

Der Bonner Feinfokuspositronenstrahl

Inaugural-Dissertation
zur
Erlangung des Doktorgrades
der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

vorgelegt von

Holger Greif
aus Bonn

Bonn 1996

angefertigt mit Genehmigung der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

Referent: Prof. Dr. Karl Maier
Korreferent: Prof. Dr. Peter David

Tag der Promotion:

1 Zusammenfassung

Diese Arbeit beschreibt den Aufbau und erste Tests des Bonner Feinfokuspositronenstrahls, mit dem erstmals orts aufgelöste Fehlstellenuntersuchungen an Festkörpern im Mikrometerbereich möglich werden. Zu diesem Zweck wurde ein konventionelles Rasterelektronenmikroskop mit einem Positronenzusatz kombiniert. Aufgrund der geringen Strahlintensität wird mit den Positronen jedoch nicht gerastert. Anhand des Elektronenrasterbildes erfolgt eine Auswahl von Probedetails, die dann mit den Positronen untersucht werden. Diese markanten Stellen positioniert man mit einem x-y-Tisch unter ständiger Beobachtung auf die optische Achse der Apparatur. Nach dem Umschalten des Betriebsmodus von Elektronen auf Positronen ist der Positronenstrahl ortsfest auf der optischen Achse und trifft so genau auf den ausgewählten Bereich. Auf diese Weise erhält man schnell eine Fehlstellenübersicht der relevanten Probenbereiche.

Da die Energie der Positronen im Bereich zwischen 5keV und 30keV variiert werden kann, ist eine Unterscheidung von oberflächennahen und im Volumen befindlichen Defekten möglich, sogar Tiefenprofile von Positronenhaftstellen können ermittelt werden.

Die Integration eines Positronenstrahls in ein konventionelles elektronenoptisches System setzt allerdings voraus, daß der Phasenraum der verwendeten Positronen in etwa dieselbe Größe aufweist wie jener der Elektronen aus einer üblichen Elektronenquelle. Zu diesem Zweck geht die Strahlerzeugung des Bonner Feinfokuspositronenstrahls neue Wege: Die Verwendung einer Positronenquelle mit einer lateralen Ausdehnung von nur etwa 500µm in Kombination mit einem miniaturisierten Wolframmoderator liefert gerade die erforderliche Kleinheit des Phasenraums der Positronen.

Damit bei einem Wechsel der Betriebsmodi zwischen Elektronen- und Positronenstrahl sichergestellt werden kann, daß die Positronen auch genau den zuvor ausgewählten Probenbereich treffen, wurden Algorithmen für ein möglichst einfaches Einjustieren des Positronenstrahls entwickelt und getestet. Die Testmessungen zeigen, daß mit der gewählten Kombination aus Feinfokuspositronenstrahl und Rasterelektronenmikroskop eine ortsfeste Defektspektroskopie im Mikrometerbereich betrieben werden kann.

Inhaltsverzeichnis

1	ZUSAMMENFASSUNG.....	3
2	EINLEITUNG	6
3	PHYSIKALISCHE GRUNDLAGEN.....	9
3.1	POSITRONEN ALS FEHLSTELLENSONDEN	9
3.1.1	<i>Eindringtiefe.....</i>	9
3.1.2	<i>Thermalisierung</i>	10
3.1.3	<i>Diffusion.....</i>	11
3.1.4	<i>Zerstrahlung im Festkörper</i>	11
3.1.5	<i>Einfluß der elektronischen Umgebung auf die Zerstrahlungsquanten</i>	14
3.1.6	<i>Nachweismethode mit Hilfe der Dopplerverbreiterung.....</i>	15
3.1.7	<i>Nachweismethode mit Hilfe der Rückdiffusion</i>	16
3.2	ENERGIEVARIABLE POSITRONENSTRAHLEN	17
3.2.1	<i>Grundlagen.....</i>	17
3.2.2	<i>Stand der Forschung.....</i>	22
3.3	BILDENTSTEHUNG IN RASTERELEKTRONENMIKROSKOPEN.....	25
4	PRINZIP DER POSITRONENMIKROSONDE	26
4.1	DER BONNER FEINFOKUSPOSITRONENSTRAHL	26
4.2	PRINZIPIELLER AUFBAU	28
4.3	STRAHLERZEUGUNG	30
4.3.1	<i>Positronenstrahlerzeugungssystem</i>	30
4.3.2	<i>Elektronenstrahlerzeugungssystem.....</i>	34
4.4	STRAHLFORMUNG UND -FÜHRUNG	35
4.4.1	<i>Magnetische Linsen.....</i>	35
4.4.2	<i>Ablenkmagnet.....</i>	37
4.4.3	<i>Justier- und Korrekturlemente</i>	38
4.5	STRAHLNACHWEIS	40
4.5.1	<i>Elektronennachweis</i>	40
4.5.2	<i>Positronennachweis</i>	42
4.5.3	<i>Gammanachweis</i>	43
4.6	MODERATORPRÄPARATION	45
4.7	EINJUSTIEREN DER POSITRONENQUELLE	47
5	MESSUNGEN.....	51
5.1	ERSTE TESTS AUF EINEM TRANSMISSIONSELEKTRONENMIKROSKOP	51
5.2	AUFLÖSUNGSVERMÖGEN DES RASTERELEKTRONENMIKROSKOPS MIT DEM POSITRONENZUSATZ.....	51
5.3	WIRKUNG DER EINZELNEN JUSTIERELEMENTE	54
5.3.1	<i>Messungen.....</i>	54
5.4	WECHSEL DER TEILCHENART	56
5.5	STRAHLDURCHMESSER UND ZÄHLRATE DES POSITRONENSTRAHLS	57
5.5.1	<i>Messung.....</i>	57
5.6	DISKUSSION	59
6	LITERATURVERZEICHNIS	62

7	ANHANG A	66
8	DANKSAGUNG	68
9	LEBENS LAUF	70

2 Einleitung

Die Erkenntnisse aus der Physik der kondensierten Materie werden in zunehmendem Maße genutzt, um die Eigenschaften von Festkörpern gezielt für ihren Einsatz als Werkstoffe zu verändern. Dabei kommt den Gitterfehlern eine besondere Bedeutung zu, da sie fundamentale Werkstoffeigenschaften wie die elektrische Leitfähigkeit, die Härte und Festigkeit oder auch zum Beispiel optische Konstanten bestimmen. Ein technologisch wichtiger Prozeß wie zum Beispiel die Diffusion läuft in Metallen im allgemeinen über Sprungprozesse ab, bei denen Gitteratome in eine benachbarte Leerstelle springen.

Für die Erkennung und Analyse solcher Gitterfehler gibt es, neben den klassischen Methoden, eine Reihe von hochentwickelten Meßverfahren aus dem Bereich der Kernphysik, wie zum Beispiel die Magnetische Kernresonanz (NMR), die Myon-Spin-Rotation (μ SR) oder die Gestörte γ - γ -Winkelkorrelation (PAC).

Diese Methoden liefern allesamt sehr gute Informationen über Gitterfehler, allerdings stammen diese integral aus einem großen Bereich des Festkörpers. Eine Übersicht über die verschiedenen Techniken befindet sich in [Sch92, Ber92].

Eine sehr gute Ortsauflösung ($\approx 0,2\text{nm}$) liefern hingegen Aufnahmen aus der Transmissions-elektronenmikroskopie. Hier können z.B. Korngrenzen, Versetzungen oder Stapelfehler lokalisiert werden. Nulldimensionale Gitterfehler, d.h. atomare Fehlstellen, können mit dieser Meßmethode hingegen nicht untersucht werden. Außerdem ist eine sehr aufwendige Probenpräparation notwendig.

Die ideale Ergänzung zu diesen analytischen Methoden bietet die Anwendung der Positronen-annihilation, die bezüglich Fehlstellen auch auf atomarer Skala empfindlich ist und zudem eine zerstörungsfreie Untersuchungsmethode ohne großen präparativen Aufwand darstellt.

Dieses Verfahren beruht auf der Implantation von Positronen, die entweder direkt aus radioaktiven Nukliden stammen oder von monochromatischen, energievaren Positronenstrahlen geliefert werden. Letztere haben den Vorteil, daß über die Positronenenergie die Implantationstiefe, von der Oberfläche bis einige Mikrometer in die Probe, einstellbar ist. Bei beiden Techniken wird die Ortsauflösung durch den typischerweise millimetergroßen Durchmesser der Positronenquellen bzw. des Positronenstrahls limitiert. Mit den bisher üblichen Methoden erhält man daher nur Informationen aus großen Volumenbereichen.

Es gibt jedoch zahlreiche technische Anwendungen, in denen eine Erkennung von Gitterfehlern im Bereich von Mikrometern wünschenswert ist. So ergeben sich zum Beispiel durch Elektromigration bei voranschreitender Miniaturisierung in Leiterbahnen hohe Ausfallraten durch Porenbildung, deren Mechanismen bis heute nicht vollständig bekannt sind [Arz96]. Auch in der Chipherstellung kommt es bei der gängigen Dotierungsmethode mittels Ionenimplantation zu einer Schädigung der Halbleiter, deren typische Strukturen auch in diesen Größenordnungen liegen [Ber92].

Die Grundlagenforschung bietet ebenfalls ein weites Anwendungsfeld für eine Fehlstellenmeßmethode mit einer Mikrometerauflösung. So kommt es bei der Ermüdung kubisch flächenzentrierter Metalle zur Bildung geordneter Versetzungsmuster, sogenannter persistenter Gleitbänder. Die Versetzungsdichte variiert in diesen regelmäßigen Strukturen innerhalb weniger μm zwischen $5 \cdot 10^{15}/\text{m}^2$ und $2 \cdot 10^{12}/\text{m}^2$ [Bas92, Hol94].

Folglich muß es das Ziel sein, ortsauflösende Fehlstellenmeßmethoden zu entwickeln. Hier gibt es im Bereich der Positronenannihilation weltweit verschiedene Versuche, derartige Apparaturen aufzubauen. Diese sind meistens, aufgrund mehrerer hintereinandergeschalteter Abbildungssysteme, sehr groß und aufwendig. In der Literatur sind bisher keine nennenswerten Erfolge veröffentlicht worden. Die dort beschriebenen Projekte, die sich meistens noch im Aufbau befinden, wollen häufig ein Analogon zu einem Rasterelektronenmikroskop realisieren. Diese Art der Defektkartografierung bedingt allerdings trotz zum Teil sehr starker Quellen sehr lange Aufnahmezeiten; eine statistisch aussagefähige Aufnahme benötigt pro Bildpunkt eine Meßzeit von Minuten. Dies liegt zum einen an den geringen Intensitäten der Positronenstrahlen (höchstens 10^6 Positronen pro Sekunde im Vergleich zu mehr als 10^{13} Elektronen pro Sekunde bei Elektronenmikroskopen), zum anderen verschlechtert sich bei den benötigten Halbleiterdetektoren die Energieauflösung ab einer Zählrate von ca. 10kHz dermaßen, daß der eigentliche Meßeffect von der apparativen Auflösung zum Teil überdeckt wird.

Eine wesentliche Schwierigkeit liegt in den Dimensionen konventioneller Positronenquellen, bei denen Positronen nur mit einem großem Phasenraum, d.h. einem großen Produkt aus Impuls- und Raumkoordinaten, zur Verfügung stehen, welcher dann aufwendig und ineffektiv verkleinert werden muß.

Bisher angewendete Verfahren, die Ausdehnung der Positronenquellen durch Eintrocknen von Flüssigkeiten, in denen β^+ -Strahler gelöst sind, mit Hilfe von Ionentauscherreaktionen

oder durch Massentrennung stark zu reduzieren, scheiterten an der erreichbaren spezifischen Aktivität, wobei Selbstabsorptionseffekte die Leuchtdichte limitieren.

Hingegen konnte in Vorarbeiten zu diesem Projekt gezeigt werden, daß es durch ein geschicktes Aufdampfverfahren möglich ist, Positronenquellen mit hoher spezifischer Aktivität auch in kleinen Dimensionen ($\varnothing \approx 0,4\text{mm}$) herzustellen [Ton94]. Wenn sich der Phasenraum einer solchen Quelle in der gleichen Dimension wie der konventioneller Elektronenquellen von Elektronenmikroskopen befindet, sollte es möglich sein, in einem Laborgerät mit einer einstufigen Verkleinerung einen Feinfokuspositronenstrahl zu realisieren.

Aufgabe dieser Arbeit war es nun, das Funktionsmuster einer solchen, in ein Rasterelektronenmikroskop¹ integrierten, Positronenmikrosonde zu entwickeln, aufzubauen und zu testen. Das Problem langer Meßzeiten, welches eine Defektkartografierung im Sinne des Elektronenbildes unattraktiv macht, soll durch die Kombination eines rasternden Elektronen- mit einem feststehenden Positronenstrahl umgangen werden. Nur markante Stellen, die mit dem Elektronenstrahl in der Probenmorphologie auffindig gemacht wurden, sollen mit dem Positronenmikrostrahl untersucht werden.

¹Das Projekt wurde durchgeführt in Zusammenarbeit mit der Firma LEO Elektronenmikroskopie GmbH, Kooperation der Geschäftsbereiche Elektronenmikroskopie der Firmen Carl Zeiss, Deutschland und Leica, England.

3 Physikalische Grundlagen

In den letzten drei Jahrzehnten hat sich die Positronenannihilation zu einer wichtigen Untersuchungsmethode für Gitterfehler in kondensierter Materie entwickelt, z.B. um Leerstellen im thermodynamischen Gleichgewicht [Mai79, Mai83] oder Diffusionsprozesse [Lan90] zu untersuchen. Wegen ihrer geringen Masse sind Positronen sehr beweglich und können während ihrer Lebensdauer größere Volumen im Festkörper „absuchen“. Ihre Lebensdauer ist dabei bestimmt durch die Vernichtung mit Elektronen. Diese geht einher mit der Umwandlung der Ruhemassen in elektromagnetische Strahlung. Aufgrund dieser Eigenschaften kann man Positronen auch als „aktive interne Sonden“ [See89] bezeichnen. Die für diese Arbeit wichtigen Grundlagen der Positronenphysik im allgemeinen und insbesondere jene der energievariablen Positronenstrahlen sind in den folgenden Kapiteln dargestellt.

3.1 Positronen als Fehlstellensonden

3.1.1 Eindringtiefe

Die Eindringtiefe der Positronen in Festkörpern hängt von ihrer primären Energie und der Dichte des Materials ab. Daher muß man zwischen Positronen aus dem β -Spektrum von Isotopen ($E_{\max} \sim 500\text{keV}-2\text{MeV}$) und Positronen aus monoenergetischen Strahlen unterscheiden. Die Literatur gibt für die verschiedenen Energiebereiche zahlreiche Formeln, Monte Carlo Simulationen und Näherungen an, auf die an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden soll [Sch88, Pus94].

Eine Näherungsformel, für die in dieser Arbeit genutzten Energien bis 30keV , ergibt für Positronen mit der Energie E eine mittlere Eindringtiefe von

$$\bar{z} = A \cdot E^n.$$

Dabei ist A eine von der Dichte des Festkörpers abhängige Größe, n hingegen wurde empirisch bestimmt. Eine Übersicht über typische Werte befindet sich in [Pus94]. Für verschiedene ausgewählte Materialien ergibt sich in guter Übereinstimmung mit gemessenen Daten [Veh87, Mil78, Bra77] folgender Verlauf (Abbildung II.1).

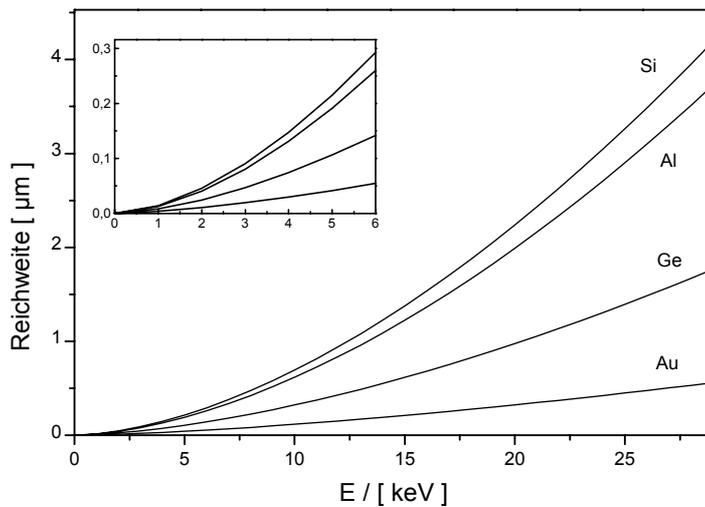


Abbildung 3.1: Mittlere Reichweite von Positronen mit Energien bis 30keV in ausgewählten Materialien [Män96], berechnet nach [Pus94].

3.1.2 Thermalisierung

Aufgrund der geringen Intensitäten üblicherweise verwendeter Quellen befindet sich immer nur ein Positron gleichzeitig im Festkörper. Aufgrund der Fermi-Verteilung können diese *einzelnen* Positronen - im Gegensatz zu Elektronen - ihre gesamte Energie bis hinunter zu der thermischen Energie $E_{th}=3/2k_B T$ verlieren (bei Raumtemperatur ist $E_{th}\approx 1/25eV$). Die Zeit, die ein Positron benötigt, um seine Energie vollständig abzugeben, beträgt ca. $3 \cdot 10^{-12}$ sec [Lee55] und macht somit nur einen Bruchteil seiner mittleren Lebensdauer in Festkörpern (ungefähr $1,5 \cdot 10^{-10}$ sec) aus. Eine detaillierte Übersicht von Positronenlebensdauern in verschiedenen Materialien befindet sich z.B. in [Wes73].

Je nach Positronenenergie tragen dabei verschiedene Mechanismen hauptsächlich zum Energieverlust bei. Die folgende Tabelle II.1 gibt einen kurzen Überblick über die in bestimmten Energiebereichen dominierenden Prozesse.

Energiebereich	dominante Wechselwirkung	Zeiten/sec
$\geq 100\text{keV}$	inelastische Streuung an Rumpfelektronen	$\leq 10^{-15}$
$\leq 100\text{keV} - \sim 500\text{eV}$	inelastische Streuung an Valenzelektronen	$\leq 10^{-15}$
$\sim 1\text{keV} - \sim \text{einige eV}$	Anregung von Elektron/Loch Paaren	$\leq 10^{-13}$
einige eV	Anregung von Plasmonen	$\sim 2 \cdot 10^{-13}$
$\geq E_{\text{th}}$	inelastische Streuung an Phononen	$\sim 3 \cdot 10^{-12}$

Tabelle 3.1: Dominante Mechanismen des Energieverlustes und dafür benötigte Zeiten, bis Positronen in Metallen auf thermische Energie abgebremst sind [Nie80,Rit59, Lee55, Per70, Pus94].

3.1.3 Diffusion

Thermalisierte Positronen diffundieren im thermischen Gleichgewicht durch den Festkörper [Kub75], bis sie mit einem Elektron annihilieren. Während ihrer Lebensdauer bewegen sich die Positronen dabei durch einen Bereich von bis zu 200nm. Dies ergibt sich aus den typischen Diffusionskonstanten D_+ von $0,5\text{-}2\text{cm}^2/\text{s}$ [See87, Sch85]. Die Diffusion kann durch einen „random walk“ beschrieben werden, charakterisiert durch die mittlere freie Weglänge eines Positrons von 5-10nm. Die thermalisierten Positronen streuen dabei hauptsächlich an akustischen Phononen [Wes73]. Ebenso können die Positronen während der Diffusion Wechselwirkungen mit Inhomogenitäten im Festkörper (z.B. Fehlstellen) erfahren. Unter der Voraussetzung, daß die Positronen tief genug implantiert wurden, um nicht zurück an die Oberfläche zu gelangen, lautet die Diffusionsgleichung unter Berücksichtigung des Einfangs an Inhomogenitäten im Festkörper [Lyn83]:

$$\frac{\partial n(\vec{r}, t)}{\partial t} = D_+ \nabla^2 n(\vec{r}, t) - \frac{n(\vec{r}, t)}{\tau}$$

mit: n Positronendichte
 D_+ e^+ -Diffusionskonstante
 τ^{-1} Wahrscheinlichkeit pro sec für Annihilation bzw. Einfang in einer Haftstelle.

Diese Gleichung ist unter speziellen Randbedingungen lösbar.

3.1.4 Zerstrahlung im Festkörper

Bei der Zerstrahlung von Positron und Elektron wird die Masse der beiden Teilchen als Energie $E=2m_e c^2$ frei. Dabei kommt es im Schwerpunktsystem zu einer Zerstrahlung unter

180° in zwei Gamma-Quanten von je 511keV. Der Zerfall in drei oder mehr Gamma-Quanten ist möglich, allerdings sehr viel unwahrscheinlicher (z.B. beim Zerfall in drei Gamma-Quanten um Faktor 1/370). Aufgrund der Impulserhaltung ist bei der sehr seltenen Annihilation in ein Gamma-Quant die Anwesenheit eines Kerns nötig [Wes73].

Neben der Zerstrahlung kann auch ein gebundener Zustand zwischen Positron und Elektron gebildet werden, der als Positronium bezeichnet wird. Dies ist ein dem Wasserstoff ähnliches System mit einem Radius von ca. 0,1nm und einer Bindungsenergie von -6,8eV. Je nach Spinorientierung beider Teilchen zerstrahlt das Positronium in zwei oder drei Gamma-Quanten. Der drei Gamma-Zerfall, für den die Spins parallel zueinander stehen müssen, ist jedoch in Materie durch Pick-Off-Prozesse stark unterdrückt. Unter diesen versteht man die direkte Zerstrahlung des Positrons mit einem Elektron der Umgebung mit antiparalleler Spinstellung.

