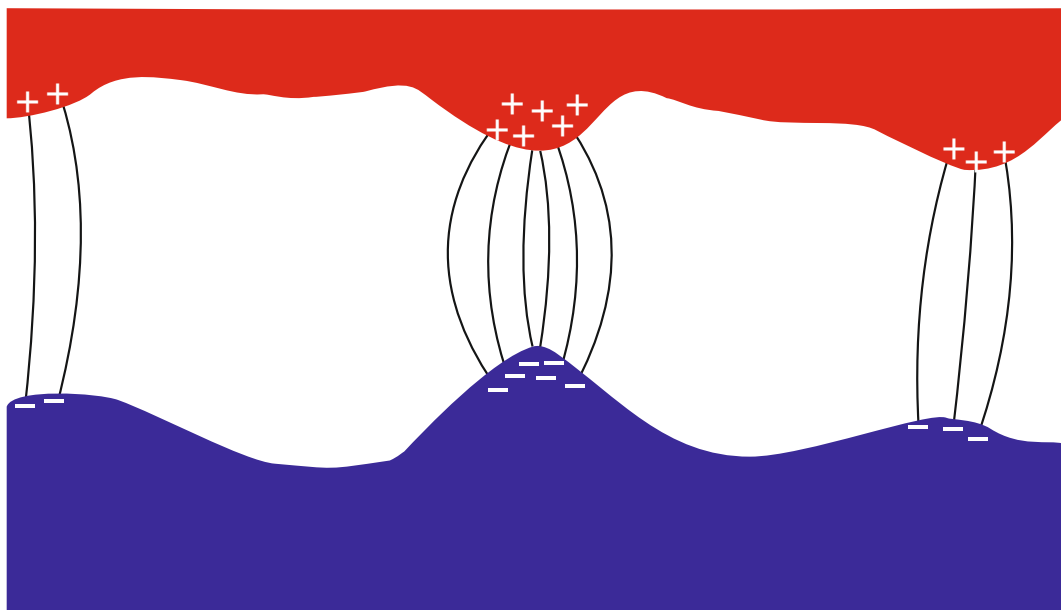


Abbildung 2-8: Feldüberhöhung durch Ansammlung von Ladungsträgern an Unebenheiten der Oberflächen. Die Verdichtung der Feldlinien entspricht einer Erhöhung der Feldstärke, die ausreichend sein kann, um Feldemission auszulösen. Nach [Laz10].

## 2.11 Tribolumineszenz

Leuchterscheinungen bei der Anwendung von mechanischem Stress auf ein Material oder bei einem Kontakt zweier Materialien sind schon lange bekannt, die Ursachen der Erscheinungen sind jedoch auf unterschiedliche Mechanismen zurückzuführen [Swe01]. So kann beispielsweise beim Zerstoßen von Zuckerkristallen oder Steinsalz, oder beim Schütteln von Quecksilber in einem Glasgefäß ein schwaches Leuchten beobachtet werden [Bud98, Wal77]. Die meisten Leuchterscheinungen stammen aus einer Entladung im umgebenden Gas. In dem Fall von der mechanischen Einwirkung auf einen Kristall entstehen hohe elektrische Felder durch den piezoelektrischen Effekt. Die Kontaktelektrisierung, wie sie auch zwischen einer Kunststoffolie und einer Haftklebmasse bei einem Klebefilm auftritt, wurde bereits in Abschnitt 2.8 besprochen. Die Elektronen, die bei dem elektrischen Durchschlag beschleunigt werden, können mit den Gasmolekülen, die sich im Zwischenraum befinden mögen, wechselwirken. Die Elektronen der Moleküle werden in einen angeregten Zustand gebracht und beim Übergang auf ein niedrigeres Energieniveau können Photonen emittiert werden. Dieser Vorgang ist als „Photolumineszenz“ bekannt. Die Photoemission von Stickstoff-Molekülen aus der Luft äußert sich als bläulichen Leuchten und dieses Stickstoffspektrum wurde bei dem Abrollen einer Klebebandrolle unter Normalbedingungen gemessen [Zhe88, Miu07]. Wird das gleiche Experiment unter einer Neon-Atmosphäre wiederholt, so zeigt sich ein rötliches Leuchten, das von den Emissionslinien der Neon-Atome stammt [Cam08]. Zeitaufgelöste Messungen ergaben, dass die Emission von Photonen in sehr kurzen Pulsen mit einer Dauer von ca. 50 ns stattfindet [Zhe88].

## 2.12 Aufbau einer Klebebandrolle

Die verwendeten Klebebandrollen befinden sich auf einem Kern mit einem Innendurchmesser von einem Zoll (2,54 cm) und haben eine Breite von 19 mm. Die gesamte Länge einer handelsüblichen Rolle beträgt zwischen 10 m und 33 m. Der typische Aufbau einer Rolle ist in Abbildung 2-9 dargestellt, aus dem ersichtlich wird, dass es sich um ein Mehrschichtsystem handelt.

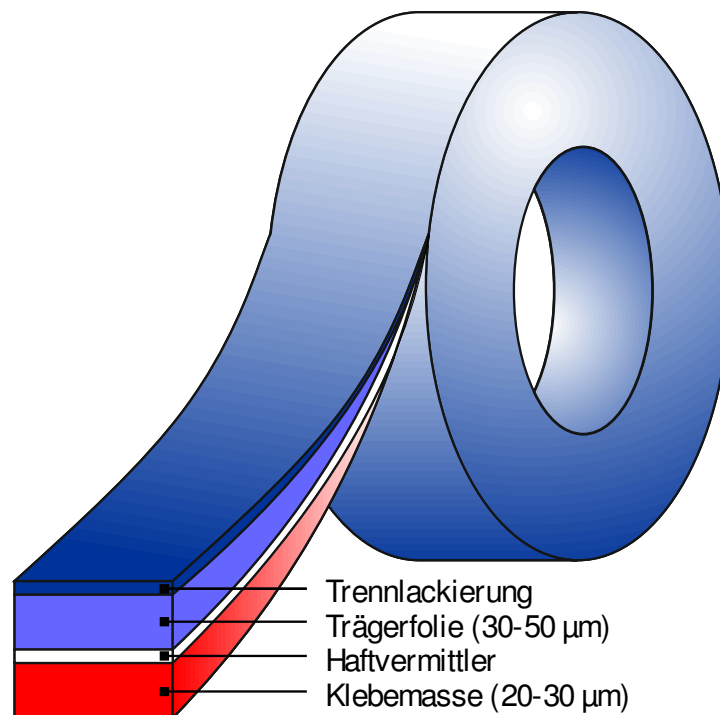


Abbildung 2-9: Typischer Aufbau einer Klebebandrolle. Die Haftklebmasse z.B. aus einem Acrylat-Copolymer ist mit einem Haftvermittler auf einer Trägerfolie aus Polypropylen aufgebracht. Auf der Rückseite des Trägers kann eine Trennlackierung mit spezieller Oberflächenbehandlung aufgebracht sein.

Auf einer zwischen 30  $\mu\text{m}$  und 50  $\mu\text{m}$  dicken Trägerfolie ist mit einem Haftvermittler die Haftklebmasse mit einer Schichtdicke zwischen 20  $\mu\text{m}$  und 30  $\mu\text{m}$  aufgetragen. Die Trägerfolie kann beispielsweise aus biaxial orientiertem Polypropylen (BOPP,  $\text{C}_3\text{H}_6$ ) bestehen und die Haftklebmasse aus einem Acrylat-Copolymer, z. B. Ethylhexylacrylat ( $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{O}_2$ ) oder Butylacrylat ( $\text{C}_7\text{H}_{12}\text{O}_2$ ) als Comonomer mit einem geringen Anteil Acrylsäure ( $\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2$ ). Optional kann die Rückseite eine Trennlackierung erhalten, beispielsweise auf Basis von Polydimethylsiloxan (PDMS,  $\text{C}_2\text{H}_6\text{OSi}$ ), auch bekannt als „Silikon“. Diese ist unpolar (ohne permanentes elektrisches Dipolmoment) und dient dazu, ein gleichmäßiges und „leises“ Ablängen zu ermöglichen. Die Klebebandrollen sind ebenfalls so eingestellt, dass keine Reste der Haftklebmasse auf der Rückseite verbleiben [Ben06, Ben09, Cre03a].

Die Trägerfolien können im Produktionsprozess eine physikalische Behandlung, z. B. durch eine Corona-Entladung erhalten. Die aus der Entladung erzeugten Elektronen brechen die Molekülbindungen auf und es bilden sich sehr reaktive freie Radikale, die dann schnell oxidieren. Durch diese Oxidation wird die Oberflächenenergie erhöht und dadurch die Benetzbarkeit und die Adhäsion verbessert. Die gewünschten Eigenschaften beim Abrollen können bei der Produktion auf diese Art gezielt eingestellt werden.

Eine Übersicht aller verwendeten Klebebandsorten ist in Tabelle 4-1 zu finden, in der die chemischen Zusammensetzungen (soweit bekannt) und weitere Details aufgelistet sind.

## 2.13 Dynamik beim Ablösen eines Klebefilms

Es gibt in der Literatur einige Versuche, die komplexe Dynamik beim Abrollen einer Klebebandrolle theoretisch zu beschreiben und eine Bewegungsgleichung aufzustellen, diese sind z. B. in [Ana06, Bar97, Cic98, Cic04, De04, De05] zu finden. Insbesondere das Ablösen der Klebmasse von einem Substrat ist analytisch schwer zu erfassen. Eine qualitative Beschreibung der Vorgänge soll an dieser Stelle für das Verständnis ausreichend sein.

Eine geringe und konstante Kraft auf das Band führt zu einer gleichmäßigen Abrollgeschwindigkeit. In diesem Bereich findet ein kohäsiver Bruch der Klebmasse statt und die Geschwindigkeit steigt mit der aufgewendeten Kraft an. Bei größerer Kraft kommt es zu einem adhäsiven Bruch und die Haftklebmasse löst sich scheinbar unregelmäßig von dem Substrat ab. Es kommt zu dem „Stick-Slip“-Effekt, der sich durch ein unregelmäßiges Abrollen und Schwankungen in der Abrollgeschwindigkeit bemerkbar macht. Bei diesen Oszillationen kommt es zu deutlich wahrnehmbaren Geräuschen und auch die elektromagnetischen Emissionen wurden in diesem Bereich gemessen [Bar97, Cam08, Dic87]. Bei sehr hohen Kräften nimmt der Stick-Slip-Effekt wieder ab und die Rolle zeigt erneut ein gleichmäßiges Abrollen.

Die mikromechanischen Ereignisse an der Ablösestelle wurden u.a. durch [Cor07, Cre03b, Bar97, Tho10, Lee95] untersucht. In Abbildung 2-10 sind diese schematisch dargestellt und können wie folgt zusammengefasst werden: Zuerst bilden sich Aushöhlungen in der Klebmasse (rechts im Bild), die dann zu einer Formierung von Filamenten führen, die mit dem Substrat verbunden sind (mittig). Diese werden durch die zunehmende Entfernung des Bandes gedehnt und erreichen einen Durchmesser von nur wenigen Mikrometern, bis sie sich vom Substrat lösen und sich mit hohen Geschwindigkeiten zurückziehen (links) und dadurch die akustische Emission hervorrufen. Kleine Blasen oder Streifen sind einige Zeit lang auf dem Klebeband zu beobachten, bis eine Relaxation einsetzt. Bei hohen Geschwindigkeiten sind die Filamente weniger stark ausgeprägt, da die Dissipation der Energie tiefer in dem Material an der Ablösestelle erfolgt [Per05, Per10].

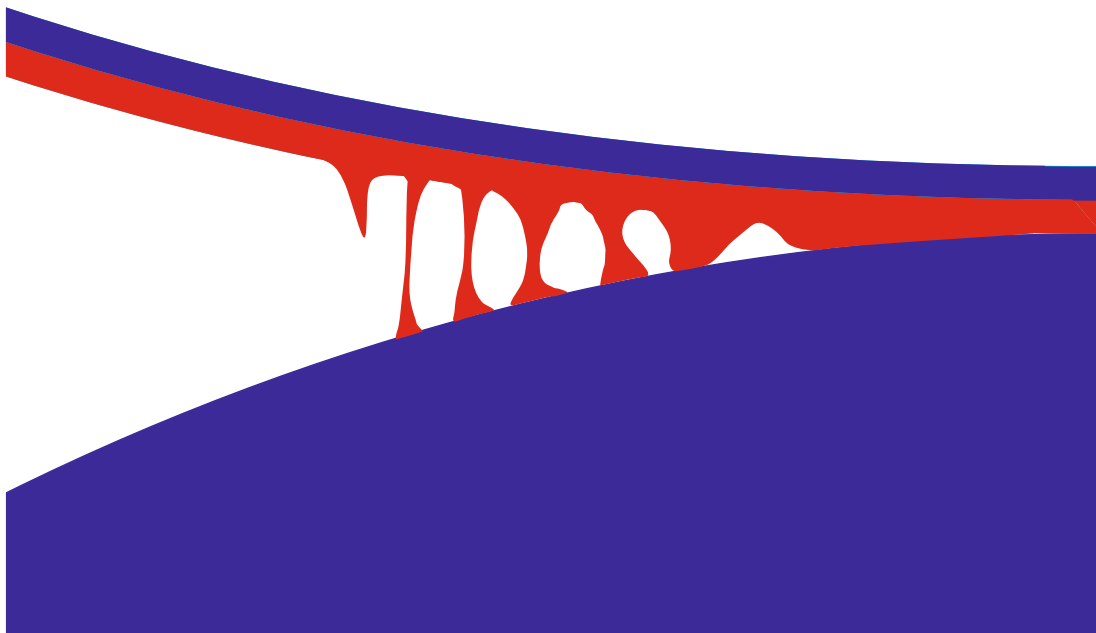


Abbildung 2-10: Bildung von Aushöhlungen und Filamenten beim Ablösen eines Klebebandes von der Rolle (schematisch).



### 3 Experimenteller Aufbau

Der experimentelle Aufbau (Abbildung 3-1) besteht aus einer zylindrischen Glaskammer, in der eine Mechanik zum Abrollen und Aufwickeln von handelsüblichen Klebebändern eingebaut ist. Die Kammer hat einen Durchmesser von 46 cm und eine Höhe von 60 cm und kann durch eine Drehschieberpumpe, sowie eine Turbomolekularpumpe auf einen Basisdruck von  $p_0 < 1 \times 10^{-3}$  mbar abgepumpt werden.



Abbildung 3-1: Foto des gesamten Versuchsaufbaus. Der Steuerrechner (links), die Elektronik-Einschübe (mittig) und die Vakuumkammer (rechts) sind zu sehen.

Im Boden der Vakuumkammer befinden sich mehrere vakuumdichte elektrische Durchführungen, die für die Motoren, Detektoren, Signalleitungen etc. benötigt werden und ein Anschluss für eine Wasserkühlung für die Detektoren im Inneren. Die Spannungsversorgung und Steuerung für die Mechanik befinden sich in 19-Zoll Einschüben. Ein PC ist über serielle Schnittstellen mit der Regeleinheit verbunden und kann das gesamte Experiment steuern und die Daten erfassen. Die einzelnen Komponenten sind in den folgenden Abschnitten im Detail beschrieben.

### 3.1 Vakuumkammer und Mechanik

In der Vakuumkammer befindet sich eine Grundplatte, auf der die Mechanik für das Umwickeln von Klebebandrollen mit einem Innendurchmesser von 2,54 cm montiert ist (Abbildung 3-2). Zwei Aufnahmerollen mit entsprechendem Durchmesser können von Schrittmotoren (*Phytron ZSS 57.200 2.5*), die unterhalb der Basis befestigt sind, angetrieben werden. Es wurden Schrittmotoren verwendet, da ein Motor das

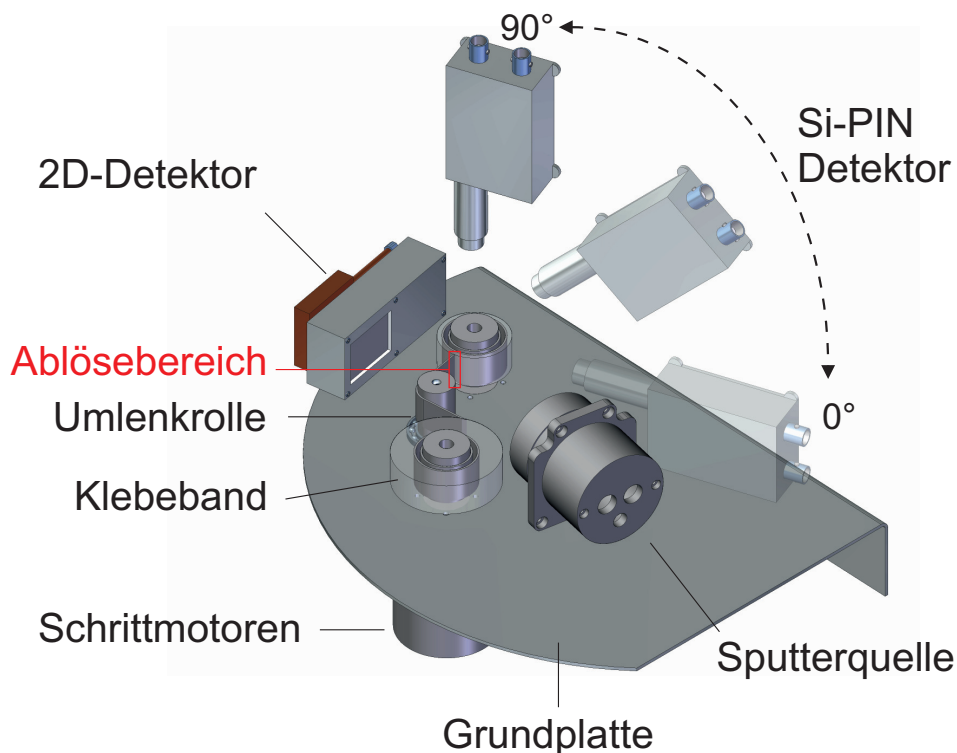


Abbildung 3-2: Aufbau der Messapparatur im Inneren der Vakuumkammer. Dargestellt sind die Mechanik zum Umwickeln der Klebebandrollen und mögliche Detektorpositionen.

Klebeband aufwickeln kann und der andere Motor stromlos der Rotation folgt und keinen Widerstand bietet, wie es z. B. bei Getriebemotoren der Fall wäre.

Zwischen den Aufnahmerollen der Motoren befindet sich eine Umlenkrolle mit einem Durchmesser von 2 cm, um die das Klebeband mit der Klebeseite oder auch mit der Rückseite geführt werden kann. Die Umlenkrolle ist mit einem Kugellager an der Grundplatte befestigt. Unterhalb ist eine Lochscheibe angebracht, die zusammen mit einer Infrarot- und einer Photodiode als optischer Encoder dient und die Bandgeschwindigkeit beim Umwickeln messen kann. Neben der Erfassung der Geschwindigkeit sorgt die Umlenkrolle durch Reduktion des Stick-Slip-Effektes für ein gleichmäßiges Auf- und Abwickeln der Klebebänder. Bei einem ruckartigen Ablösen der Klebebänder käme es zu einer Welligkeit und einem unsauberen Aufwickeln, sodass eine mehrfache Verwendung einer Klebebandrolle unmöglich wäre. Dieses Problem wurde in einer früheren Version des Versuchsaufbaus beobachtet und wird durch diese Maßnahme beseitigt.

Ein 2D-Detektor kann mit dem Sensor in der Nähe der Ablösestelle angebracht werden, um Röntgenbildgebung zu ermöglichen. Ein energiedispersiver Röntgendetektor kann durch eine Halterung beliebig in der Kammer angeordnet werden, oder, wie in Abbildung 3-2 dargestellt, durch ein einfaches, motorgetriebenes Goniometer in einem Winkel zwischen  $0^\circ$  und  $90^\circ$  relativ zur Grundplatte positioniert werden. Der Detektor ist dabei stets auf die Ablösestelle der rechten Klebebandrolle im Bild ausgerichtet.

Die Spektren der emittierten Röntgenphotonen werden beim Umwickeln der Klebebänder von der rechten auf die linke Rolle gemessen. Das Band kann nach den Messungen wieder auf die rechte Rolle umgewickelt werden oder der Detektor auf eine neue Position gefahren werden, ohne dass das Vakuum gebrochen werden muss.

Eine DC-Magnetron Sputterquelle kann vor dem Klebeband montiert werden, um das Band beim Umwickeln zu metallisieren. Die benötigte Hochspannung wird hierbei durch eine spezielle Durchführung in die Vakuumkammer geführt.

Über ein Feindosierventil kann die Kammer mit einem Gas, z. B. Luft, Stickstoff, Argon oder Xenon, auf einen bestimmten Druck eingestellt werden.

## 3.2 Kraftmessung

Das Klebeband kann über eine zweite Umlenkrolle geführt werden, die mit einem Kugellager unterhalb der Grundplatte an einem Kraftmesser befestigt ist (siehe Abbildung 3-3). Diese Umlenkrolle wurde relativ weit entfernt von den umwickelnden Rollen eingebaut und so angeordnet, dass die Kraft möglichst senkrecht auf den Kraftmesser wirkt. Die Umlenkrolle ist an ihrer Befestigung über zwei dünne Verbindungen aus Federstahl mit der Grundplatte verbunden und kann sich in einer Aussparung um mehrere Millimeter frei bewegen. Die Federkonstante wurde zu 27,1 kN/m bestimmt. Der Kraftmesser (Abbildung 3-4) besteht aus einem induktiven Näherungsschalter (*Contrinex DW-AD-509-M8-390*) mit analogem Ausgang, der den Abstand zu einer 12 mm × 12 mm × 1 mm Stahl-Normmessplatte auf 5 µm genau messen kann.

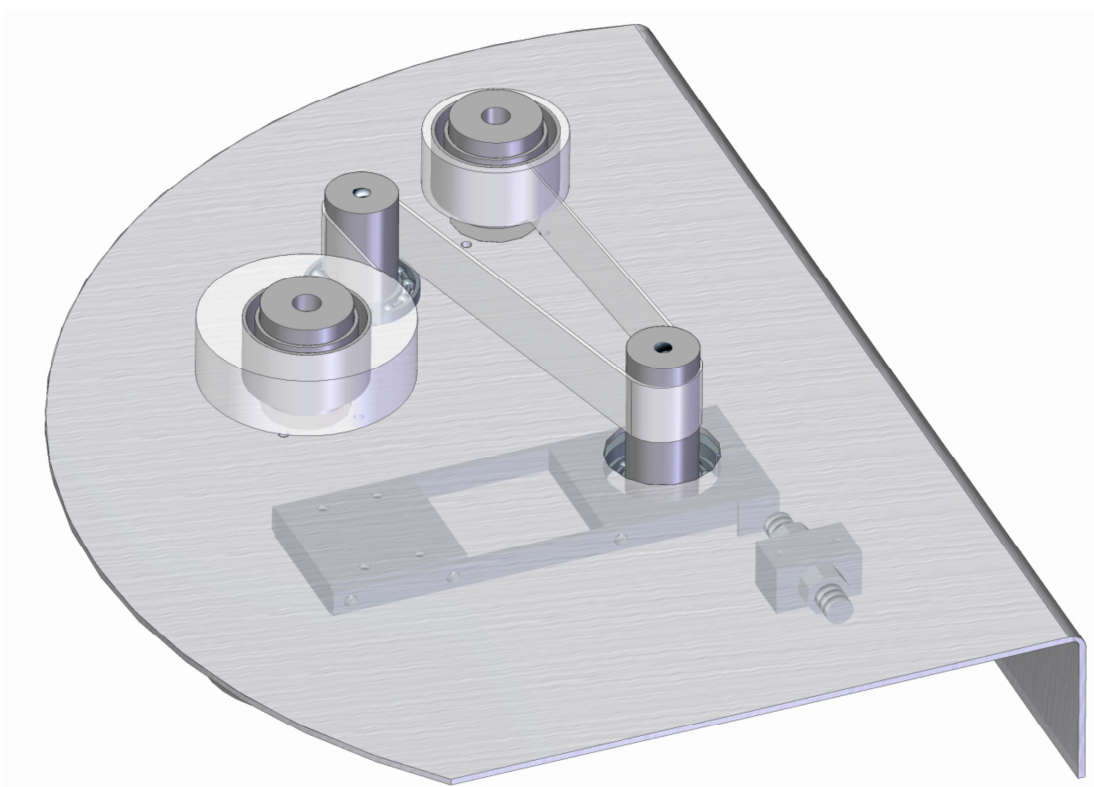


Abbildung 3-3: Versuchsaufbau mit zweiter Umlenkrolle und der Möglichkeit, die benötigte Kraft beim Umwickeln zu messen. Der Kraftmesser ist unterhalb der Grundplatte montiert.

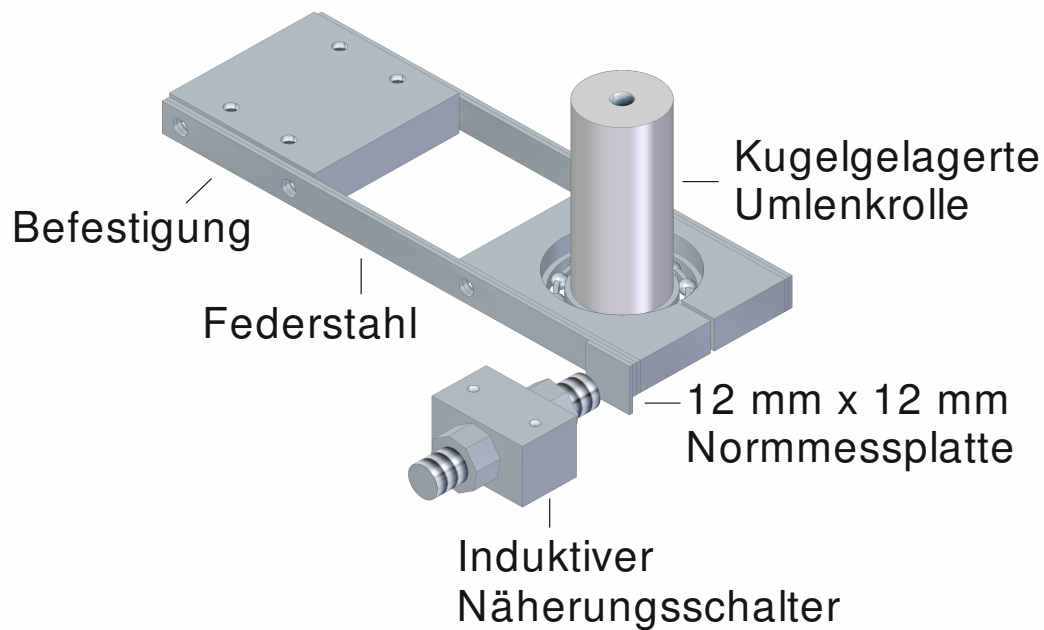


Abbildung 3-4: Kraftmesser mit induktivem Näherungsschalter für die Kraftmessung beim Umwickeln einer Klebebandrolle.

### 3.3 Amptek XR-100 CR Detektor

Bei dem verwendeten Detektor handelt es sich um eine thermoelektrisch gekühlte Silizium pin<sup>1</sup>-Photodiode mit einer Fläche von 25 mm<sup>2</sup> und einer aktiven Dicke von 500 µm. Eintreffende Photonen müssen ein 25,4 µm dickes Beryllium-Fenster passieren und können dann Photoelektronen auslösen, die mit einem Energieverlust von jeweils 3,62 eV Elektron-Loch-Paare im Silizium erzeugen [Amp98, Sch98]. An der Diode ist eine Spannung von etwa 100 V in Sperrrichtung angelegt, wodurch sich die freien Ladungsträger zu den Elektroden bewegen und einen messbaren Stromimpuls erzeugen. Die Kapazität des Detektors wird durch die angelegte Spannung verringert. Die Diode und der Feldeffekttransistor eines ladungsempfindlichen Vorverstärkers werden zudem durch einen thermoelektrischen Kühler gekühlt, um den Fehlerstrom und das Rauschen des Systems zu verringern.