Bei Metallen und Halbleitern überwiegt die Zerstrahlung in zwei Gamma-Quanten, zumal die Bildung von Positronium hier bisher nicht beobachtet wurde [Hel64]. Typische Positroniumbildner hingegen sind Isolatoren wie Quarz und Ionenkristalle, aber auch organische Flüssigkeiten und Polymere [Dup83].

In einem Festkörper erfährt das Positron aufgrund seiner positiven Ladung eine repulsive Kraft von den Atomrümpfen und befindet sich daher im Zwischengitter. Auf seinem großen Diffusionsweg ist das Positron sehr sensitiv auf Haftstellen. So werden bei einer Fehlstellenkonzentration von 10^{-6} pro Atom schon 10% aller Positronen eingefangen [Hau95]. Diese hohe Sensitivität läßt sich anschaulich an dem einfachen Potentialbild einer Fehlstelle darstellen.

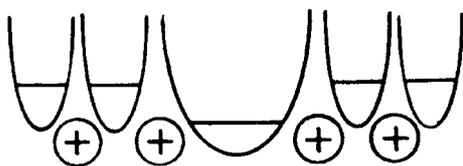


Abbildung 3.2: Schematisches Bild der Potentialdifferenz zwischen dem freien Zustand von Positronen und dem gebundenen Zustand an einem Gitterfehler. Das Positron bleibt aufgrund seiner im Vergleich zur Potentialtiefe (bis zu einigen eV) kleineren thermischen Energie bis zu seiner Zerstrahlung mit hoher Wahrscheinlichkeit gebunden

[Sch88].

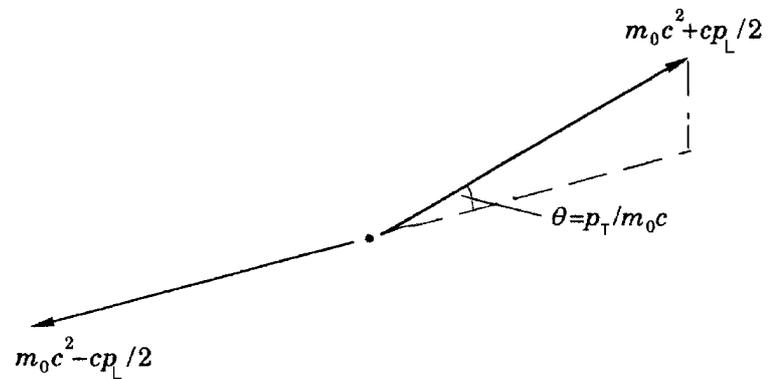
Die Potentialtiefen typischer Haftstellen (Leerstellen) betragen einige eV [Sch88]. Aufgrund der sehr viel geringeren thermischen Energie bleibt ein Positron nach dem Einfang in eine solche Haftstelle bis zur Zerstrahlung gebunden. Rechnungen und theoretische Ansätze für Positronen in Haftstellen finden sich ausführlich z.B. in [Hod70, Pus90, Hau95].

Die Zerstrahlung erfolgt im ungestörten Gitter sowohl mit Valenz- als auch mit Rumpfelektronen. In einer Fehlstelle hingegen ist die Anzahl der Rumpfelektronen stark reduziert und die Wahrscheinlichkeit der Annihilation verschiebt sich zugunsten der Valenzelektronen [Mac67].

3.1.5 Einfluß der elektronischen Umgebung auf die Zerstrahlungsquanten

Bei der Zerstrahlung in zwei Gamma-Quanten ergeben sich im Laborsystem, wie in Abbildung II.3 dargestellt, Abweichungen zum Schwerpunktsystem.

Abbildung 3.3: Die Zerstrahlung von einem Positron-Elektron-Paar im Laborsystem in 2γ . Die Energieverschiebung und die Abweichung von der Kollinearität im Schwerpunktsystem bewirkt hauptsächlich der Elektronenimpuls. Das



thermalisierte Positron liefert aufgrund seiner geringen Energie einen vernachlässigbaren Impulsbeitrag.

Weil das Positron lediglich thermische Energie besitzt, wird der Gesamtimpuls des Positron-Elektron-Paares hauptsächlich durch den Elektronenimpuls bestimmt. Dessen longitudinale Impulskomponente führt zu einer meßbaren Dopplerverschiebung der Annihilationsquanten von $E_\gamma = m_e c^2 \pm 1/2 p_L c$. Typische Werte dafür sind $\Delta E = 1/2 p_L c \sim 5 \cdot 10^{-3} m_e c^2 \approx 2,5 \text{ keV}$ [Wes95].

Neben der Dopplerverschiebung kommt es - bedingt durch die Transversalkomponente - noch zu einer Abweichung der Kollinearität um $\Theta = p_T/m_e c$. Die in einer Positronenhaftstelle reduzierte Elektronendichte führt desweiteren zu einem Anstieg der Positronenlebensdauer.

Im ungestörten Kristall kann das Positron sowohl mit Rumpf- als auch Valenzelektronen zerstrahlen. In einer Positronenhaftstelle hingegen ist die lokale Elektronendichte durch fehlende Atomrümpfe an Elektronen mit großen Impulsbeiträgen verarmt.

Aus den Messungen der Dopplerverschiebung bzw. Winkelabweichung der Annihilationsquanten oder denen der Positronenlebensdauer lassen sich somit Informationen über den Typ der Positronenhaftstellen erhalten. Zur Beschreibung der Einzelheiten bei Messungen der Winkelabweichung bzw. der Lebensdauer sei auf die Literatur verwiesen [Hau79].

3.1.6 Nachweismethode mit Hilfe der Dopplerverbreiterung

Die Messung der Dopplerverbreiterung der 511keV Gamma-Linie erfolgt mit Germanium-Detektoren, die eine sehr gute Energieauflösung aufweisen ($\approx 1,3\text{keV}$ bei 511keV). Diese liefern somit eine ausreichende Genauigkeit für den Nachweis des Meßeffekts, der in der gleichen Größenordnung liegt. Die Abbildung II.4 zeigt den üblichen Standardmeßaufbau.

Abbildung 3.4: Meßaufbau für die Untersuchung der Dopplerverschiebung von γ -Quanten [Sch92].

Die Auswertung der Energiespektren erfolgt über den sogenannten S-Parameter, den MacKenzie erstmals einführte [Mac70]. Befindet sich das Positron zum Beispiel in einer Leerstelle, so reduziert sich die Wahrscheinlichkeit, mit einem Rumpfelektron zu zerstrahlen. Die Dopplerverbreiterung der 511keV Linie wird somit relativ schmal; genau jene Elektronen fehlen, die eine Aufenthaltswahrscheinlichkeit nah am Kern und somit einen großen Impulsbetrag haben.

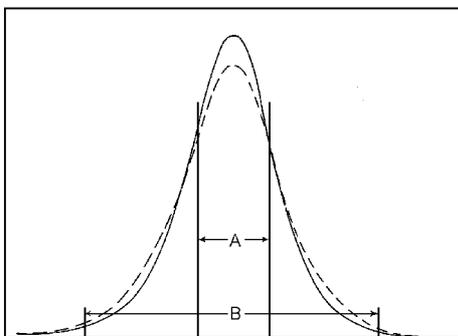


Abbildung 3.5: Schematisches Energiespektrum mit der Unterscheidung zwischen gebundenem Positron (—) und freiem Positron (- - -) [Mac83]. Die Halbwertsbreite (FWHM) zeigt in beiden Fällen keine wesentliche Änderung. Die Fenster für den S-Parameter werden so gewählt, daß $S=A/B\approx 0,5$ ist [Mac70].

3.1.7 Nachweismethode mit Hilfe der Rückdiffusion

Positronen, die nicht zu tief im Festkörper implantiert sind, können zur Oberfläche zurückdiffundieren. Die Rückdiffusionsrate läßt sich einfach über das Energiespektrum der Zerfallsquanten, das in Abbildung II.6 dargestellt ist, nachweisen. Der 3S Zustand des Positroniums, bei dem die Teilchenspins parallel zueinander stehen, annihiliert in drei Gamma-Quanten mit einem kontinuierlichen Energiespektrum; der zwei Gamma-Zerfall des Positrons innerhalb des Materials hingegen ist durch die diskrete Energieaufteilung in zwei 511keV Gamma-Quanten charakterisiert.

So ist es durch Messung der Rückdiffusionsrate in Abhängigkeit der Positronenenergie möglich, Informationen über die Oberfläche, oberflächennahe Grenzschichten bzw. Fehlstellen dicht unter der Oberfläche zu erhalten [Lyn79]. Bei der Messung nutzt man aus, daß Positronium innerhalb von Metallen und Halbleitern nicht existiert [Hel64], es sich aber sehr wohl an deren Oberfläche bilden kann [Mil78].

Im Gegensatz zu dem S-Parameter bei den Messungen der Dopplerverschiebung wird als Maß für die Rückdiffusionsrate das Verhältnis von Photopeak zu Gesamtspektrum bis zur Comptonkante benutzt [Can95].

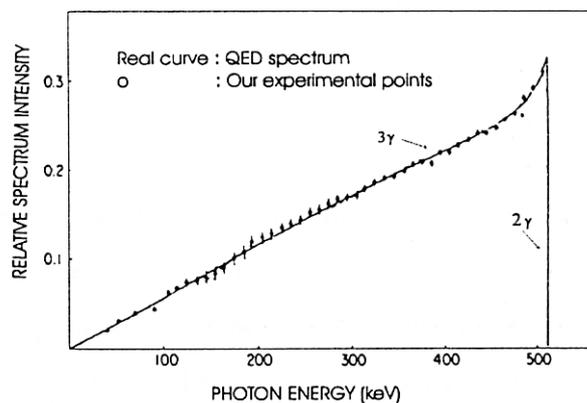


Abbildung 3.6: Die kontinuierliche Energieverteilung der 3γ -Quanten des 3S Zustand von Positronium im Vergleich zur diskreten Energieverteilung beim 2γ Zerfall [Sch88].

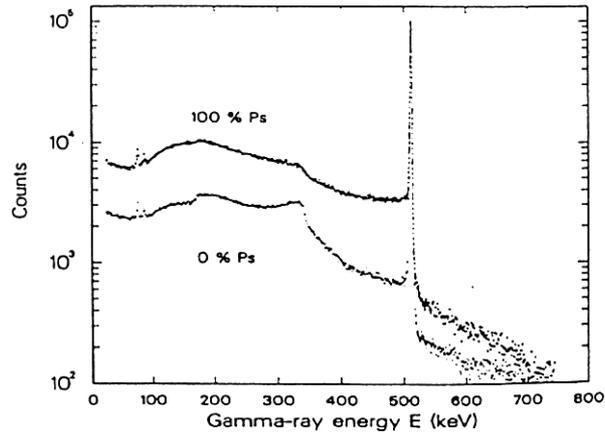


Abbildung 3.7: Das mit einem Germanium-Detektor gemessene Annihilationsspektrum für zwei verschiedene Situationen: 0% und 100% Positronium. Durch die kontinuierliche Energieverteilung beim 3γ -Zerfall ergibt sich ein Ansteigen der Zählrate zwischen der Comptonkante und der 511keV Linie [Sch88].

3.2 Energievariable Positronenstrahlen

3.2.1 Grundlagen

Für tiefenempfindliche Fehlstellenuntersuchungen benötigt man monoenergetische Positronen mit variabler Energie. Ein effektives Verfahren zur Erzeugung ist die sogenannte *Moderation*. Darunter versteht man den Prozeß, bei dem das kontinuierliche β^+ -Spektrum radioaktiver Quellen zum Teil in langsame, monoenergetische Positronen mit geringer Energieunschärfe umgewandelt wird. Die Positronen werden in das Moderatormaterial implantiert, thermalisieren (Kapitel II.1.2) und diffundieren anschließend im Material (Kapitel II.1.3). Ein gewisser Anteil der Positronen erreicht hierbei vor der Zerstrahlung die Oberfläche des Moderators.

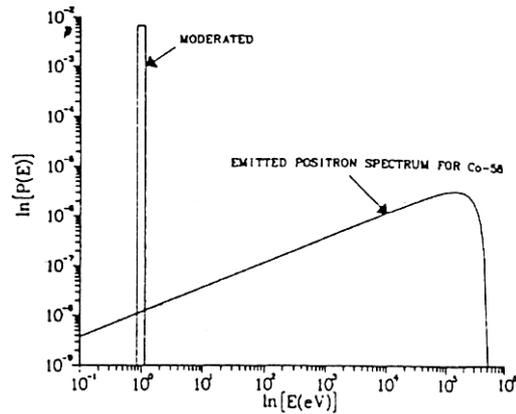


Abbildung 3.8: Vergleich zwischen dem Energiespektrum von ^{58}Co mit und ohne Moderator. Von einem Moderator werden monoenergetische Positronen emittiert [Sch88].

Besitzt der Moderator eine für Positronen negative Austrittsarbeit Φ , so können die Positronen mit einer bestimmten Energie von wenigen eV und einer sehr kleinen Energieunschärfe von einigen 10meV senkrecht zur Oberfläche ins Vakuum emittiert werden. Dort können sie dann mit elektrischen Feldern auf beliebige Energie beschleunigt werden [Sch88]. Eine negative Austrittsarbeit findet man in einer Reihe von Metallen wie z.B. W, Mo, Al, Ni, Au. Eine umfangreiche Übersicht mit den entsprechenden Austrittsarbeiten befindet sich in der Literatur, zum Beispiel hat das im vorliegenden Fall verwendete Wolfram eine Austrittsarbeit von 2,6eV mit einer Energieunschärfe von 75meV [Fis86, Dal80].

Die Effizienz der Moderation, d.h. die Anzahl der moderierten Positronen im Verhältnis zu denen aus dem β^+ -Spektrum, liegt im Bereich 10^{-3} - 10^{-4} und ist stark abhängig von der Art und Reinheit des Materials und dessen Oberfläche [Dal80]. Verunreinigungen bewirken eine Reduktion der Positronendiffusionslänge und dadurch eine verminderte Rückkehrwahrscheinlichkeit zur Oberfläche. Verunreinigungen und Rauigkeit der Oberfläche führen ihrerseits zu einer Vergrößerung der Energieunschärfe und zur Bildung von Positronium.

Moderatormaterialien mit den höchsten Effizienzen ($\approx 5 \cdot 10^{-3}$) sind die festen Edelgase. Aufgrund der großen Bandlücke zwischen Valenz- und Leitungsband (z.B. $E_G=11,6\text{eV}$ bei festem Krypton [Gru90]) thermalisieren die Positronen hier nicht vollständig und werden daher mit einer größeren Energieunschärfe von einigen eV emittiert.

Um eine möglichst hohe Ausbeute an Positronen zu erzielen, müssen folgende Kriterien² vom Moderator material erfüllt werden:

- große Stoppdichte, um Positronen oberflächennah zu thermalisieren (die Eindringtiefe sollte in der gleichen Größenordnung wie die typische Diffusionslänge sein),
- sehr reines und sehr defektarmes Material, damit die Diffusionslänge vergleichbar der im idealen Gitter wird,
- inerte Oberfläche (eine Oberflächenoxidation vergrößert die Energieunschärfe ΔE bzw. begünstigt die Bildung von Positronium)

An die verwendeten radioaktiven Isotope ergeben sich für eine optimale Moderation folgende Ansprüche. Auf die Positronenerzeugung durch Paarbildung oder Online-Kernreaktion sei an dieser Stelle allerdings auf die Literatur verwiesen [Tri95].

- geringe max. Energie der Positronen (geringe Implantationstiefe im Moderator),
- günstige e^+ Verzweungsverhältnisse (hohe Ausbeute an Positronen),
- lange Halbwertszeit (seltener Quellenwechsel),
- trägerfreie Verkleinerung (geringe Selbstabsorption).

Typische, sogenannte langsame Positronenbeschleuniger haben einen Strahldurchmesser von 1-6mm [Sch88]. Um mit Positronenstrahlen orts aufgelöste Defektuntersuchungen im μm Bereich durchführen zu können, muß man den Strahldurchmesser entscheidend verkleinern.

Ein Gütemaß für ortsauflösende Strahler ist die Richtstrahlcharakteristik bzw. der Richtwert R , der für die Elektronenmikroskopie schon sehr früh eingeführt wurde [Dos40]. Eine für Positronen sinnvolle Darstellung lautet

$$R \propto \frac{1}{A \cdot E \cdot \Omega}$$

² Diese Kriterien gelten hauptsächlich für Reflexionsmoderatoren. Bei Transmissionsmoderatoren (die Positronen treten hier auf der der Quelle gegenüberliegenden Seite aus) sind die Kriterien jedoch ähnlich.

mit A Positronen emittierende Fläche,
 E Energie der Positronen,
 Ω Raumwinkel, in den Positronen emittiert werden.

Diese Darstellung unterscheidet sich hauptsächlich durch die Nichtberücksichtigung der Strahlintensität, wie ansonsten in der Elektronenmikroskopie üblich. Aufgrund der geringen Anzahl von Positronen in diesen Strahlen ist die Reduktion auf die Energie und den Phasenraum (Produkt aus Raum- und Impulskoordinaten) sinnvoll. In den Richtwert R geht der Satz von Liouville [Gol89] ein. Dieser besagt, daß das Volumen im Phasenraum zeitlich konstant bleibt, solange nur konservative Kräfte wirken.

Weil bei üblichen Positronenquellen die emittierende Fläche typischerweise einige mm groß ist und diese eine hohe Strahldivergenz (Emission der Positronen in einen großen Raumwinkel) aufweisen, haben diese einen schlechten Richtwert. Es gelingt nicht, sie mit elektrischen bzw. magnetischen Feldern direkt in den Mikrometer-Bereich zu verkleinern [Can95a].

Das Prinzip der Moderation führt allerdings nichtkonservative Kräfte ein, so daß es möglich wird, Positronenstrahler mit einem Phasenraum zu erzeugen, der dem von Elektronenquellen in Elektronenmikroskopen vergleichbar ist. Dazu gibt es zwei verschiedene Möglichkeiten der Realisierung: die mehrfache Verkleinerung von Positronenquellen (*Remoderation*) oder die Verwendung geschickter Moderatorgeometrien in Kombination mit kleinen Positronenquellen.

Bei der Remoderation handelt es um einen mehrstufigen Prozeß, der erstmals von Mills vorgeschlagen wurde [Mil80]. Nach der ersten Moderation werden die Positronen auf eine feste Energie E beschleunigt und mit einer Linse auf einen zweiten Moderator fokussiert. Dieser ist als eine dünne Folie ausgearbeitet, deren Dicke auf die Positroneneindringtiefe so abgestimmt ist, daß diese oberflächennah thermalisieren und zum Teil reemittiert werden. Dadurch ist es möglich, die emittierende Fläche um Faktor zehn und den Raumwinkel um $\sim 1/3$ zu verkleinern. Das Verfahren kann mehrfach hintereinander durchgeführt werden, allerdings liegt der Verlust an primär moderierten Positronen zwischen 50% und 95% [Sch88, Bra88a]. Die Strahlverkleinerung durch die Remoderation benötigt daher, neben sehr aufwendigen Apparaturen, große Quellstärken oder führt zu sehr langen Meßzeiten.

Die Nachteile der mehrfachen Verkleinerung zur Phasenraumreduzierung treten bei der Kombination eines miniaturisierten Reflexionsmoderators mit einer kleinen Positronenquelle

nicht auf. Die Erzeugung solcher Positronenquellen wird in [Ton94] beschrieben. In dieser Arbeit wird gezeigt, daß man in Germanium durch Beschuß mit Protonen bzw. Deuteronen das Isotop ^{74}As erzeugen und dieses durch eine kleine Blende auf Flächen mit $\varnothing \leq 330\mu\text{m}$ dampfen kann. Das Germanium liegt sehr rein vor und durch den großen Dampfdruckunterschied von 10^9 [Mai70] liefert dieses Verfahren das Nuklid trägerfrei auf kleinstem Raum. Damit reduziert sich die Selbstabsorption auf ein Minimum. Die Weiterentwicklung dieses Verfahrens zur Verdampfung von β -aktiven Natriumisotopen (^{22}Na bzw. ^{24}Na) aus Reinstaluminium, wird in [Ton97] dargestellt.

Bei dem in der vorliegenden Arbeit verwendeten, miniaturisierten Reflexionsmoderator besteht der moderierende Teil aus einer Bohrung mit einem Durchmesser von $400\mu\text{m}$ in einer Wolframeinkristallscheibe von 1mm Dicke.

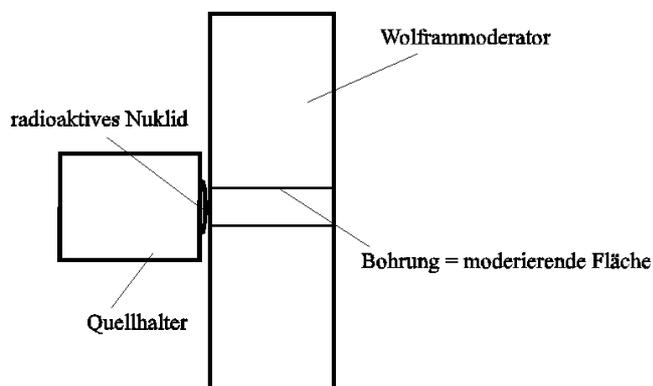


Abbildung 3.9: Kombination einer trägerfreien Positronenquelle mit einem miniaturisierten Reflexionsmoderator ($\varnothing=400\mu\text{m}$) zur Erzeugung langsamer Positronen mit kleinem Phasenraum. Die Quelle befindet sich so vor der Bohrung, daß moderierte Positronen nur aus der Mantelfläche emittiert werden [Ton97].

Nach dem heutigen Stand der Technik können in Wolfram Löcher bis zu einem kleinsten Durchmesser von nur $100\mu\text{m}$ gebohrt werden³. Durch die kleine emittierende Fläche und die geringe Energieunschärfe von lediglich 75meV ist es möglich, den Phasenraum der emittierten Positronen soweit einzuschränken, daß er dem von Elektronen aus gängigen Elektronenmikroskopquellen sehr ähnlich wird. Eine einfache Abschätzung zeigt, daß der Phasenraum des oben dargestellten Systems nur ungefähr doppelt so groß ist, als jener von Elektronen aus einer Wolfram Haarnadelkathode⁴ ($\varnothing_{\text{CO}} \approx 50\mu\text{m}$, $\Delta E \approx 1\text{eV}$ [Rei77]).

³ Gut gelungene Testbohrungen dieser Dimension wurden von der Firma Frey, Walkenriederstr. 19, 12347 Berlin angefertigt.

⁴ Die Dimension einer Elektronenquelle in einem Elektronenmikroskop wird über den ersten gemeinsamen Kreuzungspunkt aller Teilchen, dem Cross-Over, definiert.

3.2.2 Stand der Forschung

Der Begriff einer Mikrosonde leitet sich von einem Teilchenstrahl ab, mit dem orts aufgelöste Messungen im Mikrometer-Bereich durchgeführt werden können. In der Literatur findet man verschiedene Ansätze, um eine solche Ortsauflösung mit Positronenstrahlen zu realisieren. Sie unterscheiden sich hauptsächlich in der Art der Strahlerzeugung, d.h. durch die Quellgröße und die Art der Positronenmoderation.

Die orts aufgelöste Fehlstellenspektroskopie mit radioaktiven Quellen kleiner Dimension wird hier nur der Vollständigkeit halber erwähnt. Bei diesen Geräten befinden sich keinerlei strahlbeeinflussende Elemente im Strahlengang. Probe und Quelle befinden sich meist in direktem Kontakt. Die Ortsauflösung ist bestimmt durch die kleinen Ausmaße der radioaktiven Quellen. Die Auflösung dieser Apparaturen liegt bei 0,5 bis 2mm [Col82, Hug95, Yam95].

An Projekten, die auf dem Prinzip der Remoderation basieren, arbeiten weltweit verschiedene Gruppen. Im folgenden sollen die aus der Literatur bekannten Projekte, die sich derzeit überwiegend in der Aufbauphase befinden, kurz zusammengestellt werden.

Den Effekt der Reemission aus Materialien mit negativer Austrittsarbeit nutzen sowohl Hulett et al. [Hul95] als auch Brandes et al. [Bra88] in einem Positronen-Reemissions-Mikroskop (PRM) gleich zweifach aus. Neben der Strahlerzeugung durch Remoderation beschreiben beide Arbeitsgruppen hauptsächlich die mögliche Untersuchung von dünnen Metallfolien. Die auftreffenden Positronen diffundieren durch die dünnen Folien und der Anteil der auf der gegenüberliegenden Seite reemittierten Positronen wird nachbeschleunigt und mit Hilfe von Mikrochannelplates orts aufgelöst nachgewiesen. Befinden sich auf der Diffusionsstrecke Defekte, so erkennt man dies an einer Reduktion der Intensität. Diese Methode ist prinzipiell auf dünne Folien von Metallen mit negativer Austrittsarbeit (W, Cu, Ni) limitiert. Nach einer zweistufigen Moderation gibt Brandes et al. einen Strahldurchmesser von 20 μ m an und erzielt mit Hilfe einer Bildnachbearbeitung bei einem Testlauf eine Auflösung von 0,3 μ m.

Die Positronen als abbildende Teilchen beschreibt auch van House et al. [Van88]. In einem Transmission-Positron-Microscope (TPM) wird die Probe von einem Positronenspot mit 1,7mm Durchmesser beleuchtet. Der Strahl der durchfliegenden Positronen wird danach mit einem Projektiv vergrößert und die Autoren erwarten eine Ortsauflösung von 1,6 μ m. Durch die Transmission ist die Anwendung der TPM ebenfalls auf sehr dünne Folien als Proben

beschränkt. Außerdem liefert sie, bedingt durch die hohe Energie, ähnliche Ergebnisse, wie sie aus der Transmissionselektronenmikroskopie bekannt sind.

Neben dem PRM beschreibt Brandes et al. noch die Konstruktion eines Scanning-positron-microbeam (SPM) [Bra88a]. Zur Verkleinerung wird neben der Remoderation noch eine zweistufige elektrostatische Linse verwendet. Weil in dieser Apparatur mit den Positronen eine Kartografierung der Fehlstellenverteilung in der Probe angestrebt wird, geben die Autoren trotz einer 90mCi ^{58}Co Quelle als typische Aufnahmezeit ca. 3,5h an. Mit Simulationsrechnungen erhalten sie für einen ersten Aufbau einen Strahldurchmesser von $10 \times 50 \mu\text{m}$.

Ebenfalls ein SPM beschreibt Triftshäuser et al. [Tri95]. Dieses Projekt will einen Strahldurchmesser von ca. $1 \mu\text{m}$ bei einem Energiebereich zwischen 1keV und 30keV und einem Rasterfeld von $0,6 \times 0,6 \text{mm}^2$ erreichen. Dafür werden neuartige elektronenoptische Elemente entwickelt [Uh95]. Die Quelle basiert auf den Positronen, die hochenergetische Gammaquanten durch Paarbildung erzeugen. Die Gammaquanten werden im Reaktor indirekt über die Reaktion $^{113}\text{Cd}(n, \gamma)^{114}\text{Cd}$ erzeugt. Die Paarbildung geschieht in einer dünnen Wolframfolie, die gleichzeitig Konverter und erste Moderatorstufe darstellt. Um Oberflächenabbildungen möglich zu machen, ist in die Apparatur zusätzlich ein Elektronenstrahl implementiert.

Durch Einfang langsamer Reaktorneutronen wird bei Seijbel et al. die Positronenquelle ^{64}Cu aus ^{63}Cu mit einer Positronenintensität von $10^9 \text{e}^+/\text{s}$ erzeugt [Sei95]. Der remodernierte Positronenstrahl soll über einen Ablenkmagneten in ein Standardelektronenmikroskop gelangen, um damit nochmals verkleinert auf die Probe abgebildet zu werden. Der Magnet befindet sich im direkten Strahlengang der Elektronen und muß bei jedem Wechsel der Teilchenart auf verschiedene Einstellungen ummagnetisiert werden. Mit Hilfe des Elektronenbilds erhält man topologische Detailinformationen über die Probe, deren Defektstruktur man dann mit dem Positronenstrahl untersuchen will. Geplant ist eine Sondengröße von 100nm bei einer Intensität von $\sim 10^6 \text{e}^+/\text{s}$. Der geringe Verlust von nur Faktor 1000 bei der Remoderation steht allerdings im krassen Widerspruch zur Literatur (Kap.II.2.1).

Die Verwendung eines Standardelektronenmikroskops beschreibt auch Hitachi [Hit92]. Als Strahlerzeugersystem wird eine konventionelle Geometrie Quelle-Transmissionsmoderator

verwendet. Durch die laterale Ausdehnung der ^{22}Na -Quelle und eine Energieunschärfe des Al-Moderators von etwa 1eV ist der Phasenraum des Strahlerzeugers wesentlich größer als jener einer Elektronenquelle. Das Gerät basiert auf der Einkopplung von Elektronen und Positronen in das Strahlführungssystem eines Standardmikroskops. Das Fokussieren beider Strahlen auf dasselbe Objektdetail soll über Rückrechnung und entsprechende on-line Korrekturen gewährleistet sein. Diese Korrekturen erscheinen aufgrund von Linsenfehlern, Justierungenauigkeiten und weiteren Instabilitäten (z.B. Stromquellen) sehr schwierig. Die Funktionalität der beschriebenen Apparatur ist anhand der Literatur nicht zu beurteilen, zumal bislang, bis auf die vorliegende Patentschrift, keine wissenschaftliche Veröffentlichung an oder mit diesem Gerät vorliegt.

Es handelt sich bei den beschriebenen Projekten meistens um sehr große Anlagen. Bedingt durch das Prinzip der Remoderation und die dadurch notwendigen hohen Quellstärken wird häufig die Verfügbarkeit eines Reaktors oder Beschleunigers vorausgesetzt. Mit Ausnahme einiger Testläufe und den Positronen-Reemissions-Mikroskopen ist bisher keine Defektspektroskopie mit einer Positronenmikrosonde vorgestellt worden.

3.3 Bildentstehung in Rasterelektronenmikroskopen

Die De Broglie Wellenlänge für Materie lautet allgemeingültig: $\lambda=h/p$. Für Elektronen ergibt sich eine einfache Näherung: $\lambda_e[\text{nm}]\approx 1,226\cdot E_0^{-1/2}$ mit E_0 in [eV]. Diese errechnet sich zum Beispiel bei einer Energie von 30keV zu $\approx 7\text{pm}$ und ist daher bei der Abbildung mit Elektronen nicht limitierend.

Für die Bildentstehung in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) ist hingegen ein Verständnis der einzelnen Elektronen-Strahlgruppen und ihr Verhalten in der Probe wichtig. Ähnlich wie die Positronen, werden die Elektronen in einem Festkörper elastisch und inelastisch gestreut. Dabei unterscheidet man zwei Arten von Strahlen. Die Primärelektronen (PE) erzeugen bei der inelastischen Streuung niederenergetische Elektronen, sog. Sekundärelektronen (SE). Hierzu zählt man alle Elektronen mit $E\leq 50\text{eV}$. Diese Elektronen haben einen sehr kleinen Diffusionsweg und können nur aus sehr oberflächennahen Schichten ($\leq 10\text{nm}$) austreten. Diese SE Elektronen machen vor allem eine Abbildung der Proben topographie möglich.

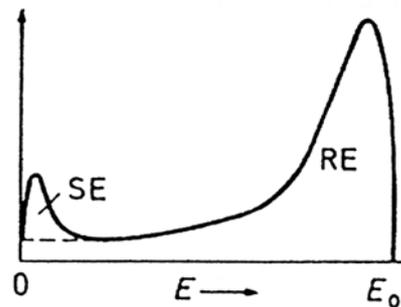


Abbildung 2.11: Schematische Energieverteilung der Sekundärelektronen (SE) und der rückgestreuten Primärelektronen (RE) [Rei77].

An Atomkernen gestreute Primärelektronen, sogenannte Rückstreuelektronen (RE), können die Probe aus sehr viel tieferen Ebenen verlassen. Ihre Intensität ist damit ein Maß der Rückstreuwahrscheinlichkeit und kann für Abbildungen des Materialkontrasts benutzt werden.

Die gute Ortsauflösung der REM ist hingegen durch den Strahldurchmesser der Primärelektronen und die Schichtdicke der austretenden Sekundärelektronen bestimmt. Apparativ wird sie durch die energieabhängigen optischen Eigenschaften der magnetischen Linsen, der

statistischen Auslösung von Sekundärelektronen und anderen Einflüssen wie Schwingungen im elektronenoptischen System und der Probenhalterung, zum Beispiel verursacht durch Vakuumpumpen, beeinflusst.

Für hohe Energien bis zu einigen 10keV erhält man dadurch Auflösungsgrenzen von ungefähr 4nm, unterhalb 10 keV verschlechtert sich die Auflösung und liegt in einem Bereich von 20nm [Leo960].

4 Prinzip der Positronenmikrosonde

4.1 Der Bonner Feinfokuspositronenstrahl

Um mit der Positronenannihilation eine Ortsauflösung im Mikrometerbereich zu ermöglichen, wird eine Positronenmikrosonde in ein Rasterelektronenmikroskop integriert. Dabei nutzt man aus, daß Elektronen und Positronen das gleiche Verhältnis von Ladung zu Masse haben. Weiterhin ist es gelungen, den Phasenraum der Positronen durch das miniaturisierte Quelle-Moderator-System so reduzieren, daß er der Charakteristik einer Elektronenquelle sehr ähnlich wird (Kapitel II.2.1 bzw. Kapitel III.3.2.). Daher kann man für beide Teilchensorten dieselben Bauteile der Strahlführung und -formung verwenden, d.h. man kann auf bekannte Komponenten der Standardelektronenmikroskopie zurückgreifen. Dem unterschiedlichen Vorzeichen der Teilchen wird dadurch Rechnung getragen, daß man Elektronen und Positronen von gegenüberliegenden Seiten über einen Ablenkmagneten auf eine gemeinsame Strahlachse einkoppelt. Auf dieser gemeinsamen Strahlachse werden beide Teilchensorten mit denselben magnetischen Linsen geformt und durch Luftspulen geführt, lediglich der Drehsinn der Spiralbahnen von Positronen und Elektronen in den Magnetfeldern ist gegenläufig.

Man unterscheidet zwei Betriebsmodi, den Elektronen- und den Positronenstrahlbetrieb, wobei ersterer dem herkömmlicher Rasterelektronenmikroskope entspricht. Diese werden nacheinander eingesetzt, der REM Modus dient zur Gesamtbegutachtung der Probe und zur Auswahl der Untersuchungsorte, während beim Positronenmodus der Positronenstrahl fest auf einen Punkt fokussiert bleibt. Erkennt man mit Elektronen ein interessierendes Objektdetail (z.B. eine Reißspitze), so verfährt man diese Stelle mechanisch unter Elektronenbeobachtung an den vorher markierten Ort des Positronenstrahls. Dann wird auf den Positronenbetrieb umgeschaltet und eine ortssensitive Fehlstellenanalyse durchgeführt. Somit

kann man durch die Aufnahme weniger markanter Punkte eine Übersicht über die Defektstruktur der Probe erhalten. Gleichzeitig kann durch Energievariation zwischen 5 und 30keV zwischen oberflächennahen und Volumendefekten unterschieden werden. Bei dem Wechsel zwischen Elektronen- und Positronenbetrieb ist kein Ummagnetisieren weicheisenhaltiger Linsen nötig. Weil beide Teilchenarten in diesen elektronischen Baugruppen dieselbe Einstellung nutzen, wird der Positronenstrahl lediglich mit Luftspulen auf die Strahlachse der Elektronen einjustiert. Somit ist gewährleistet, daß beide Strahlen dasselbe ausgesuchte Detail treffen.

4.2 Prinzipieller Aufbau

Die Abbildung III.1 zeigt den prinzipiellen Aufbau des Feinfokusstrahls in einem Rasterelektronenmikroskop. Auf der linken Seite befindet sich das Positronenstrahlerzeugersystem, auf der rechten Seite das für Elektronen. Beide Teilchenquellen werden je mit einer magnetischen Linse (Kondensor) in die Eingangsebene des Ablenkmagneten abgebildet. Unterhalb des Ablenkmagneten verkleinert ein Kondensorzoo den Strahldurchmesser und ein Objektiv fokussiert den Strahl auf die Probe. Zur Justierung der Strahlen dienen transversale magnetische Felder, die von Luftspulen (nicht dargestellt) erzeugt werden.

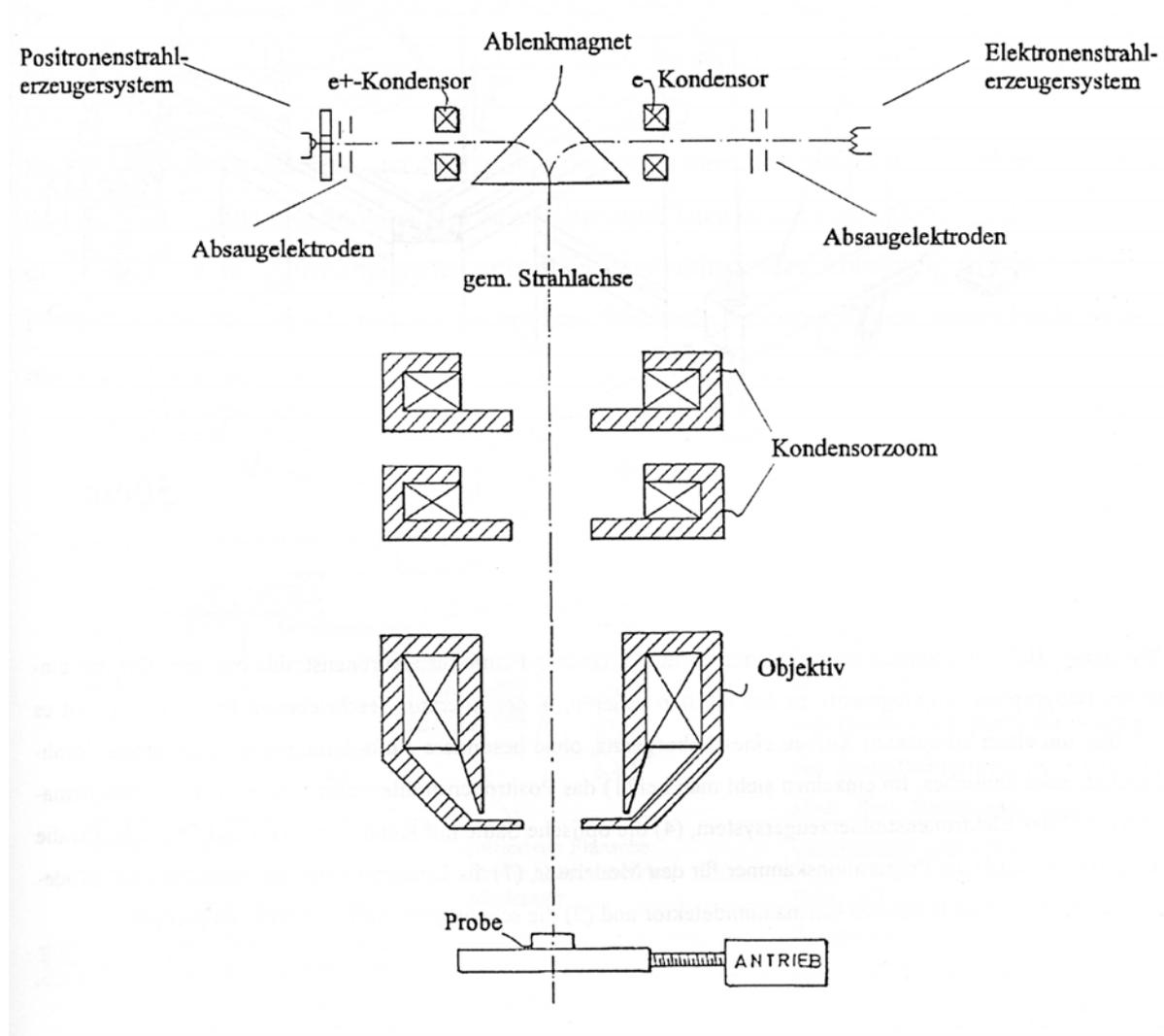


Abbildung 3.1: Grundübersicht über das Rasterelektronenmikroskop mit dem Feinfokuspositronenzusatz.

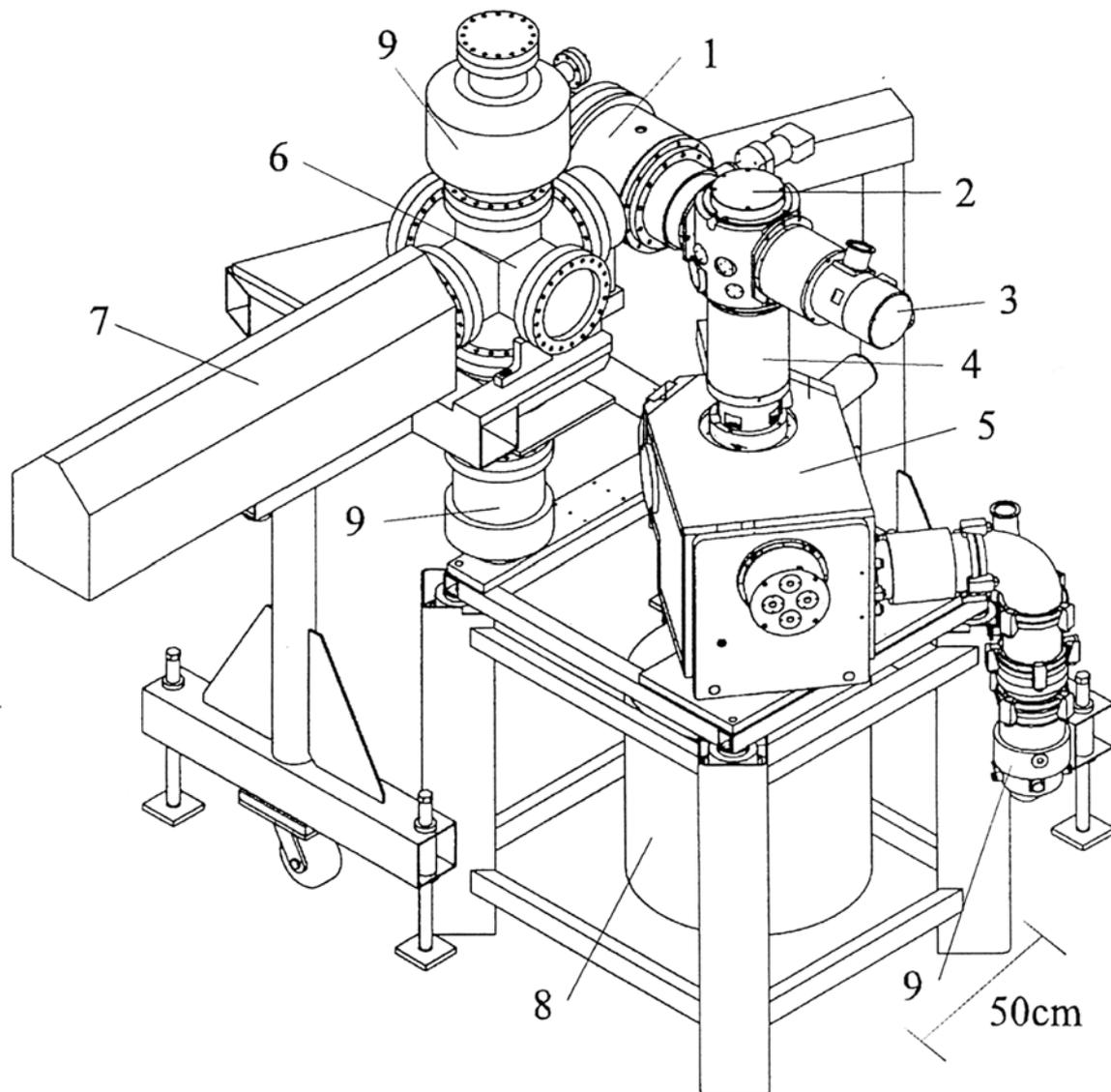


Abbildung 3.2: Dreidimensionale Gesamtansicht des Bonner Feinfokuspositronenstrahls mit dem Ort der einzelnen Baugruppen. Im Gegensatz zu den meisten anderen, in der Literatur beschriebenen Projekten handelt es sich hier um einen kompakten Aufbau eines Laborgeräts, ohne besondere Anforderungen an Laborgröße, Strahlenschutz oder ähnliches. Im einzelnen sieht man bei (1) das Positronenstrahlerzeugersystem, (2) den Ablenkmagneten, (3) das Elektronenstrahlerzeugersystem, (4) die optische Säule mit Kondensorzoom und Objektiv, (5) die Probenkammer, (6) die Präparationskammer für den Moderator, (7) die Linearführung zum Verfahren des Moderators zwischen 1 und 6, (8) den Germaniumdetektor und (9) die schwingungs isolierten Vakuumpumpen.