<sup>1</sup> pin: engl. "positive intrinsic negative"

Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Photon das aktive Detektorvolumen erreicht und seine gesamte Energie mittels des photoelektrischen Effekts abgibt, wird als „Effizienz“ bezeichnet und ist gegeben durch

$$\varepsilon(E) = \left[ e^{-(\mu_{\text{Be}}(E)\lambda_{\text{Be}} + \mu_{\text{TZ}}(E)\lambda_{\text{TZ}})} \right] \left[ 1 - e^{-\mu_{\text{Si}}(E)\lambda_{\text{Si}}} \right]. \quad (3.1)$$

Der erste Term gibt die Transmission durch das Berylliumfenster ( $d = 25,4 \mu\text{m}$ ) und durch die tote Zone des Detektors ( $d = 0,15 \mu\text{m}$ ) an. Dabei wurden die Abschwächungskoeffizienten  $\mu$  (in  $\text{cm}^2/\text{g}$ ) der Datenbank *XCOM* [Ber11] entnommen und die Flächendichten  $\lambda$  (in  $\text{g}/\text{cm}^2$ ) aus der Dichte des Materials und der nominellen Dicke der Schicht  $d$  bestimmt. Der zweite Term gibt die Wahrscheinlichkeit für eine Wechselwirkung im aktiven Detektorvolumen an. Die Effizienz wurde mit den o.g. Spezifikationen und für eine Si-Schichtdicke von  $500 \mu\text{m}$  berechnet (Abbildung 3-5).

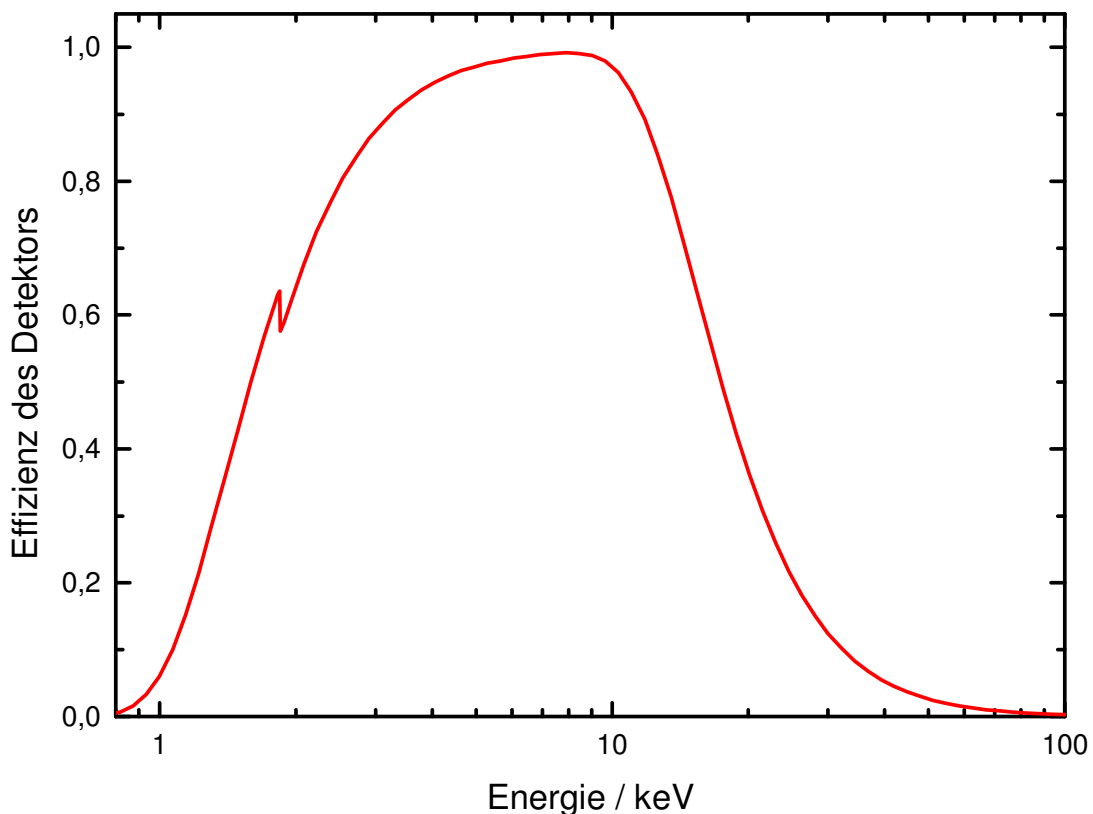


Abbildung 3-5: Effizienz des XR-100CR Detektors, berechnet für ein  $25,4 \mu\text{m}$  dickes Be-Fenster und eine  $500 \mu\text{m}$  dicke Silizium Schicht. Die Effizienz beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass ein Photon durch das Be-Fenster eindringt und die gesamte Energie durch Photoionisation im Detektor abgibt.

Bei niedrigen Energien gelangt nur ein Teil der Photonen aufgrund der Abschwächung des Beryllium-Fensters in den Detektor. Die Absorption von Luft wurde nicht mit berücksichtigt, da der Detektor stets im Vakuum verwendet wurde. Photonen mit höheren Energien können zunehmend ohne Wechselwirkung das aktive Detektorvolumen passieren, sodass die Effizienz ab 10 keV abnimmt.

### 3.4 PX2CR Verstärker und Pocket MCA Vielkanalanalysator

Die Stromimpulse, die im Detektor erzeugt werden, werden im PX2CR verstärkt und geformt. Dabei werden einige Filter angewendet, um nur gültige Impulse an den Vielkanalanalysator weiterzugeben. Die „rise time discrimination“ (RTD) unterdrückt die Impulse, die mit einer zu geringen Anstiegszeit (engl. „rise time“) generiert wurden. Diese können entstehen, wenn Elektron-Loch-Paare in der Nähe des Rückkontakts erzeugt und dadurch langsamer gesammelt werden, als es bei normalen Ereignissen der Fall wäre. Durch die RTD werden „falsche“ Peaks und das Untergrundrauschen unterdrückt und ein Schwellenwert für akzeptierte Impulse bei etwa 2 keV eingestellt. Die „pile-up rejection“ (PU) verhindert, dass zwei zeitlich naheliegende Impulse als ein Einziger gezählt werden und ein scheinbar höherenergetisches Photon gezählt wird.



Abbildung 3-6: PX2CR Verstärker, XR-100CR Detektor und Pocket MCA Vielkanalanalysator [Amp11].

Am PX2CR kann über ein Potentiometer eine Verstärkung („gain“) eingestellt werden, die bei allen Messreihen 0,8 betrug. Nur für einen erweiterten Spektralbereich bis 100 keV (s. Abbildung 4-1) wurde eine kleinere Verstärkung gewählt. Die vom Verstärker gefilterten Impulse werden an den Vielkanalanalysator MCA-8000A (MCA, „multichannel analyzer“) weitergeleitet, bei dem eine Auflösung von 1024 Kanälen gewählt wurde. Mit der Messung einer Referenzprobe wurden den Kanalnummern Energien zugeordnet, sodass bei den o.g. Einstellungen die Kanäle einer Energie von 0 keV bis 66,7 keV entsprechen. Die Energieauflösung des Detektors ist angegeben mit einer Halbwertsbreite (FWHM<sup>1</sup>) von 250 eV bis 270 eV bei einem Fluoreszenzpeak bei 5,9 keV [Amp98].

Die Datenaufnahme geschieht über die Software ADMCA, in der mit einem „low level discriminator“ die minimal akzeptierte Amplitude für ein Signal als Schwellenwert („threshold“) eingestellt werden kann. Die Messungen können zeitgesteuert ablaufen, sodass mehrere Messungen mit identischem Zeitintervall durchgeführt werden können. Dabei kann die tatsächlich verstrichene Zeit („real time“) oder die Zeit ohne Totzeit des Detektorsystems („live time“) verwendet werden.

### 3.5 2D-Detektor

Ein *Rad-ikon* Remote RadEye HR Sensor wurde zur digitalen Röntgenbildgebung verwendet (Abbildung 3-7). Dieser besteht aus einer Matrix von  $1200 \times 1600$  Photodioden im Abstand von  $22,5 \mu\text{m}$  und einer Detektorfläche von  $27 \text{ mm} \times 36 \text{ mm}$ . Die gesamte Fläche ist direkt mit einer Gadoliniumoxysulfid-Szintillatorschicht ( $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S}$ ) beschichtet, um einfallende Röntgenphotonen in sichtbares Licht umzuwandeln, das von den Photodioden gemessen werden kann.

Um den Sensor vor Umgebungslicht und Störsignalen zu schützen, befindet er sich in einem Stahlgehäuse, das mit einem  $125 \mu\text{m}$  dicken Beryllium-Fenster lichtdicht verschlossen ist. Röntgenphotonen mit einer Energie größer ca. 2 keV können das Be-Fenster mit ausreichender Wahrscheinlichkeit durchdringen und zur Bildgebung beitragen. Der Detektor wurde im Betrieb in der Vakuumkammer mit einem thermoelektrischen Kühler und einer Wasserkühlung auf bis zu  $-24 \text{ }^\circ\text{C}$  gekühlt, um das Rauschen durch den Dunkelstrom bestmöglich zu unterdrücken.

---

<sup>1</sup> Full width at half maximum





Abbildung 3-7: Rad-Icon Remote RadEye HR 2D-Detektor mit zugehöriger Ausleseelektronik. Die aktive Detektorfläche beträgt  $27\text{ mm} \times 36\text{ mm}$  mit einer Auflösung von  $1200 \times 1600$  Pixel [Rad13].

## 3.6 Elektronische Komponenten

Für die in Abbildung 3-8 dargestellte Elektronik befindet sich unter einem 19 Zoll Einschub ein regelbares Labornetzgerät (*Voltcraft VSP 2405*), das 15 V, 5 V, 0 V und -15 V liefert. Im Einschub steuert eine lineare Schrittmotor-Endstufe (*Phytron SINCOS*) die Schrittmotoren. Welcher der beiden Motoren an den Anschlüssen „MOT1“ und „MOT2“ dabei angetrieben wird, kann über einen Schalter ausgewählt werden. Der Taktimpuls für die Drehzahl wird von einem Mikrocontroller (*Atmel ATmega8*) generiert, welcher über die serielle Schnittstelle mit dem PC kommuniziert. Ein 12 bit USB Messboard mit analogen und digitalen Ein-/Ausgängen (*Meilhaus Electronic RedLab 1008*) ist integriert, um den optischen Encoder, das Druckmessgerät (*Leybold COMBIVAC CM 31*) und weitere analoge Eingänge auszulesen und am PC weiter zu verarbeiten.

Das Hochspannungsnetzteil von einem Sputter Coater (*Quorum SC7620*) und der Verstärker und Vielkanalanalysator des *Amptek XR-100 CR* Detektors befinden sich auf dem Einschub. Der Vielkanalanalysator („MCA“, multichannel analyzer) ist ebenfalls mit dem PC über eine serielle Schnittstelle verbunden.

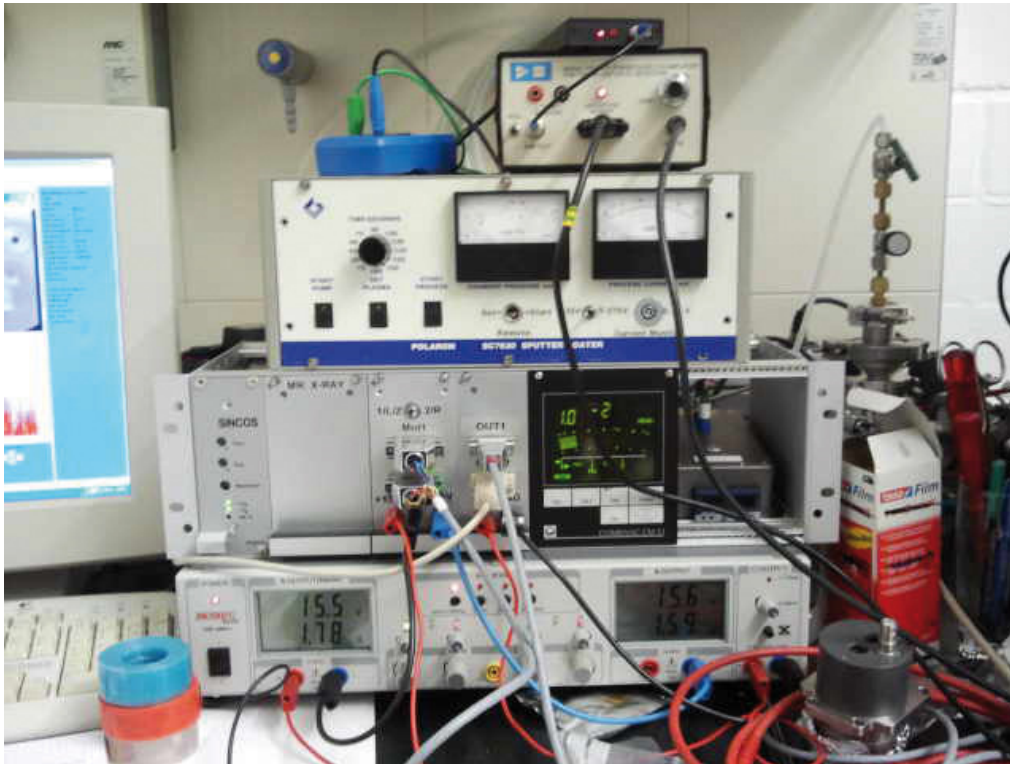


Abbildung 3-8: Elektronische Komponenten des Aufbaus. Von unten nach oben: Labornetzgerät, 19-Zoll Einschub (mit Motorendstufe, Mikrocontroller, Anschlüsse für PC und Vakuumkammer, Druckanzeigerät), Sputter Coater Netzteil, Verstärker und Vielkanalanalysator des Detektors.

### 3.7 PC-Steuerung

Die mit *Microsoft Visual C#* entwickelte Software, die die elektronischen Komponenten, insbesondere die Schrittmotoren steuert, heißt „Motorsteuerung“ und ist in Abbildung 3-9 dargestellt. Bei einem Experiment kann die gewünschte Bandgeschwindigkeit einer Klebebandrolle in cm/s eingegeben werden, sowie die Drehrichtung des aufrollenden Motors. Bei einem Klick auf „Start Messung“ beginnt die Mechanik die Klebebandrolle umzuwickeln, die Bandgeschwindigkeit wird dabei mit dem optischen Encoder an der Umlenkrolle gemessen und die Drehzahl des Motors wird entsprechend geregelt. Im oberen rechten Bereich des Fensters werden die gemessene Geschwindigkeit (blau) und die Drehzahl des Motors (rot) angezeigt. In dem abgebildeten Beispiel kann man sehen, dass die geregelte Geschwindigkeit konstant bleibt und die Winkelgeschwindigkeit des Motors mit  $1/t$  abnimmt. Dies liegt an dem zunehmenden Radius der aufwickelnden Rolle und der dadurch bedingten Abnahme der Winkelgeschwindigkeit durch die Regelung auf die

Bahngeschwindigkeit über die Beziehung  $\omega = v/r$  ( $\omega$ : Winkelgeschwindigkeit,  $v$ : Bahngeschwindigkeit,  $r$ : Radius). Bei einer gewöhnlichen Klebebandrolle würde ohne diese Regelung die Bandgeschwindigkeit um einen Faktor zwei bis drei variieren, was bei Vernachlässigung dieses Parameters reproduzierbare Experimente unmöglich machen würde.

Neben der Geschwindigkeitsreglung wird bei jedem Experiment der Druck in der Kammer angezeigt (Graph rechts unten) und, wie alle erfassten Daten, in einer Logdatei gespeichert. Dadurch kann der Druckverlauf detailliert untersucht werden und bei verschiedenen Experimenten verglichen werden.

Weiterhin gibt es die Möglichkeit zeitgleich einen analogen Eingang mit einer Abtastrate von 1 kHz zu erfassen. Dieser Teil der Software wurde je nach Experiment angepasst und kann beispielsweise eine Temperatur, die gemessene magnetische Flussdichte eines Hall-Sensors oder die gemessene Kraft an einer Umlenkrolle darstellen (mittlerer Bereich des Fensters und Graph in der Mitte).

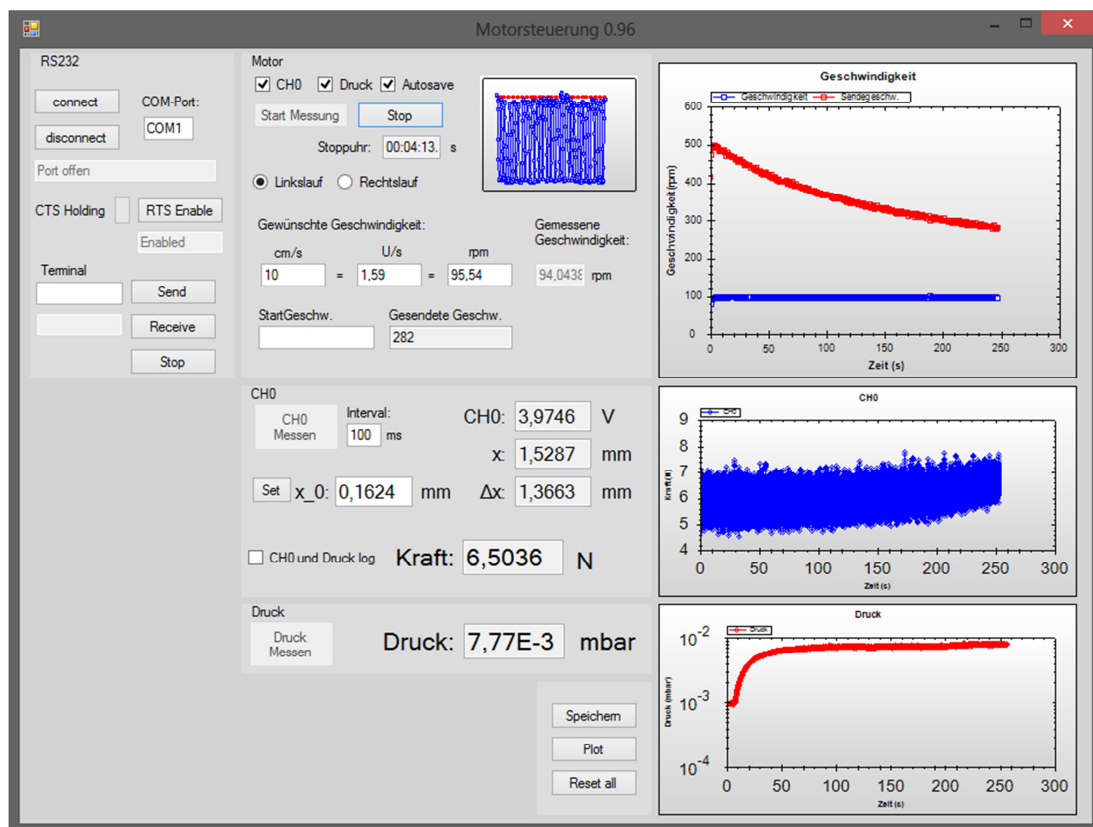


Abbildung 3-9: Software zur Steuerung der Motoren und Datenaufnahme. Dargestellt sind geregelte Geschwindigkeit, Drehzahl des Schrittmotors, Kraft an einer Umlenkrolle und Druck bei einem Experiment mit einer Sollgeschwindigkeit von 10 cm/s.



## 4 Experimente

In diesem Kapitel werden die beobachteten Phänomene beim Abrollen von Klebebandrollen im Vakuum dargestellt und die systematischen Messreihen zur Bestimmung der Parameter gezeigt, die einen Einfluss auf die Emissionscharakteristik der Röntgenstrahlung haben. Ein Modell für den Mechanismus zur Erzeugung der Röntgenstrahlung und dessen Abhängigkeit von den Parametern wird in Kapitel 5 vorgestellt. Bei den Messreihen werden in diesem Kapitel nur die reinen Beobachtungen dargestellt; detaillierte Erklärungen und Diskussionen sind im darauf folgenden Kapitel zu finden.

### 4.1 Röntgenemission

Abbildung 4-1 zeigt ein aufgenommenes Spektrum des *Amptek* XR-100CR Detektors beim Umwickeln einer „Scotch Magic 810“ Klebebandrolle bei einem Basisdruck der Vakuumkammer von ca.  $1 \times 10^{-3}$  mbar und einer Geschwindigkeit von ca. 15 cm/s. Die *live time* (siehe Abschnitt 3.4) beim Abrollen der Rolle betrug 44,7 s bei einer *real time* von 60 s. Es wurden insgesamt 381781 Zählimpulse gemessen, was einer Zählrate von 8541 counts/s entspricht. Es zeigt sich ein kontinuierlich verlaufendes Spektrum mit einer maximalen Zählrate bei einer Energie von ca. 20 keV. Es werden Photonen bis zum Ende des Messbereichs bei 100 keV gemessen. Dabei ist zu beachten, dass die gemessenen Photonen aufgrund der Effizienz des Detektors (vergleiche Abbildung 3-5) nur einen Teil der tatsächlich emittierten Strahlung darstellen.

Unter der vereinfachten Annahme einer isotrop strahlenden Punktquelle ergibt sich mit dem Detektorabstand von 15 cm und einer Detektorfläche von 25 mm<sup>2</sup> in diesem Beispiel ein Photonenfluss pro Raumwinkel von ca.  $8 \times 10^6$  1/(s·sr) bzw. ca.  $1 \times 10^8$  counts/s im vollen Raumwinkel  $4\pi$  sr.

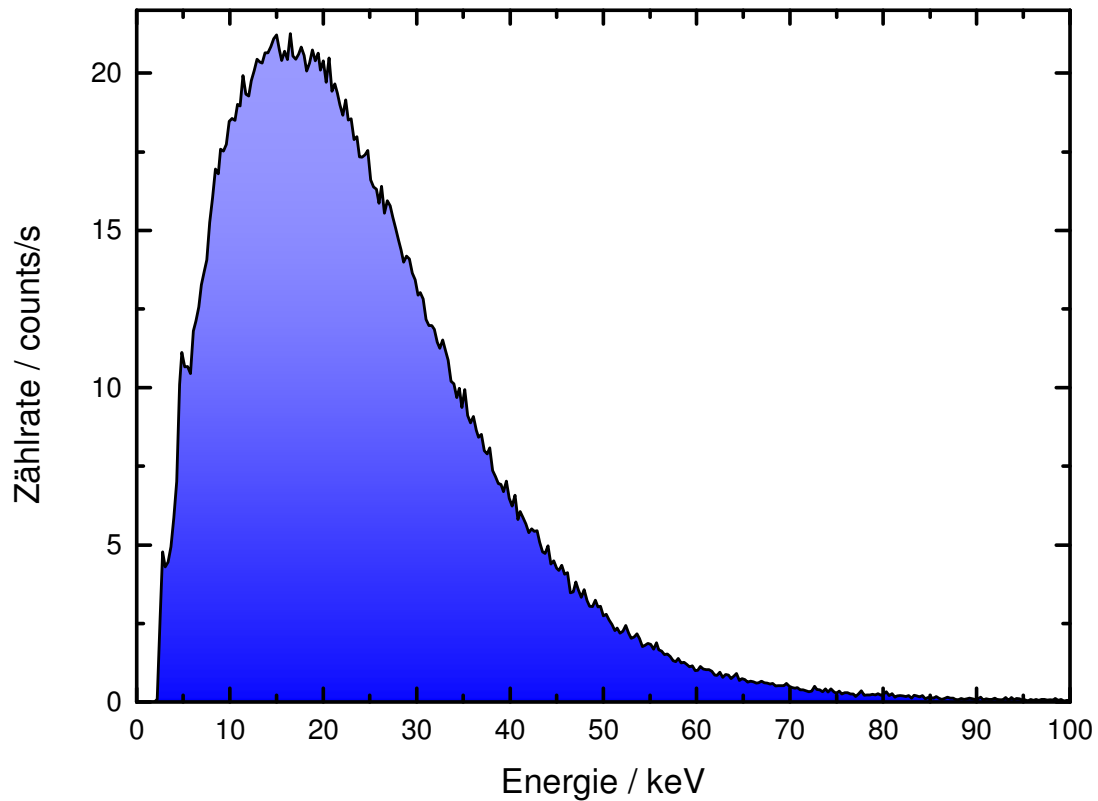


Abbildung 4-1: Emissionsspektrum einer Scotch Magic Tape-Klebebandrolle beim Abrollen im Vakuum.

## 4.2 Bildgebung

Es stellt sich die Frage, ob es mit der erzeugten Intensität möglich ist, Röntgenfilme, wie sie auch in der Medizin verwendet werden, zu belichten oder allgemein bildgebende Verfahren zu ermöglichen.

### 4.2.1 Analoge Röntgenbilder

Auf einem Dentalfilm der Größe 30 mm × 40 mm wurden drei M6-Muttern mit einem Stück Papier und einem Klebestreifen angebracht. Der Film wurde in einem lichtdichten Gehäuse vor einer Klebebandrolle („Scotch Magic 810“) positioniert und beim vollständigen Umwickeln der Rolle bei einer Geschwindigkeit von ca. 20 cm/s und einem Basisdruck von  $p_0 = 5 \times 10^{-2}$  mbar belichtet. Der entwickelte Film, sowie das abzubildende Objekt sind in Abbildung 4-2 gezeigt.

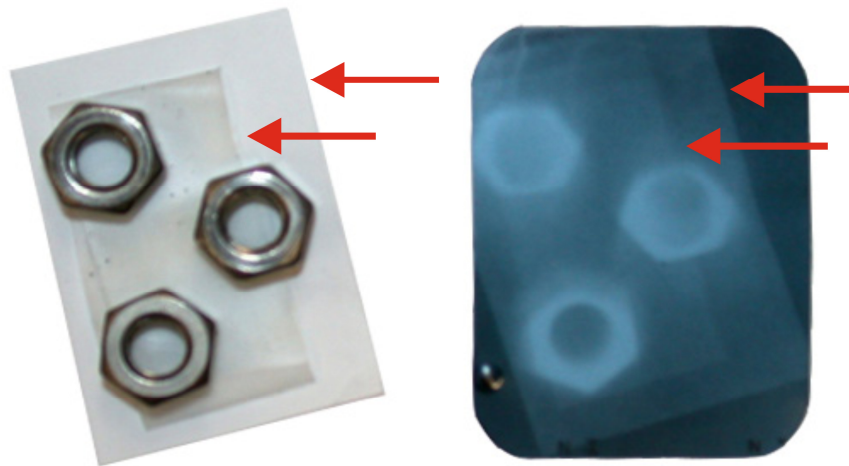


Abbildung 4-2: Drei M6 Muttern auf Papier geklebt (links) und das Röntgenbild (rechts), das nach dem Umwickeln einer Scotch Klebebandrolle im Vakuum entwickelt wurde.

Dunklere Bereiche entsprechen einer stärkeren Schwärzung und Belichtung des Röntgenfilms. Ein Kontrast im Bild entsteht durch die unterschiedliche Absorption der Röntgenstrahlen in den verschiedenen Materialien beim Durchgang durch das Objekt. Die drei M6-Muttern sind gut als helle Abbildungen zu erkennen, die Form scheint allerdings etwas verzerrt und unscharf zu sein. Dies ist dadurch zu erklären, dass die Röntgenstrahlung nicht aus einer Punktquelle oder einer fokussierenden Optik stammt.

Bei genauerer Betrachtung fällt auf, dass auch ein Kontrast zwischen dem Klebestreifen und dem Papier vorhanden ist (Abbildung 4-2, rote Pfeile), obwohl diese Schichten eine Dicke von weniger als 100  $\mu\text{m}$  aufweisen und gewöhnlich transparent für Röntgenstrahlung sein sollten: die Transmission liegt ab 10 keV Photonenenergie bei über 95% [Hen93]. Das Spektrum der durch das Klebeband erzeugten Röntgenstrahlung besteht jedoch zu einem großen Teil aus niederenergetischen Photonen, sodass sich die Unterschiede in der Absorption bei einigen keV gut abbilden lassen.



Mehrere 9 cm × 12 cm Polaroid „Polapan 57“ schwarz-weiß Sofortbildfilme, mit einer Empfindlichkeit ISO 3000, wurden für weitere Experimente verwendet. Vor jedem Film wurden 2 mm dicke Stahl-Lochplatten mit einem Lochdurchmesser von 3 mm (Abbildung 4-3, links) angebracht, um bei der Belichtung einen guten Kontrast zu erhalten. Die Filme wurden oberhalb und seitlich einer Klebebandrolle angebracht und ca. 5 Minuten belichtet. Alle Filme zeigten nach dem Entwickeln ein ähnliches Belichtungsbild, bei dem die Löcher hell abgebildet sind und die abgedeckten Bereiche dunkel erscheinen. In Abbildung 4-3, rechts ist eine digitalisierte seitliche Aufnahme dargestellt, die Grauwerte wurden durch eine Falschfarbendarstellung ersetzt.

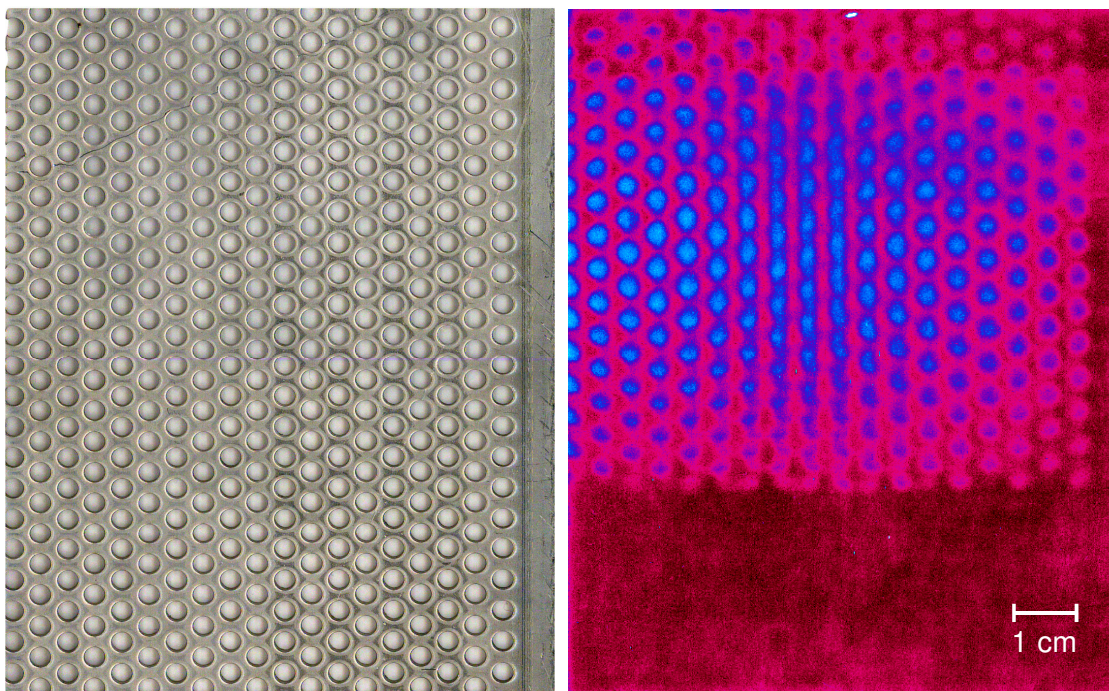


Abbildung 4-3: Eine 3 mm Lochplatte (links) und die dazugehörige Röntgenaufnahme mit Fotopapier in Falschfarbendarstellung (rechts).

Im unteren Teil des Bildes ist der Film nicht belichtet, da der Film hier am Rand der Grundplatte des experimentellen Aufbaus befestigt war und somit unterhalb abgeschattet wurde. Deutlich zu sehen ist das Lochmuster mit einer hohen Intensität im mittleren Bereich, welcher sich auf der Höhe der Klebebandrolle befand. Von dort aus nimmt die Intensität zu den Rändern hin ab.



### 4.2.2 Digitale Bildgebung

Aus einer 1,5 mm dicken, einseitig mit Kupfer beschichteten, Epoxidharz-Platine wurde das Logo der Bergischen Universität geätzt (Abbildung 4-4, links). Die 35  $\mu\text{m}$  dicke Kupferschicht wurde nach dem Ätzen chemisch verzinkt, um einen noch höheren Kontrast bei einer Röntgenaufnahme zu erzielen. Die Platine wurde direkt vor dem Fenster des 2D-Detektors befestigt und dieser ca. 2 cm oberhalb einer „Scotch Magic 810“-Rolle positioniert. Bei einem anfänglichen Druck von  $5 \times 10^{-3}$  mbar wurde die gesamte Rolle mit einer Geschwindigkeit von 20 cm/s umgewickelt. Es wurden mehrere Bilder mit einer Dauer von jeweils 2 s aufgenommen und gemittelt, um das Röntgenbild (Abbildung 4-4, rechts) zu erhalten.

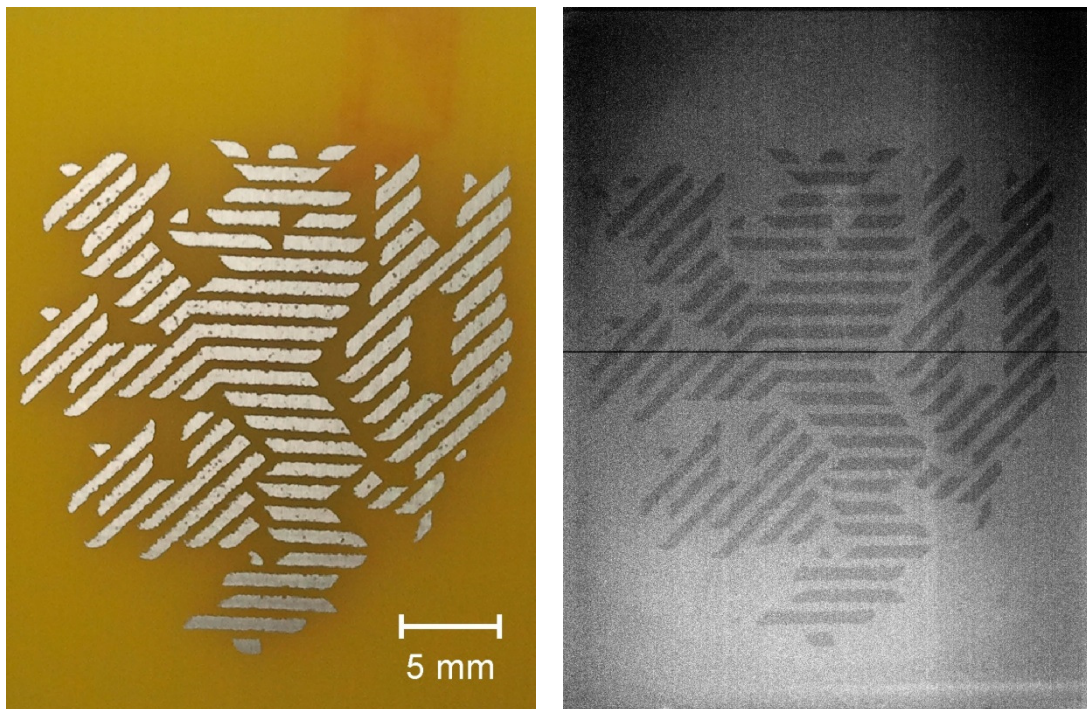


Abbildung 4-4: Logo der Bergischen Universität auf einer Platine geätzt (links) und mit dem 2D-Röntgendetektor aufgenommen (rechts). Für das Röntgenbild wurden mehrere Aufnahmen gemittelt, um das Rauschen zu reduzieren und den Kontrast zu erhöhen. Die durchgehende schwarze Linie ist eine tote Pixelzeile im Detektor.

Das Bild ist auf der unteren Seite stärker belichtet, da diese Seite näher an der Ablösestelle des Klebebandes war. Die horizontale Linie in der Mitte des Bildes stammt von einer toten Pixelzeile des Detektors. Erst durch eine digitale Bildbearbeitung konnte ein ausreichender Kontrast bei dem Bild erzeugt werden. Das Logo ist jedoch deutlich zu erkennen und die Strukturen im Submillimeterbereich sind klar voneinander zu trennen.

### 4.3 Klebebandsorten

Eine Vielzahl von Klebebandsorten wurde hinsichtlich der Röntgenemissionseigenschaften untersucht. Dabei wurden sowohl handelsübliche als auch speziell angefertigte Rollen der *tesa SE* verwendet. Die Spektren einiger dieser Rollen sind in Abbildung 4-5 gezeigt. Es wird deutlich, wie unterschiedlich die Emissionseigenschaften der verschiedenen Rollen sind. Die Maxima in der Energieverteilung können zwischen einigen keV („tesa 4102“) und 10 keV („tesa 64250 mod“) liegen. Die Zählraten unterscheiden sich hierbei um einen Faktor 10. Einige der untersuchten Rollen emittierten nur sehr wenige oder überhaupt keine Röntgenphotonen. Eine Übersicht der Emissionseigenschaften aller hier untersuchten Sorten ist in Tabelle 4-1 zu finden. Auf die Gründe der unterschiedlich starken Röntgenemission bei Klebebandrollen mit unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen oder mit speziellen Oberflächenbehandlungen („tesa 4102 mit Corona“) wird an späterer Stelle eingegangen. Das sichtbare Leuchten an der Ablösestelle ist bei den verschiedenen Klebebändern unterschiedlich stark wahrnehmbar. Mit einem optischen Spektrometer wurde versucht die Spektren zu analysieren, allerdings war die Lichtintensität zu gering für eine auswertbare Analyse.

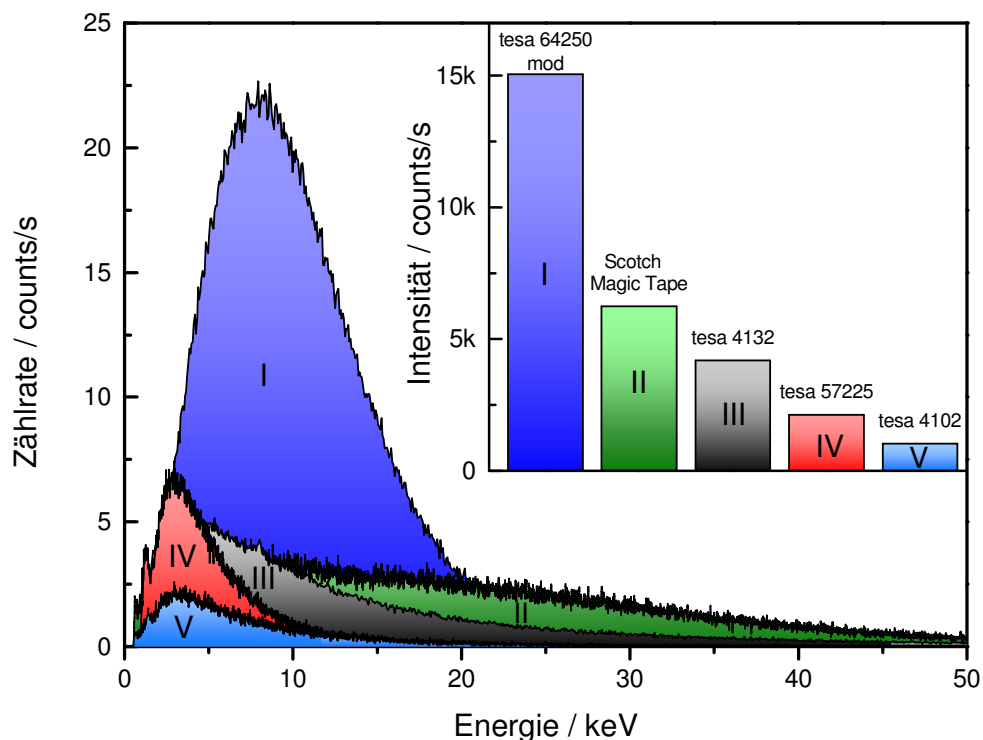


Abbildung 4-5: Energiespektren unterschiedlicher Klebebandsorten. Die Verläufe und die Zählraten variieren zwischen den verschiedenen Typen stark.

Tabelle 4-1: Auflistung der verwendeten Klebebandsorten, deren chemischer Zusammensetzung (soweit bekannt) und Eigenschaften der Röntgenemission. Die Abkürzungen bedeuten dabei: BOPP: Biaxial orientiertes Polypropylen, ACP: Acrylat-Copolymer, PVC: Polyvinylchlorid, SIS: Styrol-Isopren-Styrol Block Copolymer, MOPP: Monoaxial verstrecktes Polypropylen, PDMS: Polydimethylsiloxan.

Bezeichnung	Trägerfolie	Haftklebemasse	Comonomer	Sonstiges	Röntgenemission
Scotch Magic 810	Culluloseacetat	Auf Polyacrylatbasis		starkes Ausgasen, Trennlackierung mit Silikon	sehr stark
tesa Film 4102	35 µm BOPP	23 µm ACP „A“	Ethylhexyl-acrylat	kaum Stick-Slip-Effekt	mittel
tesa Film 4102 ohne Corona	35 µm BOPP	23 µm ACP „A“	Ethylhexyl-acrylat	ohne Coronabehandlung (Standardmäßig 25 Wmin/m <sup>2</sup> ), starker Stick-Slip-Effekt	stark
tesa Film 4104	38 µm PVC	23 g/cm <sup>2</sup> auf Basis Naturkautschuk und Klebharzen		starker Stick-Slip-Effekt	mittel
tesa Film 4132	32 µm BOPP	18 µm ACP „C“	Butylacrylat		stark
tesa Film 4140	32 µm BOPP	20 µm ACP „B1“	Butylacrylat		mittel
tesa Film 4148 PV0	35 µm BOPP	19 µm ACP „B2“	Butylacrylat		schwach

<b>Bezeichnung</b>	<b>Trägerfolie</b>	<b>Haftklebemasse</b>	<b>Comonomer</b>	<b>Sonstiges</b>	<b>Röntgenemission</b>
tesa Film 57225	28 µm BOPP	20 µm ACP „B3“	Butylacrylat		stark
tesa Comet 64160	32 µm Cellulosehydrat	19 g/m <sup>2</sup> Haftklebemasse auf Basis SIS-Synthese- kautschuk und Klebstoffen		sehr starker Stick-Slip-Effekt	sehr schwach
tesa Comet 64168	32 µm Cellulosehydrat			sehr starker Stick-Slip-Effekt	sehr schwach
tesa 64250	50 µm MOPP blau	27 µm Acrylat- Dispersion „D“	Ethylhexyl- acrylat	- üblicherweise nicht auf 1“-Rollen erhältlich - PDMS-Rückseitenlack aus organischer Lösung - gleichmäßiges Abrollen	mittel
tesa 64250 mod	50 µm MOPP rot	27 µm Acrylat- Dispersion „D“	Ethylhexyl- acrylat	- üblicherweise nicht auf 1“-Rollen erhältlich - PDMS-Rückseitenlack aus wässriger Dispersion - ungleichmäßiges Abrollen	sehr stark

## 4.4 Reproduzierbarkeit

Mit dem energiedispersiven Detektor wurden mehrere Spektren der emittierten Röntgenstrahlung unter gleichen Bedingungen hintereinander aufgenommen. Dabei wurde bei einem anfänglichen Druck von  $1 \times 10^{-3}$  mbar eine „tesa 4102“-Klebebandrolle für je 30 Sekunden mit einer Geschwindigkeit von 10 cm/s umgewickelt. Die Spektren sind in Abbildung 4-6 gezeigt und es ist zu erkennen, dass die Kurven im Rahmen der Statistik identisch sind. Die integrierten Zählraten sind in der Grafik angegeben und ergeben einen Mittelwert von 1565 counts/s mit einer Standardabweichung von 61 counts/s. Eine andere Rolle wurde mehr als 20-mal vollständig umgewickelt, ohne dass die Zählrate stark vom Mittelwert abwich.

Mit der in dieser Arbeit aufgebauten Apparatur sind reproduzierbare Experimente möglich und es können die Abhängigkeiten der Röntgenemission von weiteren Parametern im Detail untersucht werden.

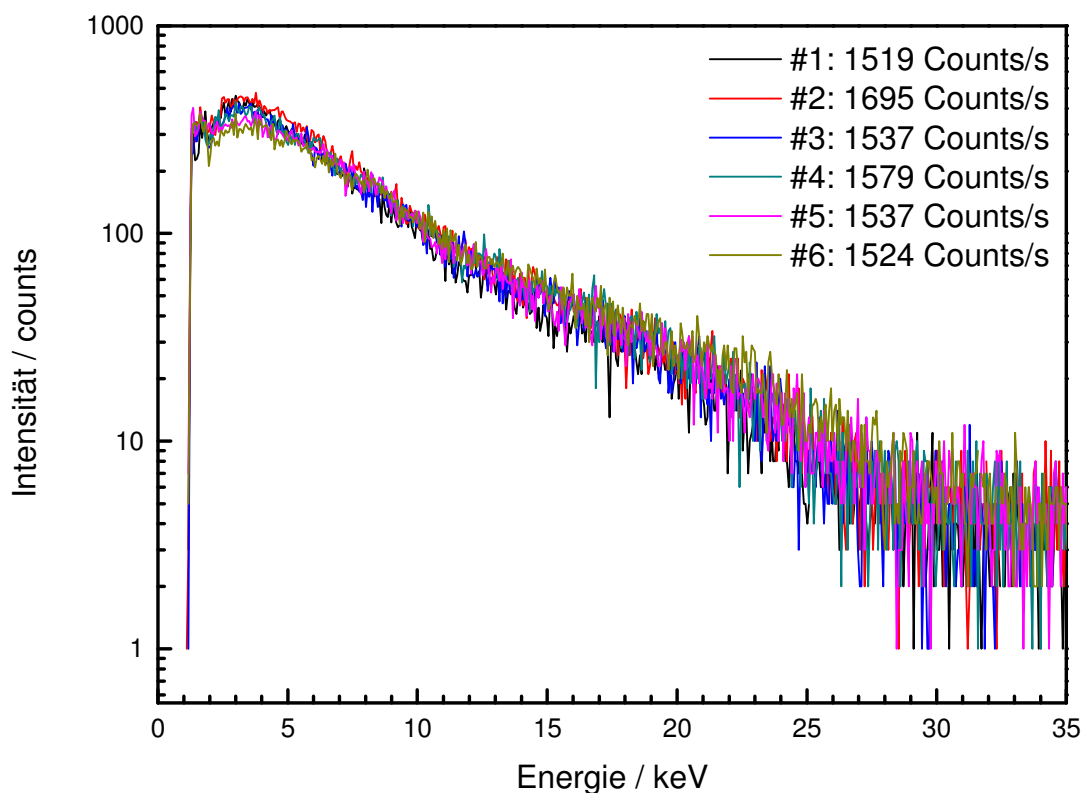


Abbildung 4-6: Reproduzierbarkeit der emittierten Röntgenspektren einer „tesa 4102“-Klebebandrolle in einer Reihe aufeinanderfolgender Experimente. Die Zählraten bleiben auf einem konstanten Niveau.

## 4.5 Druckverlauf beim Abrollen einer Klebebandrolle

Mit dem realisierten Versuchsaufbau ist es möglich, den Druck in der Kammer zeitaufgelöst zu messen. Die Klebebänder selbst und die in der Haftklebemasse eingeschlossene Luft gasen während des Abwickelns unter Vakuum aus, sodass abhängig von der verwendeten Sorte ein unterschiedlicher Basisdruck  $p_0$  zu erreichen ist. Abbildung 4-7 zeigt den Druckverlauf einer Klebebandrolle („tesa 4102“) beim Umwickeln mit einer Geschwindigkeit von 10 cm/s.

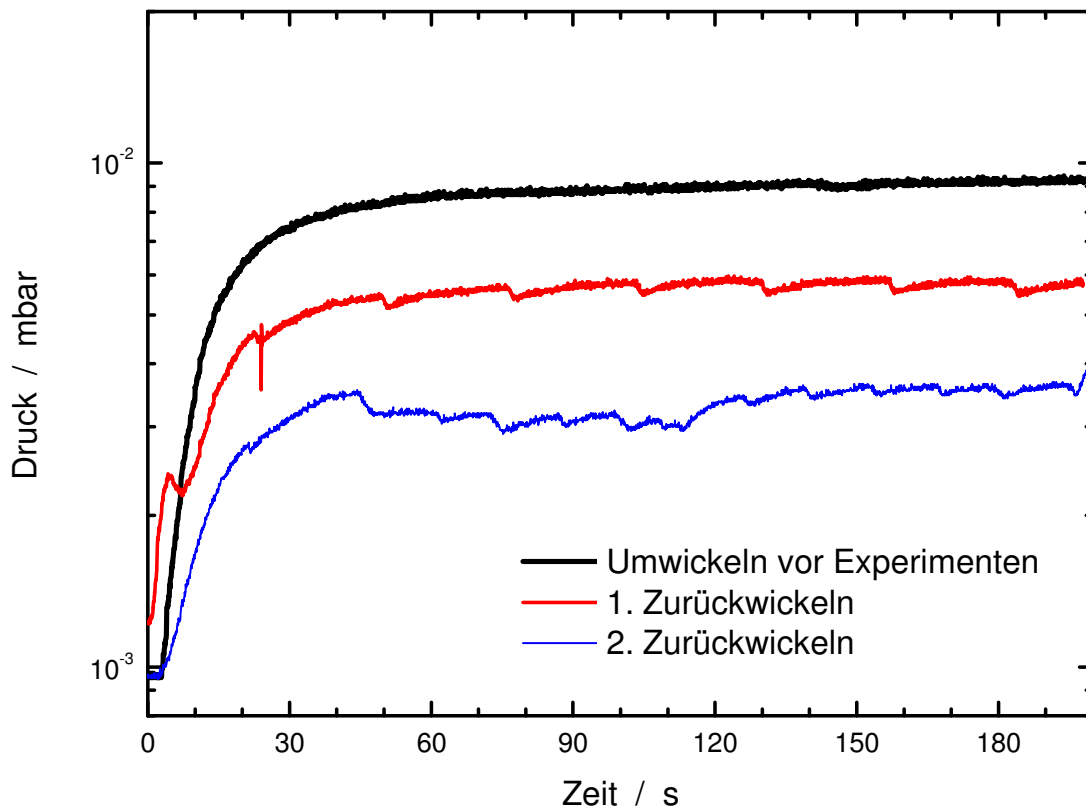


Abbildung 4-7: Druckanstieg beim mehrmaligen Umwickeln einer Klebebandrolle.

Die schwarze Kurve zeigt den Druckverlauf für das erste und vollständige Umwickeln der Rolle vor einer Experimentserie. Es ist zu erkennen, dass der Druck vom Basisdruck  $p_0 = 1 \times 10^{-3}$  mbar innerhalb von 30 Sekunden um eine Größenordnung auf ca.  $1 \times 10^{-2}$  mbar ansteigt und dann auf einem Plateau verbleibt.

Anschließend wurde eine Messreihe durchgeführt, bei der das Klebeband für jeweils 30 Sekunden wieder zurückgewickelt wurde. Während dieser stieg der Druck stets auf denselben Wert an. Zwischen den Experimenten wurde solange gewartet, bis der Basisdruck wieder erreicht wurde.

Der Druckverlauf beim Zurückwickeln der Rolle nach dieser Serie ist mit der roten Kurve gezeichnet. Der Druckanstieg auf  $5 \times 10^{-3}$  mbar ist geringer als beim ersten Umwickeln. Es fällt auf, dass es Sprünge im Druckverlauf gibt. Diese treten ca. alle 30 Sekunden auf und stammen von den teils minutenlangen Pausen, in denen das freiliegende Band stärker ausgasen konnte. Beim Zurückspulen über diese Bereiche sinkt der Druck daher kurzzeitig ab. In den Klebebändern lassen sich gewissermaßen Drücke „speichern“, in denen sie umgewickelt wurden.

Dies lässt sich beim zweiten Zurückwickeln (blaue Kurve) ebenfalls beobachten. Dabei überlagern sich die Sprünge im Druckverlauf mit denen aus dem ersten Zurückwickeln. Der Druck stieg diesmal nur noch auf ca.  $3 \times 10^{-3}$  mbar an und es zeigt sich, dass bei jedem weiteren Umwickeln (ohne das Vakuum zu brechen) der Anstieg geringer ausfällt.

## 4.6 Druckabhängigkeit

Um die Abhängigkeit der Röntgenemission von dem Druck in der Kammer zu untersuchen, wurde eine „tesa 4132“-Klebebandrolle zunächst einige Male umgewickelt, um einen Druckanstieg durch das Ausgasen des Klebebandes zu verringern. Dann wurden durch das Einlassen von Luft durch das Feindosierventil Drücke zwischen  $3,5 \times 10^{-3}$  mbar und  $7,4 \times 10^{-1}$  mbar eingestellt, bei denen dann die Rolle für jeweils 30 s umgewickelt wurde. Die integrierten Zählraten dieser Messungen sind in Abbildung 4-8 dargestellt.

Drücke, die geringer als  $3,5 \times 10^{-3}$  mbar sind, konnten beim Umwickeln nicht erreicht werden. Es wurde eine „tesa 4132“-Rolle verwendet, da sich herausstellte, dass diese nur ein geringes Ausgasen aufweist, im Gegensatz zu beispielsweise einer „Scotch Magic 810“-Rolle, die so stark ausgast, dass der geringste Druck bei ca.  $1 \times 10^{-2}$  mbar liegt. Bei diesem Druck ist ein sehr starker Anstieg in der Röntgenemission zu finden, die Zählrate steigt von 1173 counts/s bei  $3,5 \times 10^{-3}$  mbar auf 10039 counts/s bei  $1,4 \times 10^{-2}$  mbar ( $p_{Max}$ ) an. Bei höheren Drücken fällt die Intensität ebenso schnell wieder ab und bei  $7,4 \times 10^{-1}$  mbar sind nur noch weniger als 0,1 counts/s messbar.

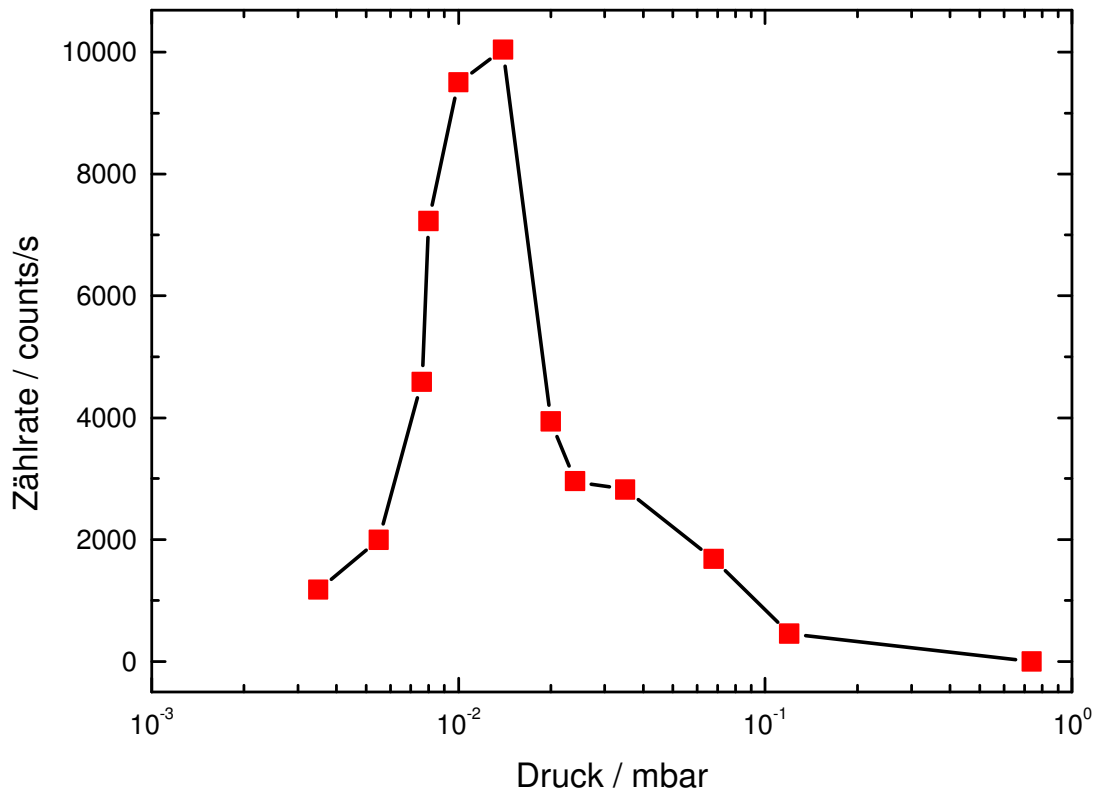


Abbildung 4-8: Integrierte Zählraten der Spektren einer „tesa 4132“-Rolle in Abhängigkeit vom Druck. Drücke unterhalb  $3 \times 10^{-3}$  mbar konnten beim Umwickeln nicht erreicht werden. Ein Maximum mit einer starken Erhöhung der Emission zeichnet sich bei ca.  $1 \times 10^{-2}$  mbar ab. Oberhalb von 1 mbar konnten keine Röntgenphotonen nachgewiesen werden.