4.3 Strahlerzeugung

4.3.1 Positronenstrahlerzeugungssystem

Das Prinzip der Erzeugung von Positronen mit kleinem Phasenraum ist in Kapitel II.2 beschrieben. In dieser Arbeit wird eine 1,3MBq ($\approx 35\mu\text{Ci}$) ^{22}Na Quelle mit einem Durchmesser von ungefähr $\varnothing=0,5\text{mm}$ verwendet⁵, welche durch das in [Ton97] beschriebene Aufdampfverfahren hergestellt wurde. Für den hier beschriebenen Aufbau und die Testphase wurde die Quellstärke bewußt so schwach gewählt, um auch bei der Firma LEO ohne aufwendige Genehmigungsverfahren⁶ experimentieren zu können.

Die Quelle befindet sich direkt hinter einem einkristallinen, scheibenförmigen Wolframmoderator; dabei ist der moderierende Teil in diesem die Innenfläche einer Bohrung mit dem Durchmesser von 0,4mm.

Sowohl die Quelle als auch der Moderator sind auf Flanschen montiert, die jeweils in allen drei Achsen unabhängig voneinander einstellbar sind. Dies ist für eine optimale Justierung auf die Strahlachse des Ablenkmagneten unbedingt notwendig (siehe Abbildung III.1 und Kapitel IV.4). Um gerade in der Testphase ein leichtes Wechseln zu ermöglichen, sitzen beide Systeme in Bajonethalterungen.

⁵ Die Produktion einer stärkeren Quelle und deren Einsatz in dieser Apparatur wird in [Ton97] ausführlich beschrieben.

⁶ Diese Quellstärke kann nach Anzeige beim zuständigen Gewerbeaufsichtsamt ohne weitere bürokratische Hindernisse genutzt werden [Str89].

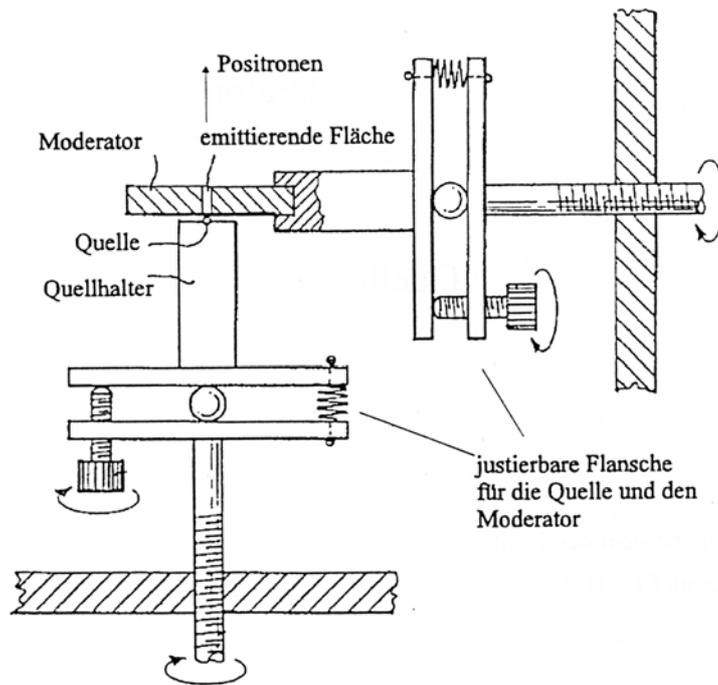


Abbildung 3.3: Prinzipdarstellung der Justiereinrichtungen. Moderator und Quelle sind durch Verwendung des Spiegelhalterprinzips jeweils in allen drei Richtungen unabhängig voneinander justierbar. Die Quelle wird, um einen möglichst großen Raumwinkel der emittierten Positronen auszunutzen, unter Beobachtung direkt an den Moderator positioniert.

Die kleine Positronenquelle ist, weil sie in einem Verdampfungsverfahren hergestellt wurde, gegenüber hohen Temperaturen empfindlich. Daher findet die Moderatorpräparation, die sehr hohe Temperaturen benötigt (Kapitel IV.3), in einer zusätzlichen Vakuumkammer statt, die mit einem Ventil vom eigentlichen Vakuumbereich der Apparatur abgetrennt werden kann. Der Moderator kann durch eine Linearführung mit 600mm Hub zwischen der Präparationskammer und dem Strahlerzeugersystem räumlich verfahren werden. Diese Linearführung ist mit einem Membranbalg vakuumgedichtet.

Der Moderator und die Quelle befinden sich betragsmäßig auf dem gleichen Hochspannungspotential wie die Elektronen. Das Zwischenpotential (U_{Zieh}) einer vorgeschalteten Elektrode saugt die Positronen aus dem Moderator; diese werden dann in Richtung der Kathode auf die Endenergie eU_0 beschleunigt. Das Verhältnis $\kappa := -(U_0 + U_{\text{Zieh}})/U_{\text{Zieh}}$ und die geometrischen Verhältnisse der einzelnen Elektroden bestimmen die Lage der gemeinsamen Kreuzungspunkte aller Positronen, die sogenannten Cross-Over.

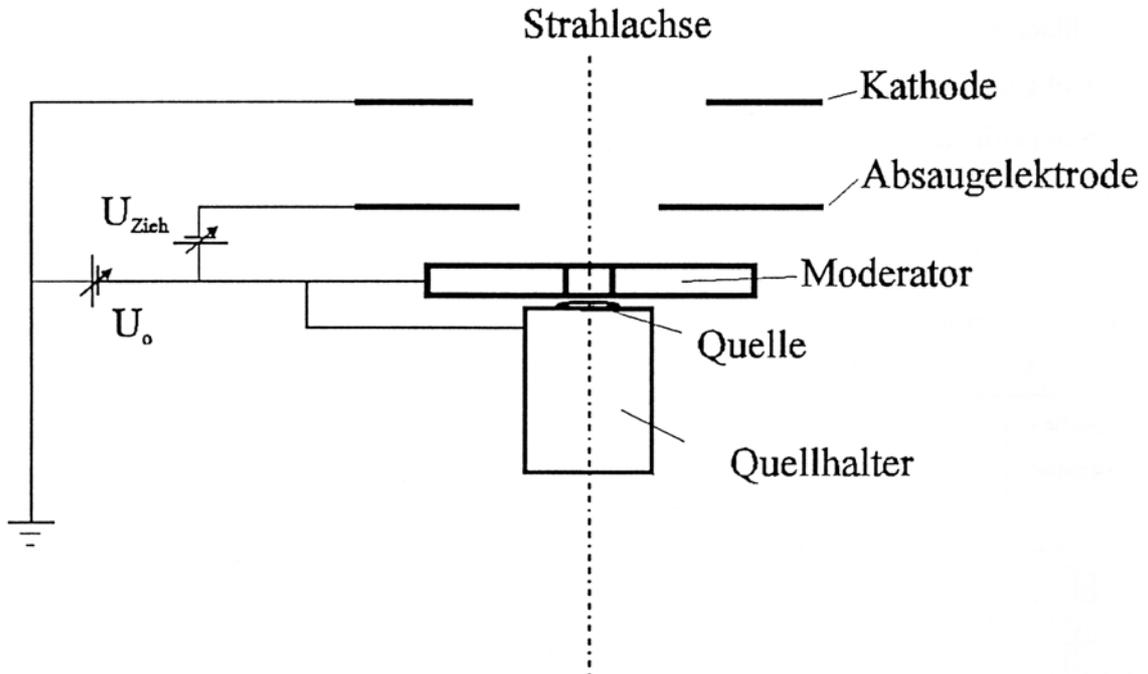


Abbildung 3.4: Potentialverhältnisse im Erzeugersystem des Positronenstrahls. Der Moderator und die Quelle befinden sich auf positivem Hochspannungspotential U_0 . U_0 kann zwischen +5kV und +30kV, die Absaugspannung U_{Zieh} zwischen 0 und -3,5kV eingestellt werden. Der Abstand des Moderators zur Absaugelektrode ($\varnothing_i=1,0\text{mm}$) beträgt 3mm, jener von der Absaugelektrode zur Kathode ($\varnothing_i=1,2\text{mm}$) 8mm.

Um im Betrieb in einen Zustand zu kommen, in dem Positronen- und Elektronenstrahl die gleichen Kreuzungspunkte aufweisen, d.h. das sich auf der gemeinsamen Strahlachse dieselben Zwischenbildlagen ergeben, wird die Absaugspannung so eingestellt, daß sich der Cross-Over in Höhe der Kathode befindet. Die folgenden Simulationen⁷ (Abbildung III.5) geben, bei fester Geometrie und Energie eU_0 bei Variation der Absaugspannung U_{Zieh} , eine Vorstellung über die Lage des Cross-Overs.

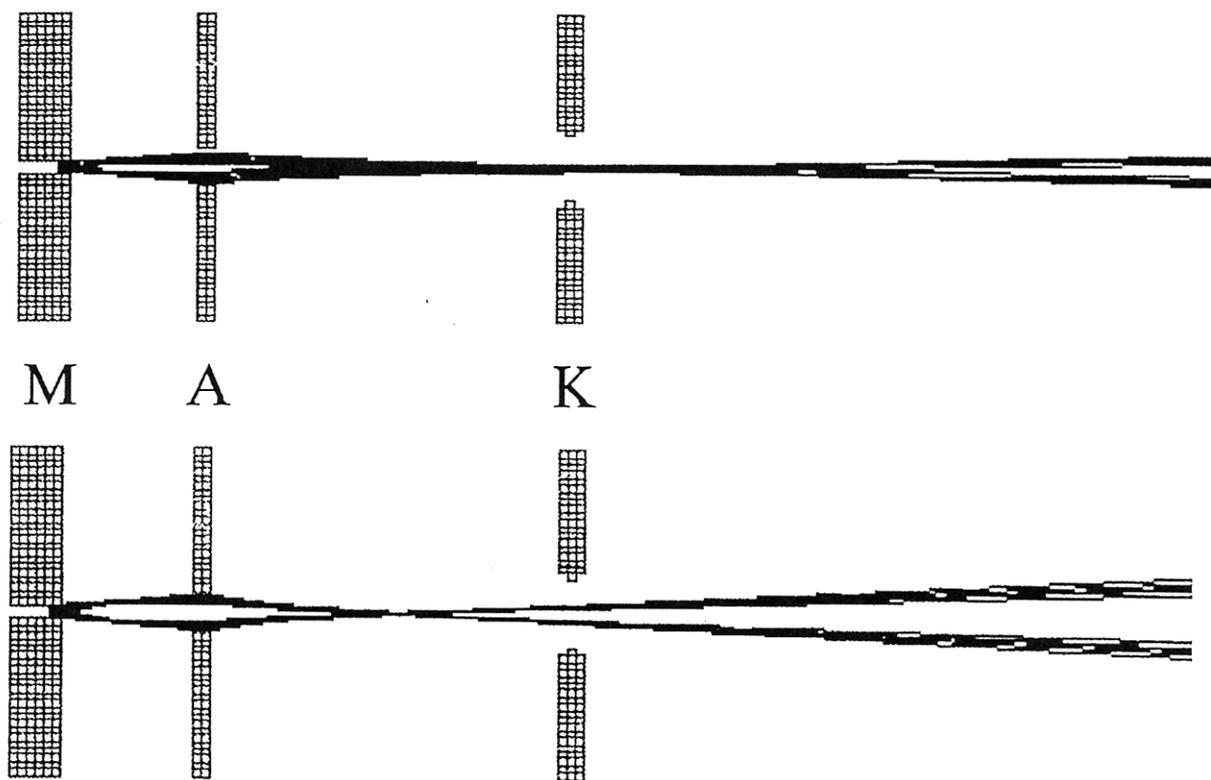


Abbildung 3.5: Simulation der Lage des Cross-Overs in Abhängigkeit von der Absaugspannung. Dargestellt sind die Trajektorien der Positronen. Der Moderator (M) liegt auf +30kV, die Kathode (K) auf Masse. Das Zwischenpotential der Absaugelektrode (A) ist einmal auf $\kappa=40$ (oben) und einmal auf $\kappa=24$ (unten) eingestellt. Neben der Lage des Cross-Over hängt auch die Strahldivergenz entscheidend von der Absaugspannung ab.

⁷ Es wurde das Programm SIMION, electrostatic lens analysis and design program, Idaho National Engineering Laboratory, benutzt.

4.3.2 Elektronenstrahlerzeugungssystem

Die thermische Emission von Elektronen aus einer geheizten Kathode ist seit langem Stand der Technik (z.B. [Ard75]) und wird vielfältig eingesetzt.

Die Abbildung III.6 zeigt den Einsatz einer Wolfram-Haarnadelkathode in einem typischen Elektronenmikroskop wie dem hier verwendeten Gerät. Die Kathode liegt mit umgekehrter Polarität immer auf demselben Hochspannungspotential wie der Moderator auf der Positronenseite. Der Wehneltzylinder ist - im Gegensatz zu der Positronenabsaugelektrode - mit dergleichen Polarität negativ vorgespannt. Die Anode befindet sich, wie die Kathode auf der Positronenseite, ebenfalls auf Masse.

Der in Kapitel II.2.1 eingeführte Richtwert R für Elektronenstrahlerzeuger hängt neben der Intensität von dem Durchmesser des Cross-Overs ($2r_c$ in der Abbildung III.6) und der Energieunschärfe ΔE ab. Für Haarnadelkathoden findet man z.B. in [Rei77] die Werte $2r_c \approx 30\text{-}50\mu\text{m}$ und $\Delta E \approx 0,5\text{-}1\text{eV}$.

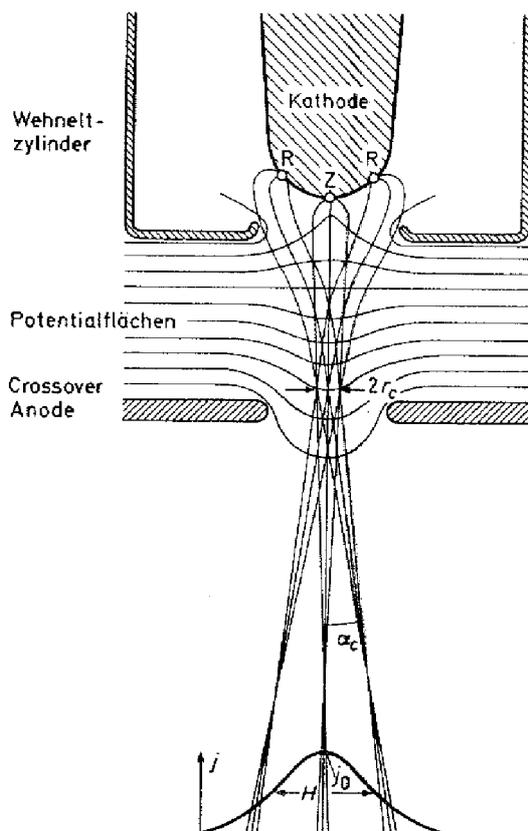


Abbildung 3.6: Prinzipieller Aufbau der Elektronenquelle in Form einer Haarnadelkathode, wie sie üblicherweise in Elektronenmikroskopen verwendet wird. Dargestellt ist auch die Intensitätsverteilung von Elektronen aus dem Randbereich (R) und dem Zentralbereich (Z) bei der thermischen Emission aus einer Glühkathode [Rei77].

4.4 Strahlformung und -führung

4.4.1 Magnetische Linsen

Bei der Strahlformung mit magnetischen Linsen nutzt man den Sachverhalt aus, daß Magnetfelder nur die Krümmung der Flugbahn geladener Teilchen nicht aber deren Energie beeinflussen. Durch die geeignete Formgebung der Weicheisenpolschuhe eines Elektromagneten ergibt sich zur Fokussierung der Teilchen ein inhomogenes, zur Strahlachse rotationssymmetrisches Magnetfeld. Ausführliche Beschreibungen, Rechnungen und Tabellen finden sich hierzu in [Elk70].

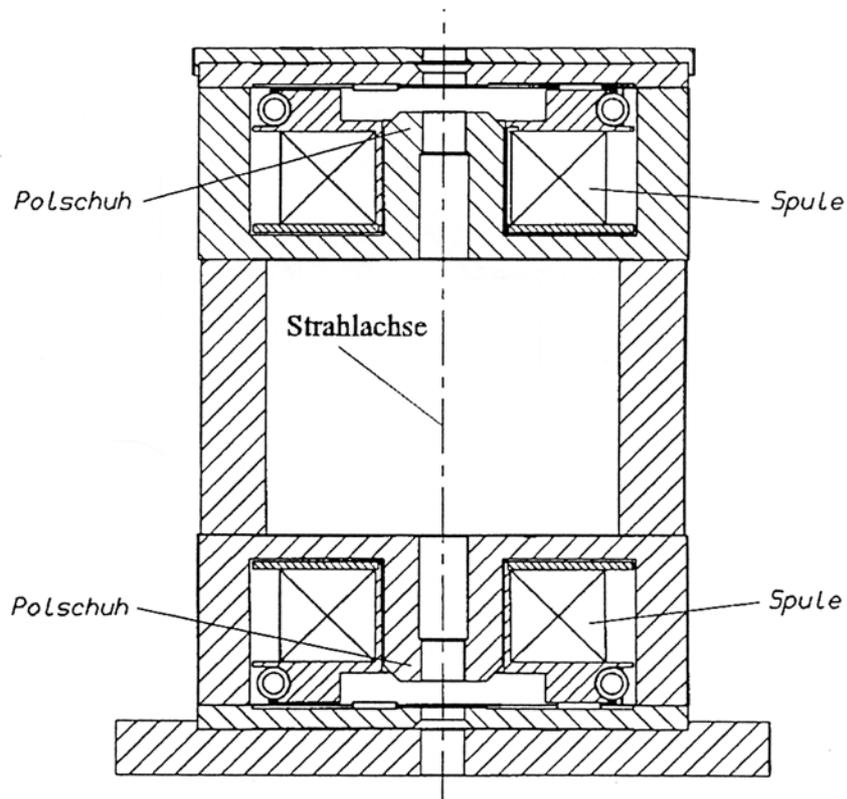


Abbildung 3.7: Schematischer Aufbau des Kondensorzooms. Durch die umgekehrte Symmetrie der Polschuhe und eine entsprechend unterschiedliche Variation der einzelnen Brennweiten kann der Cross-Over bei gleichzeitigem Erhalt seiner Position im Strahlengang verkleinert werden.

Die Abbildung III.7 zeigt den symmetrischen Aufbau des verwendeten doppelstufigen Kondensorzoom. Durch Variation des Spulenstroms läßt sich eine Verkleinerung des Cross-Overs um einen Faktor 5 bis 1000 einstellen, wobei aber die Lage des Cross-Overs auf der Strahlachse erhalten bleibt [Leo960]. Baugleich aber einstufig sind die magnetischen Linsen, die als Kondensoren zwischen den Strahlerzeugern und dem Ablenkmagneten dienen. Diese haben eine Brennweite von ca. 20mm und bewirken eine Verkleinerung des Cross-Overs auf ca. 0,5.

In Abbildung 3.8 ist die magnetische Objektivlinse dargestellt, zusammen mit der Feldverteilung, die durch die gegebene Polschuhform bewirkt wird. Die Brennweite des Objektivs läßt sich durch entsprechende Veränderung des Spulenstroms zur Fokussierung auf die Probe zwischen 3mm und ∞ einstellen.