Einige der zu den Messungen gehörenden Spektren sind in Abbildung 4-9 dargestellt, die Spektren sind von unten nach oben nach ansteigenden Drücken sortiert. Neben einem Maximum in der Intensität bei dem Spektrum mit  $p_{Max}$  fällt auf, dass sich auch die Energieverteilung in den Spektren ändert. Hochenergetische Röntgenphotonen werden vor allem im Bereich von  $p_{Max}$  gemessen. Die mittleren Energien der Verteilungen wurden bestimmt durch die gleiche Anzahl an Photonen unter- und oberhalb dieser Energien im Spektrum und sind als vertikale blaue Linien eingezeichnet. Es ist zu erkennen, dass sich auch für die mittlere Energie bei ca.  $1 \times 10^{-2}$  mbar ein Maximum ergibt.

Für die Spektren unterhalb  $p_{Max}$  können Photonen im gesamten Messbereich bis 66,7 keV gefunden werden. Bei den Spektren mit einem Druck oberhalb  $6,8 \times 10^{-2}$  mbar fällt die Intensität bei größeren Energien sehr schnell ab und es wurden praktisch keine Photonen oberhalb einer gewissen Maximalenergie gemessen. Dies ist besonders deutlich in den Spektren bei Drücken oberhalb von  $2,4 \times 10^{-2}$  mbar zu sehen, bei denen die Maximalenergie bis unter 10 keV abfällt.

Aufgrund dieser starken Abhängigkeit der Spektren von dem Druck wurden alle weiteren Messreihen bei dem kleinstmöglich erreichbaren Druck durchgeführt. Die



zu erwartenden Intensitäten sind dort zwar vergleichsweise gering, jedoch hätten bei Messreihen mit  $p_{Max}$  Schwankungen im Druck (z. B. durch ungenaues Einstellen oder durch Ausgasen) große Auswirkungen auf die Intensität und auch auf die Energieverteilung und könnten so andere Abhängigkeiten überdecken.

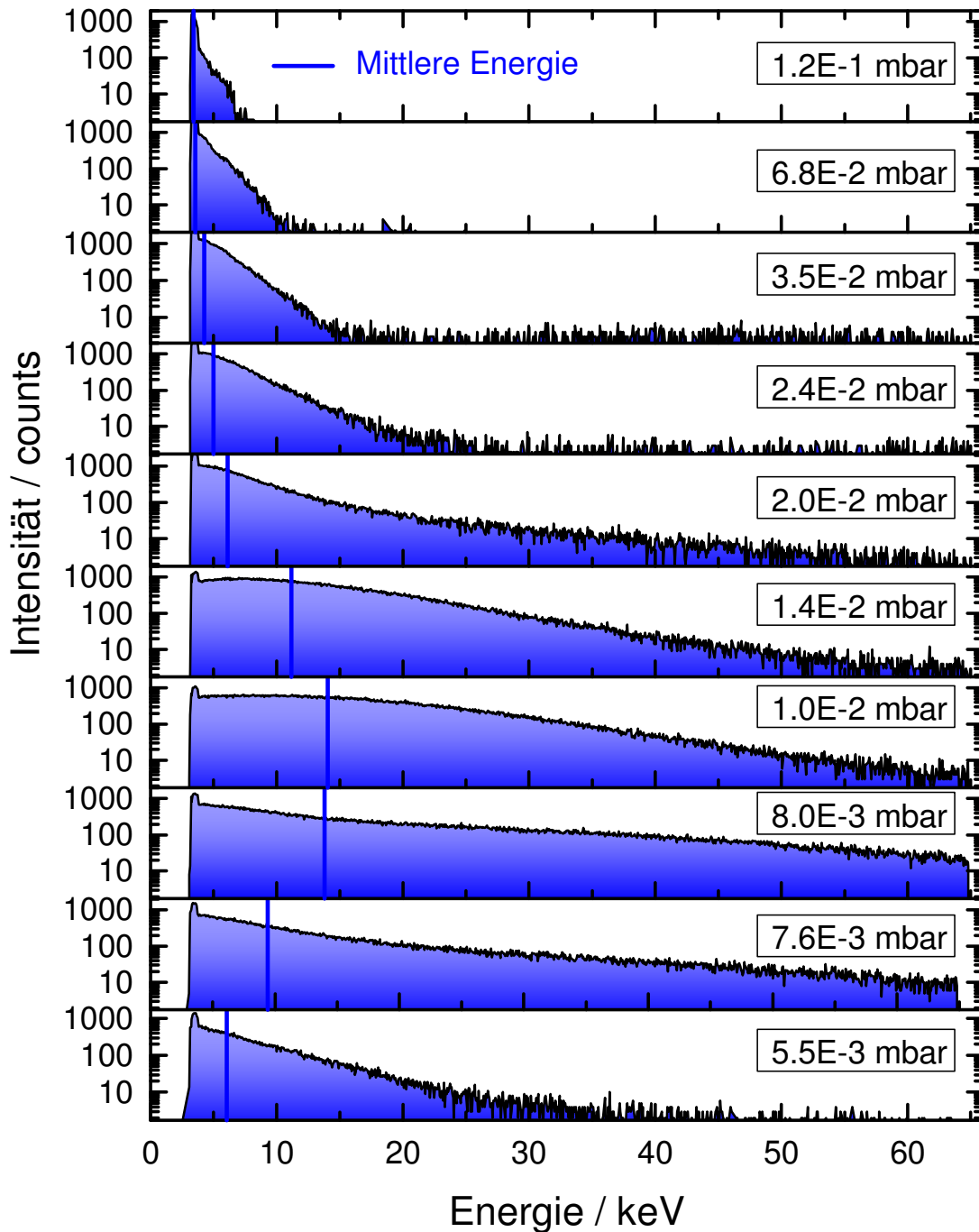


Abbildung 4-9: Messreihe zur Druckabhängigkeit der Spektren einer „tesa 4132“-Rolle. Die Intensität und die mittlere Energie (vertikale blaue Linien) zeigen ein Maximum bei ca.  $1 \times 10^{-2}$  mbar.

## 4.7 Geschwindigkeitsabhängigkeit

Es wurde eine Messreihe zur Abhängigkeit der Emissionsspektren von der Geschwindigkeit der Klebebänder durchgeführt. Dazu wurde eine „tesa 4102“-Rolle jeweils bei einem Basisdruck von  $1 \times 10^{-3}$  mbar für 30 Sekunden und Bandgeschwindigkeiten zwischen 5 cm/s und 40 cm/s umgewickelt. Die gemessenen Spektren sind in Abbildung 4-10, die integrierten Zählraten und die mittleren Energien sind in Abbildung 4-11 dargestellt. An den Spektren kann man erkennen, dass die mittlere Energie von 6 keV bei 5 cm/s auf 11 keV bei 30 cm/s ansteigt. Die integrierte Zählrate hingegen steigt bis 10 cm/s steil an und bleibt dann annähernd konstant bei 2000 counts/s. Bei kleineren Geschwindigkeiten als 5 cm/s konnten keine Messungen durchgeführt werden, da die Motorsteuerung hierfür nicht ausgelegt ist. Es ist jedoch zu erwarten, dass bei sehr kleinen Geschwindigkeiten auch nur sehr wenig Röntgenstrahlung emittiert wird.

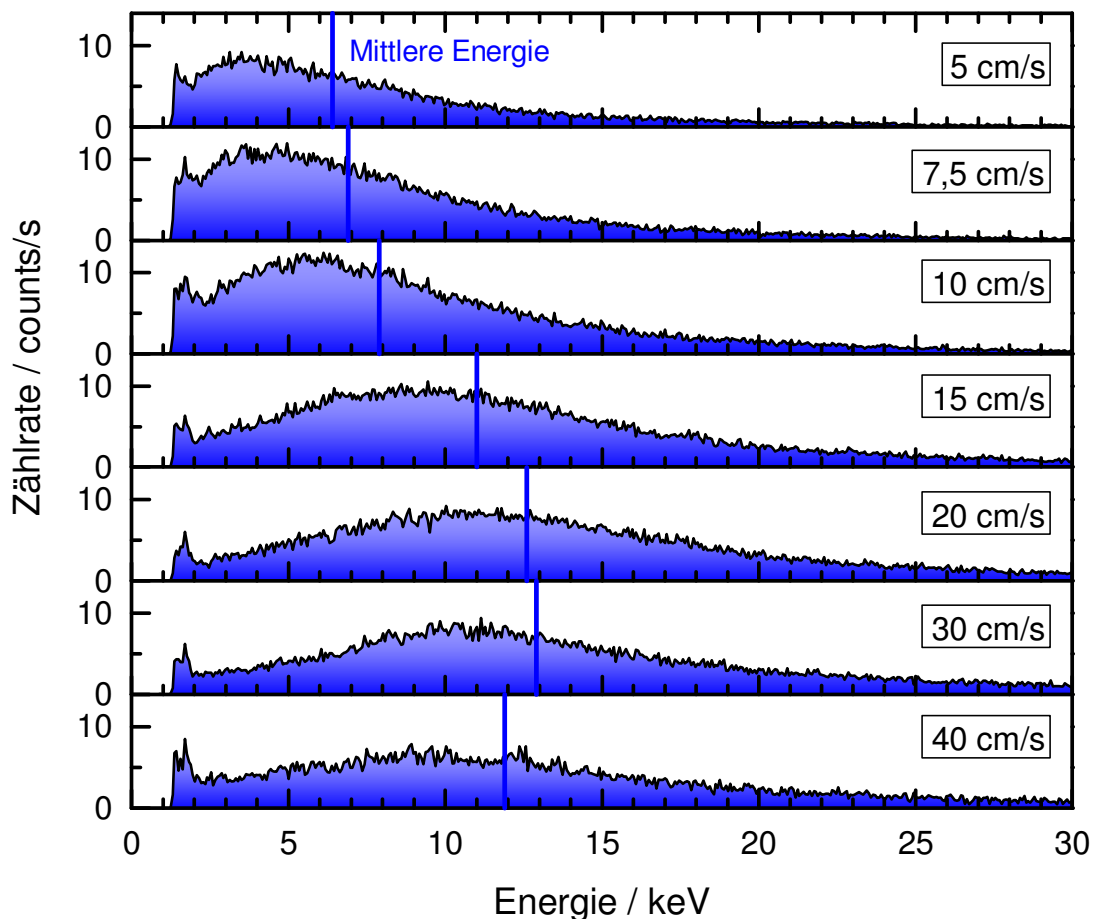


Abbildung 4-10: Spektren der Versuchsreihe unterschiedlicher Bandgeschwindigkeiten einer „tesa 4102“-Rolle bei einem Druck von  $1 \times 10^{-3}$  mbar.

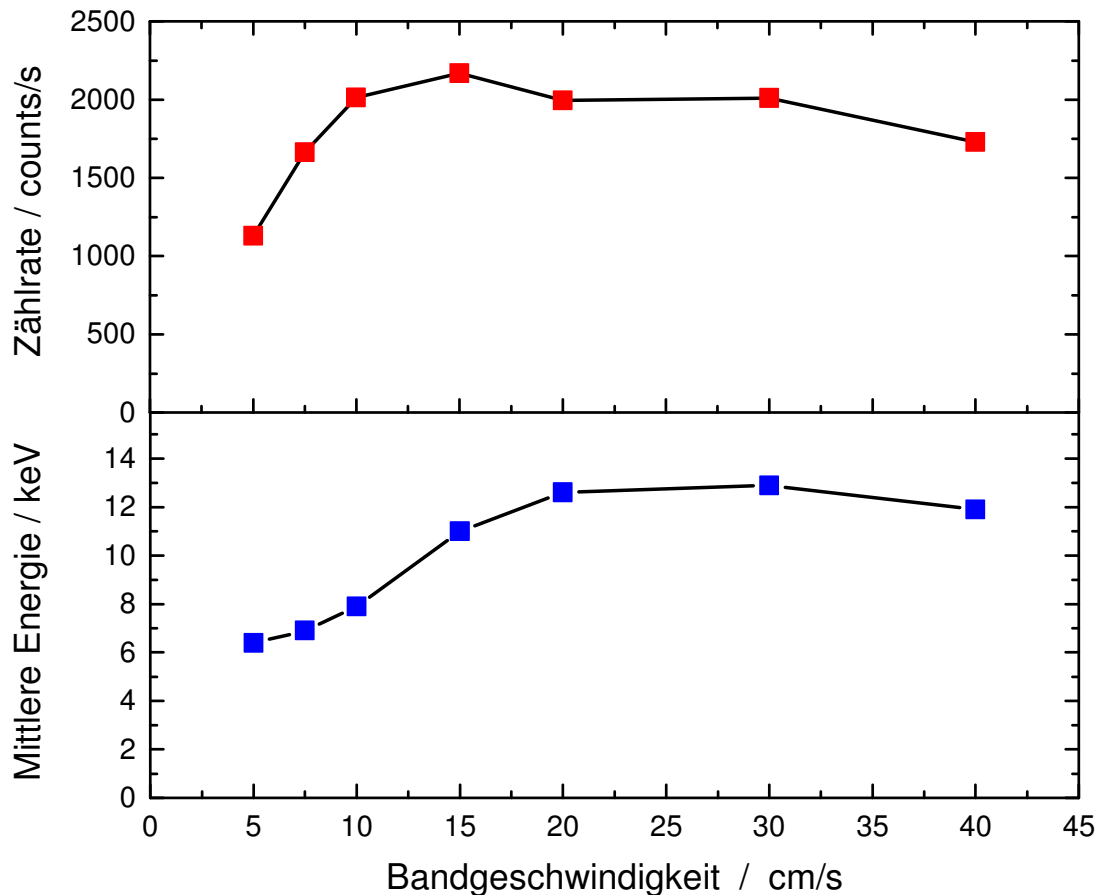


Abbildung 4-11: Integrierte Zählrate und mittlere Energie in Abhängigkeit von der Bandgeschwindigkeit einer „tesa 4102“ Klebebandrolle bei einem Druck von  $1 \times 10^{-3}$  mbar.

Betrachtet man die integrierte Zählrate der Röntgenemission pro abgerollter Länge in dieser Versuchsreihe, so ist zu sehen, dass diese mit höheren Geschwindigkeiten abnimmt (Abbildung 4-12). So werden bei einer Geschwindigkeit von 40 cm/s in 30 Sekunden 12 m Klebeband abgerollt, jedoch annähernd die gleiche Anzahl an Photonen erzeugt, wie bei einer Geschwindigkeit von 10 cm/s und einer Länge von nur 3 m. Um eine Rolle möglichst „effizient“ zu nutzen und bei dem vollständigen Umwickeln möglichst viele Experimente hintereinander durchführen zu können, wurde in den meisten Versuchsreihen eine Geschwindigkeit von 10 cm/s gewählt.

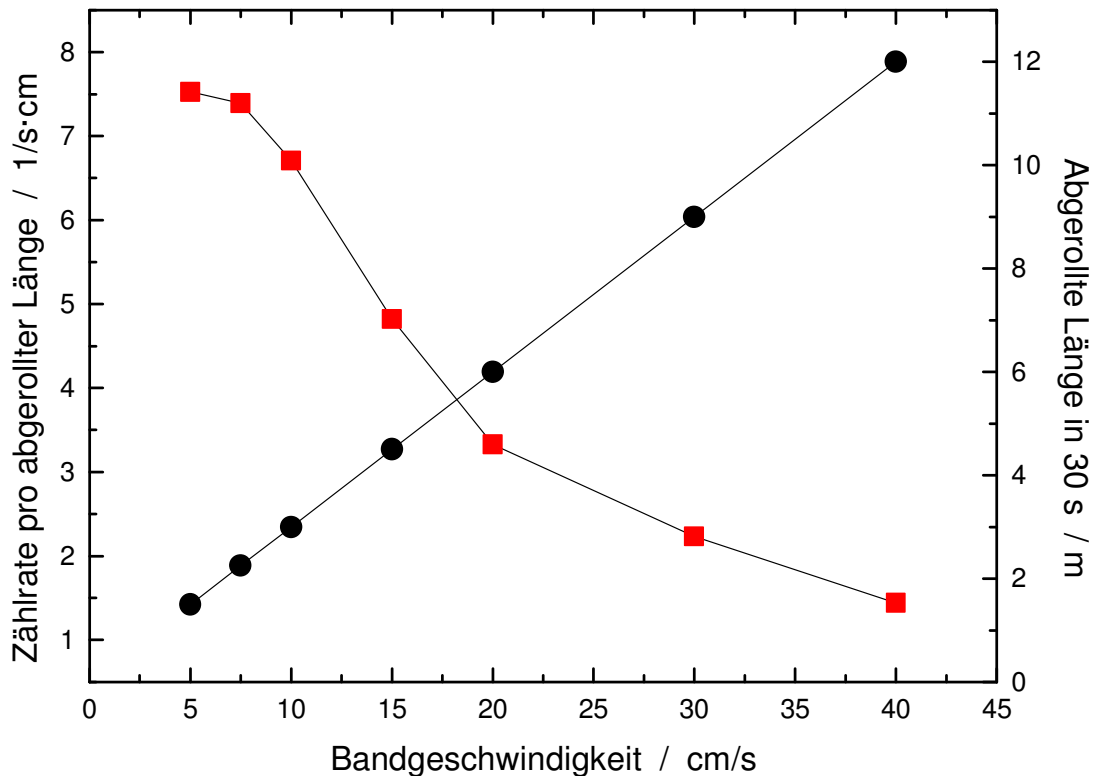


Abbildung 4-12: Abgerollte Länge der Klebebandrolle in 30 s (schwarz) und die integrierte Zählrate der Röntgenemission pro abgerollter Länge und Zeit (rot). Bei höheren Geschwindigkeiten wird pro Zeitintervall mehr Klebeband abgerollt, die relative Emission nimmt jedoch ab. Für möglichst viele Photonen pro Rolle, sollte eine langsame Geschwindigkeit gewählt werden.

## 4.8 Absorption an Metallfolien

Zwischen Detektor und der Klebeband wurden eine 3  $\mu\text{m}$  dicke Titanfolie und eine 15  $\mu\text{m}$  dicke Tantalfolie positioniert. Die transmittierten Röntgenspektren einer „Scotch Magic 810“-Rolle, die bei einer Geschwindigkeit von 10 cm/s und bei einem Druck von ca.  $2 \times 10^{-2}$  mbar umgewickelt wurde, sind im Vergleich zu den ungeschwächten Spektren in Abbildung 4-13 und Abbildung 4-14 dargestellt. Ebenso ist für die jeweilige Folie die nach [Hen93] berechnete Transmission eingezeichnet. Die Spektren bei den Messungen mit der Titanfolie wurden in 30 s aufgenommen, bei der Tantalfolie wurden jeweils fünf Messungen à 45 s für ein besseres Signal-zu-Rausch-Verhältnis gemittelt.

Bei Titan ist bei ca. 5 keV ein deutlicher Abfall in der Intensität zu erkennen, der daher stammt, dass bei 4,96 keV die K-Absorptionskante von Titan liegt. Der berechnete Kantenhub liegt bei 0,8 und der an der Folie gemessene bei 0,7.

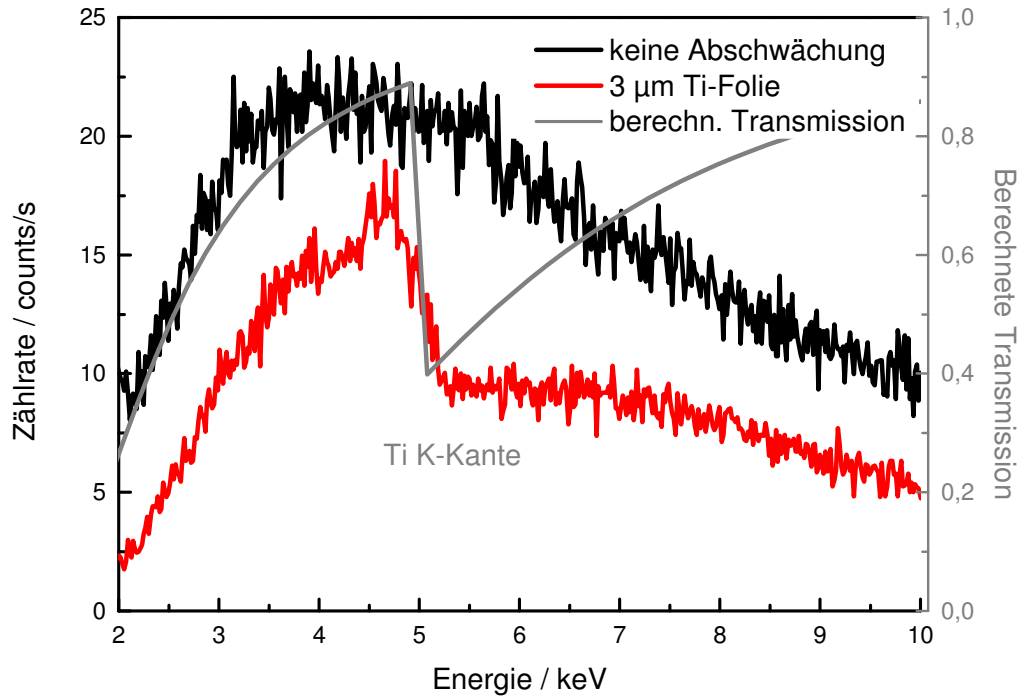


Abbildung 4-13: Spektren der Röntgenemission einer „Scotch Magic 810“-Rolle, die bei ca.  $2 \times 10^{-2}$  mbar und 10 cm/s für 30 s mit und ohne einer 3 µm dicken Titanfolie zwischen der Rolle und dem Detektor abgerollt wurde. Die Titan K-Absorptionskante ist bei 5 keV an der berechneten Transmission (graue Linie) und in der Messung (rot) sichtbar.

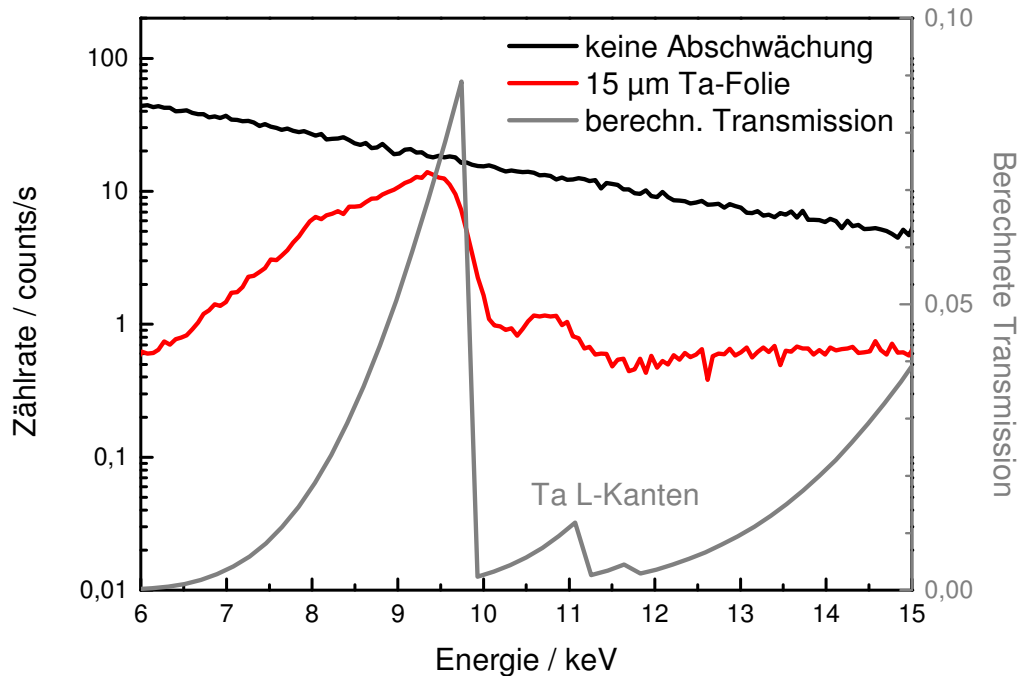


Abbildung 4-14: Spektren einer „Scotch Magic 810“-Rolle, umgewickelt bei ca.  $2 \times 10^{-2}$  mbar und 10 cm/s mit und ohne einer 15 µm dicken Tantalfolie vor dem Detektor und berechnete Transmission. Die Ta  $L_3$ - und  $L_2$ -Absorptionskanten sind bei 10 keV und 11 keV erkennbar. Die Daten wurden über fünf Messungen à 45 s gemittelt.

Bei den gemessenen Spektren in Transmission durch die Tantalfolie sind zwei Intensitätssprünge bei ca. 10 keV und 11 keV zu erkennen. Diese entsprechen der  $L_3$ - und der  $L_2$ -Absorptionskante bei 9,88 keV und 11,14 keV. Die  $L_1$ -Kante bei 11,68 keV ist in der berechneten Transmission zu finden, jedoch aufgrund zu starken Rauschens nicht in den gemessenen Spektren. Die gemessenen Kanten sind weniger steil und abgerundet als berechnet, da der Detektor eine zu grobe Energieauflösung von ungefähr 300 eV besitzt.

## 4.9 Einfluss eines Magnetfeldes

Ein zylindrischer und axial magnetisierter Neodym-Eisen-Bor-Permanentmagnet (NdFeB) mit 20 mm Durchmesser und 30 mm Höhe wurde ca. 1 mm über der Ablösestelle einer Klebebandrolle positioniert (Abbildung 4-15). Die mit einem Hall-Sensor gemessene magnetische Flussdichte betrug ca. 500 mT an der Oberfläche des Magneten und 250 mT auf der mittleren Höhe des Klebebandes.

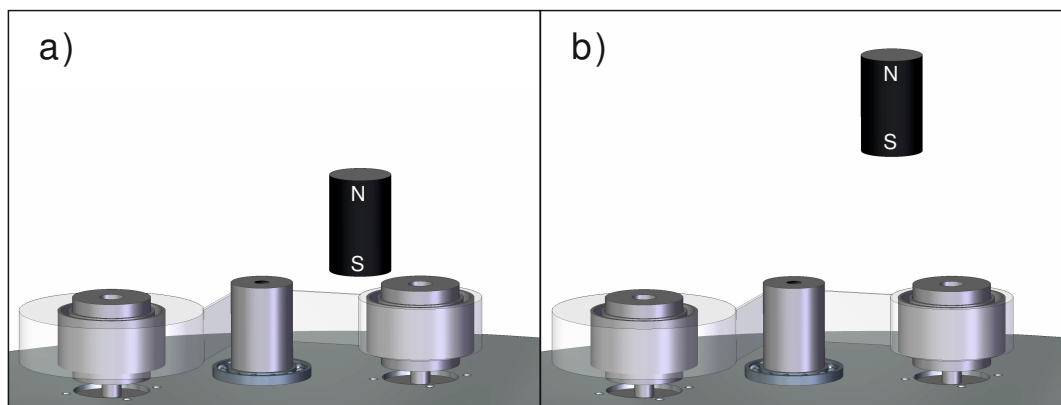


Abbildung 4-15: Positionen des NdFeB-Permanentmagneten: a) „mit Magnet“: 1 mm über der Ablösestelle und b) „ohne Magnet“: im Abstand von 45 mm.

In einer Versuchsreihe wurde eine „tesa 4102“-Rolle mit einer Geschwindigkeit von 10 cm/s für 30 s umgewickelt und der Druck dabei zwischen  $1,3 \times 10^{-3}$  mbar und  $5 \times 10^{-1}$  mbar variiert. Jede Messung wurde wiederholt, wobei der NdFeB-Magnet dabei auf einen Abstand von 45 mm gebracht wurde, was in einer magnetischen Flussdichte von weniger als 25 mT an der Position des Klebebandes resultierte und daher in den Abbildungen als „ohne Magnet“ bezeichnet wird. Die dabei gemessenen Röntgenspektren sind in Abbildung 4-16 dargestellt und die integrierten Zählraten in Abbildung 4-17.

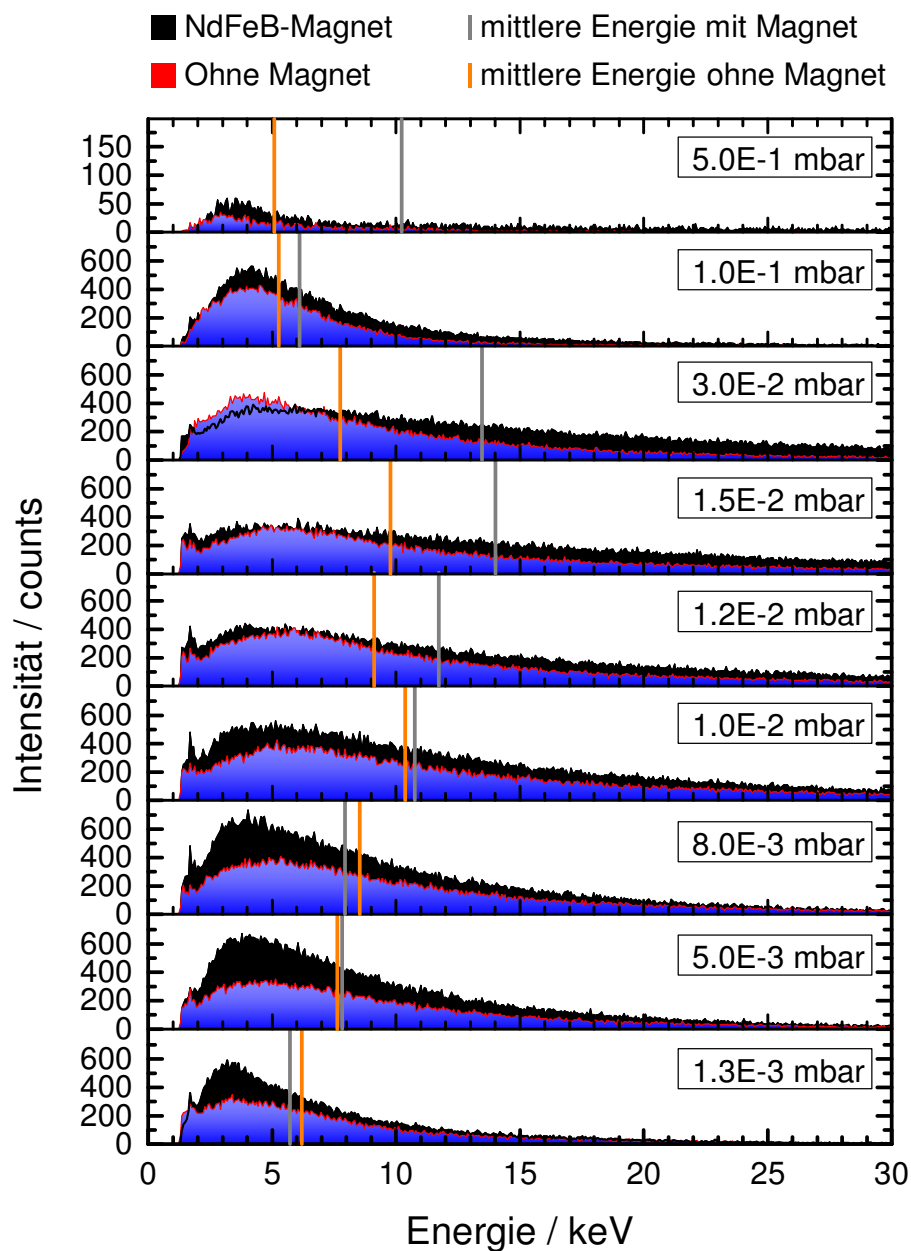


Abbildung 4-16: Abhängigkeit der Röntgenemission von einem Magnetfeld in der Nähe der Ablösestelle. Das Spektrum bei  $5 \times 10^{-1}$  mbar ist aufgrund der geringen Zählraten vierfach vergrößert dargestellt.

Die gesamte Zählrate ist unter dem Einfluss des magnetischen Feldes stets deutlich größer als ohne Magnetfeld. Im Mittel ergibt sich eine Erhöhung der Intensität um einen Faktor 1,7.

Bei einem Druck von  $1 \times 10^{-2}$  mbar ist mit und ohne dem Magneten ein Maximum in der Intensität zu finden, bei niedrigeren und höheren Drücken fallen die Zählraten ab. Die mittlere Energie der Spektren ist jeweils durch eine vertikale Linie gekennzeichnet. Die mittleren Energien liegen bis  $1 \times 10^{-2}$  mbar nah aneinander, darüber ist die mittlere Energie stets bei den Spektren höher, die unter dem Einfluss des magnetischen Feldes entstanden sind.

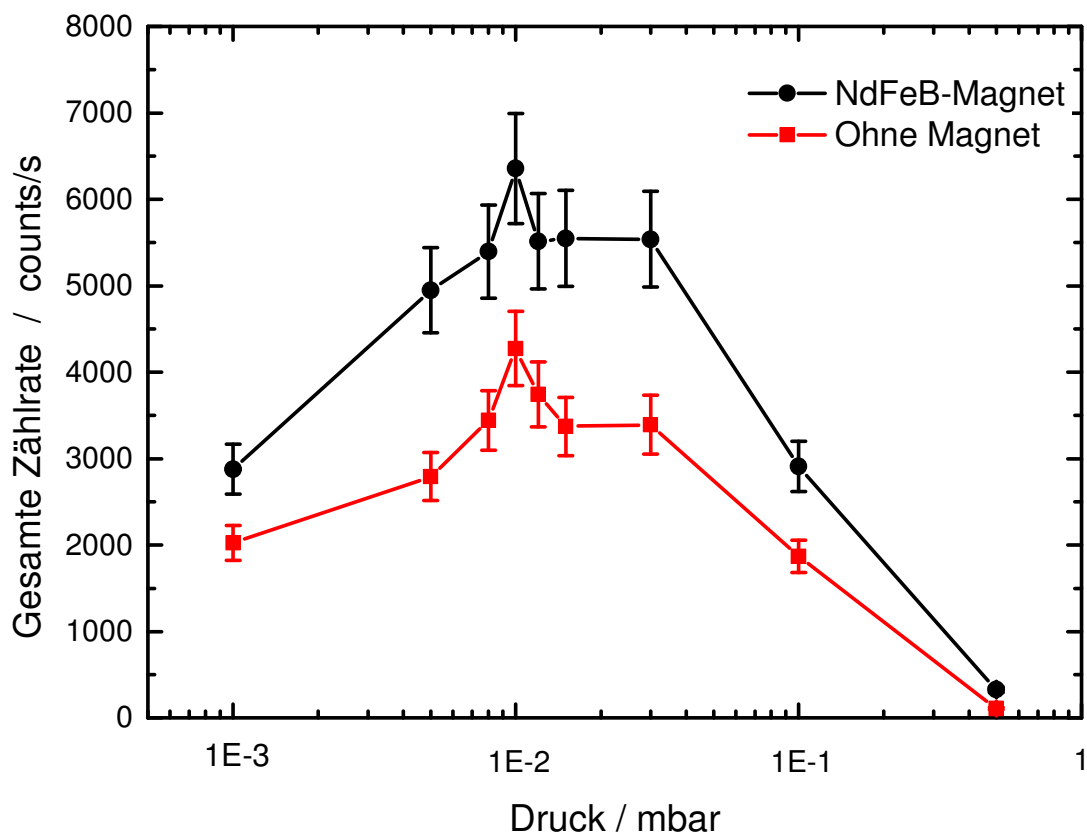


Abbildung 4-17: Integrierte Zählraten der Spektren aus der Messreihe mit einem NdFeB-Permanentmagneten in der Nähe der Ablösestelle einer Klebebandrolle. Für alle Drücke ist die Zählrate stets höher unter dem Einfluss des magnetischen Feldes.



## 4.10 Winkelabhängigkeit

Der Detektor wurde an einem Goniometer befestigt, mit dem die Winkelabhängigkeit der emittierten Röntgenstrahlung untersucht werden kann. Eine „tesa 4102“-Rolle wurde bei einem Basisdruck von  $1 \times 10^{-3}$  mbar und einer Geschwindigkeit von 10 cm/s für 30 s umgewickelt und der Detektorwinkel (vergleiche Abbildung 3-2) dabei zwischen  $0^\circ$  und  $90^\circ$  variiert. Die gemessenen Spektren sind in Abbildung 4-18 abgebildet, bei denen die Zählraten mit der Energie der Photonen gewichtet wurden.

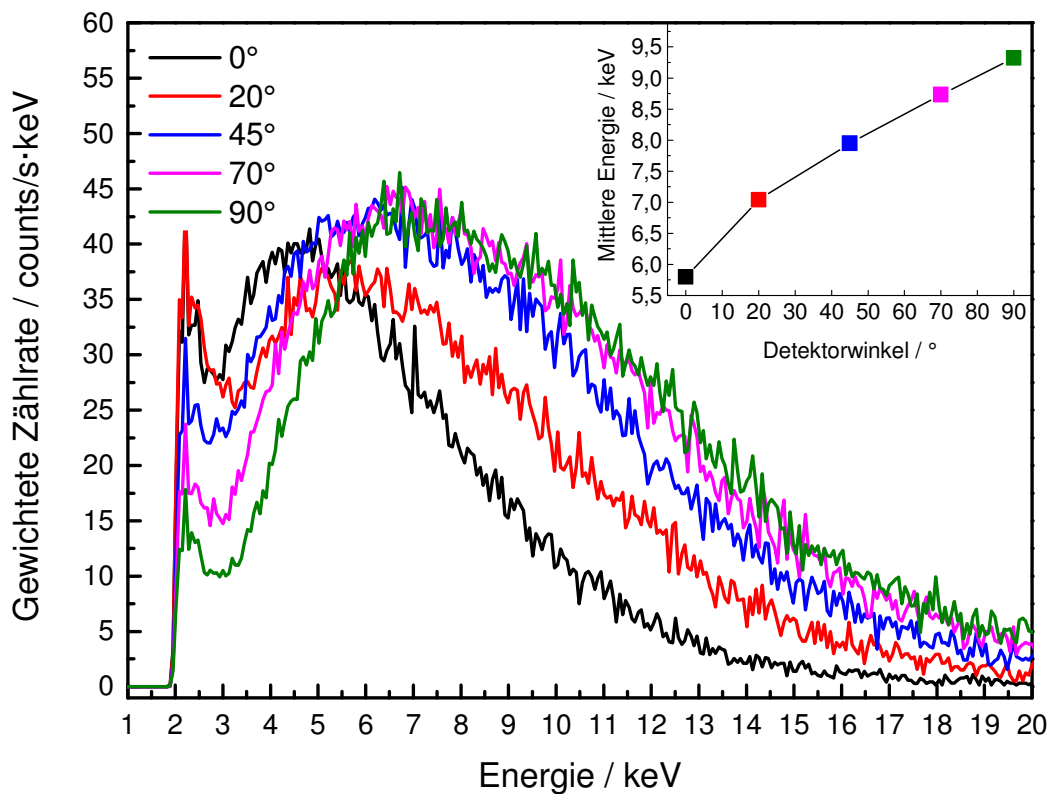


Abbildung 4-18: Winkelabhängigkeit der Spektren einer „tesa 4102“-Rolle, umgewickelt für 30 s bei  $1 \times 10^{-3}$  mbar und 10 cm/s. Die Zählraten sind mit der Energie gewichtet. Rechts oben eingesetzt ist die mittlere Energie gegen den Detektorwinkel aufgetragen.

Der erste Peak bei ungefähr 2 keV in den Spektren stammt von dem „low level threshold“ und ist als Artefakt des Detektors nicht weiter zu beachten. Während die integrierten Zählraten sich nicht wesentlich unterscheiden, ist bei kleinen Detektorwinkeln eine hohe Zählrate bei niedrigen Energien und bei großen Detektorwinkeln eine hohe Zählrate bei höheren Energien zu finden. Die mittlere Energie der Spektren (Abbildung 4-18, rechts oben) verschiebt sich stetig von 5,8 keV bei  $0^\circ$  bis hin zu 9,3 keV bei  $90^\circ$ .

## 4.11 Kraft beim Umwickeln einer Klebebandrolle

Die benötigte Kraft, um eine Klebebandrolle umzuwickeln, wurde in dem Versuchsaufbau mit einer zweiten Umlenkrolle gemessen (siehe Abschnitt 3.2). Für dieses Experiment wurden zwei „tesa 4102“-Klebebandrollen verwendet, wovon eine im Herstellungsprozess keine Corona-Rückseitenbehandlung erhalten hat (siehe Abschnitt 2.12). Dadurch verändern sich die Eigenschaften dieser Rolle derart, dass ein sehr ungleichmäßiges Abrollen stattfindet.

In Abbildung 4-19 ist die benötigte Kraft beider Rollen bei drei aufeinanderfolgenden Umwickelvorgängen mit 10 cm/s dargestellt. Es fällt auf, dass es sehr starke Oszillationen in der Kraft gibt, die eine Frequenz zwischen 10 Hz und 100 Hz haben mit einem Spitze-Spitze-Wert von ca. 10 N. Die Schwankungen stammen von dem Stick-Slip-Effekt, der beim Ablängen von Klebebändern auftritt. Um die Kraftverläufe zu charakterisieren, werden der Mittelwert als „benötigte Kraft“ und die Standardabweichung als „Schwankung“ definiert.

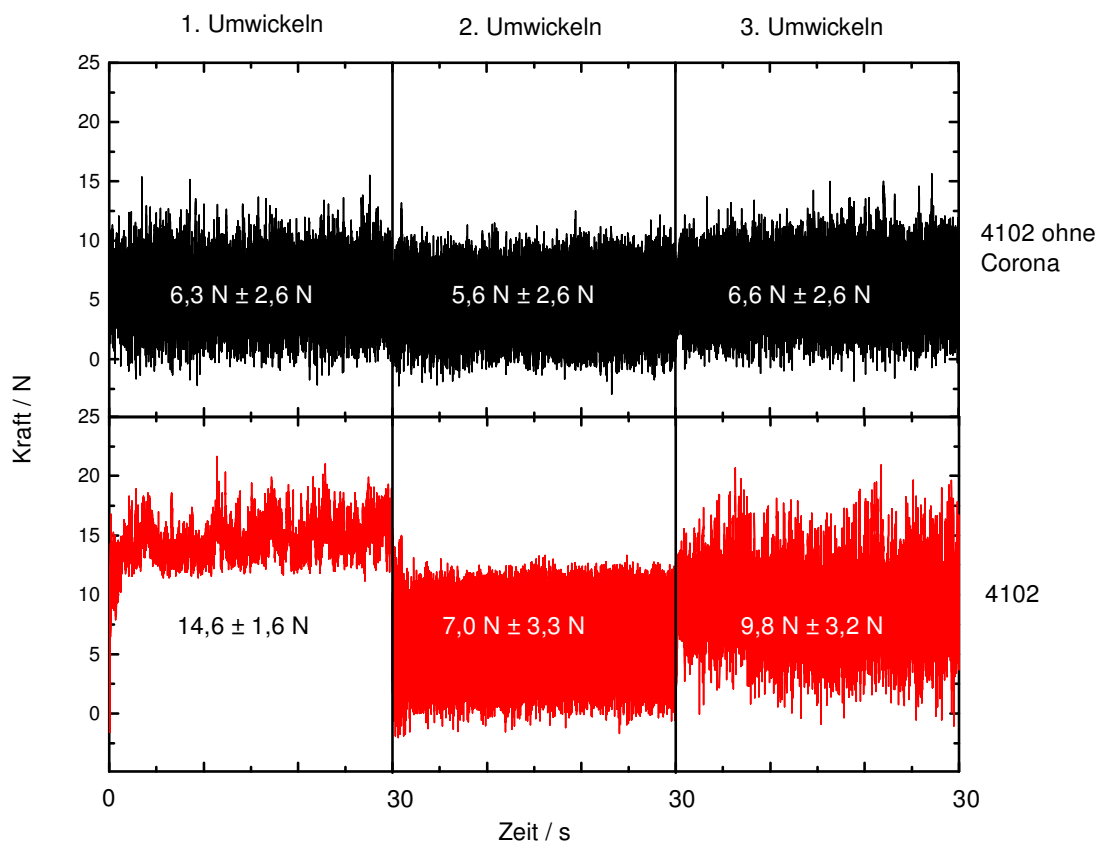


Abbildung 4-19: Kraftmessungen von „tesa 4102“-Rollen ohne und mit Corona-Behandlung für jeweils 30 s beim mehrmaligen, vollständigen Umwickeln bei einer Geschwindigkeit von 10 cm/s. Der Mittelwert gibt die benötigte Kraft beim Umwickeln an, die Standardabweichung ist ein Maß für die Stärke des Stick-Slip-Effekts.

Bei dem Klebeband ohne Corona-Behandlung beträgt die benötigte Kraft bei jedem Umwickelvorgang ca. 6 N mit einer Standardabweichung von 2,6 N. Die Rolle mit der Corona-Rückseitenbehandlung weist beim ersten Umwickeln eine mehr als doppelt so große benötigte Kraft von 14,6 N auf, die Standardabweichung ist mit 1,6 N jedoch wesentlich geringer. Dieser Unterschied macht sich beim Ablängen dieser zwei Rollen deutlich bemerkbar: Die Rolle ohne Corona-Behandlung zeigt ein sehr unruhiges und lautes Ablösen des Klebebandes von der Rolle, während sich die andere Rolle gleichmäßig und leise ablängen lässt. Beim zweiten und dritten Umwickeln der behandelten Rolle ist ein Rückgang der benötigten Kraft zu beobachten (7 N, bzw. 9,8 N), der Stick-Slip-Effekt nimmt jedoch stark zu und die Standardabweichungen verbleiben auf einem hohen Niveau von ca. 3,2 N.

Daraus lässt sich schließen, dass die durch eine Corona-Behandlung erhaltenen Veränderungen der Abrolleigenschaften einer „tesa 4102“-Rolle nach dem ersten Umwickeln im Wesentlichen verloren gehen. Beim weiteren Umwickeln gleichen sich die mechanischen Eigenschaften der beiden Rollen an.

Das Verhalten der Röntgenemission dieser beiden Klebebandsorten wurde untersucht, indem sie bei einem Basisdruck von  $4 \times 10^{-3}$  mbar und mit einer Geschwindigkeit von 10 cm/s mehrfach vollständig umgewickelt wurden. Die erhaltenen Spektren sind in Abbildung 4-20 abgebildet. Beim ersten Umwickeln ist zu erkennen, dass das Spektrum der Corona-behandelten Rolle mit 805 counts/s deutlich mehr Intensität aufweist, im Vergleich zu 459 counts/s bei der unbehandelten Rolle. Bei dem darauffolgenden Umwickeln ist kaum ein Unterschied in den Spektren zu erkennen, die Zählraten liegen bei 1786 counts/s (mit Corona) und 1679 counts/s (ohne Corona). Diese Zählraten unterscheiden sich deutlich von den zuvor gemessenen. Dies ist dadurch zu begründen, dass es einen starken Druckanstieg durch das Ausgasen bei unbenutzten Rollen gibt und dies einen erheblichen Einfluss auf die Intensität und die Verteilung der erzeugten Röntgenphotonen hat (siehe Abschnitt 4.6).

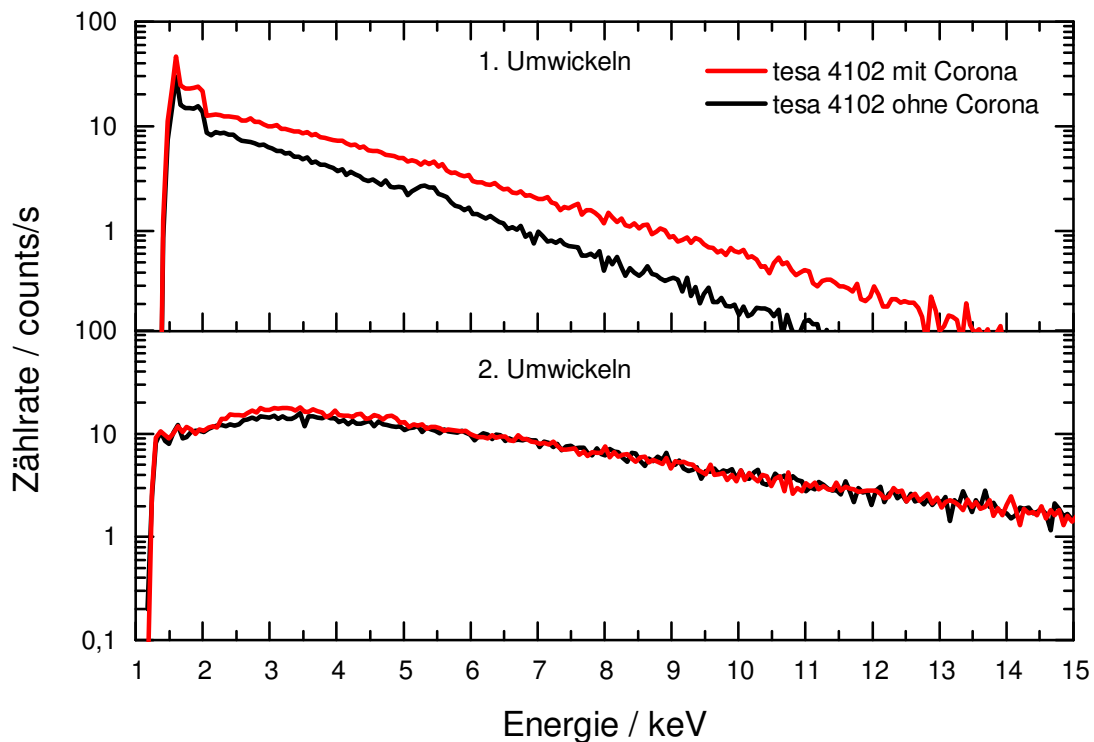


Abbildung 4-20: Spektren zweier „4102“-Klebebandrollen mit und ohne Corona-Behandlung beim ersten und darauffolgenden Umwickeln bei 10 cm/s und einem anfänglichen Druck von  $4 \times 10^{-3}$  mbar.

## 4.12 Metallisiertes Klebeband

Eine Sputterquelle mit einem Gold-Target wurde einige Zentimeter vor der Rückseite der aufwickelnden Rolle positioniert (Abbildung 4-21). Das umlaufende Klebeband wurde in einer Argon-Atmosphäre bei einem Druck von  $3 \times 10^{-2}$  mbar mit einem Sputterstrom von 40 mA 60 s lang besputtert. Mit einer 19 mm  $\times$  30 mm großen Maske vor der Quelle wurde sichergestellt, dass möglichst nur der Klebefilm beschichtet wurde und nicht die umgebende Kammer. Mit der konstanten Geschwindigkeit von 10 cm/s und bekannter Sputterrate konnte eine Depositionsrate von ca. 2 nm/min auf dem Klebeband bestimmt werden. Der Detektor wurde zum Schutz vor ungewollter Kontamination mit einer 30  $\mu$ m dicken Aluminiumfolie abgedeckt. Nach dem Beschichtungsvorgang wurde die Rolle bei einem Druck von  $1,5 \times 10^{-3}$  mbar in entgegengesetzter Richtung umgewickelt und die Röntgenemission gemessen. Dieser Vorgang wurde mehrfach wiederholt und die Emissionsspektren der Rolle mit der jeweiligen Anzahl an Beschichtungen sind in Abbildung 4-22 gezeigt.

Das Spektrum der unbeschichteten „tesa 4102“-Rolle hat die bekannte Form, die Zählrate von 440 counts/s erscheint etwas geringer, was aber durch die zusätzliche Absorption der Aluminiumfolie vor dem Detektor zu erklären ist. Nach der zweiten und dritten Beschichtung ist ein starker Anstieg in der Intensität zu beobachten, die Zählrate steigt auf 3108 counts/s. Außerdem sind im Spektrum einzelne Peaks zu erkennen, die den Emissionslinien  $L_{\alpha}$  und  $L_{\beta}$  von Gold bei 9,7 keV und 11,4 keV zuzuordnen sind, sowie  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$  von Eisen bei 6,4 keV und 7,1 keV. Letztere sind dadurch zu erklären, dass das Gold-Target sehr dünn und teilweise porös war, sodass neben den Goldatomen und Eisenatome aus dem dahinterliegenden Stahl der Sputterquelle abgetragen wurden.

Nach der vierten Beschichtung nimmt die gemessene Intensität wieder deutlich ab und nach dem achten Mal konnte keine Emission mehr gemessen werden.

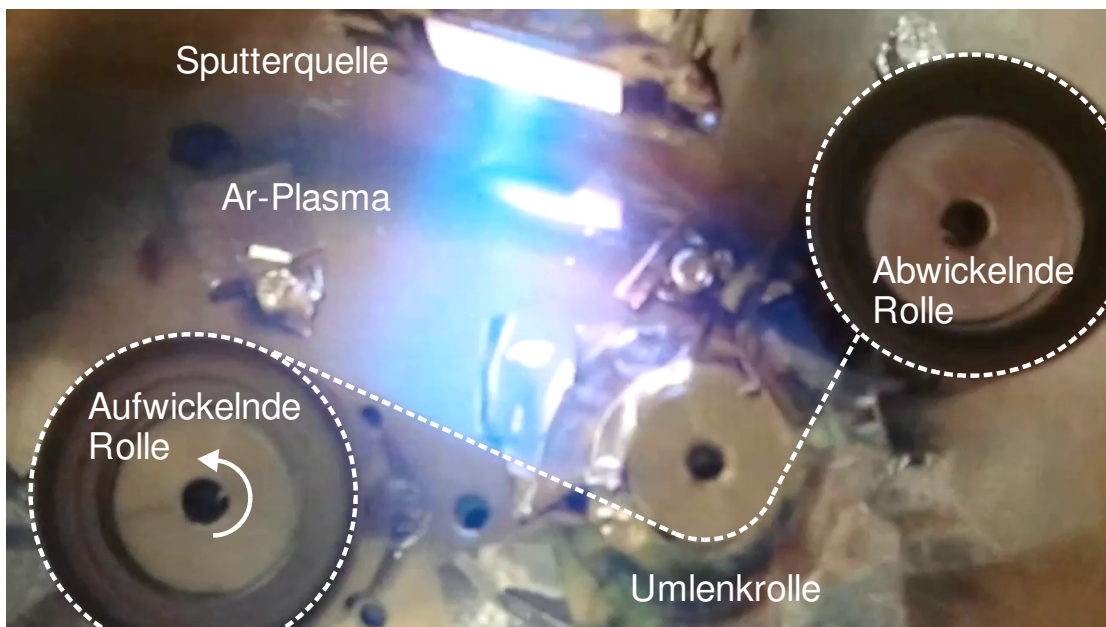


Abbildung 4-21: Foto beim Beschichten einer Klebebandrolle mit einer DC-Magnetron-Sputterquelle. Das Argonplasma ist als blau-violettes Leuchten zu sehen. Das Kugellager, einige Schrauben und der Detektor (nicht abgebildet) wurden zum Schutz vor Kontamination mit einer Aluminiumfolie abgedeckt.