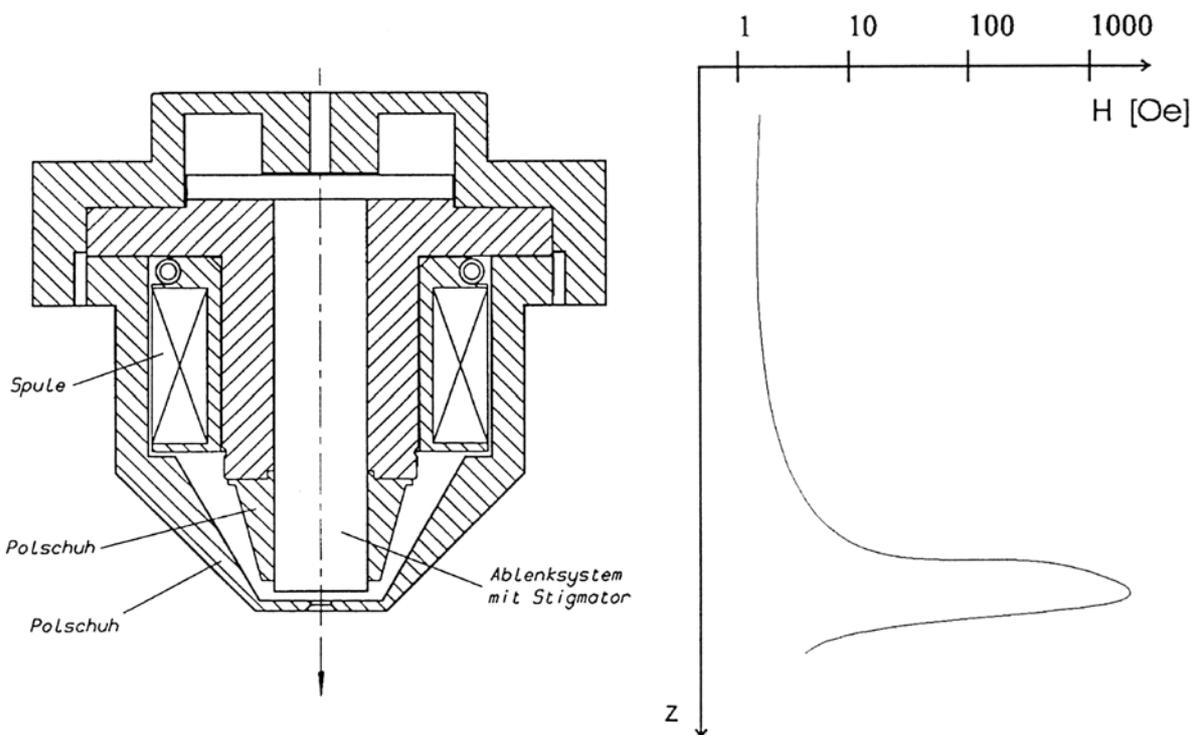


Abbildung 3.8: Schematischer Aufbau des Objektivs mit der Position des Stigmators. Unter dem Stigmator versteht man eine zusätzliche Zylinderlinse ohne Remanenzeffekte zum Beeinflussen der Form des Cross-Overs. Dargestellt ist auch der gemessene Magnetfeldverlauf [Dre95]. Die notwendigen Formeln zur Berechnung derartiger magnetischer Linsen befinden sich in [Elk70].

4.4.2 Ablenkmagnet

Der Ablenkmagnet koppelt beide Teilchenarten auf eine gemeinsame Strahlachse ein. Durch die 90° Umlenkung des Strahls werden gleichzeitig die moderierten und nachbeschleunigten Positronen von den hochenergetischen Positronen getrennt, die von dem Magnetfeld kaum beeinflusst werden. Dafür bietet sich ein Castaingfilter an [Cas64], welches die Firma LEO seit langem erfolgreich in Transmissionselektronenmikroskopen als Energiefilter zur Analyse und Kontrastoptimierung einsetzt [Egl84, Ros95]. Dieses besteht im wesentlichen aus einem Elektromagnet mit zwei prismenförmigen Polschuhen, welche aus einer FeNi Legierung mit sehr kleiner Remanenzfeldstärke gefertigt sind.

Die Abbildungseigenschaften des Ablenkmagneten können am besten durch eine Zylinderlinse angenähert werden. In energiedispersiver Richtung legen die von der Strahlachse abweichenden Teilchen unterschiedlich lange Strecken zurück, hingegen senkrecht zu dieser Ebene kommt es durch die geneigten Polschuhkanten zu einer abbildenden Wirkung. Dabei bleiben die Lagen der Cross-Over erhalten, lediglich die nicht symmetrische Geometrie führt zu einer Strahlverzerrung, die korrigiert werden muß.

Eine Berechnung der Abbildungseigenschaften des Castaingfilters findet sich in [Hen64] und [Lan86].

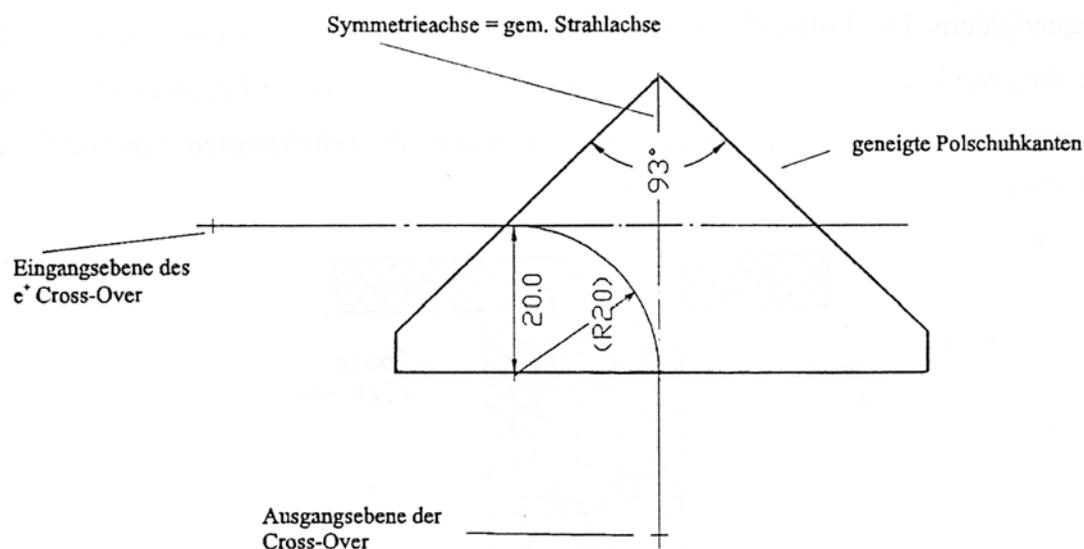


Abbildung 3.9: Ablenkmagnet nach dem Prinzip des Castaing-Filter. Die beiden Prismen, von denen eines dargestellt ist, bestehen aus einer FeNi Legierung mit sehr kleiner Remanenzfeldstärke und dienen als Polschuhe eines Elektromagneten. Eingezeichnet ist die ideale Flugbahn monoenergetischer Positronen, jene der

Elektronen ist bzgl. der Strahlachse symmetrisch dazu. Die Eingangsebenen befinden sich 82mm vor der Symmetrieachse, die Ausgangsebene 55mm unter der Polschuhkante. Die untere Kante des Prismas ist 72mm lang. Indem dicke Platten (15mm) in einem kleinen Abstand (2,5mm) verwendet werden, wird ein hinreichend homogenes Magnetfeld im Prisma erreicht.

Der Ablenkmagnet wird bei einem Wechsel des Betriebsmodus von Elektronen- zu Positronenstrahl nicht umgepolt. Lediglich bei Variation der Teilchenenergie variiert man die Stromstärke des Elektromagneten. Dabei erlangt man reproduzierbare Einstellungen, indem man das Weicheisen *magnetisch „ausschüttelt“*. Darunter versteht man das Entmagnetisieren durch einen Wechselstrom mit abklingender Amplitude. Die neue Einstellung geht so jedesmal von der Neukurve aus. Bei einer Energie von 30keV beträgt das Magnetfeld zwischen den Polschuhen ungefähr 350G. Das gesamte Joch besteht ebenfalls aus der FeNi Legierung. Dadurch liegt nach einem „Ausschütteln“ die Magnetfeldstärke bereits nach wenigen Sekunden mit einer Genauigkeit von besser als 10^{-4} vor.

4.4.3 Justier- und Korrekturlemente

Bei einem Wechsel zwischen Elektronen- und Positronenbetrieb gilt es, den Positronenstrahl exakt auf die - von den Elektronen vordefinierte - Strahlachse einzufädeln. Obwohl der Ablenkmagnet, aufgrund der unterschiedlichen Vorzeichen der Teilchen, nicht umgepolt werden muß, wirken sich unvermeidbar vorhandene Linsenfehler und andere Inhomogenitäten (z.B. in den Hochspannungsquellen) auf beide Teilchenarten etwas unterschiedlich aus, so daß individuelle Korrekturen dennoch notwendig sind. Dazu verwendet man Luftspulen mit transversalen Magnetfeldern. Die Luftspulen weisen, im Gegensatz zu den gemeinsam genutzten Linsen, für die jeweilige Teilchensorte unterschiedliche Werte auf. Diese liegen in einem Steuer PC als separate Datensätze vor. So wird erreicht, daß beide Teilchenarten dasselbe Objektdetail treffen.

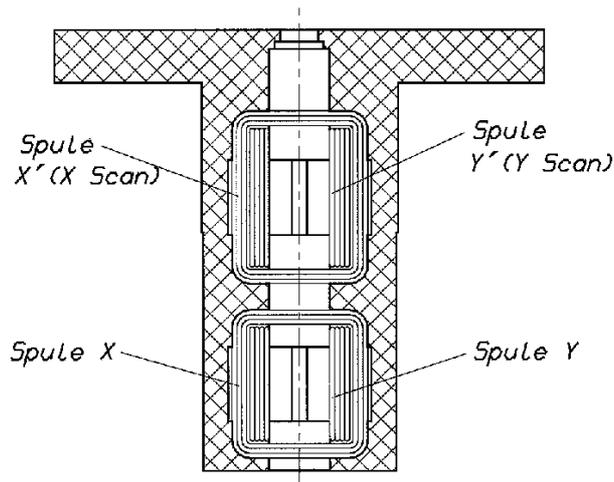


Abbildung 4.10: Montageflansch eines doppelstufigen Strahljustiersystems. Die Kombination beider Spulen führt zu einem Parallelversatz der Teilchen, die Nutzung einer einzelnen Spule bewirkt ein Knicken des Strahls.

Diese Spulen kommen an verschiedenen Orten zum Einsatz. In den jeweiligen Strahlerzeugersystemen befinden sie sich als doppelstufiges System direkt hinter der Kathode bzw. Anode, um gleichzeitig mit einem Parallelversatz bzw. durch einfaches Ablenken des Strahls mechanische Abweichungen der Justierung zu korrigieren.

In der Eingangsebene des Ablenkmagneten kann der Strahl durch ein einfaches System ebenfalls justiert werden. In seiner Ausgangsebene befindet sich wiederum ein doppelstufiges System zur optimalen Einfädung der Strahlen auf die gemeinsame Strahlachse.

Kurz vor und innerhalb des Objektivs befinden sich ebenfalls Justierelemente in Form von Luftspulen. Ein transversal orientiertes Magnetfeld wird benutzt, um die Probe mit Elektronen abzurastern. Durch die Einführung einer zusätzlichen Zylinderlinse (Stigmator) können die Verzerrungen durch den Magneten und durch Brennweitenunterschiede, die durch magnetische und mechanische Inhomogenitäten auftreten, ausgeglichen werden.

4.5 Strahlnachweis

4.5.1 Elektronennachweis

Die auf die Probe auftreffenden Elektronen können dort niederenergetische Sekundärelektronen erzeugen bzw. unter großen Winkeln rückgestreut werden (Kapitel II.3). Der Nachweis von Sekundärelektronen erfolgt schräg oberhalb der Probe mit einem konventionellen Szintillationsdetektor. Dieser befindet sich so weit außerhalb von dem Objektivmagnetfeld, daß störende Einflüsse und Artefakte verhindert oder zumindest minimiert werden. Die Sekundärelektronen werden durch ein Gitter unmittelbar vor dem Detektor ($\sim +250\text{V}$) abgesaugt und auf 10keV nachbeschleunigt, um in dem Szintillationsmaterial ein meßbares Signal zu liefern. Dadurch daß die rückgestreuten, hochenergetischeren Elektronen kaum von der Absaugspannung beeinflusst werden, ist ihr Beitrag zum SE Signal, aufgrund des effektiven Raumwinkels, relativ gering.

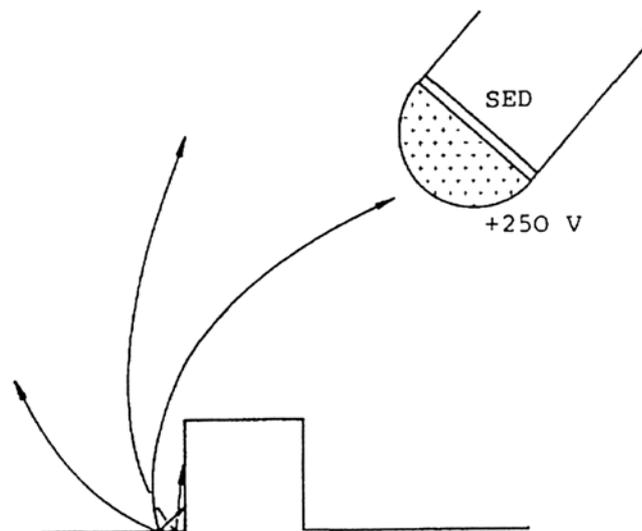


Abbildung 3.101: Aufgrund der gekrümmten Bahnen der Sekundärelektronen tragen auch Signalanteile aus den Bereichen der Probe, die nicht direkt vom SE Detektor gesehen werden, zur Bildentstehung bei [Lan81].

Um mit den rückgestreuten Elektronen einen möglichst großen Raumwinkel zu erfassen, wird ein zusätzlicher, ringförmiger Detektor direkt über der Probe positioniert; lediglich auf der Strahlachse befindet sich eine Öffnung für den einfallenden Elektronenstrahl. Der verwendete Halbleiterdetektor ist in vier Sektoren geteilt. Wie in Abbildung III.12 dargestellt wird, erlaubt es ein solcher Vier-Quadranten-Detektor, durch Summen- bzw. Differenzbildung der Signale aus den einzelnen Quadranten, zwischen Material- und Topographiekontrast zu unterscheiden.

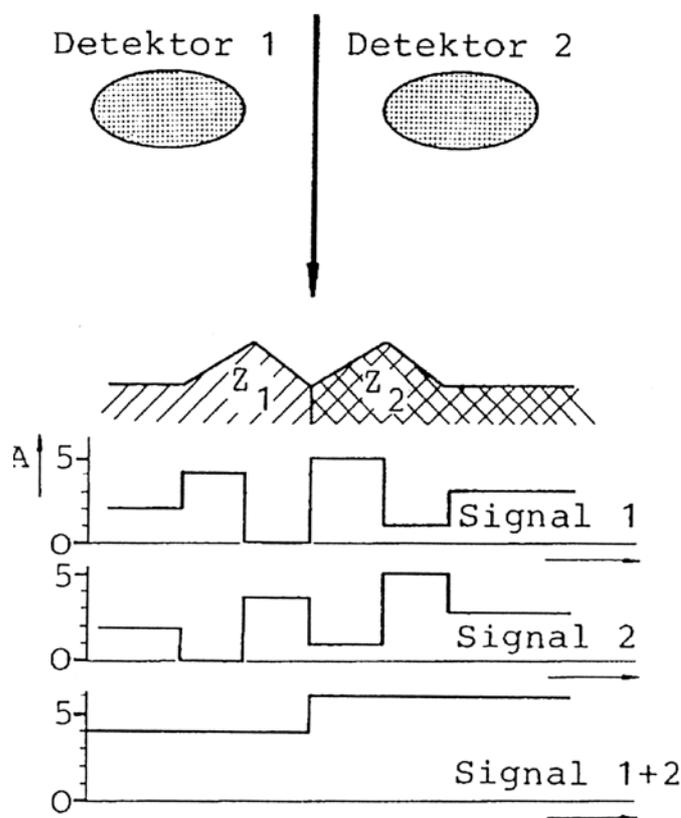


Abbildung 3.12: Entstehung des Materialkontrastbildes aus der Addition zweier Signale eines Vier-Quadranten-RE-Detektors. Die Detektoren 1 und 2 liefern bei der Abrasterung der Probe den Verlauf des Signales 1 und 2. Die unterschiedlichen Rückstreuoeffizienten bewirken eine Parallelverschiebung des Signalverlaufs. Im einfachsten, hier dargestellten Falle ergibt die Addition beider Signale nur noch den Amplitudensprung [Lan81].

4.5.2 Positronennachweis

In der Erprobungs- und später in der Justierphase ist es wichtig, den Weg der Positronen von dem Strahlerzeugungssystem bis zur Probe genau zu verfolgen. Dazu wurden drei Detektoren gebaut, die die Positronen direkt nachweisen können. Diese befinden sich allerdings nur während der Justierphase an wenigen, ausgezeichneten Positionen im Strahlengang: direkt vor dem Prisma (Position Q_{-1}), unterhalb des Prismas (Position Q_0) und am Ort der Probe (Position Q_1). Für den indirekten Positronennachweis über die Annihilationsstrahlung ist die vorhandene Intensität zu gering, um die Strahlformung und -führung optimieren zu können.

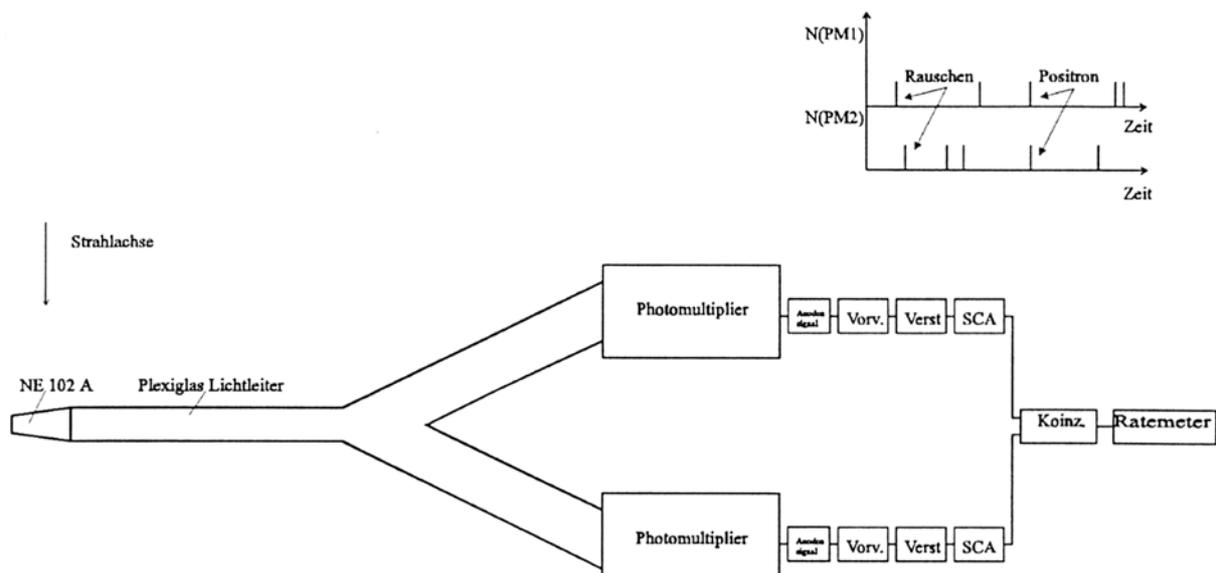


Abbildung 3.13: Detektor für den direkten Nachweis von Positronen. Die von den Positronen im Szintillator erzeugten Lichtblitze werden in zwei Photomultipliern gleichzeitig in ein Spannungssignal umgewandelt und können dann durch die Koinzidenzschaltung einfach vom zeitlich unkorrelierten Rauschen der Photomultiplier getrennt werden. Dadurch ist der Nachweis einzelner Positronen bei einem sehr geringem Untergrund von kleiner einem zufälligen Ereignis pro Sekunde möglich.

Das Positronensignal unterscheidet man durch das in Abbildung III.13 skizzierte Bauprinzip auf einfache Weise vom Rauschen der Photomultiplier und der Elektronik. Die Photonen, die das Positron in einem Plastiksintillator (NE102A) erzeugt, erreichen durch einen geschlitzten Plexiglaslichtleiter gleichzeitig zwei Photomultiplier. Während das Photomultiplerrauschen zueinander zeitlich unkorreliert ist, filtert eine Koinzidenzschaltung die Positronenereignisse heraus.

Die Anzahl der von einem Positron in einem Szintillator erzeugten Photonen ist proportional zu seiner Energie [Leo92]. Durch einen Einkanalanalysator (SCA) kann somit in diesen Detektoren zwischen hochenergetischen und nachbeschleunigten, moderierten Positronen unterschieden werden. Dies ist an der Position Q_{-1} bei der Einjustierung der Quelle und des Moderators entscheidend (Kapitel IV.4).

Das untere Ende der Ansprechwahrscheinlichkeit ist bei einer Positronenenergie von ca. 15keV. Dies liegt an dem großen relativen Energieverlust dE/dx [Leo92], der hohen Selbstabsorption im Szintillationsmaterial und an der Verarmung oberflächennaher, aromatischer Szintillationszentren durch Ausgasung ins Vakuum.

4.5.3 Gammanachweis

Zum Nachweis der Dopplerverschiebung der Annihilationsstrahlung wird ein Standardmeßaufbau (Kapitel II.1.6) mit einem Germaniumdetektor⁸ verwendet. Dieser befindet sich außerhalb des Vakuums und hat eine Effizienz⁹ von 43% [Can96] und eine Energieauflösung von 1,3keV bei den 511keV Gamma-Quanten. Um einen möglichst großen Raumwinkel abzudecken, befindet sich der Detektor direkt unterhalb der Probe unter einem 1mm dicken Edelstahl-Vakuumflansch. Die Absorption in dem Flansch ist mit unter 1% vernachlässigbar [Phi84].

Alternativ zu der Dopplerverschiebung kann der Anteil an rückdiffundierten Positronen über die Energieverteilung der Annihilationsstrahlung (Kapitel II.1.7) gemessen werden. Für den Nachweis der Gamma-Quanten sind daher neben dem Germanium-Detektor noch zwei Einsätze für 3''x 3'' NaJ Detektoren unter 180° vorhanden. Diese Kristalle weisen, aufgrund der höheren Dichte, eine deutlich höhere Effizienz auf. Für eine effektive Untergrundreduktion wird mit diesen Detektoren in Koinzidenz gearbeitet.