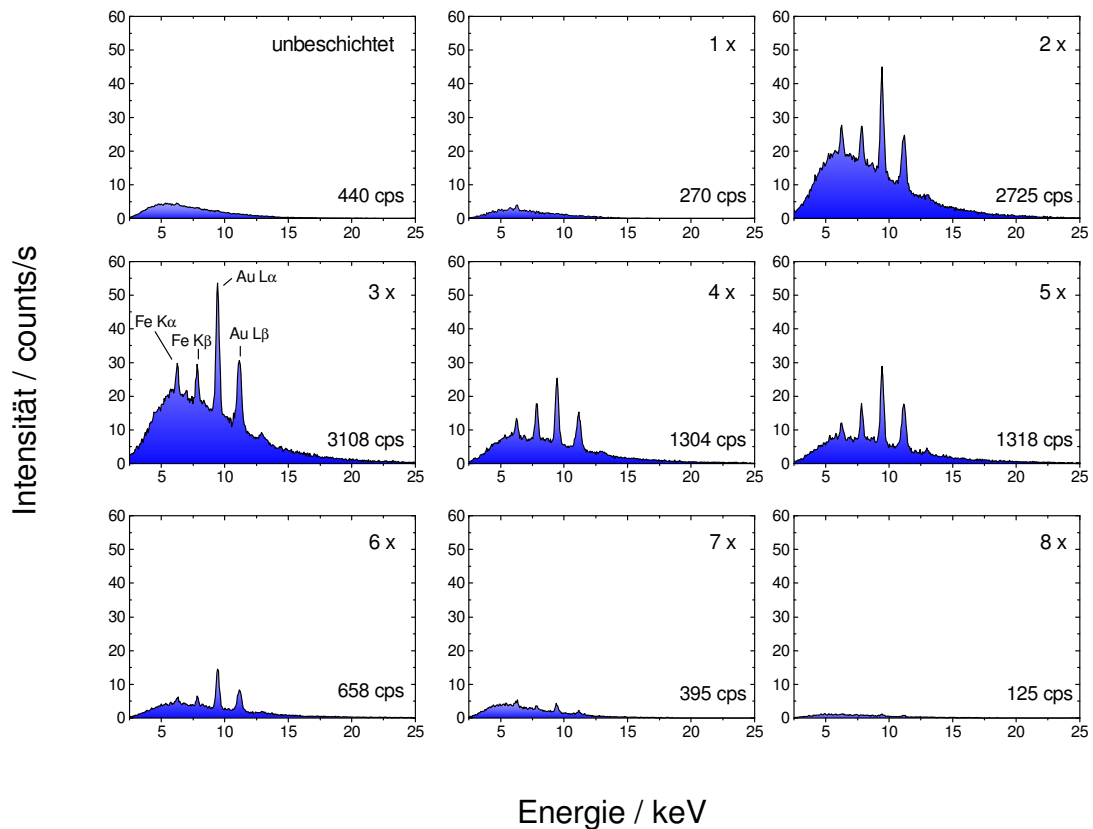


Abbildung 4-22: Spektren einer metallisierten Klebebandrolle nach einer Anzahl von Beschichtungen. Nach den Beschichtungen sind charakteristische Peaks von Eisen und Gold dem kontinuierlichen Spektrum überlagert. Nach der achten Beschichtung konnte keine Emission gemessen werden.

### 4.13 Bedeckte Kupferbleche

Ein 40 mm × 40 mm großes Kupferblech mit einer Dicke von 1 mm wurde in verschiedenen Positionen in der Nähe der Ablösestelle einer „tesa 4102“-Klebebandrolle angebracht. Die Rolle wurde mit 10 cm/s bei einem Druck von  $1 \times 10^{-3}$  mbar vollständig umgewickelt. Die dabei gemessenen Spektren der emittierten Röntgenstrahlung und die skizzierten Anordnungen des Kupferblechs sind in Abbildung 4-23 dargestellt. Bei der Konfiguration mit dem Blech zwischen der Rollenrückseite und der Klebeseite (möglichst nah an der Ablösestelle) ist in dem Spektrum bei ca. 8 keV ein deutlicher Peak zu finden. Dieser stammt von angeregten Cu-Atomen und den  $K_{\alpha}$ -Emissionslinien bei 8,04 keV [Tho09]. In dem Fall, in dem sich das Blech hinter dem abrollenden Band befindet, ist dieser Peak nicht zu finden.

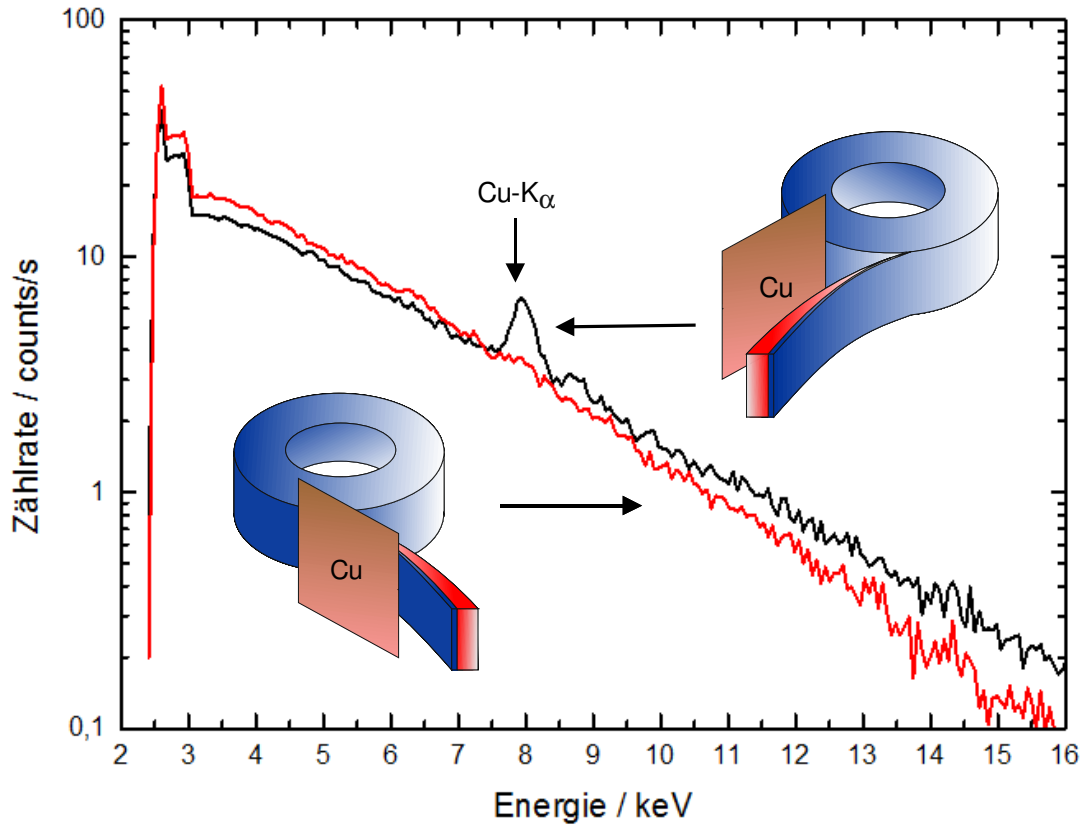


Abbildung 4-23: Emissionsspektren einer „tesa 4102“-Rolle mit einem Kupferblech vor und hinter dem abrollendem Band in der Nähe der Ablösestelle. In einem Fall ist die  $\text{Cu-K}\alpha$ -Emissionslinie bei ca. 8 keV zu sehen.

Das Kupferblech wurde für weitere Experimente auf einer und anschließend auf beiden Seiten mit einer Lage Klebfilm bedeckt. Die drei Möglichkeiten, das (teilweise) bedeckte Kupferblech nah an der Ablösestelle zu positionieren und die jeweils gemessenen Röntgenspektren sind in Abbildung 4-24 dargestellt.

In dem Fall, in dem die Kupferseite zu der Rolle und die bedeckte Seite zum abrollendem Band ausgerichtet sind, ist erneut deutlich der  $\text{Cu-K}\alpha$ -Peak bei 8 keV zu erkennen. Bei dieser Messung ist bei 8,9 keV ebenfalls die  $\text{Cu-K}\beta$ -Emissionslinie zu erahnen. Bei umgedrehtem Blech ist die  $\text{Cu-K}\alpha$ -Linie nur noch schwach zu erkennen und im letzten Fall, in dem das Blech vollständig mit einer Lage Klebfilm bedeckt ist, kann kein Peak mehr im Spektrum festgestellt werden.

Aus diesen Beobachtungen lässt sich folgern, dass Elektronen, die mindestens die Ionisierungsenergie von Kupfer (8,97 keV) besitzen, die Cu-Atome im Blech zu charakteristischer Röntgenstrahlung anregen. Fluoreszenzstrahlung, die durch Röntgenphotonen induziert wird, würde sich auf gleiche Weise in einem gemessenen Spektrum zeigen. Berechnet man die Transmission durch 50  $\mu\text{m}$  Polypropylen (als Annahme für eine Lage Klebefilm), so erhält man über 99% für Photonen ab einer Energie von 9 keV [Hen93]. Elektronen haben im Vergleich dazu eine sehr beschränkte Reichweite in dem gleichen Material (siehe Abbildung 2-4). Daher ist davon auszugehen, dass praktisch keine Elektronen eine einzige Lage Klebefilm durchdringen können, Photonen aber fast ohne Abschwächung passieren können. Eine Anregung der Cu-Atome durch Photonen sollte also bei allen Konfigurationen zu dem gleichen Spektrum führen. Da dies nicht der Fall ist, kann man davon ausgehen, dass sich hochenergetische Elektronen nur in der Nähe der Ablösestelle des Klebebandes befinden. Da die Cu-Emissionslinien in Abbildung 4-24 besonders ausgeprägt in der ersten Anordnung und nicht in der zweiten auftreten, kann man schließen, dass die Elektronen im Wesentlichen von der Rolle zu dem abwickelnden Band hin beschleunigt werden.

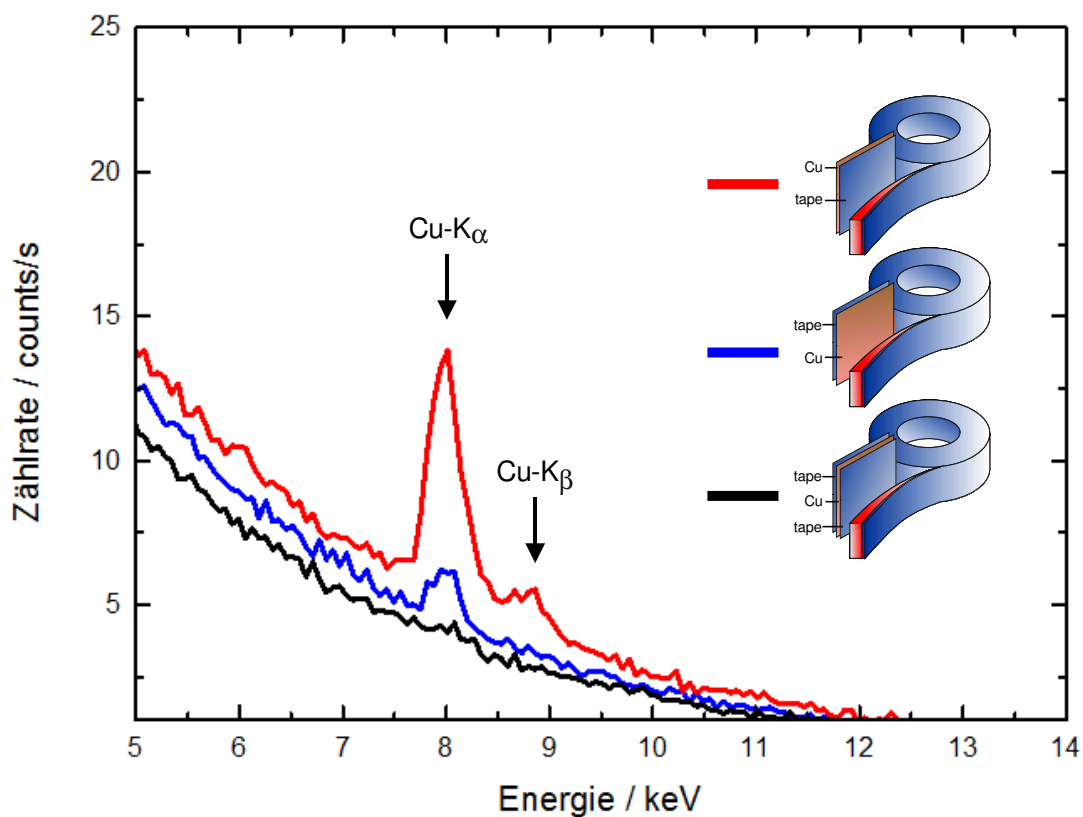


Abbildung 4-24: Detail der Emissionsspektren einer „tesa 4102“-Rolle mit einem (teilweise) bedeckten Kupferblech in der Nähe der Ablösestelle.



## 4.14 EFM-Messung

Mit einem Elektrofeldmeter (*Kleinwächter* EFM 120) wurde das elektrostatische Feld einer abrollenden „tesa-64250 mod“-Rolle in einem Abstand von 5 cm gemessen. Während des Umwickelvorgangs wurde die Kammer evakuiert und nach dem Erreichen eines Druckes unterhalb von  $5 \times 10^{-2}$  mbar wurde die Vakuumpumpe ausgeschaltet und die Kammer wieder belüftet (Abbildung 4-25). Der Sprunghafte Druckanstieg bei ca. 330 s stammt von einem Ventil, das von dem Pumpstand automatisch geöffnet wurde. Das elektrostatische Feld zeigt anfangs starke Schwankungen bis zu 1 kV/m und reicht auch in den negativen Bereich, sodass von einer sich ändernden Polarität auszugehen ist. Bei sinkendem Druck verschwinden die Oszillationen und es ist kein Feld zu messen. Wird die Kammer belüftet, so ist ab einem Druck von ca. 100 mbar wieder ein elektrisches Feld messbar.

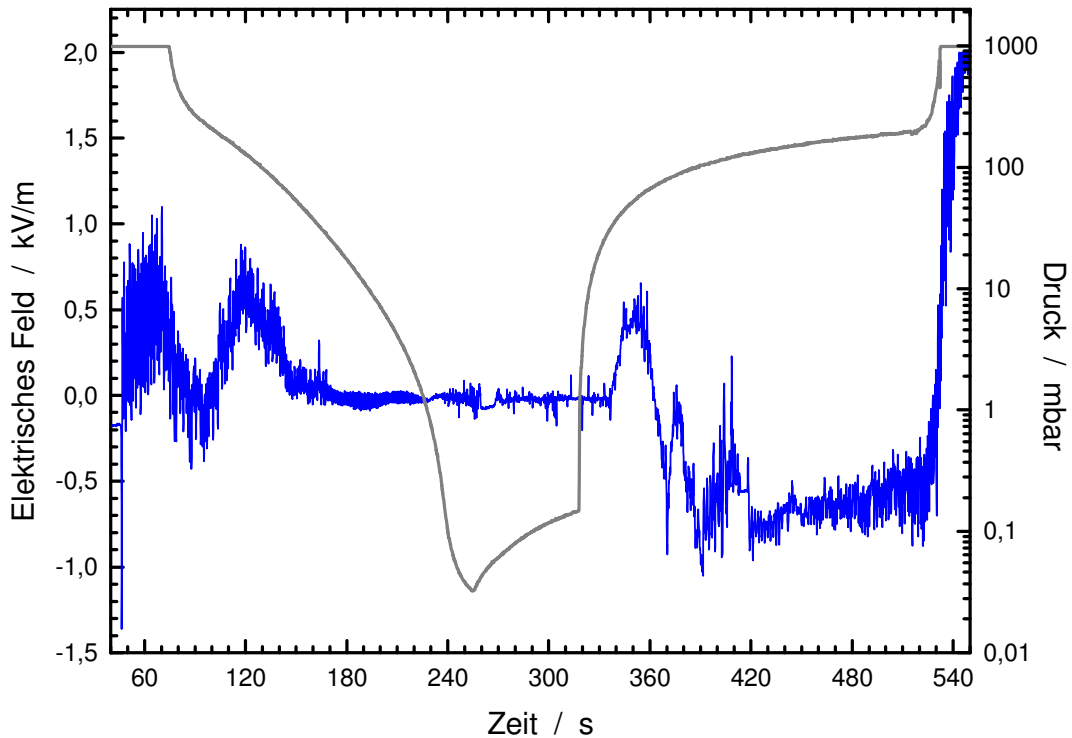


Abbildung 4-25: Messung des elektrostatischen Feldes beim Umwickeln einer „tesa 64250“-Rolle mit einem Elektrofeldmeter in einem Abstand von 5 cm (blaue Linie). Beim Verringern des Druckes (graue Linie) verschwindet das messbare elektrostatische Feld.

Dieses Ergebnis erscheint unerwartet, da Ansammlungen von elektrischen Ladungen üblicherweise durch die umgebende Luft mit der Zeit neutralisiert werden. Im Vakuum sollten aufgeladene Körper daher ihre Ladung länger halten können. Dies wurde mit einigen Kunststofffolien und dem Elektrofeldmeter auch nachgewiesen. Die Besonderheit bei Klebefilmen ist jedoch, dass diese im Vakuum stark ausgasen und die in der Haftklebemasse eingeschlossene Luft, Wassermoleküle oder Teile des Klebers selbst verdampfen. Bei diesem Vorgang muss es, auf einer Zeitskala im Bereich von Sekunden, zu einer Neutralisation der Ladungsträger kommen. Daher sind mit dem Elektrofeldmeter, dessen Zeitauflösung 1 Hz beträgt, keine elektrostatischen Felder zu messen.

## **5 Ergebnisse und Diskussion**

In diesem Kapitel wird ein Modell zur Erklärung der beobachteten Phänomene vorgestellt. Die experimentellen Beobachtungen aus Kapitel 4 werden mit diesem verglichen und im Detail diskutiert. Die entscheidenden Schritte für die Erzeugung von Röntgenstrahlung sind: Eine Ladungstrennung an der Ablösestelle des Klebebandes, die Beschleunigung von Elektronen auf sehr hohe Energien und die Emission von Bremsstrahlung an Atomen im Klebeband.

### **5.1 Mechanismus zur Erzeugung der Röntgenstrahlung**

#### **5.1.1 Ladungstrennung**

Bei dem Ablösen eines Klebebandes von der Rolle kommt es zu einer Ladungstrennung zwischen den unterschiedlichen Materialien, die möglichen Mechanismen wurden bereits in Kapitel 2.8 vorgestellt. Eine Ladungstrennung durch eine Dissoziation von Wassermolekülen auf den Oberflächen der Polymere [Kno11] ist ein wahrscheinlicher Mechanismus im Falle von Klebebandrollen. Die Polyacrylatmassen der meisten *tesa*-Sorten stammen aus wässriger Lösung, wobei schon die Basispolymere im Gleichgewicht Wasser im Promillebereich enthalten. Die im Produktionsprozess verwendeten Tenside können weiterhin zu einem erhöhten Wassergehalt führen [Lüh13]. Neben dem in der Volumenphase enthaltenen Wasser ist insbesondere davon auszugehen, dass sich an der Oberfläche Wasserschichten im Nanometerbereich befinden. Durch polare Oberflächen-

behandlungen, wie einer Corona- oder Flammvorbehandlung, haben hochpolare Polyolefine eine hohe Affinität zu den polaren Wassermolekülen.

Der Klebebandtyp „tesa 4102“ wurde mit und ohne eine Rückseitenbehandlung im Produktionsprozess zur Verfügung gestellt. Die Messungen der Röntgenemission (Abbildung 4-20) ergaben, dass die Intensität etwa doppelt so hoch bei der Rolle mit der Behandlung ist. Bei der behandelten Rolle könnten sich also mehr Wassermoleküle an den Grenzflächen befinden, sodass eine vermehrte Ladungstrennung auftritt. Die durch die Coronabehandlung erhaltenen Eigenschaften des Klebebandes sind allerdings nur bei dem ersten Umwickeln vorhanden, so wie es auch in der benötigten Kraft beim Umwickeln zu sehen ist (Abbildung 4-19). Bei einem weiteren Umwickeln der Rollen ist kaum noch ein Unterschied bei der Kraftmessung und bei der Röntgenemission festzustellen.

Die höchste Intensität der emittierten Strahlung wurde bei einer „tesa 64250 mod“-Rolle gemessen. Diese Rolle ist mit einem PDMS-Trennlack aus wässriger Dispersion beschichtet. Die Tatsache, dass die ähnliche „tesa 64250“-Rolle – mit einem PDMS-Trennlack aus organischer Lösung – nur mittlere Emission zeigt (siehe Tabelle 4-1), weist ebenfalls auf die wichtige Rolle von Wasser auf den Oberflächen hin. PDMS ist in der triboelektrischen Reihe am negativen Ende zu finden, sodass bei einer Kontaktelektrisierung auch hier der größte Ladungsübertrag zu erwarten ist und so die Rollen mit silikonisierter Rückseitenbeschichtung („tesa 64250“, „Scotch Magic 810“) hohe Intensitäten liefern.

Anhand der Messungen mit dem Elektrofeldmeter (Abschnitt 4.14) ist es plausibel anzunehmen, dass mikroskopische Ansammlungen von Ladungen unterschiedlicher Polarität auf dem Klebefilm verteilt sind. Eine makroskopische Summe dieser Ladungen ergibt das gemessene Feld, das deutlichen Schwankungen beim Abrollen einer Klebebandrolle unterliegt. Die gemessene Feldstärke beträgt ca. 1 kV/m, welches einer Ladungsdichte von  $5,5 \times 10^{10}$  Elementarladungen pro Quadratmeter ( $e/m^2$ ) entspricht. Dies liegt mehrere Größenordnungen unter den Beobachtungen für Kontaktelektrisierungen [McC07] und ist viel zu gering, um die Erzeugung der hochenergetischen Photonen zu erklären. Da in den Spektren Röntgenphotonen mit Energien von bis zu 100 keV gemessen wurden, müssen lokal Ladungsdichten größer als  $10^{15} e/m^2$  auftreten [Laz10]. Hierbei wurde angenommen, dass die Ladungen höchstens um 1 mm beim Ablängen des Klebebandes voneinander getrennt werden bevor eine Entladung stattfindet und so die geforderte Feldstärke zustande kommt. Diese Annahme begründet sich darin, dass die optisch sichtbare Tribolumineszenz in diesem Bereich stattfindet (siehe Abbildung 1-1). Die

Elektronen, die durch das Feld der getrennten Ladungen beschleunigt werden, verursachen durch Anregung der Gasmoleküle die sichtbare Emission und – falls genügend Energie aufgenommen wurde – ebenfalls die Röntgenemission durch Bremsstrahlung.

Es konnten keine hohen Feldstärken gemessen werden, da sich die Ladungen nicht in hoher Konzentration für einen längeren Zeitraum ansammeln, sondern innerhalb kürzester Zeit durch Entladungen in einigen Nanosekunden kompensiert werden [Cam08].

Bei einem höheren Druck steigt die Anzahl der Atome im Restgas, welche die Ladungsansammlungen neutralisieren können. Dadurch werden die erforderlichen Feldstärken, um hochenergetische Röntgenstrahlung zu erzeugen, nicht mehr aufgebaut und die Zählrate der Röntgenemission nimmt mit steigendem Druck ab.

### 5.1.2 Beschleunigung von freien Elektronen

In dem Restgas in der Nähe der Ablösestelle befinden sich freie Ladungsträger. Eine Quelle dafür können zufällig durch Höhenstrahlung ionisierte Atome sein. Durch die große Rauheit der Grenzflächen können jedoch durch Feldüberhöhung lokal so hohe Feldstärken vorhanden sein [For01], dass die Gasmoleküle durch Feldionisation freie Elektronen emittieren. Besonders an Filamenten, die sich beim Ablösen des Klebebandes bilden, sind hohe Felddichten zu erwarten. Abbildung 5-1 zeigt ein Standbild einer Aufnahme beim Abrollen einer Klebebandrolle mit ca. 20 cm/s, aufgenommen mit einem *Keyence* VW-6000 Hochgeschwindigkeitsmikroskop mit 2000 Bildern/s in 300-facher Vergrößerung.

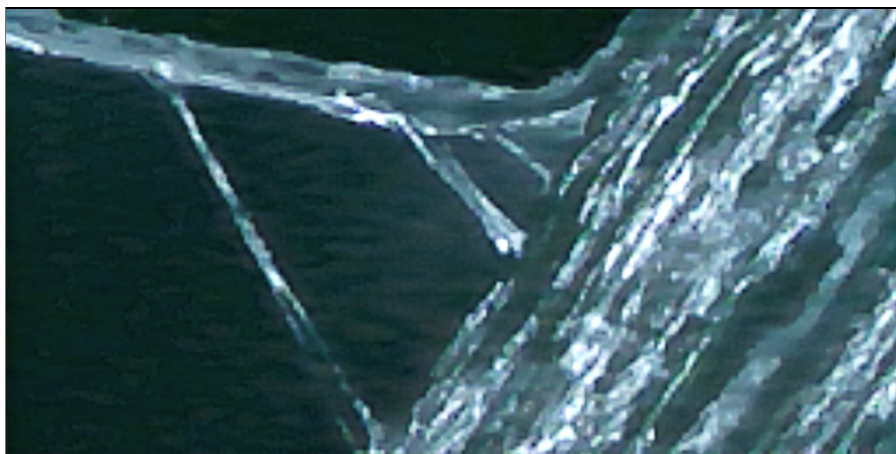


Abbildung 5-1: Filamente beim Ablösen eines Klebebandes, aufgenommen mit einem Hochgeschwindigkeitsmikroskop und 300-facher Vergrößerung. Es ist deutlich, dass die Oberflächen keineswegs eben sind und dass sich Spitzen bilden, die eine Verstärkung des elektrischen Feldes verursachen.

Deutlich sind lange, dünne Filamente zu sehen, die beim Ablösen Spitzen für die Feldüberhöhung bilden können. Miura et. al. konnten zeigen, dass bei jedem Ablösen eines einzelnen Filaments ein elektrischer Durchschlag ausgelöst wird, der sich in einem Lichtblitz äußert [Miu07].

Die Elektronen, die sich auf den Oberflächen befinden, können ebenfalls durch Feldemission ausgelöst und beschleunigt werden. Die entscheidende Rolle für die Erzeugung von Röntgenstrahlung spielen jedoch Ladungsträger aus dem Restgas. Dies wird aus der Druckabhängigkeit (Kapitel 4.6) deutlich, da es einen Druck  $p_{\text{Max}}$  gibt, bei dem die Intensität der Strahlung am größten ist. Bei diesem Druck kommt es zu einer Vervielfachung der freien Ladungsträger durch die beschleunigten Elektronen (Abbildung 5-2). Ähnliche Prozesse werden zum Beispiel auch in Feldionenmikroskopen (FIM) ausgenutzt, um den Ort der Ionisation und somit die Struktur der Oberflächen abzubilden [Mül51].