⁸ Hersteller Canberra-Packard GmbH, Robert-Bosch-Str. 32, 63303 Dreieich.

⁹ Die Effizienz ist bezogen auf den γ -Nachweis mit einem 3''x 3'' NaJ Kristall.

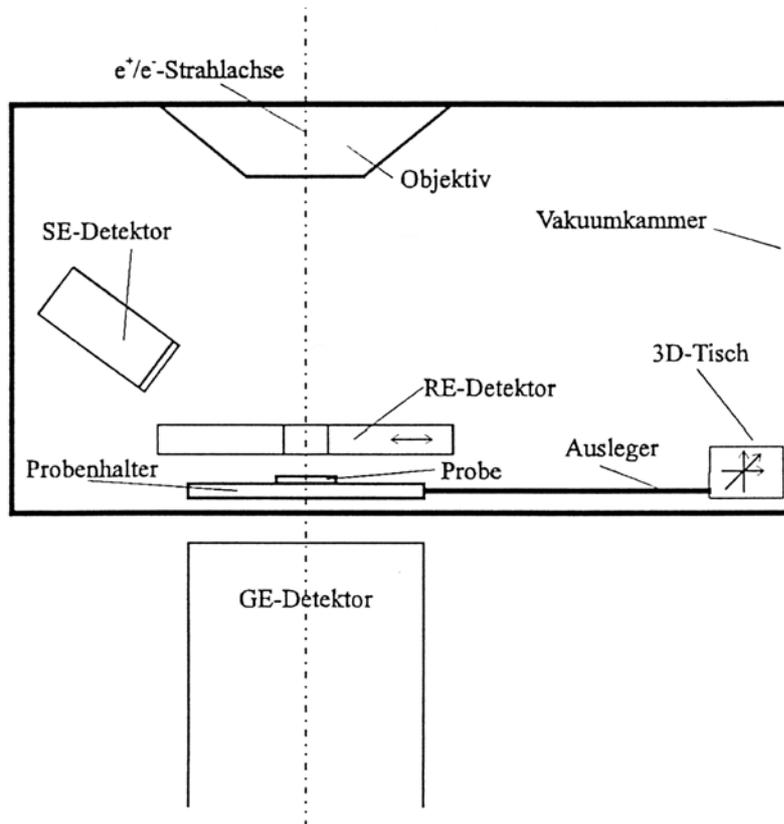


Abbildung 3.14: Prinzipielle Darstellung der einzelnen Detektororte in der Probenkammer. Die Probe kann in x/y Richtung auf $1\mu\text{m}$ genau motorisch reproduzierbar verfahren werden. Der RE-Detektor kann aus dem Strahlengang verfahren werden, der Germanium-Detektor befindet sich außerhalb des Vakuums. Die im Text beschriebene CCD Kamera und die Einsätze für die NaJ Detektoren sind nicht dargestellt.

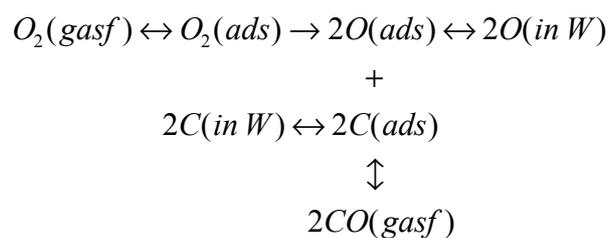
Damit man einen großen Raumwinkel der Annihilationsstrahlung nutzen kann, sollte sich die Probe sehr nah an den Germanium-Detektor heranfahren lassen. Bei der Probenkammer mußte daher auf eine Standardserienlösung verzichtet werden, lediglich der Serienprobentisch kommt zum Einsatz. Das Zentrum dieses Tisches befindet sich dabei allerdings nicht mehr - wie in gewöhnlichen Rasterelektronenmikroskopen üblich - auf der Strahlachse, sondern ist seitlich dazu versetzt. Somit müssen die Gamma-Quanten nicht zuerst den Tisch durchstrahlen, um den Detektor zu erreichen. Die Probe ist mit einem Ausleger der Länge $l \approx 200\text{mm}$ an dem Tisch befestigt. Es sind Probendimensionen bis zu der Größe von 15cm Wavern möglich. Der Tisch ist motorisch in der x/y Ebene und mechanisch auf der z-Achse, d.h. der Strahlachse beweglich. So erreicht man eine Reproduzierbarkeit der x/y Koordinaten von besser $1\mu\text{m}$.

Neben den beschriebenen SE- bzw. RE-Detektoren befindet sich eine CCD Kamera in der Kammer, wodurch ein sicheres Ein- und Ausschleusen trotz des langen Auslegers gewährleistet ist.

4.6 Moderatorpräparation

Um einen fein fokussierten Positronenstrahl mit geringer Strahldivergenz, d.h. kleinem Phasenraum, und hoher Ausbeute an langsamen Positronen zu erhalten, kommt es besonders auf die Reinheit und die Beschaffenheit des Moderators an. Bei dem verwendeten Moderator handelt es sich um zonengeschmolzenes Wolfram mit einem Restwiderstandsverhältnis von 50000. Produktionsbedingt sind die Hauptverunreinigungen Nb, Ta und Mo [Mpi94]. Diese sind aber substitutionell ins Gitter eingebaut und haben kaum Einfluß auf die Diffusionslänge der Positronen. Die Konzentration aller anderen Elemente liegt im Bereich weniger ppm.

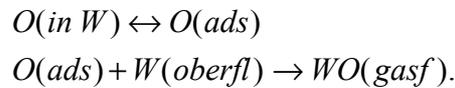
Nach dem Bohren hat die Oberfläche durch das Nachbearbeiten mit Diamantpaste (bis zu einer Körnung von 0,25µm) nur noch eine geringe Reustraughigkeit. Durch dieses Polieren, das anschließende Reinigen und den Transport an Luft kommt es zu einer Kohlenstoffkontamination der Oberfläche, die ein *Entkohlen* und anschließendes *Entgasen* in der Apparatur notwendig macht. Beim Entkohlen glüht das Wolfram in einer Sauerstoffatmosphäre von $2 \cdot 10^{-6}$ mbar bei ungefähr 1000°C. Dabei kommt es durch folgende Reaktionen



zu einer Abgabe des Kohlenstoffs in Form von CO [Fro76].

Der Sauerstoff liegt an der Oberfläche im Überschuß vor und löst sich somit zum Teil im Wolfram. Unter der Annahme, daß die Rückreaktion $CO(\textit{gasf}) \rightarrow C(\textit{in W}) + O(\textit{in W})$ vernachlässigbar ist, bestimmt die Diffusion des Kohlenstoffs den Entkohlungsprozeß. Mit der Diffusionskonstanten von $D_{1000^\circ\text{C}} \approx 1,4 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$ [Lan90] und einer Glühzeit von 1 Stunde ergibt sich eine Diffusionsstrecke von ca. 2µm für Kohlenstoff. Der gelöste Sauerstoff legt in

der gleichen Zeit dagegen eine Strecke¹⁰ von etwa 45µm zurück ($D_{1000^{\circ}\text{C}} \approx 5 \cdot 10^{-13} \text{m}^2/\text{s}$). Dies macht eine Entgasung notwendig, bei der man das Wolfram bei $\approx 3000^{\circ}\text{C}$ und sehr gutem Vakuum ($\leq 1 \cdot 10^{-7} \text{mbar}$) glüht. Hierbei kommt es überwiegend zu den folgenden Reaktionen



Für die Entgasung ist bei einer geringen Sauerstoffkonzentration die Bildung des WO geschwindigkeitsbestimmend [Fro76]. Daher wird der Moderator ca. eine 1/2h entgast. Aus der Literatur ist bekannt, daß es nach dem Abkühlen nur zu einer sehr geringen Oxidation (1-2 Monolagen) der Oberfläche kommt [Dal80].

Dies bestätigen unsere Messungen. Schon in den mehrwöchigen Justierphasen wurden keinerlei Alterungserscheinungen des Moderators, in Form von einer im Laufe der Zeit sinkenden Zählrate an moderierten Positronen, beobachtet, obwohl das gesamte System in einem relativ schlechten Vakuumbereich von ca. $2 \cdot 10^{-6} \text{mbar}$ war.

Die Vorbereitung des Moderators erfolgt in einer separaten Kammer, die man während der Präparation vom restlichen Vakuumssystem trennen kann.

Die hohen Temperaturen beim Glühen erreicht man durch Beschuß des Moderators mit 6kV Elektronen aus einer zusätzlichen Haarnadelkathode. Die Temperatur wird mit einem Pyrometer indirekt über einen mit Wolfram bedampften Spiegel gemessen, um Fehler in der Temperaturbestimmung durch bedampfte Sichtfenster zu verhindern. Kalibriert wurde das System durch das einmalige Aufschmelzen einer Wolframprobe ($2100^{\circ}\text{C} = T_{\text{Pyro}} := T_{\text{M}} = 3380^{\circ}\text{C}$). Während des Entgasens wird die Moderator Temperatur knapp unter diesem Wert gehalten.

¹⁰ Zum Vergleich beträgt die maximale Eindringtiefe der Positronen ($E_{\text{max}} = 544 \text{keV}$ bei ^{22}Na) ungefähr 15µm.

4.7 Einjustieren der Positronenquelle

Der Vorgang des Einjustierens muß bei jedem Wechsel der Quelle oder des Moderators durchgeführt werden. Aufgrund der, im Vergleich zu den ca 10^{12} Elektronen pro Sekunde im Elektronenstrahl, viel geringeren Intensitäten von ungefähr 100 Positronen pro Sekunde bei der schwachen Quelle, wurde für das vielparametrische Strahlformungs- und führungssystem ein effizienter Justieralgorithmus entwickelt, der sich in der Praxis sehr bewährt hat.

Die mechanische Einjustierung geschieht mit Hilfe justierbarer Flansche (Abbildung III.3), auf denen sich Quelle und Moderator befinden, und dem Positronendetektor, der sich auf der Strahlachse unmittelbar vor dem Ablenkmagneten befindet (Q_{-1} Detektor). Der Detektor hat eine aktive Nachweisfläche von ca. $3 \times 3 \text{ mm}^2$ und füllt damit fast das gesamte Strahlrohr aus, das einen Innendurchmesser von 4,5mm hat. Hochenergetische Positronen aus dem β^+ -Spektrum der Quelle erreichen nur durch die kleine Moderatorbohrung diesen Detektor. Quelle und Bohrung werden so auf die Strahlachse einjustiert, daß die Zählrate der unmoderierten Positronen maximal wird.

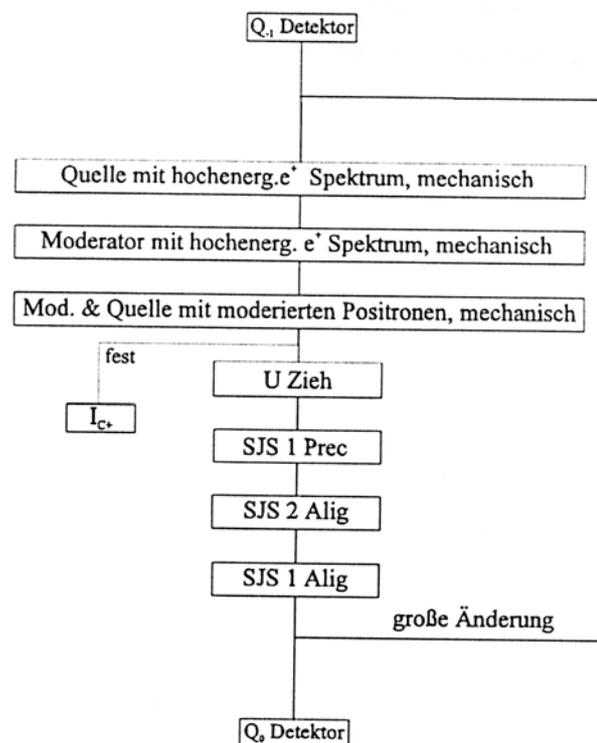


Abbildung 3.15 Justieralgorithmus zum mechanischen Justieren der Positronenquelle und des Moderators. Das Strahljustiersystem 1 (SJS1) befindet sich direkt in Höhe der Kathode, das SJS2 kurz vor der Eingangsebene des Ablenkmagneten. In den Betriebsarten der Justierelemente unterscheidet man dabei die Wirkung des parallelen Strahlversatzes (SJSx Prec) von einem einfachen Knicken um einen bestimmten Winkel (SJSx Alig). Unter

„großen Änderungen“ versteht man Zählratenunterschiede, die signifikant größer als die statistischen Schwankungen von einigen Prozent sind.

Bei eingeschaltetem Kondensator optimiert man die Zählrate mit Hilfe der Strahljustiersysteme (SJS's) und der Spannung an der Absaugelektrode (U_{Zieh}) auf ein Maximum an moderierten Positronen. Eine Variation des Kondensatorstroms ist aufgrund der großen Nachweisfläche des Q_{-1} Detektors wenig sinnvoll. Eingestellt ist der Wert, mit dem der Kondensator vorjustiert wurde, was auf einem Transmissionselektronenmikroskopaufbau (Kapitel IV.1) erfolgte, bei dem anstelle des Positronenstrahlerzeugersystems eine zweite Elektronenquelle angeflanscht war. Mit dessen Hilfe konnte, allerdings nur bei einem Ummagnetisieren des Ablenkmagneten, über eine direkte Strahlabbildung ein sehr guter mechanischer und elektrischer Justierzustand erreicht werden.

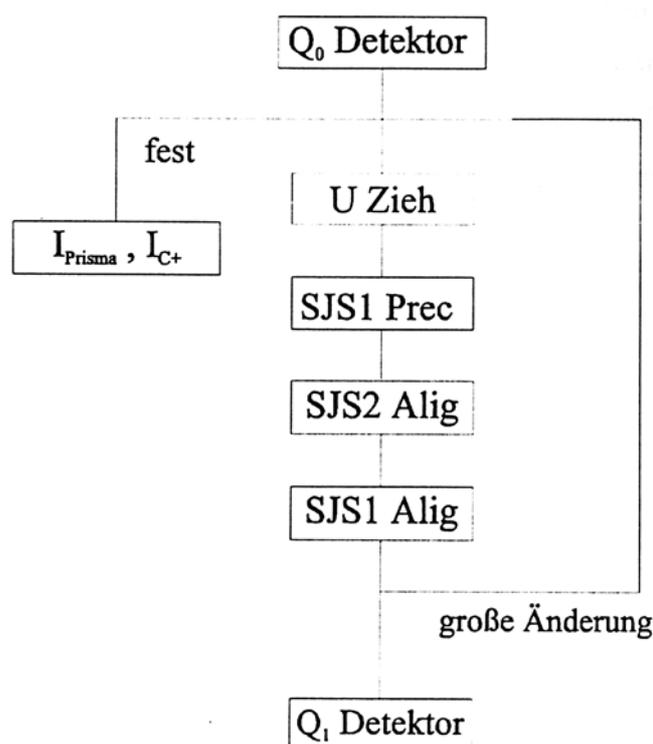


Abbildung 3.16 : Der Q_0 Detektor befindet sich in der Ausgangsebene des Ablenkmagneten. Der Magnetstrom (I_{Prisma}) kommt als weiterer, festgehaltener Parameter hinzu. Weil durch die Strahlablenkung der hochenergetische Anteil des β^+ -Spektrums fehlt, darf an der mechanischen Einstellung ab diesem Ort nichts mehr geändert werden.

Nach dem ersten mechanischen Einjustieren wird das System mit Hilfe des Detektors unter dem Ablenkmagneten (Q_0 -Detektor) weiter optimiert. Die 90° Umlenkung durch den Magnet bewirkt ein Abschneiden des hochenergetischen Teils des β^+ -Spektrums, so daß man die relative Lage von Quelle und Moderator nicht mehr beobachten kann. Daher verändert man

die mechanischen Parameter nicht mehr, sondern verfeinert die Abstimmung nur noch mit den Strahljustiersystemen.

Die aktive Nachweisfläche des Q_0 Detektors ist mit $5 \times 10 \text{ mm}^2$ sehr groß. Dies läßt an dieser Stelle noch keine Aussagen über die Strahlform zu. Versuche, diese mit zusätzlichen Blenden auszumessen, scheitern an der Strahldivergenz nach dem Magnet. Befindet sich diese Blende nicht genau in der Cross-Over-Ebene, so schneidet sie einen Teil des Strahls einfach ab. Auf die aufwendige Konstruktion einer Verfahrminik im Mikrometer-Bereich wurde verzichtet. Aufgrund der großen Detektorfläche wird auch in dieser Phase der Magnet- und Kondensorstrom nicht variiert.

Um den Positronenstrahl optimal in das Kondensorzoom einzufädeln, gibt es noch ein weiteres, doppelstufiges Strahljustiersystem (SJS3). Dies befindet sich in der Ausgangsebene des Ablenkmagneten, genau an der Stelle, wo in einem konventionellen Rasterelektronenmikroskop die erste Cross-Over Ebene ist. Die endgültigen Einstellungen für die Strahljustiersysteme liefert der Positronendetektor direkt am Ort der Probe (Q_1 Detektor). Die lange Strecke und mehrere Druckstufenblenden im vertikalen Strahlrohr ermöglichen es nun, trotz einer $3 \times 5 \text{ mm}^2$ großen aktiven Nachweisfläche die optimalen Einstellungen auch für den Kondensator und den Magneten zu ermitteln.

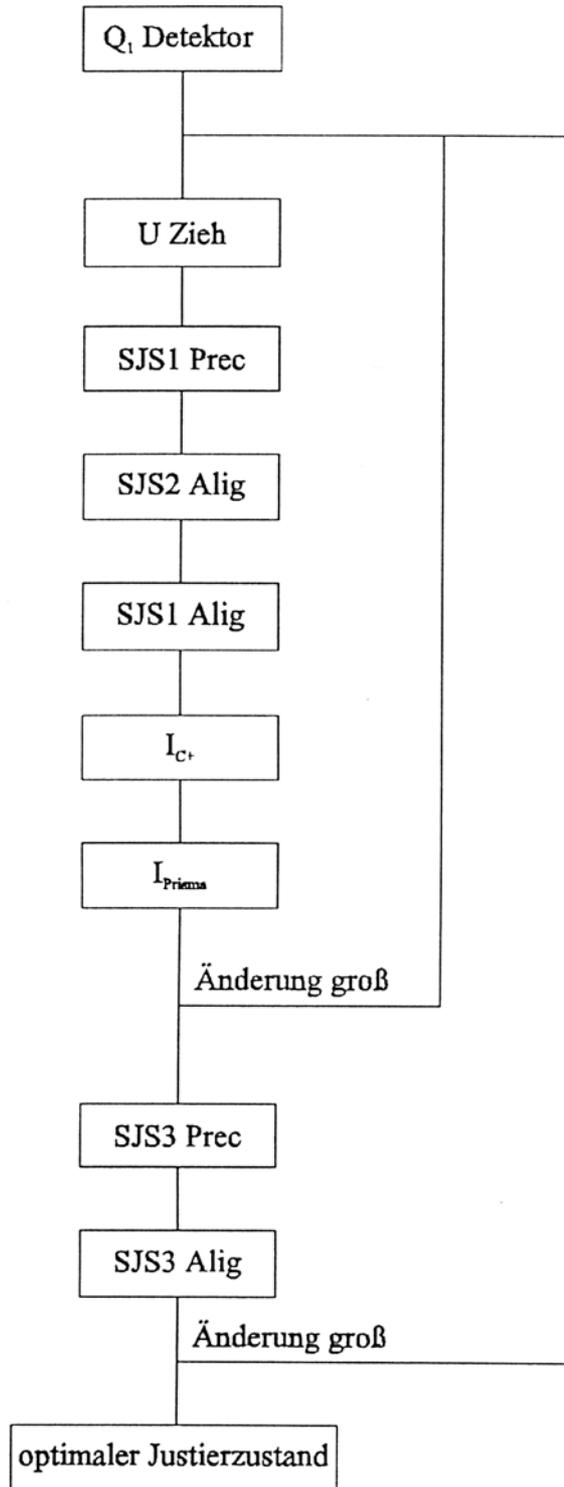


Abbildung 3.17: Die finale Justierung und Abstimmung der strahlbeeinflussenden Elemente mit dem Positronendetektor (Q₁) direkt an der Stelle der Probe.

5 Messungen

5.1 Erste Tests auf einem Transmissionselektronenmikroskop

Um die Eigenschaften des modifizierten Castaing Filter speziell bei niedrigen Beschleunigungsspannungen analysieren zu können (die „normale“ Arbeitsspannung bei diesen Filtern ist $\geq 80\text{kV}$ [Leo902]), wurde das Ablensystem zunächst mit 2 Elektronenquellen aufgebaut. Dazu bot sich die einfache Beobachtungsmöglichkeit in einem Transmissionselektronenmikroskop an. Die Strahlform und -lage läßt sich hier direkt auf einem Leuchtschirm beurteilen. Der gemeinsame Fokus von beiden Strahlen¹¹ ist später entscheidend; dieser Fokus befindet sich unterhalb des Ablenkmagneten an der Stelle, wo sich bei dem herkömmlichen Rasterelektronenmikroskop der erste Cross-Over der Elektronenquelle befindet. Durch den Einsatz von zwei Elektronenquellen war es so möglich, sämtliche mechanischen Vorjustierungen auch für den Positronenteil einfach und unkompliziert durchzuführen. Die Wirkung der Strahljustiersysteme ließ sich so ebenfalls abschätzen. Der Positronenzusatz substituierte anschließend eine der Elektronenquellen. Schon auf dem TEM Aufbau konnte die Funktionstüchtigkeit der Anlage verifiziert werden. An die Stelle des Leuchtschirm trat hierzu ein Positronendetektor. Die extreme Vergrößerung des TEM Projektiv ließ allerdings aufgrund der geringen Positronenintensitäten keine quantitative Aussage über Größen wie zum Beispiel den Strahldurchmesser zu.

5.2 Auflösungsvermögen des Rasterelektronenmikroskops mit dem Positronenzusatz

Der Umbau auf die REM-Säule erfolgte sofort nach den erfolgreichen Tests auf dem TEM Provisorium. In einem Serienrasterelektronenmikroskop wurde an die Stelle des Elektronenstrahlerzeugers die komplette Einheit des Prismas mit den beiden Strahlerzeugern gesetzt. Modifikationen waren lediglich bei der Gestellkonstruktion und der Probenkammer (Kapitel III.7) notwendig.

Die Auflösungsgrenze eines Rasterelektronenmikroskops bestimmt seine Qualität. Diese ist hauptsächlich gegeben durch die Fehler der elektronenoptischen Linsen, dem Durchmesser

¹¹ Bei der Verwendung von zwei Elektronenquellen mußte der Ablenkmagnet ummagnetisiert werden. Durch das „magnetische Ausschütteln“ (Kapitel III.4.2) konnte das Magnetfeld aber in beiden Fällen mit hinreichender Genauigkeit auf den gleichen Wert umgepolt werden.

der Elektronensonde und der statistischen Auslösung der Sekundärelektronen [Rei77]. Die Wellenlänge der Elektronen ($\lambda_e \approx 7 \text{ pm}$ bei einer Energie von 30 keV) ist dagegen kein begrenzender Faktor (Kapitel II.3). In der Praxis kommen noch Störungen durch mechanische Schwingungen des elektronenoptischen Systems und Kontaminationen der Probe durch Kohlenwasserstoffe bzw. Silikonöle aus Vorpumpen hinzu. Die Auflösungsgrenze des von uns verwendeten Rasterelektronenmikroskops wurde mit Hilfe eines Testpräparats spezifiziert und beträgt 4 nm bei 30 keV und 20 nm bei 1 keV . Das Testpräparat besteht aus Goldklustern verschiedener Größe, die auf einem Kohlenstofftarget aufgedampft sind und einen minimalen Abstand von $2,5 \text{ nm}$ besitzen [Leo79]. Der im Elektronenbild gemessene Abstand zweier Kluster gibt dann die erreichte Auflösung an.

Für den kompletten Aufbau des Rasterelektronenmikroskops mit dem Positronenzusatz wurde daher zunächst ebenfalls die Auflösungsgrenze ermittelt. Durch den ausladenden Teil der Positronenseite verändern sich sämtliche mechanischen Schwingungsmoden der Elektronensäule. Trotz diverser Stützverstreben und anderen Schwingungsdämpfungen konnte jedoch bisher nur eine Auflösungsgrenze von ca. 12 nm bei 30 keV und 50 nm bei 5 keV erreicht werden (Abbildung IV.1). Bei kleineren Werten als 5 keV ergaben sich in dieser Meßreihe zunächst auch Schwierigkeiten durch Instabilitäten in der Prismenstromversorgung. Das Auflösungsvermögen des Rasterelektronenmikroskops ist zwangsläufig noch immer deutlich besser als das bestmögliche Auflösungsvermögen bei den Positronenmessungen, welches durch den Diffusionsweg von bis zu 200 nm limitiert wird. Mit einigem zusätzlichem Aufwand bei der Schwingungsdämpfung und einem „Energiespalt“ unter dem Prisma, der die Energiedispersion des Prismas verbessert, sollte sich die Auflösungsgrenze auf kleiner als 4 nm steigern lassen.

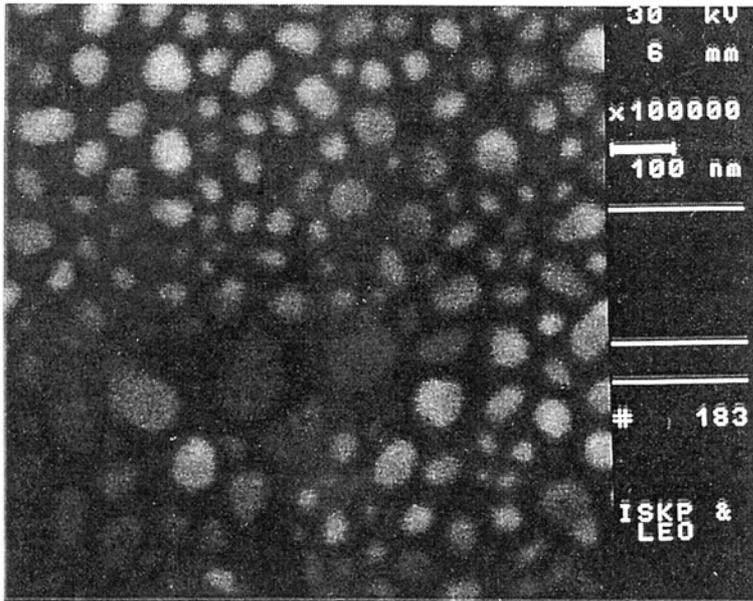


Abbildung 4.1: Die Aufnahme zeigt Goldkluster auf einem Kohlenstofftarget. Diese Kluster haben einen minimalen Abstand von 2,5nm. Mit dieser Angabe ergibt sich eine Auflösungsgrenze des modifizierten Rasterelektronenmikroskops von 12nm.

5.3 Wirkung der einzelnen Justierelemente

Bei dem Einjustieren des Positronenstrahls kommt es durch seine, im Vergleich zum Elektronenstrahl, extrem geringe Intensität auf eine möglichst verlustfreie Abbildung an. Um von der unterschiedlichen Nachweiswahrscheinlichkeit der einzelnen Detektoren unabhängig zu sein, wird im folgenden immer die relative Zählrate aufgetragen.

5.3.1 Messungen

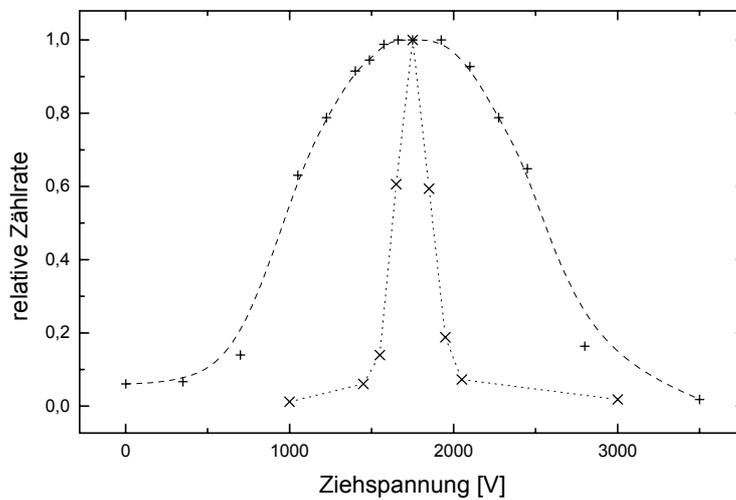


Abbildung 4.2: Abhängigkeit der Zählrate von der Ziehspannung und dem Ort der Detektoren (Symbol Q_0 :(+) und Symbol Q_1 :(x)).

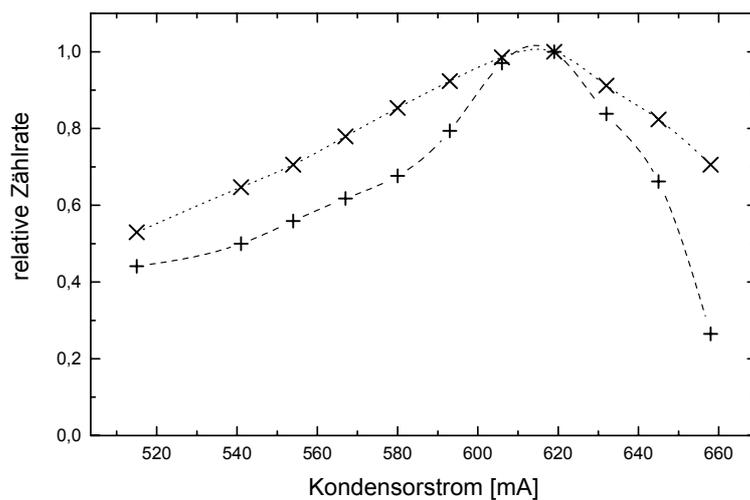


Abbildung 4.3: Abhängigkeit der Zählrate von dem Kondensorstrom. Die Kondensorbrennweite ist proportional zu dem Kondensorstrom. Die Zählrate ist für die Detektorpositionen (x) Q_0 und (+) Q_1 dargestellt.

Die Strahljustiersysteme werden über einen PC bedient. Dieser steuert über einen 12bit DA-Wandler die Spulenströme. Durch ein „Meandern“ in beiden Koordinaten werden sämtliche möglichen Kombinationen des Magnetfeldes in der x/y-Ebene nacheinander eingestellt und auf ihre Wirkung untersucht.

Die Bereiche höchster Zählrate sind in den nachfolgend dargestellten Meßmatritzen markiert, die statistischen Schwankungen liegen im Bereich von 10%.

y↓x→	1600	1800	2000	2200	2400
2000	10	16	19	18	10
2200	17	41	37	32	29
2400	20	48	100	88	34
2600	35	73	96	90	36
2800	24	65	50	58	26
3000	21	41	23	38	15

Tabelle 4.1: Relative Zählrate in % bei Variation von SJS1Prec, gemessen mit dem Q₀ Detektor. Der Skalierung von 1600 - 2400 entspricht ein Spulenstrom von -400mA ≤ I_{Spulen} ≤ +400mA.

y↓x→	0	1000	2000	3000	4000
0	5	33	93	91	85
1000	7	44	97	98	93
2000	10	48	95	99	91
3000	7	51	93	100	86
4000	5	40	92	94	83

Tabelle 4.2: Relative Zählrate in % bei Variation von SJS1Alig, gemessen mit dem Q₀ Detektor. Der Skalierung von 0 - 4000 entspricht ein Spulenstrom von -600mA ≤ I_{Spulen} ≤ +600mA.

y↓x→	0	1000	2000	3000	4000
1400	51	53	62	66	61
1800	78	92	95	84	75
2200	84	94	97	99	93
2600	74	81	96	100	97
3000	49	68	66	86	89

Tabelle 4.3: Relative Zählrate in % bei Variation von SJS2 Alig, gemessen mit dem Q₀ Detektor. Der Skalierung von 0 - 4000 entspricht ein Spulenstrom von -2,0A ≤ I_{Spulen} ≤ +2,0A.

5.4 Wechsel der Teilchenart

Der Wechsel von Elektronen- auf Positronenbetrieb und umgekehrt erfolgt durch Umschalten auf die jeweilige Hochspannung. Gleichzeitig wird, um Linsen- und andere Fehler zu korrigieren (Kapitel III.4.3), das Magnetfeld des gemeinsamen Strahljustiersystems (SJS3) auf die entsprechende Teilchenart eingestellt. Dieser Vorgang ist ohne nennenswerten Zeitaufwand durchführbar, die benötigten Werte liegen für den Elektronen- und den Positronenstrahl jeweils als separate Datensätze in dem Steuer-PC vor. Das Elektronenbild kann dann benutzt werden, um eventuelle Drifts des Probenstischs während der Positronenmessung beobachten und korrigieren zu können. Weil sich in Testmessungen eine vernachlässigbare Drift des Tisches von 60nm in 10 Minuten zeigte, wurde auf diese Betriebsart zunächst verzichtet¹².

Ein gleichzeitiger Betrieb beider Strahlen wird prinzipiell dann möglich, wenn das gemeinsame Strahljustiersystem durch entsprechende Einstellungen der Komponenten vor dem Ablenkmagneten auf „neutrale Wirkung“ justiert ist, d.h. das sich beide Teilchenstrahlen auf der optischen Achse befinden.

Das Positronenstrahlerzeugersystem liefert zwar ständig Positronen, diese werden allerdings bei Elektronenaufnahmen durch einen mechanischen Strahlstopper ausgeblendet. Die Wolfram-Haarnadelkathode kann zwar prinzipiell während des Positronenbetriebs ständig geheizt bleiben, wird aber, um eine längere Lebensdauer zu erreichen, in diesen Zeiten ausgeschaltet.

Um den Nachweis zu führen, daß Elektronen und Positronen exakt dasselbe Objekt treffen, wurde eine Aluminiumkante, mit der später auch der Strahldurchmesser bestimmt wurde, zuerst mit dem Elektronenstrahl abgerastert und dann wurde ortsabhängig die Positronenzählrate aufgenommen. Dafür wurde ein Strahlstopper knapp oberhalb des Q₁ Detektors eingebaut, der in der Zeit der Elektronenaufnahmen den Szintillator vor Schädigungen durch die Elektronenbestrahlung schützt. Dies ist notwendig, weil dieser Detektor für den Einzelteilchennachweis ausgelegt wurde und selbst im deaktivierten Zustand die hohen Intensitäten des Elektronenstrahls nicht verkraftet. Die Diagramme befinden sich im Anhang A.

¹² Der Positronendiffusionsweg ist bis zu 200nm groß (Kapitel II.1.3).

5.5 Strahldurchmesser und Zählrate des Positronenstrahls

5.5.1 Messung

Der Strahldurchmesser wird mit Hilfe einer positionierbaren Aluminiumkante und dem Positronendetektor (Q_1) direkt am Probenort gemessen. Das Kondensorzoom und das Objektiv sind so mit dem Elektronenstrahl voreingestellt, daß sie den Positronenstrahl auf die Position der Kante verkleinern und fokussieren. Die Positronenenergie ist dabei fest auf 25keV eingestellt. Treffen die Positronen auf die 13 μm dicke Folie, so werden sie dort absorbiert (die Eindringtiefe in Aluminium ist nach Abbildung II.1 $\leq 3\mu\text{m}$). Um ein aufwendiges Bearbeiten der Kanten zu vermeiden, werden für die x- und y- Richtung separate Folien benutzt, die unter 90° an dem Probentisch befestigt sind und so in Mikrometer-Schritten den Strahl abtasten können. Durch die geringe Dicke und eine Randrauhigkeit von weniger als 3 μm , die durch Bearbeiten mit 1 μm Diamantpaste erreicht wurde, erhält man so direkt den Strahldurchmesser als Funktion der Ortskoordinaten x und y.

Durch Variation der z-Position, d.h. dem Abstand zum Objektiv, kann das Strahlprofil auf der gemeinsamen Strahlachse vermessen werden, indem sukzessiv der Strahldurchmesser bestimmt wird.

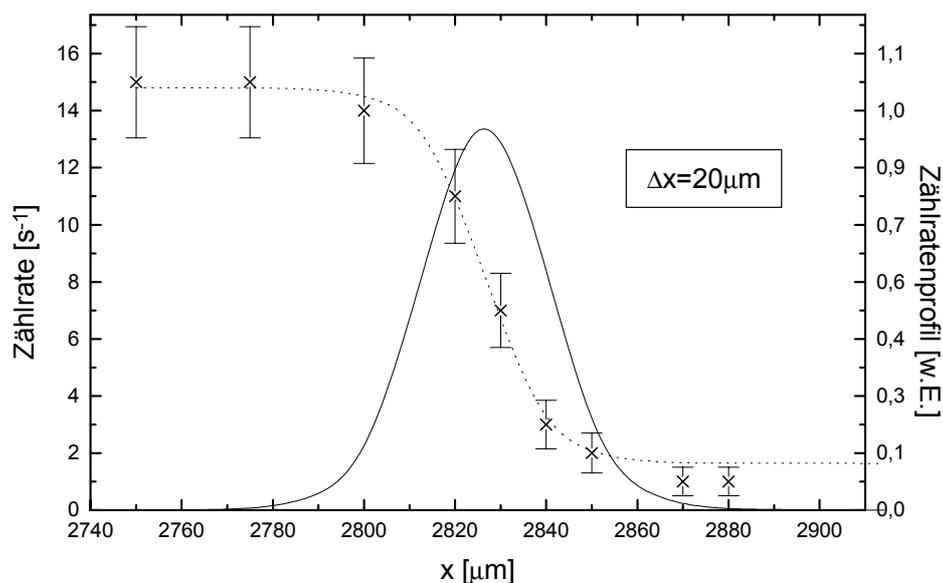


Abbildung 4.4: Strahldurchmesser in x-Richtung (.....), gemessen mit einer scharfen Aluminiumkante als ortsabhängigem Strahlstopper. Es ergibt sich eine Strahlbreite von $\Delta x=20\mu\text{m}$. Aus der gemessenen Kurve kann durch Ableiten das Strahlprofil (—) berechnet werden. Der Abstand zum Objektiv ist $z=9,2\text{mm}$.

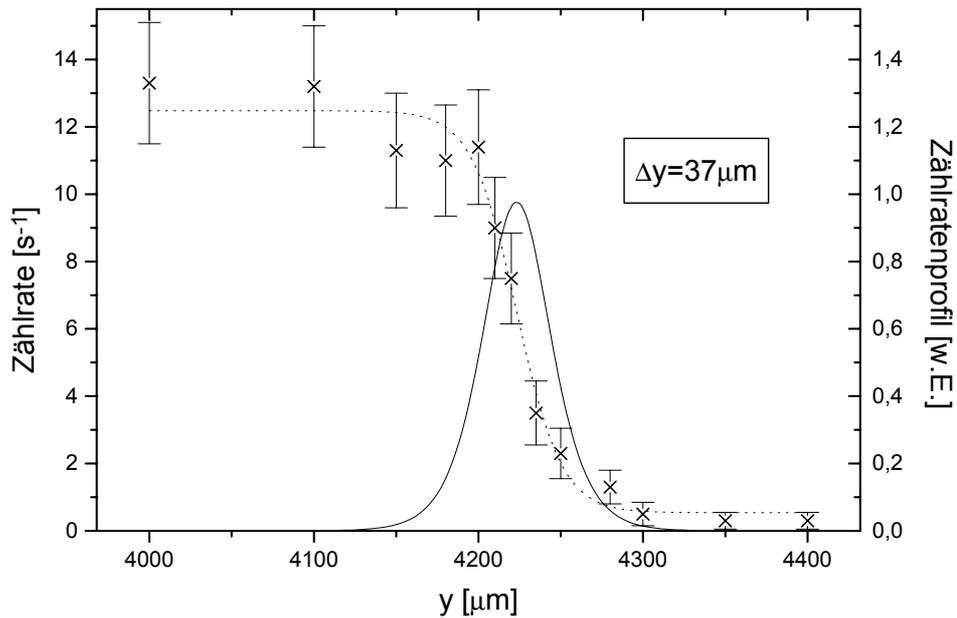


Abbildung 5.5: Strahldurchmesser in y-Richtung (.....), gemessen mit einer scharfen Aluminiumkante als ortsabhängigem Strahlstopper. Es ergibt sich eine Strahlbreite von $\Delta y=37\mu\text{m}$. Aus der gemessenen Kurve kann durch Ableiten das Strahlprofil (—) berechnet werden. Der Abstand zum Objektiv ist $z=9,8\text{mm}$. Dies bedeutet, im Vergleich zu der Messung des Strahldurchmessers in x-Richtung, eine Verschiebung auf der z-Achse um $0,6\text{mm}$. Dies liegt allerdings nur an der Befestigung der beiden Kanten an dem Probenstisch und kann nachfolgend berücksichtigt werden.

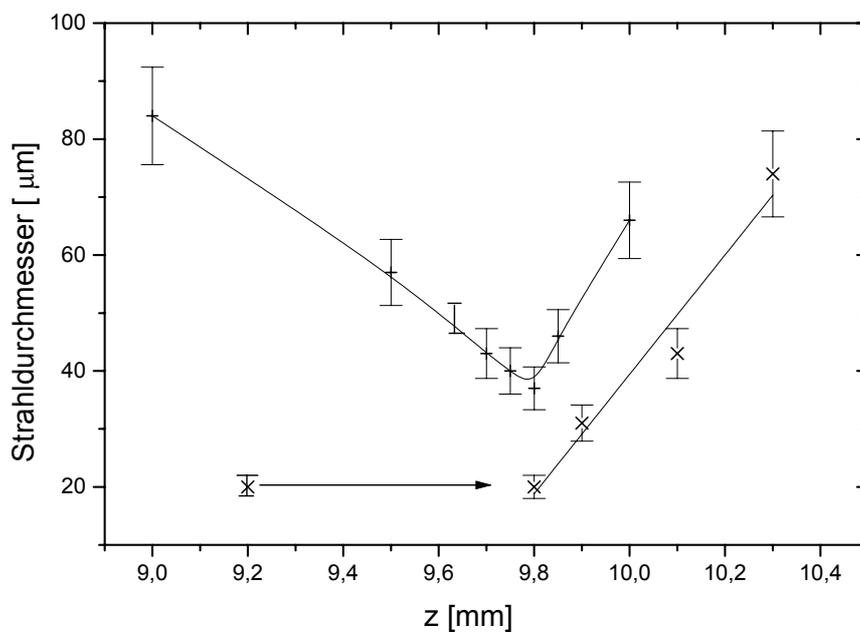


Abbildung 4.6: Dargestellt ist der Strahldurchmesser in x-Richtung (Symbol:x) und in y-Richtung (Symbol:+) als Funktion der z-Position auf der gemeinsamen Strahlachse von Elektronen und Positronen. Die Verschiebung von $\Delta z=0,6\text{mm}$ wurde wie angedeutet berücksichtigt. Die zugehörigen Messungen befinden sich in Anhang A.

5.6 Diskussion

An dem Verlauf der Zählrate in Abbildung IV.2. und IV.3 zeigt sich deutlich, wie empfindlich die Lage des Cross-Overs und die Strahldivergenz auf Änderungen der Ziehspannung und der Kondensorbrennweite reagieren. Die Tabellen IV1. bis IV.3 zeigen die verschiedenen Wirkungen der einzelnen Justiersysteme. Die Gebiete höchster Zählraten sind markiert. Es gilt hier die jeweilige Skalierung und somit die unterschiedlich starke Auswirkung auf den Positronenstrahl zu berücksichtigen, die sich durch die unterschiedlichen Stromstärken ergeben. Ebenso deutlich wirkt sich die große Nachweisfläche der Detektoren aus:

Während man mit einem Parallelversatz direkt an dem Strahlerzeugersystem (SJS1 Prec) den Positronenstrahl sehr sensibel einstellen kann, zeigt sich in einem einfachen Knicken (SJS1 Alig) kaum eine Änderung. Die Positronen werden im ersten Fall sehr schnell an eine Begrenzung gelenkt (z.B. an Druckstufenblenden, die sich im Strahlrohr befinden), die einfache, schwache Ablenkung hingegen kann der Detektor nicht auflösen.

Das Justiersystem SJS2 Alig direkt vor dem Prisma leuchtet den Spalt zwischen den einzelnen Prismenplatten aus. Hier deutet sich an, das das Koordinatensystem der Justiersysteme nicht mit dem der Strahlachsen übereinstimmt. Die Einbaulage wurde willkürlich vorgenommen, die Auswirkungen sind jedoch berechenbar.

Die Abhängigkeit der Zählrate von den Positionen der Aluminiumkanten (Abbildung IV.4 und IV.5) liefert bei 25keV einen Strahldurchmesser von $20\mu\text{m} \times 37\mu\text{m}$ mit einer Zählrate von $14 \text{ e}^+/\text{s}$ bei einer Quellstärke von 1,3MBq. Das Strahlprofil in Abbildung IV.6 zeigt den erwarteten hyperbolischen Verlauf. Die weitere Ausmessung der x-Richtung wird durch die konische Form des Plastikszintillators behindert, bei kleineren z-Werten stößt die Kante bereits an den Detektor.

Die Verkleinerung des Strahldurchmessers um ungefähr Faktor 20 entspricht dem erwarteten Wert, der sich aus dem Produkt der Einzelwerte von Kondensator (Faktor 2), Prisma (Faktor 2) und Kondensozoom (Faktor 8) ergibt. Dabei muß vor allem berücksichtigt werden, daß der Moderator, durch häufiges Glühen bei Temperaturen nahe am Schmelzpunkt, nicht mehr exakt einen Durchmesser von 0,4mm besitzt, sondern an der Stirnseite einen erheblich größeren Durchmesser hat.

Die nicht exakt runde Form des Strahldurchmessers rührt von dem zur horizontalen Strahlachse nicht symmetrischen Prisma. Diese Form wird durch das *Emissionsbild* der Elektronenseite¹³ bestätigt. Die Messungen zeigen, daß die beobachtete Intensitätsverteilung der Elektronen in etwa die gleiche Form hat wie die des Positronenstrahls.

Die nicht maximale Energie der Positronen von 25keV kommt durch folgende Einschränkungen zustande: Bei dem durch das Elektronenmikroskop fest vorgegebenem, maximalen Linsenstrom mußte die Teilchenenergie auf 25keV reduziert werden, um eine ausreichende Verkleinerung zu erhalten. Vorher durchgeführte Messungen bei 30keV, bei denen der Strahldurchmesser nicht näher quantifiziert wurde, zeigten eine Zählrate von ca. 50e⁺/s. Die hohe Reduktion liegt an dem verwendeten Plastiksintillator, der bei kleineren Energien eine geringere Nachweiswahrscheinlichkeit aufweist und wird noch dadurch verstärkt, daß die aromatischen Szintillationszentren im Laufe der Zeit gerade in den oberflächennahen Bereichen verarmen (Kapitel III.5.2). Daher wurde ebenfalls bewußt auf eine weitere Reduktion der Positronenenergie verzichtet. Das Verhalten bei niedrigeren Energien ist aus dem Elektronenbetrieb bekannt.

Die absolute Effizienz wird definiert als das Verhältnis der Anzahl an Positronen in der Probe zur Gesamtanzahl der, von der Quelle emittierten, Positronen. Sie setzt sich zusammen aus dem Verzweigungsverhältnis der Quelle, der Moderationseffizienz, Verlusten im Strahlrohr und der Nachweiswahrscheinlichkeit in dem Detektor. Mit der gemessenen Zählrate errechnet sie sich für die gesamte Apparatur zu $4 \cdot 10^{-5}$ bei einer Gesamtquellstärke von 1,3MBq. Dieser Wirkungsgrad ist hoch, allein bei der Moderation muß man die Effizienz im Bereich einiger 10^{-4} [Dal80] berücksichtigen.

Mit einer stärkeren und kleineren Quelle [Ton97] läßt sich zudem ein noch kleinerer Moderator verwenden, so daß der Strahlfokus in den Bereich der Positronendiffusionslänge verkleinert werden kann. Mit dieser Verkleinerung kann man die Akzeptanz der

¹³ In diesem Betriebsmodus des Elektronenmikroskops wird die Ablenkspannung der rasternden Spulen auf das Justiersystem in Höhe der Anode geschaltet und Kondensorzoom und Objektiv auf direkte Abbildung eingestellt. Dadurch kann man direkt die Intensitätsverteilung der Haarnadelkathode sehen (Abbildung III.6). In diesem Modus läßt sich allerdings die Polaroidkamera des Elektronenmikroskops nicht betreiben [Leo960].

Kondensoren, des Prismas und des Objektivs auf Bereiche nahe 1 steigern, so daß praktisch alle moderierten Positronen die Probe erreichen können.

6 Literaturverzeichnis

- [Ard75] M. von Ardenne „Tabellen zur angewandten Physik“ VEB Deutsch. Verl. d. Wissensch. (1975)
- [Arz96] E.Arzt, O. Kraft, U.E. Möckl , Phys. Bl. 52 , 227 (1996)
- [Bas92] Z.S. Basinski, S. J. Basinski , Prog. Mat. Sci 36 , 89 (1992)
- [Ber92] Bergmann Schaefer, Festkörper, Herausgeber W. Raith, Verlag Walter de Gruyter (1992)
- [Bra77] W. Brandt, R. Paulin , Phys. Rev. B 15 , 2511 (1977)
- [Bra88] G.R. Brandes, K. F Canter, A. P. Mills Jr., Phys. Rev. Let. 61 , 492 (1988)
- [Bra88a] G.R. Brandes, K.F. Canter, T.N. Horsky, P.H. Lippel, A. P. Mills , Rev. Sci. Instr. 59 , 228 (1988)
- [Can95] K.F. Canter, G. Amarendra, D. Vasumathi, S.A. Wesley, R. Xie, A.P. Mills Jr., R.L. Sabatini, Y. Zhu , Appl. Surf. Sci. 85 , 339 (1995)
- [Can95a] K.F. Canter in [Fer95] 364
- [Can96] Canberra Industries Inc. „Germanium Detectors Users Manuel“ (1996)
- [Cas64] P. Castaing, L. Henry , J. Microscopie 3 , 133 (1964)
- [Col82] C.F. Coleman, A.E, Hughes, F.A. Smith , „Positron annihilation“ edited by P.G. Coleman, S.C. Sharma, L.M. Diana, North Holland Publ. Comp. (1982)]
- [Dal80] J.M. Dale, L.D. Hulett, S. Pendyala , Surf. Interf. Anal. 2 , 199 (1980)
- [Dos40] J. Dosse , Z. Phys. 115 , 530 (1940)
- [Dre95] V. Drexel, G. Vogt, LEO Entwicklungsabteilung „ Berechnungen für Rasterelektronenmikroskope“, nicht veröffentlicht
- [Dup83] A. Dupasquier in [Fer83] 510
- [Egl84] W. Egle, A. Rilk, F.P. Ottensmeyer , Proc. of the 8th Europ. Congr. of EM , 63 (1984)
- [Elk70] A.B. El-Kareh, J.C.J. El-Kareh „Electron beams, lenses and optics“ Academic Press Inc. (1970)
- [Fer83] Proc. Int. School of Physics „Enrico Fermi“ Course XXXIII , NH Publ. Comp (1983)
- [Fer95] Proc. Int. School of Physics „Enrico Fermi“ Course CXXV , IOS Press (1995)
- [Fis86] D.A. Fischer et al. , Phys. Rev. B 33 , 4479 (1986)

- [Fro76] E. Fromm, E. Gebhardt „Gase und Kohlenwasserstoff in Metalle“ Springer Verlag (1976)
- [Gol89] H. Goldstein „Klassische Mechanik“ Aula Verlag GmbH Wiesbaden (1989)
- [Gru90] T. Grund, Diplomarbeit „Positronenzustände in Isolatoren“ Universität Stuttgart (1990)
- [Hau79] P. Hautojärvi, A. Vehanen , „Positrons in solid“ edited by P. Hautojärvi, Topics in current physics, Springer Verlag, 1 (1979)
- [Hau95] P. Hautojärvi, C. Corbel in [Fer95] 491
- [Hel64] A. Held, S. Kahana , Can. J. Phys. 42 , 1908 (1964)
- [Hen64] L. Henry, Dissertation „Filtrage Magnétique des vitesses en microscopie“ L'Univ. de Paris (1964)
- [Hod70] Hodges , Phys. Rev. Let. 25 , 284 (1970)
- [Hol94] U. Holzwarth, U. Essmann , Appl. Phys. A58 , 197 (1994)
- [Hit92] Hitachi Ltd. , Europäisches Patentamt , Publ. Nr. 0 205 092 B1 (1992)
- [Hug95] Ch. Hugenschmidt, Diplomarbeit „Ortsaufgelöste Lebensdauerspektroskopie von Positronen in Festkörper“ Universität Bonn (1995)
- [Hul95] L.D. Hulett , Mat. Sci. Forum. 175-178 , 99 (1995)
- [Kub75] P. Kubica, A.T. Steward , Phys. Rev. Let. 34 , 852 (1975)
- [Lan81] R.H. Lange , J. Blödorn „Das Elektronenmikroskop TEM+REM“ Georg Thieme Verlag (1981)
- [Lan86] S. Lanio, Dissertation „Optimierung abbildender Energiefilter für die analytische Elektronenmikroskopie“ TH Darmstadt (1986)
- [Lan90] LeClaire in Landolt-Börnstein New Series III/26 , 480 (1990)
- [Led78] C.M. Lederer, J.M. Hollander, I. Perlman „Tables of isotops“ J. Wiley and Sons (1978)
- [Leo79] LEO Elektronenmikroskopie GmbH „Herstellungsangaben aus dem Steckbrief No. 7951“
- [Leo92] W.R. Leo „Techniques for nuclear and particle physics experiments“ Springer Verlag (1992)
- [Leo902] LEO Elektronenmikroskopie GmbH „Technische Unterlagen TEM 902“
- [Leo960] LEO Elektronenmikroskopie GmbH „Technische Unterlagen DSM 960(A)“
- [Lee55] G.E. Lee-Whiting , Phys. Rev. 97 , 1557 (1955)
- [Lyn79] K.G. Lynn , Phys. Rev. Let 43 , 391 (1979)
- [Lyn83] K.G. Lynn , [Fer83] 609

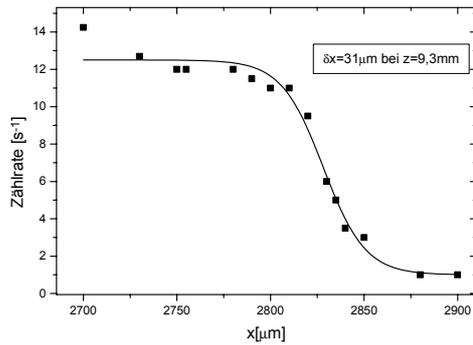
- [Mac67] I.K. MacKenzie, T.L. Khoo, A.B. McDonald, B.T.A. McKee , Phys. Rev. Let. 19 , 946 (1967)
- [Mac70] I.K. MacKenzie , Phys. Let. 33A , 279 (1970)
- [Mac83] I.K. MacKenzie in [Fer83] , 196
- [Män96] U. Männig , Diplomarbeit „Tiefenaufgelöste Fehlstellenuntersuchungen mit langsamen Positronen“ Universität Bonn (1996)
- [Mai70] L.I. Maissel, R. Glang „Handbook of thin film technology“ McGraw-Hill Inc. 1970
- [Mai89] K. Maier, M. Peo, B. Saile, H.E. Schaefer, A. Seeger , Philos. Mag. A. 40 , 701 (1979)
- [Mai83] K. Maier in [Fer83], 265
- [McN73] L.A. McNelles, J.L. Campell , Nucl. Instr. Meth. 109 , 241 (1973)
- [Mil78] A.P. Mills , Phys. Rev. Let. 41 , 1828 (1978)
- [Mil80] A.P. Mills , Appl. Phys. 23 , 189 (1980)
- [Mpi94] priv. Mitteilung von R. Henes und P. Kepler, MPI für Metallforschung, Institut für Physik, Stuttgart
- [Nie79] R.M. Nieminen, M.J. Mannien in „Positrons in solid“ edited by P. Hautojärvi, Topics in current physics, Springer Verlag 145 (1979)
- [Nie80] R.M. Nieminen, J. Oliva , Phys. Rev. B 22 , 2226 (1980)
- [Per70] A. Perkins, J.P. Carbotte , Phys. Rev. B 1 , 101 (1970)
- [Phi84] Philips, Transmission of high photons through various materials, Publ. No. 939924930201 , Eindhoven (1984)
- [Pus90] M.J. Puska , Phy. Rev. B 41 , 9980 (1990)
- [Pus94] M.J. Puska, R.M. Nieminen , Rev. Mod. Phys. 66 , 841 (1994)
- [Rei77] L. Reimer, G. Pfefferkorn „Rasterelektronenmikroskopie“ Springer Verlag (1977)
- [Ros95] H. Rose, D. Krahl in „Energy-Filtering TEM“ ed. by L. Reimers , 48 Springer-Verlag (1995)
- [Rit59] R.H. Ritchie , Phys. Rev. 114 , 644 (1959)
- [Sch85] P.J. Schulz, K.G. Lynn, B. Nielsen , Phys. Rev. B 32 , 1369 (1985)
- [Sch92] G. Schatz, A. Weidinger „Nukleare Festkörperphysik“ Teubner Studienbücher (1992)
- [Sch88] P.J. Schultz, K.G. Lynn , Rev. Mod. Phys 60 , 701 (1988)

- [Sei95] L.J. Seijbel R.F.J. Niessen, P. Kruit, A. VanVeen, H. Schut , Appl. Surf. Sci. 85 , 92 (1995)
- [See87] A. Seeger, J.Major, F. Banhart , Phys. stat. sol a. 102 , 91 (1987)
- [See89] A. Seeger, Nova Acta Leopoldina N.F. 64 , 21 (1989)
- [Str89] Anlage II zu §4 Abs.1 Bundesgesetzblatt Jahrgang 1989 Teil1, 1324
- [Ton94] M. Tongbhoyai, Diplomarbeit „Herstellung kleiner Positronenquellen und Untersuchung der Fehlstellenkonzentration von festem, flüssigen und flüssig unterkühltem Nickel“ Universität Bonn (1994)
- [Ton97] M. Tongbhoyai, Dissertation „Positronenquellen mit kleinem Phasenraum durch einstufige Moderation“ Universität Bonn (Januar 1997)
- [Tri95] W. Triftshäuser , Jour. d. Phys. 5 , 217 (1995)
- [Uhl95] K. Uhlmann, D.T. Britton, G. Kögel , Meas. Sci. Tech. 6 , 932 (1995)
- [Veh87] A. Vehanen, K. Saarinen, P.Hautojärvi, H. Huomo , Phys. Rev. B 35 , 4606 (1987)
- [Van88] J. vanHouse, A. Rich , Phys. Rev. Let. 60 , 169 (1988)
- [Wes73] R.N. West , Advances Physics 22 , 263 (1973)
- [Wes95] R.N. West in [Fer95] 75
- [Yam95] Ch. Yamanaka, K. Hosokawa, M. Ikeya, S. Nishijima, T. Okada , Jpn. J. Appl. Phys. 34 , 6528 (1995)

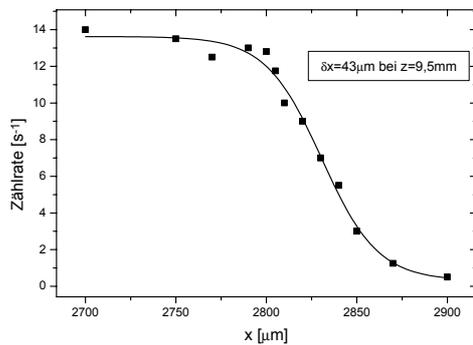
7 Anhang A

Strahldurchmesser in x-Richtung als Funktion der Position (z) auf der gemeinsamen Strahlachse von Elektronen und Positronen. Eine vorherige Abrasterung der Kante mit Elektronen hat eine Position von $x = 2825$ ergeben.

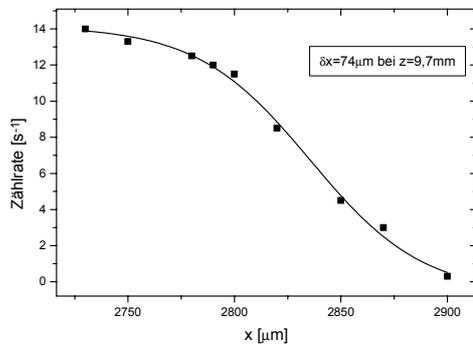
$z = 9,3\text{mm}$



$z = 9,5\text{mm}$

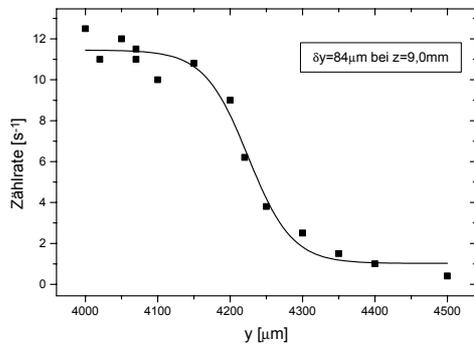


$z = 9,7\text{mm}$

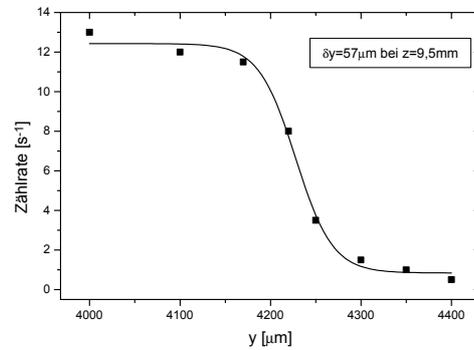


Strahldurchmesser in y-Richtung als Funktion der Position (z) auf der gemeinsamen Strahlachse von Elektronen und Positronen. Eine vorherige Abrasterung der Kante mit Elektronen hat eine Position von $y = 4200$ ergeben.

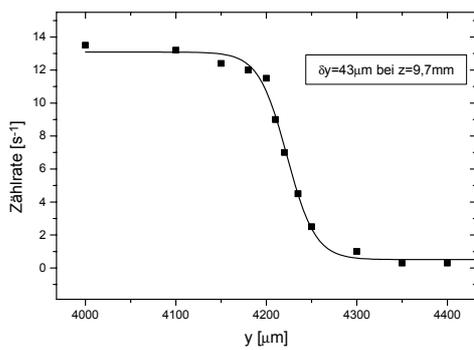
$z = 9,0\text{mm}$



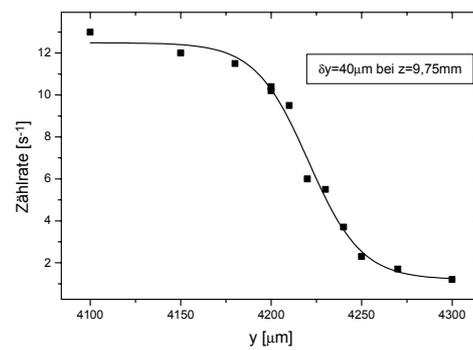
$z = 9,5\text{mm}$



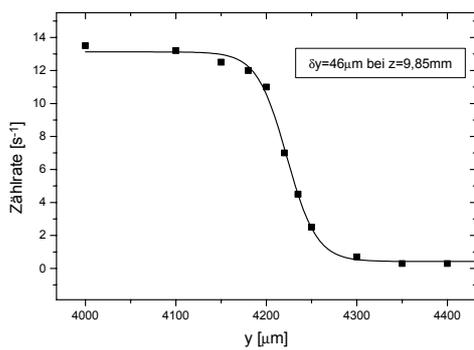
$z = 9,7\text{mm}$



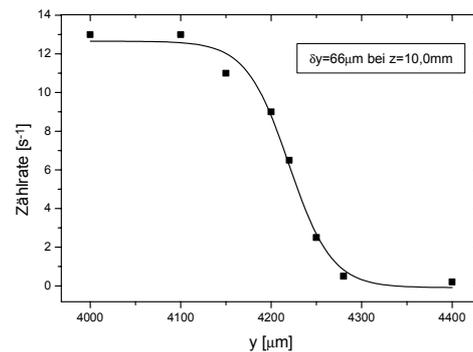
$z = 9,75\text{mm}$



$z = 9,85\text{mm}$



$z = 10,0\text{mm}$



8 Danksagung

Ich danke...

Meinem Lehrer *Karl Maier* für das Thema der Arbeit, die wissenschaftliche, technische und allgegenwärtige Betreuung, die sehr persönlich war und weit über das normale Maß eines Doktorvaters hinaus ging.

Meinen *Eltern*, meinem Bruder *Thomas* und meinen *Großeltern*, ohne deren Unterstützung diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Herrn *Peter David* für die Übernahme des Korreferats.

Martin Tongbhoyai und *