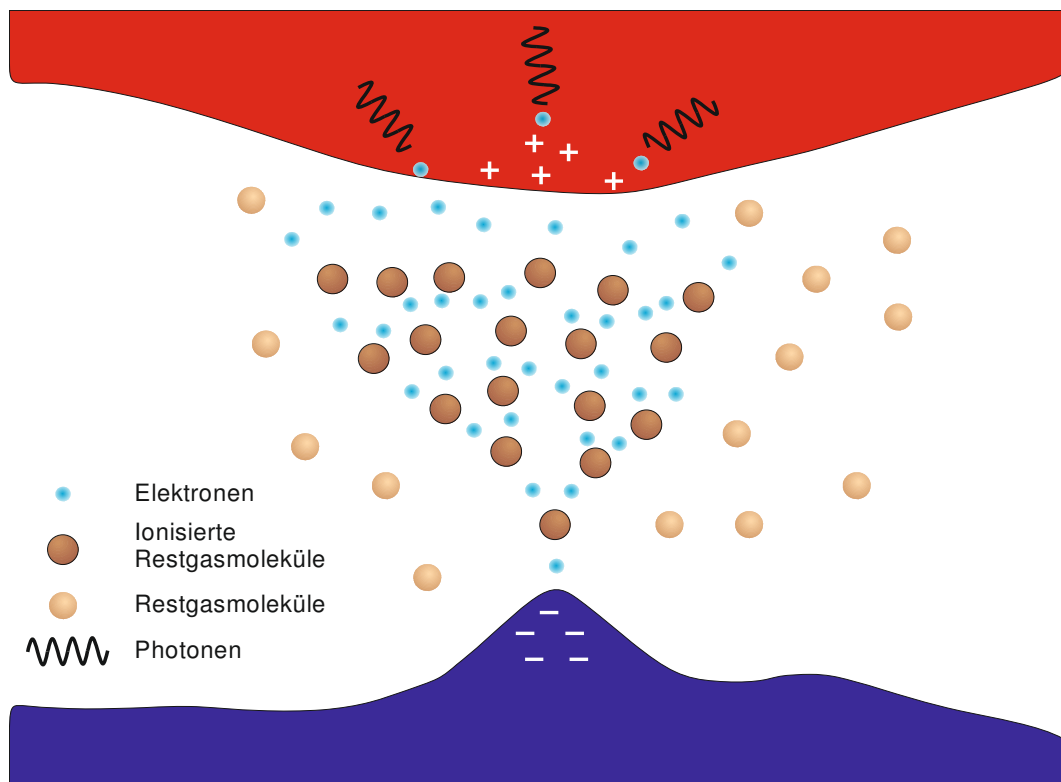


Abbildung 5-2: Schema zur Erzeugung der Röntgenstrahlung. Freie Elektronen aus dem Restgas werden durch hohe Feldstärken beschleunigt und vervielfachen die freien Ladungsträger lawinenartig. Die Elektronen werden an Atomen im Klebeband abgebremst und erzeugen Bremsstrahlung.

Die mittlere freie Weglänge der Elektronen spielt eine entscheidende Rolle für die Emissionscharakteristik der Röntgenstrahlung. Aus Abbildung 2-1 ist ersichtlich, dass ab einem Druck von 1 mbar die mittlere freie Weglänge weniger als 1 mm beträgt. Durch häufige Stöße verlieren die Elektronen ihre aufgenommene Energie und können keine hochenergetische Röntgenstrahlung mehr erzeugen. Daher ist ab diesem Druck und insbesondere bei Normaldruck (1013 mbar) die Erzeugung von Röntgenstrahlung unmöglich. Aufgrund der gemessenen Druckabhängigkeit ist es anzunehmen, dass bei  $p_{\text{Max}} = 1 \times 10^{-2}$  mbar eine Gasverstärkung der Elektronen im Restgas stattfindet. Die mittlere freie Weglänge beträgt bei  $10^{-2}$  mbar jedoch 58 mm und liegt damit weit über der maximalen Beschleunigungsstrecke von 1 mm. Daher sollten nicht genügend Stöße für eine Gasverstärkung stattfinden können. Hierbei ist aber zu beachten, dass der Druck der gesamten Kammer mit ca. 100 Liter Volumen gemessen wurde. Beim Ablösen eines Klebebandes im Vakuum gast die Haftklebmasse stark aus, sodass in dem kleinen Volumen an der Ablösestelle von einer höheren Teilchendichte auszugehen ist und der gemessene Kammerdruck kein Gleichgewicht darstellt. Constable et. al. haben in einem vergleichbaren Versuchsaufbau eine ähnliche Druckabhängigkeit festgestellt, jedoch mit einem Maximaldruck bei ca.  $5 \times 10^{-3}$  mbar [Con10]. Die von ihnen verwendete Vakuumkammer hat ein deutlich kleineres Volumen, sodass der oben beschriebene Effekt diese Verschiebung zu geringeren Drücken erklären kann. Zusätzlich konnte in dem erwähnten Versuchsaufbau die Röntgenstrahlung jeweils nur für eine Sekunde gemessen werden, da der schnelle Druckanstieg in dem kleinen Volumen die Erzeugung weiterer Röntgenstrahlung unmöglich machte.

Gasentladungen, wie sie nach dem Paschen-Gesetz beschrieben werden (Kapitel 2.9), sind nur für einen Druckbereich möglich, in dem genügend Teilchen im Gas für eine Stoßionisation vorhanden sind. Das Minimum der Paschenkurve liegt bei ca. 10 mbar·mm und ein Durchschlag findet bei den vorhandenen Spannungen und bei einem Druck zwischen 1 mbar und dem Normaldruck schon bei einem deutlich geringeren Abstand als 1 mm statt. Dies ist ein weiterer Grund, warum die Röntgenstrahlung bei Drücken größer als 1 mbar nicht mehr erzeugt werden kann und nur noch die optisch sichtbare Tribolumineszenz beobachtet wird.

Aus den Messungen aus Kapitel 4.13 wird deutlich, dass die Elektronen hauptsächlich von der Rolle zu dem abrollenden Band hin beschleunigt werden, da das bedeckte Kupferblech nur in der Orientierung charakteristische Strahlung erzeugt, in der die Kupferseite dem Elektronenfluss zugewendet ist.

### 5.1.3 Erzeugung der Röntgenstrahlung

Die beschleunigten Elektronen und Ionen treffen auf die Klebeseite des abrollenden Bandes oder auf die Rückseite der Klebebandrolle. Da die Haftklebmassen und die Trägerfolien im Wesentlichen aus Wasserstoff, Kohlenstoff und Sauerstoff bestehen und damit ähnliche Zusammensetzung haben, ergeben sich praktisch keine Unterschiede in der Wechselwirkung mit Elektronen. Die Erzeugung von Bremsstrahlung durch Ionen kann aufgrund ihrer sehr viel größeren Masse vernachlässigt werden [Con10]. Mit der Monte-Carlo-Simulationssoftware *Win X-ray* (vergleiche Kapitel 2.7) wurden die Eindringtiefen von Elektronen berechnet, welche für Energien bis 50 keV bei unter 70  $\mu\text{m}$  liegen und damit der typischen Dicke eines Klebebandes entsprechen. Obwohl höherenergetische Elektronen vorkommen müssen, besitzt der Großteil der Elektronen eine geringere Energie. Dies lässt sich vor allem aus den Messungen mit dem teilweise abgedeckten Kupferblech in der Nähe der Ablösestelle (Abschnitt 4.13) ableiten. Es konnte keine, oder eine nur sehr geringe Kupfer-Fluoreszenzstrahlung gemessen werden, bei der die Elektronen nur eine einzige Lage Klebeband zu durchdringen hatten.

Weiterhin wurde ein Bremsstrahlungsspektrum simuliert und mit einem gemessenen Spektrum einer „tesa 4102“-Rolle verglichen (Abbildung 5-3). Die Intensität des simulierten Spektrums wurde durch den Elektronenstrom, der auf das Material trifft, angepasst. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung festzustellen, sodass man schließen kann, dass die Röntgenspektren durch Bremsstrahlung in dem Material einer Klebebandrolle durch Elektronen erzeugt werden. Auffällig ist, dass hohe Elektronenenergien, wie hier 50 keV, in einer maximalen Intensität der Bremsstrahlung bei nur einigen keV resultieren (vergleiche auch Abbildung 2-5).

Die Elektronen werden im Experiment – anders als in der Simulation – nicht nur eine einzige Energie besitzen, sondern vielmehr eine Energieverteilung. So können durch Überlagerungen von Simulationen auch die gemessenen Spektren erklärt werden, die unterschiedliche mittlere Energien aufweisen, z. B. bei den Messreihen der Abhängigkeit von dem Druck oder von der Abrollgeschwindigkeit.



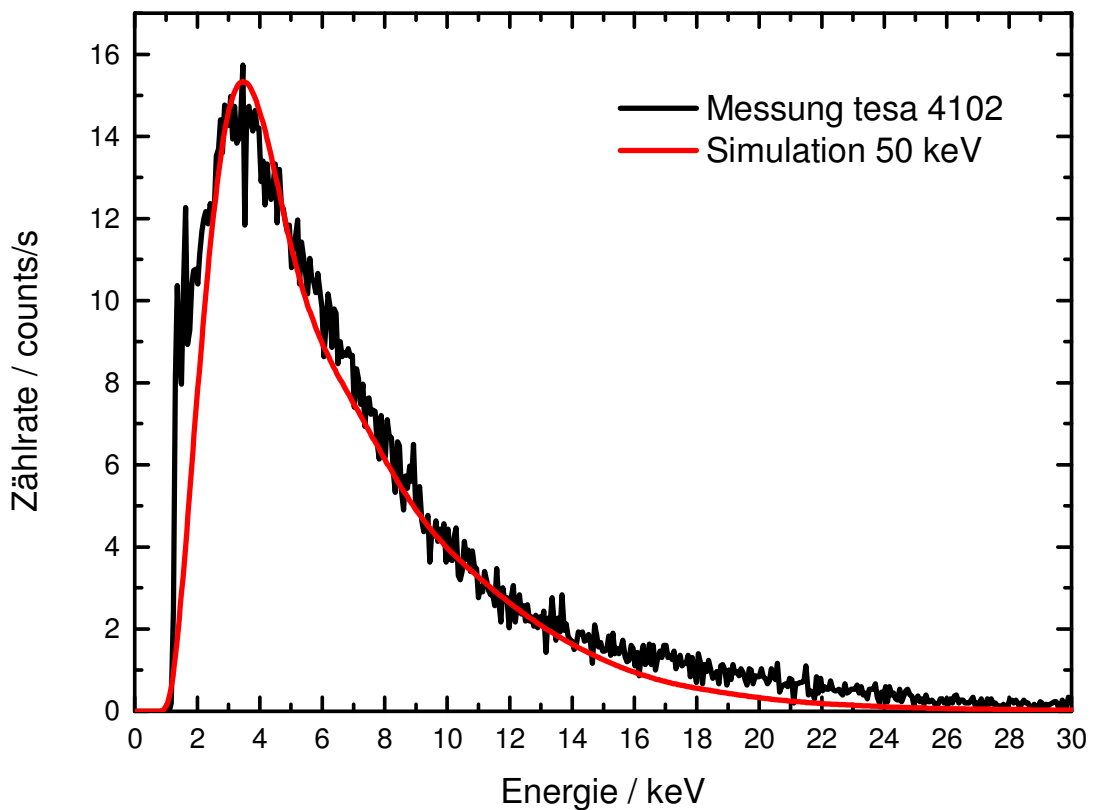


Abbildung 5-3: Vergleich eines gemessenen Spektrums mit einem simulierten Spektrum (Win X-Ray) mit einer Elektronenenergie von 50 keV und einem Strom von 290 nA. Die Parameter der Simulation entsprechen den experimentellen Gegebenheiten.

Aus dem Elektronenstrom des für 50 keV simulierten Spektrums, welcher 290 nA beträgt, kann die Anzahl der beteiligten Elektronen zu  $1,8 \times 10^{12}$  berechnet werden. Wenn man dies auf die Fläche von  $1 \text{ mm} \times 19 \text{ mm}$  umrechnet, in der die Emission bei einer Klebebandrolle stattfindet, so erhält man eine Ladungsdichte von  $9 \times 10^{16} \text{ e/m}^2$ . Hierbei wurde nicht berücksichtigt, dass in dem Restgas eine lawinenartige Gasverstärkung der Elektronen stattfinden kann. Aus vorherigen Überlegungen wurde eine erforderliche Ladungsdichte von  $10^{15} \text{ e/m}^2$  abgeschätzt, sodass die hier berechnete Ladungsdichte plausibel scheint.

Dass die Röntgenstrahlung ausschließlich in dem Material des Klebebandes erzeugt wird, wird auch dadurch deutlich, dass in keinem Spektrum Fluoreszenzstrahlung von Aluminium oder Eisen gemessen wurde, aus denen die Bauteile der Vakuumkammer in der näheren Umgebung bestehen. In der Messreihe mit den metallisierten Klebebändern (Abschnitt 4.12) erscheinen deutliche Peaks charakteristischer Strahlung, welche von den auf das Klebeband deponierten Atomen stammen.

## 5.2 Einfluss der Parameter auf die erzeugte Strahlung

### 5.2.1 Druckabhängigkeit

Die Teilchen im Restgas, und damit der Kammerdruck, sind ein wesentlicher Bestandteil des Erzeugungsmechanismus. Dieser wurde schon an mehreren Stellen diskutiert, soll hier aber noch einmal zusammengefasst und mit weiteren Aspekten ergänzt werden.

Die Messreihe (Abschnitt 4.6) zeigt einen Druck  $p_{\text{Max}} = 1 \times 10^{-2}$  mbar, bei dem die Intensität der emittierten Röntgenstrahlung maximal ist. Bei allen geringeren Drücken ist stets eine Zählrate im gesamten Energiebereich gemessen worden. Die Ansammlung von Ladungen findet bei ausreichend niedrigen Drücken derart statt, dass freie Elektronen hochenergetische Röntgenphotonen erzeugen können. Bei  $p_{\text{Max}}$  findet eine Gasverstärkung der Elektronen statt. Bei höheren Drücken nimmt die Intensität der Strahlung ab, da die Elektronen durch zu häufige Stöße nicht mehr genügend Energie aufnehmen können. Außerdem werden die angesammelten Ladungen durch das Restgas teilweise neutralisiert, sodass keine hohen Ladungsdichten auftreten können. Dies äußert sich auch dadurch, dass bis zu einem gewissen Druck von ca. 1 mbar Photonen emittiert werden, diese aber nur noch den niederenergetischen Teil des Spektrums ausmachen. Es zeigen sich deutliche Maximalenergien, die ab  $2,4 \times 10^{-2}$  mbar die maximal erreichbaren Energien bestimmen (siehe Abbildung 4-9).

### 5.2.2 Geschwindigkeitsabhängigkeit

Der Einfluss der Abrollgeschwindigkeit wurde in Abschnitt 4.7 dargestellt. Dabei zeigte sich, dass die Zählrate bis 10 cm/s ansteigt und dann etwa auf konstantem Niveau bleibt. Die mittlere Energie der gemessenen Spektren steigt bis 20 cm/s an.

Entscheidend für dieses Verhalten ist die Dynamik beim Ablösen des Klebebandes von der Rolle (vergleiche Kapitel 2.13). Durch eine veränderte Ausbildung der Filamente werden unterschiedlich hohe Feldstärken erreicht, die sich in einer Verschiebung der mittleren Energie der Photonen äußert. Bei höheren Geschwindigkeiten kann man bei gleicher Ladungsdichte  $\rho$  davon ausgehen, dass die elektrische Entladung bei einem größeren Abstand  $d$  stattfindet und somit nach Gleichung 2.8 eine höhere Potentialdifferenz  $\Delta V$  vorliegt und die Photonen dadurch letztendlich eine größere Energie erhalten können [Krä13, Laz10]. Sehr geringe

Geschwindigkeiten unterhalb von 5 cm/s konnten nicht realisiert werden, es ist aber zu vermuten, dass die Intensität der emittierten Röntgenstrahlung und auch die mittlere Energie stark abnehmen, da nur noch geringe Potentialdifferenzen erzeugt werden können.

Ebenfalls ist es möglich, dass die Ladungstrennung selbst aufgrund der mikromechanischen Eigenschaften des Kontakts sich mit der Abrollgeschwindigkeit ändert. Bei der optischen Emission wurde eine ähnliche Abhängigkeit gefunden, die sich darin äußerte, dass weniger Entladungen bei kleineren Geschwindigkeiten beobachtet wurden [Zhe88].

### 5.2.3 Einfluss des Magnetfeldes

In der Messreihe, in der ein starker Permanentmagnet in der Nähe der Ablösestelle angebracht wurde (Abschnitt 4.9), ergab sich dadurch eine deutliche Erhöhung der Intensität. Die zusätzlich gemessene Druckabhängigkeit zeigt das gleiche Maximum in der Intensität bei  $1 \times 10^{-2}$  mbar, wie in dem Fall ohne Magnetfeld. Es ist jedoch ein Unterschied in der Energieverteilung festzustellen, derart dass im Einfluss des magnetischen Feldes höhere mittlere Energien erreicht werden.

Die erhöhte Intensität ist dadurch zu erklären, dass die beschleunigten Elektronen, ähnlich der Funktionsweise einer Magnetron-Sputterquelle [Bun94], auf Spiralbahnen gelenkt werden und durch mehr Ionisation im Gas die Plasmadichte erhöht wird. Dadurch stehen mehr Elektronen in der Nähe der Ablösestelle zur Verfügung, welche dann mehr Röntgenphotonen erzeugen können. Der Radius der Spiralbahnen von Elektronen mit einer Energie über 30 keV beträgt bei einer magnetischen Flussdichte von 250 mT ca. 2 mm (vergleiche Abbildung 2-2) und liegt damit in der Größenordnung des Abstandes der Ladungstrennung. Da das Volumen des Plasmas durch das Magnetfeld vergrößert wird, können Elektronen in größerem Abstand von der Ablösestelle beschleunigt werden und durch eine längere Beschleunigungsstrecke mehr Energie aufnehmen. Daher verschieben sich die mittleren Energien der Spektren in Gegenwart des Magnetfeldes zu größeren Werten. Bei sehr niedrigen Drücken ist dies nicht zu beobachten, da die Teilchenzahl im Restgas gering ist und dieser Effekt kaum Auswirkungen hat.

## 5.2.4 Winkelabhängigkeit

In der Messreihe aus Abschnitt 4.10 wurden die Spektren der emittierten Strahlung in verschiedenen Winkeln zwischen  $0^\circ$  und  $90^\circ$  gemessen. Dabei stellte sich heraus, dass sich die mittlere Energie der Spektren mit zunehmendem Detektorwinkel von 5,8 keV nach 9,3 keV verschiebt.

Da die meisten Elektronen von der Rolle aus in Richtung Klebeband beschleunigt werden und diese ihre gesamte Energie in einem Prozess abgeben können, gibt es eine Vorzugsrichtung für die Emission dieser Photonen. Bremsstrahlung verhält sich wie Dipolstrahlung, welche eine Intensitätsverteilung proportional zu  $\sin^2\theta$  [Sel86] hat. Die gemessenen Intensitäten entsprechen jedoch nicht einer solchen Verteilung, da der gemessene Winkel der Detektorebene nicht mit  $\theta$  übereinstimmt.

## 5.2.5 Metallisiertes Klebeband

Das metallisierte Klebeband (Abschnitt 4.12) zeigte nach einigen Beschichtungsvorgängen einen sehr starken Anstieg in der Zählrate, sowie das Auftauchen charakteristischer Röntgenpeaks. Die Intensität der Bremsstrahlung ist proportional zu  $Z^2$  (Gleichung 2.5), daher ist die erhöhte Intensität mit der Erzeugung der Röntgenstrahlung an den schwereren Elementen Eisen ( $Z = 26$ ) und Gold ( $Z = 79$ ) zu erklären. Mit der Anzahl der Beschichtungen und damit der Menge an deponierten Atomen, steigt die Intensität zunächst an. Ab einer gewissen Schichtdicke jedoch nimmt die Intensität wieder ab und nach der achten Beschichtung ist keine Zählrate mehr zu messen. Für das Wachstum dünner Goldschichten ist es bekannt, dass die Atome sich erst in Clustern formen, die sich bei mit der Zeit zu einer zusammenhängenden Schicht verbinden. Sobald eine verbundene Schicht entstanden ist, setzt die elektrische Leitfähigkeit ein und es können sich keine Ladungsansammlungen mehr bilden, die für den Mechanismus der Erzeugung der Röntgenstrahlung erforderlich sind. Die Leitfähigkeit setzt bei einem glatten Substrat ab ca. 10 nm ein [Hec94]. Das Verschwinden der Intensität – und das daraus geschlossene Einsetzen der Leitfähigkeit – wurde in diesem Experiment bei einer Schichtdicke von ca. 16 nm gemessen, was durch die große Rauheit des Klebebandes erklärt werden kann.

## 5.3 Bildgebung

In Abschnitt 4.2 wurde gezeigt, dass Röntgenaufnahmen mit Röntgenfilmen angefertigt werden können. Bei der Abbildung eines Lochgitters auf einem Film (Abbildung 4-3) ist eine abnehmende Intensitätsverteilung zu den Rändern hin zu sehen. Ein Linienprofil der Intensität entlang einer vertikalen Lochreihe ist in Abbildung 5-4 zu sehen.

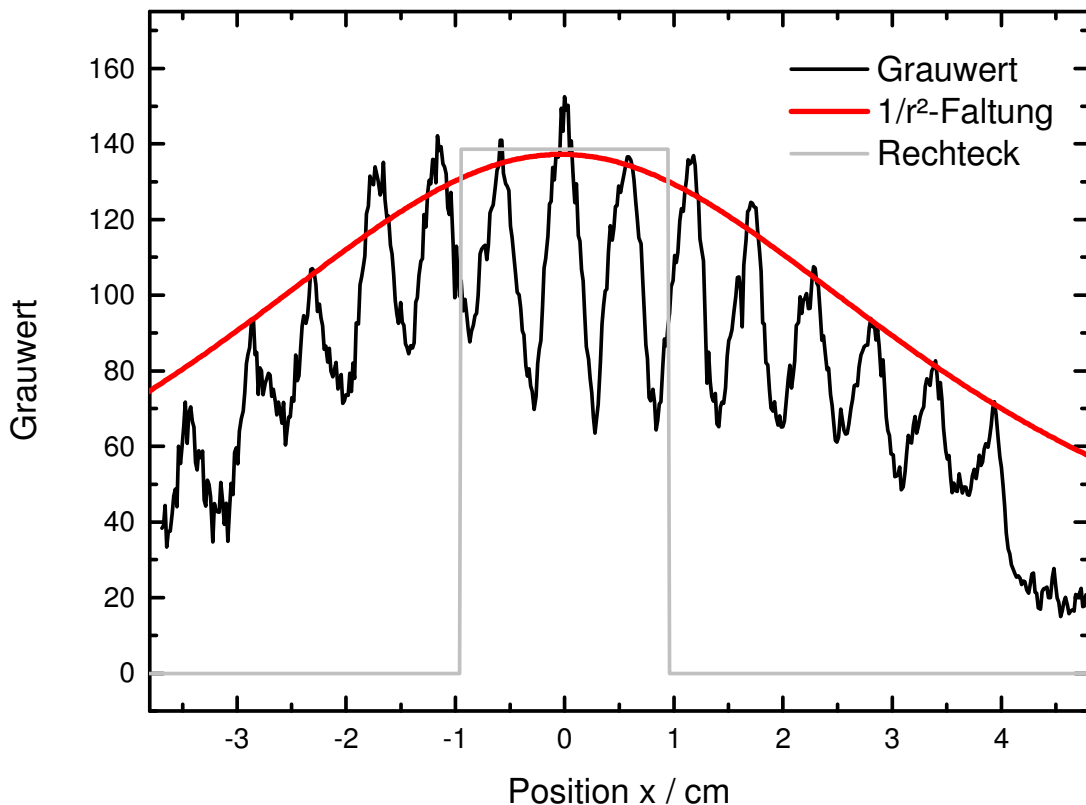


Abbildung 5-4: Vertikales Linienprofil der Grauwerte einer Lochplatte (schwarz) und berechnete Intensitätsverteilung (rot). Für die Berechnung wurde eine  $1/r^2$  Verteilung mit einem Rechteckprofil, das der Breite einer Klebebandrolle von 19 mm entspricht, gefaltet.

In der Verteilung der Grauwerte kann man die stark belichteten Löcher an den Maxima erkennen und eine symmetrische Abnahme der Intensität. Bei einer Punktquelle im Abstand  $r_0$  zum Film müsste die Intensität  $I$  nach dem Abstandsgesetz an der Position  $x$  auf dem Film proportional sein zu

$$I(x) \sim \frac{1}{r_0^2 + x^2}. \quad (5.1)$$

Da davon auszugehen ist, dass die Röntgenemission entlang der gesamten Höhe eines Klebebandes von 19 mm erfolgt, wurde obige Funktion mit einer entsprechenden Rechteckfunktion durch eine Faltung verbreitert. Die resultierende Verteilung für  $r_0 = 4$  cm ist als rote Linie in Abbildung 5-4 gezeichnet und zeigt gute Übereinstimmung bei den Maxima der gemessenen Intensitätsverteilung. Die Grauwertverteilung bei einer Belichtung ohne Lochgitter vor dem Film würde genau der roten Linie entsprechen.

Mit den belichteten Filmen, die umgehend um die Klebebandrolle angebracht wurden, und den obigen Überlegungen wurde gezeigt, dass die Emission der Röntgenstrahlen in allen Raumrichtungen erfolgt und die Intensität auf einer Kugeloberfläche annähernd homogen verteilt ist. Mit einer 2 mm-Blende und einem Film im Abstand von 5 cm, wurde versucht ein Abbild der Quelle zu erzeugen. Das belichtete Bild entspricht in etwa der erwarteten Quellgröße von 19 mm. Eine genaue Bestimmung war aufgrund der sehr geringen Intensität und des sehr wenig belichteten Films jedoch nicht möglich.

Bei digitalen Röntgenaufnahmen ergeben sich einige Vor- und Nachteile. So kann eine Struktur in hoher Auflösung direkt abgebildet werden (Abbildung 4-4), ohne dass eine chemische Entwicklung des Films im Nachhinein erfolgen muss. Da digitale Flächendetektoren für Röntgenquellen mit hoher Energie und Intensität ausgelegt sind, beträgt die einstellbare Belichtungszeit allerdings nur wenige Sekunden. Durch die geringere Emission einer Klebebandrolle ergibt sich ein sehr schlechtes Signal-zu-Rausch-Verhältnis. Dem kann durch Kühlung des Detektors oder durch das Mitteln von mehreren Aufnahmen entgegengewirkt werden. Ein analoger Film kann jedoch kontinuierlich beim Umwickeln einer Klebebandrolle belichtet werden und so mehr Photonen „sammeln“. Der schlechtere Kontrast bei den digitalen Aufnahmen kann durch geeignete Bildbearbeitungssoftware verbessert werden. Möglicherweise ist die Energieverteilung der von Klebebändern emittierten Strahlung, bei der die meisten Photonen nur geringe Energie haben, für den verwendeten Detektor ungünstig, sodass dieser nicht sensitiv für diese Photonen ist.

Eine Forschungsgruppe konnte mit einem ähnlichen Versuchsaufbau zeigen, dass mit einem anderen Flächendetektor eine Durchleuchtung eines menschlichen Zeigefingers selbst durch ein Plexiglasfenster außerhalb der Vakuumkammer prinzipiell möglich ist [Cam08].

## 5.4 Strahlendosis

Für eine Abschätzung der Strahlendosis der emittierten Röntgenstrahlung beim Umwickeln einer gesamten Klebebandrolle wird die folgende Rechnung nach [Gru08] durchgeführt:

Ein Gewebevolumen von  $1 \text{ cm}^3$  möge sich an der Position des Detektors in einem Abstand von  $15 \text{ cm}$  befinden. Die gemessenen Röntgenphotonen z. B. aus Abschnitt 4.1 haben eine mittlere Energie von  $25 \text{ keV}$  und einen Energiefluss pro  $\text{cm}^2$  von

$$W = \frac{8541 \frac{1}{\text{s}} \cdot 25 \text{ keV}}{0,25 \text{ cm}^2} = 854 \frac{\text{MeV}}{\text{cm}^2 \cdot \text{s}} . \quad (5.2)$$

Für Gewebe kann eine Dichte von  $\rho = 1 \text{ g/cm}^3$  angenommen werden. Der Massenschwächungskoeffizient ist  $\mu = 0,353 \text{ cm}^2/\text{g}$  bei  $25 \text{ keV}$  [Hub95]. Der Quotient der Photonen, die in der Strecke  $x = 1 \text{ cm}$  absorbiert werden, wird berechnet durch:

$$\frac{N}{N_0} = e^{-(\mu \cdot x \cdot \rho)} = 0,297 . \quad (5.3)$$

Da  $1 \text{ cm}^3$  Gewebe  $1 \text{ g}$  entspricht, beträgt die absorbierte Energie in  $1 \text{ cm}$ :

$$W^* = W \cdot \frac{N}{N_0} = 254 \frac{\text{MeV}}{\text{g} \cdot \text{s}} . \quad (5.4)$$

Die Energiedosisleistung wird in  $\text{Gy/s}$  bzw.  $\text{W/kg}$  oder  $\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{s})$  angegeben und beträgt

$$\begin{aligned} \frac{dD}{dt} &= 254 \frac{\text{MeV}}{\text{g} \cdot \text{s}} \approx 4 \cdot 10^{-8} \frac{\text{J}}{\text{kg} \cdot \text{s}} \\ &= 4 \frac{\text{nGy}}{\text{s}} . \end{aligned} \quad (5.5)$$

Im Zeitraum für das Umwickeln einer gesamten Klebebandrolle von ca. 5 Minuten ergibt sich eine gesamte Energiedosis von ca.  $12 \mu\text{Gy}$ , welche (im Fall von Röntgenstrahlung) einer Äquivalentdosis von  $12 \mu\text{Sv}$  entspricht.

Zum Vergleich erhält ein Patient bei einer medizinischen Zahnrontgenaufnahme etwa eine Äquivalentdosis von  $10 \mu\text{Sv}$  und bei einer Thoraxaufnahme  $100 \mu\text{Sv}$  [Gru08]. Die Dauer der Strahlenexposition im medizinischen Bereich beläuft sich jedoch meist auf weniger als eine Sekunde.

Die Jahresdosis der natürlichen Radioaktivität in der Umwelt beträgt ca. 2,3 mSv oder in 5 Minuten 22 nSv. Damit liegt die Dosis bei der Emission von Röntgenstrahlung von Klebebändern um drei Größenordnungen über dem natürlichen Strahlungsuntergrund und ist mit der erhaltenen Dosis einer medizinischen Untersuchung vergleichbar.



## 6 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde die Röntgenemission von Klebebändern, die im Vakuum umgewickelt wurden, untersucht. Dazu wurde ein Versuchsaufbau entwickelt und konstruiert, der es ermöglichte die Parameter, die einen Einfluss auf die Emissionscharakteristik haben, zu bestimmen und detailliert zu analysieren. Obwohl es ähnliche Entwicklungen gab, stellt dieses Experiment eine deutliche Verbesserung des bisherigen Standes dar und bietet zudem eine Reihe an Neuerungen, die zu einem besseren und detaillierteren Verständnis der relevanten Phänomene beitragen können.

Die Vakuumkammer kann durch ein zweistufiges Pumpsystem auf einen Druck unterhalb von  $10^{-3}$  mbar gepumpt werden. Durch ihr relativ großes Volumen von ca. 100 l kann der Druckanstieg, der unweigerlich beim Umwickeln einer Klebebandrolle durch Ausgasen auftritt, in Grenzen gehalten werden. Diesem Problem kann weiterhin durch ein mehrmaliges Umwickeln der Klebebandrollen vor den Messreihen entgegengewirkt werden. Durch die Verwendung von zwei Schrittmotoren ist ein Belüften der Kammer, um etwa die Rolle zu wechseln, überflüssig.

Ein optischer Encoder an einer Umlenkrolle misst die Geschwindigkeit des Bandes und mit einer selbstentwickelten Elektronik und zugehöriger Software kann die Motordrehzahl so geregelt werden, dass die Rolle mit einer konstanten Geschwindigkeit zwischen 5 cm/s und 40 cm/s umgewickelt wird.

Die Röntgenspektren, die mit einem energiedispersiven Detektor gemessen wurden, zeigen eine kontinuierliche Verteilung mit mittleren Energien zwischen 5 keV und 20 keV. Es konnten aber auch hochenergetische Röntgenphotonen mit einer Energie bis 100 keV gemessen werden. Die Intensität der Strahlung ist ausreichend, um medizinische Röntgenaufnahmen anzufertigen, jedoch mussten die analogen Röntgenfilme mehrere Minuten belichtet werden. Mit einem digitalen

Flächendetektor wurden innerhalb weniger Sekunden Röntgenbilder aufgenommen, welche allerdings wegen einer niedrigen Empfindlichkeit des Detektors nur einen sehr geringen Kontrast zeigten.

Durch die Kontrollierbarkeit von Druck und Geschwindigkeit konnte eine Abhängigkeit der emittierten Intensität von diesen Parametern gefunden werden. So gibt es einen Druck  $p_{\text{Max}} = 10^{-2}$  mbar, bei dem die Intensität und Energie der emittierten Strahlung maximal ist. Die Zählrate steigt bei größer werdenden Geschwindigkeiten zunächst an, bleibt jedoch ab 10 cm/s in etwa auf einem Niveau.

Unter gleichen Bedingungen wurde eine Vielzahl von verschiedenen Klebebandsorten untersucht, wobei es sich bei einigen um speziell angefertigte Musterserien handelte, die durch eine Kooperation mit der *tesa SE* zur Verfügung gestellt wurden. Dabei wurden unterschiedliche Emissionseigenschaften entdeckt, die – mit der Kenntnis über die Beschaffenheit dieser Rollen – Hinweise auf den Erzeugungsmechanismus der Röntgenstrahlung liefern konnten.

Durch die Größe der Vakuumkammer konnte der Versuchsaufbau flexibel für weitere Experimente *in situ* genutzt werden. So konnte durch eine weitere Umlenkrolle und einen daran befestigten Kraftmesser, die Abrollkraft verschiedener Rollen gemessen werden und eine Korrelation zu der erzeugten Röntgenstrahlung beobachtet werden. Mit einem Goniometer konnte der Detektorwinkel zwischen  $0^\circ$  und  $90^\circ$  variiert werden, wodurch eine Winkelabhängigkeit der mittleren Energie der Spektren gefunden wurde. Ein NdFeB-Permanentmagnet wurde in der Nähe der Ablösestelle des Klebebandes angebracht, was in einer deutlich erhöhten Intensität der Röntgenstrahlung resultierte. Mit einer Sputterquelle wurde ein Klebeband beim Umwickeln metallisiert, wodurch bei einer bestimmten Schichtdicke ein sehr starker Anstieg der emittierten Intensität beobachtet wurde. Bei dem metallisierten Klebeband wurden neben dem bekannten, kontinuierlichen Spektrum auch Peaks von charakteristischer Röntgenstrahlung gemessen.

Aus den experimentellen Messungen und theoretischen Betrachtungen wurde ein Modell zur Erzeugung der Röntgenstrahlung beim Umwickeln von Klebebändern im Vakuum entwickelt. Dabei findet beim Ablösen eines Klebebandes von der Rolle eine Ladungstrennung statt, bei der sich elektrische Ladungen in hoher Konzentration ansammeln. Durch die hohe Oberflächenrauheit und insbesondere durch die Ausbildung dünner Filamente der Klebmasse beim Ablösen entsteht eine Feldüberhöhung, die freie Elektronen auf hohe Energien bis zu 100 keV beschleunigt. Die Anzahl der Teilchen im Restgas spielt hierbei als Quelle für die Elektronen eine entscheidende Rolle. Die beschleunigten Elektronen treffen auf das

---

Material der Klebebandrolle und erzeugen dort durch Bremsstrahlung die beobachtete Röntgenstrahlung.



## 7 Ausblick

Durch Triboelektrizität kann elektromagnetische Strahlung emittiert werden, welche in einem weiten Bereich des Spektrums zu finden ist. Seit vielen Jahren gibt es Berichte von Emissionen im optisch sichtbaren Bereich, von Radiowellen und von Terahertz-Strahlung von Klebebändern oder Kunststoffen im Vakuum oder unter Normalbedingungen. Auch die Erzeugung von Röntgenstrahlung durch den triboelektrischen Effekt ist länger bekannt, jedoch erlangte dieses Thema letztlich große Popularität durch die Möglichkeit mit einfachen und alltäglichen Mitteln – wie mit einer Klebebandrolle – Röntgenbilder aufzunehmen. Daher ist der erste Gedanke einer Anwendung auch ein Röntgengerät für den medizinischen oder industriellen Einsatz, das auf dem triboelektrischen Effekt basiert. So könnte ohne Hochspannung, die bei konventionellen Röntgenröhren benötigt wird, eine kompakte und portable Röntgenquelle konzipiert werden, die durch Umwandlung von mechanischer Energie in Röntgenstrahlung betrieben wird. Für das benötigte Vakuum müsste ein gekapseltes Gehäuse verwendet werden (siehe Patent [Put11]).

Die Intensität der auf diese Weise erzeugten Röntgenstrahlung ist vergleichsweise gering, jedoch wurden in dieser Arbeit einige Möglichkeiten gefunden diese zu erhöhen. Es kann durch die geeignete Wahl der Abrollgeschwindigkeit, des Druckes, durch die Anwesenheit eines magnetischen Feldes und durch die Verwendung von metallisierten Klebebändern eine maximale Ausbeute erzielt werden [Krä13]. Gerade die Wahl der Klebebandsorte verspricht ein großes Verbesserungspotential. Für eine Anwendung als Röntgenquelle könnten Klebebänder mit noch geeigneteren Materialien und Eigenschaften hergestellt werden, ein entsprechendes Patent hierfür wurde frühzeitig angemeldet [Kei10].

Aufgrund des kontinuierlichen Spektrums ergibt sich ein Vorteil gegenüber einer gewöhnlichen Röntgenröhre, die ihre höchste Intensität in den charakteristischen Linien des jeweiligen Anodenmaterials aufweist. Eine Röntgenquelle mit kontinuierlichem Spektrum ist daher besonders interessant für Materialanalysen, wie z. B. Absorptions- und Fluoreszenzmessungen.

Aufgrund der ungewöhnlichen Art und Weise der Erzeugung der Röntgenstrahlung bietet sich ein einfacher und kleinerer Nachbau als Demonstrationsversuch und Schülerexperiment an. Dieses ist bereits im Rahmen einer didaktischen Masterthesis konzipiert und durchgeführt worden [Ros13].

Ebenfalls möglich ist die zukünftige Entwicklung neuartiger Röntgenquellen losgelöst von Klebebandrollen beruhend auf ähnlichen triboelektrischen Erscheinungen. So wurden Forschungen mit Aufbauten durchgeführt, in denen z. B. eine mit Klebeband umwickelte Rolle in direktem Kontakt an einer metallischen Rolle rotiert und dabei auf gleiche Weise eine Ladungstrennung und Röntgenemission stattfindet [Col13]. In einem anderen Experiment wurde eine Silikonmembran mit einem piezoelektrischen Motor periodisch gegen eine Epoxidharz-Fläche gedrückt und dabei die Röntgenemission induziert [Hir11, Kne11].

Neben den akademischen Untersuchungen gibt es durchaus wirtschaftliche Interessen, was anhand der angemeldeten Patente ersichtlich ist und auch durch die Gründung eines Unternehmens *Tribogenics*<sup>1</sup>, welches eine triboelektrische Röntgenquelle als kommerzielles Produkt entwickelt.

Es bieten sich einige Experimente an, die als weiterführende Untersuchungen nach dieser Arbeit durchgeführt werden könnten. So könnten Versuche konzipiert werden, die es erlauben, eine orts aufgelöste Messung der Röntgenemission durchzuführen. Ebenfalls wurde das zeitliche Verhalten der Röntgenemission bei den Messreihen in dieser Arbeit nicht berücksichtigt und könnte in Zukunft genauer untersucht werden. Dabei ist jedoch eine Auflösung im Nano- oder sogar Picosekundenbereich erforderlich, wie es bei einigen Experimenten schon gezeigt werden konnte [Bud98, Cam08, Cam10]. Denkbar ist dann auch ein Versuchsaufbau, der ein Hochgeschwindigkeitsmikroskop mit einschließt, mit dem dann eine Korrelation zwischen dem mikromechanischen Verhalten verschiedener Klebebandsorten und deren Röntgenemission aufgedeckt werden könnte.

---

<sup>1</sup>Tribogenics, Marina Del Rey, CA 90292, USA

## Literaturverzeichnis

- [Ada87] C.K. Adams, *Nature's Electricity*, USA, Tab Books Inc. (1987).
- [Amp11] Amptek Inc., <http://www.amptek.com/px2.html> (2011).
- [Ana06] G. Ananthakrishna und R. De, *Dynamics of stick-slip: Some universal and not so universal features*, In: *Modelling Critical and Catastrophic Phenomena in Geoscience*, Berlin, Heidelberg, Springer (2006).
- [Bar97] M. Barquins und M. Ciccotti, *On the kinetic of peeling of an adhesive tape under a constant imposed load*, *Int. J. Adhesion and Adhesives* **17**, Nr. 1, 65-68 (1997).
- [Bay11] H.T. Baytekin, A.Z. Patashinski, M. Branicki, B. Baytekin, S. Soh und B.A. Grzybowski, *The Mosaic of Surface Charge in Contact Electrification*, *Science* **333**, 308-312 (2011).
- [Baz98] E.M. Bazeljan und Y.P. Rajzer, *Spark Discharge*, Boca Raton, CRC Press (1998).
- [Ben06] I. Benedek, *Developments in Pressure-Sensitive Products*, 2., Boca Raton, CRC Press (2006).
- [Ben09] I. Benedek und M.M. Feldstein, *Technology of pressure-sensitive adhesives and products*, Boca Raton, CRC Press (2009).

- [Ber11] M. J. Berger, J. H. Hubbell, S. M. Seltzer, J. Chang, J. S. Coursey, R. Sukumar, D. S. Zucker und K. Olsen, *XCOM: Photon cross sections database*, NIST Standard reference database **8**, 87-3597, <http://www.nist.gov/pml/data/xcom>, (1998).
- [Bud98] R. Budakian, K. Weninger, R. A. Hiller und S. J. Putterman, *Picosecond discharges and stick-slip friction at a moving meniscus of mercury on glass*, *Nature* **391**, 266-268 (1998).
- [Bun94] R. F. Bunshah, *Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, technology, and applications*, Park Ridge, Noyes Publications (1994).
- [Cam08] C.G. Camara, J.V. Escobar, J.R. Hird und S.J. Putterman, *Correlation between nanosecond X-ray flashes and stick-slip friction in peeling tape*, *Nature* **455**, 1089-1092 (2008).
- [Cam10] C.G. Camara, J.V. Escobar, J.R. Hird und S.J. Putterman, *Mechanically driven millimeter source of nanosecond X-ray pulses*, *Applied Physics B* **99**, Nr. 4, 613-617 (2010).
- [Cic98] M. Ciccotti, B. Giorgini und M. Barquins, *Stick-slip in the peeling of an adhesive tape: Evolution of theoretical model*, *International Journal of Adhesion & Adhesives* **18**, 35-40 (1998).
- [Cic04] M., Giorgini, B. Ciccotti, D. Vallet und M. Barquins, *Complex dynamics in the peeling of an adhesive tape*, *International Journal of Adhesion & Adhesives* **24**, 143-151 (2004).
- [Col13] A.L. Collins, C.G. Camara, B.B. Naranjo, S.J. Putterman und J.R. Hird, *Charge localization on a polymer surface measured by triboelectrically induced x-ray emission*, *Physical Review B* **88**, 064202 (2013).
- [Con09] E. Constable, Y. Hu, J. Horvat und R.A. Lewis, *The Emission of visible radiation by peeling adhesive tape*, 33 rd Annual Condensed Matter and Materials Meeting, Wagga Wagga (2009).



- [Con10] E. Constable, J. Horvat und R.A. Lewis, *Mechanisms of x-ray emission from peeling adhesive tape*, Appl. Phys. Lett. **97**, 131502 (2010).
- [Cor07] P. Cortet, M. Ciccotti und L. Vanel, *Imaging the stick–slip peeling of an adhesive tape under a constant load*, J. Stat. Mech., P03005 (2007).
- [Cre03a] C. Creton und E. Papon, *Material Science of Adhesives: How to Bond Things Together*, MRS bulletin, 419-423 (2003).
- [Cre03b] C. Creton, *Pressure-Sensitive Adhesives: An Introductory Course*, MRS bulletin, 434-439 (2003).
- [De04] R. De, A. Maybhate und G. Anathakrishna, *Dynamics of stick-slip in peeling of an adhesive tape*, Physical Review E **70**, 046223 (2004).
- [De05] R. De und G. Anathakrishna, *Missing physics in stick-slip dynamics of a model for peeling adhesive tape*, Physical Review E **71**, 055201 (2005).
- [Dia98] A.F. Diaz, *Contact Electrification of Materials: The Chemistry of Ions on Polymer Surfaces*, J. Adhesion **67**, 111-122 (1998).
- [Dia04] A.F. Diaz und R.M. Felix-Navarro, *A semi-quantitative tribo-electric series for polymeric materials: the influence of chemical structure and properties*, J. of Electrostatics **62**, 277-290 (2004).
- [Dic87] J.T. Dickinson und E.E. Donaldson, *Autographs from Peeling Pressure Sensitive Adhesives: Direct Recording of Fracture-induced Photon Emission*, J. of Adhesion **24**, Nr. 2-4, 199-220 (1987).
- [For01] R.G. Forbes, *Low-macroscopic-field electron emission from carbon films and other electrically nanostructured heterogeneous materials*, Solid-State Electronics **45**, Nr. 6, 779-808 (2001).

- [Gau06] R. Gauvin, E. Lifshin, H. Demers, P. Horny und H. Campbell, *Win X-ray: A New Monte Carlo Program that Computes X-ray Spectra Obtained with a Scanning Electron Microscope*, *Microsc. Microanal.* **12**, 49-64 (2006).
- [Gru08] C. Grupen, *Grundkurs Strahlenschutz*, Berlin, Heidelberg, 4. Auflage, Springer-Verlag (2008).
- [Har39] E.N. Harvey, *The luminescence of adhesive tape*, *Science* **89**, Nr. 2319, 460-461 (1939).
- [Hec94] D. Hecht und D. Stark, *Electrical and structural properties of thin gold films on glass substrates*, *Thin Solid Films* **238**, Nr. 2, 258-265 (1994).
- [Hen93] B.L. Henke, E.M. Gullikson und J.C. Davis, *X-ray interactions: Photoabsorption, Scattering, Transmission, and Reflection at  $E= 50-30,000$  eV,  $Z=1-92$* , *Atomic Data and Nuclear Data Tables* **54**, 181-342 (1993).
- [Hir11] J.R., Camara, C.G. Hird und S.J. Putterman, *A triboelectric x-ray source*, *Appl. Phys. Lett.* **98**, 133501 (2011).
- [Hog04] M.D. Hogue, C.R. Buhler, C.I. Calle, T. Matsuyama, W. Luo und E.E. Groop, *Insulator-insulator contact charging and its relationship to atmospheric pressure*, *J. of Electrostatics* **61**, Nr. 3-4, 259-268 (2004).
- [Hor09] J. Horvat und R.A. Lewis, *Peeling adhesive tape emits electromagnetic radiation at terahertz frequencies*, *Optics Letters* **34**, Nr. 14, 2195-2197 (2009).
- [Hub95] J.H. Hubbell und S.M. Seltzer, *Tables of x-ray mass attenuation coefficients and mass energy-absorption coefficients 1 keV to 20 MeV for elements  $Z = 1$  to 92 and 48 additional substances of dosimetric interest*, National Inst. of Standards and Technology-PL, Gaithersburg (1995).

- [Amp98] Amptek Inc., *Bedienungsanleitung XR-100CR X-ray detector system*, (1998).
- [Jac06] J. D. Jackson, *Klassische Elektrodynamik*, Berlin, 4. Auflage, de Gruyter (2006).
- [Kar53] V.V. Karasev, N.A. Krotova und B.W. Deryagin, *Study of electronic emission during the stripping of a layer of high polymer from glass in a vacuum*, Dokl. Nauk. SSR **88**, 777-780 (1953).
- [Kei10] K. Keite-Telgenbüscher, *Flächenelement zur Erzeugung von Röntgenstrahlung*, Patent Nr. DE102008062127 (2010).
- [Kne11] S. Kneip, *A stroke of X-ray*, nature **473**, 455-456 (2011).
- [Kno11] N. Knorr, *Squeezing out hydrated protons: low-frictional-energy triboelectric insulator charging on a microscopic scale*, AIP Advances **1**, 022119 (2011).
- [Krä13] D. Krämer, D. Lützenkirchen-Hecht, B. Lühmann, K. Keite-Telgenbüscher und R. Frahm, *New developments for the investigation of hard X-rays emitted by peeling adhesive tapes*, Rev. Sci. Instrum **84**, 055104 (2013).
- [Laz10] P. Lazić und B.N.J. Persson, *Surface-roughness–induced electric-field enhancement and triboluminescence*, EPL **91**, 46003 (2010).
- [Lee95] S. Lee, L.C. Jensen, S.C. Langford und J.T. Dickinson, *Electrical transients generated by the peel of a pressure sensitive adhesive tape from a copper substrate*, Journal of Adhesion **9**, Nr. 1, 1-26 (1995).
- [Low80] J. Lowell und A.C. Rose-Innes, *Contact electrification*, Advances in Physics **29**, Nr. 6, 947-1023 (1980).
- [Lüh13] B. Lühmann, tesa SE Hamburg, private Korrespondenz (2013).
- [McC07] L.S. Mc Carty, A. Winkleman und G.M. Whitesides, *Ionic Electrets: Electrostatic Charging of Surfaces by*, J. Am. Chem. Soc. **129**, Nr. 13, 4075-4088 (2007).

- [McC08] L.S. Mc Carty und G.M. Whitesides, *Elektrostatische Aufladung durch Separierung von Ionen an Grenzflächen: Kontaktelektrisierung von ionischen Elektreten*, *Angew. Chem.* **120**, 2218-2239 (2008).
- [Miu07] T. Miura, M. Chini und R. Bennewitz, *Forces, charges, and light emission during the rupture of adhesive contacts*, *J. Appl. Phys.* **102**, 103509 (2007).
- [Mül51] E. Müller, *Das Feldionenmikroskop*, *Zeitschrift für Physik* **131**, 136-142 (1951).
- [Osm94] P. Osmokrovic, I. Krivokapic und S. Krstic, *Mechanism of electrical breakdown left of Paschen minimum*, *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* **1**, Nr. 1, 77-81 (1994).
- [Pen57] F.M. Penning, *Elektrische Gasentladungen*, Eindhoven, Philips' Gloeilampenfabrik (1957).
- [Per05] B.N.J. Persson und E.A. Brener, *Crack propagation in viscoelastic solids*, *Physical Review E*, 036123 (2005).
- [Per10] B.N.J. Persson und A. Kovalev, *Surface roughness of peeled adhesive tape: A mystery?*, *EPL* **92**, 46001 (2010).
- [Pra77] R.H. Pratt, H.K. Tseng, C.M. Lee und L. Kissel, *Bremsstrahlung energy spectra from electrons of kinetic energy  $1\text{ keV} < T < 2000\text{ keV}$  incident on neutral atoms  $2 < Z < 92$* , *Atomic Data and Nuclear Data Tables* **20**, 175-209 (1977).
- [Put11] S.J. Putterman, C. Camara, J.V. Escobar und J. Hird, *Mechanoluminescent X-ray generator*, U.S. Patent Application Publication US 2011/0130613 A1 (2011).
- [Rad13] Rad-icon, <http://www.rad-icon.com/products-remote.php> (2013).
- [Rez09] C.A. Rezende, R.F. Gouveia, M.A. da Silva und F. Galembeck, *Detection of charge distributions in insulator surfaces*, *J. Phys.:Condens. Matter* **21**, 263002 (2009).

- [Ros13] B. Roseck, *Neuartige Erzeugung von Röntgenstrahlung mit Adhäsivfilmen - ein Schulversuch*, Master-Thesis, Bergische Universität Wuppertal (2013).
- [Sch98] F. Scholze, H. Rabus und G. Ulm, *Mean energy required to produce an electron-hole pair in silicon for photons of energies between 50 and 1500 eV*, Journal of Applied Physics, Nr. 5, 2926-2939 (1998).
- [Sel85] S.M. Seltzer und M.J. Berger, *Bremsstrahlung spectra from electron interactions with screened atomic nuclei and orbital electrons*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research **B12**, 95-134 (1985).
- [Sel86] S.M. Seltzer und M.J. Berger, *Bremsstrahlung energy spectra from electrons with kinetic energy 1 keV-10 GeV incident on screened nuclei and orbital electrons of neutral atoms with Z=1-100*, Atomic Data and Nuclear Data Tables **35**, Nr. 3, 345-418 (1986).
- [Swe01] L.M. Sweeting, *Triboluminescence with and without Air*, Chem. Mater. **13**, 854-870 (2001).
- [Tho09] A. Thompson und D. Vaughan, *X-ray Data Booklet*, Berkeley, Center of X-ray Optics and Advanced Light Source, University of California (2009).
- [Tho10] S.T. Thoroddsen, H.D. Nguyen, K. Takehara und T.G. Etoh, *Stick-slip substructure in rapid tape peeling*, Phys. Rev. **82**, 046107 (2010).
- [Vic48] J.A. Victoreen, *The Absorption of Incident Quanta by Atoms as Defined by the Mass Photoelectric Absorption Coefficient and the Mass Scattering Coefficient*, J. Appl. Phys. **19**, 855 (1948).
- [Wal77] A.J. Walton, *Triboluminescence*, Advances in Physics **26**, Nr. 6, 887-948 (1977).
- [Zhe88] M. Zhenyi, F. Jiawen und J.T. Dickinson, *Properties of the Photon Emission Accompanying the Peeling of a Pressure-Sensitive Adhesive*, J. Adhesion **25**, Nr. 1, 63-77 (1988).



## **Eidesstattliche Erklärung**

Ich versichere, die Arbeit selbstständig verfasst zu haben, nur die in der Dissertation angegebenen Hilfsmittel benutzt und alle wörtlich oder inhaltlich übernommenen Stellen als solche gekennzeichnet zu haben, und dass die Dissertation in der gegenwärtigen oder in anderer Fassung noch keinem anderen Fachbereich und keiner anderen wissenschaftlichen Hochschule vorgelegen hat.

---

Ort, Datum

---

Unterschrift





## Danksagung

Ich danke Herrn Prof. Dr. Ronald Frahm für die Anregung zu dem Thema der Dissertation und für die Möglichkeit, sie in seiner Arbeitsgruppe durchzuführen. Er unterstützte die Arbeit durch anregende Diskussionen und durch die Bereitstellung der erforderlichen Sachmittel und räumte mir viel Freiraum für die Bearbeitung des Themas ein.

Prof. Dr. Hartwin Bomsdorf danke ich für die Erstellung des Zweitgutachtens und für die Teilnahme an der Prüfungskommission.

Ein besonderer Dank gilt Dr. Bernd Lühmann, Dr. Klaus Keite-Telgenbüscher und Hermann Neuhaus-Steinmetz der *tesa SE*, die durch vielzählige Diskussionen einen wertvollen Beitrag zu dieser Arbeit geleistet haben. Ebenso bin ich der *tesa SE* dankbar für eine finanzielle Unterstützung und insbesondere für die Bereitstellung vieler, teils speziell angefertigter „Proben“, durch die viele der Messreihen erst möglich gemacht wurden.

Dr. Dirk Lützenkirchen-Hecht danke ich für viele Anregungen, Ideen und Problemlösungen, sowie den weiteren Mitarbeitern der Arbeitsgruppe – Pascal Becker, Benjamin Bornmann, Jan-Christoph Gasse, Justus Just, Oliver Müller, Stefanie Pfeiderer, Oliver von Polheim, Jan Stötzel, Ralf Wagner und Iwona Wüster – für das angenehme und unterstützende Arbeitsklima.

Dr. Olivia Schnieber und Thomas Jerig danke ich für die Bereitstellung einiger Dentalfilme und für die Möglichkeit, diese in ihrer Praxis entwickeln zu können.

Meiner Familie und meiner Freundin danke ich für ein liebevolles Verständnis und die Unterstützung während der gesamten Zeit der Arbeit.



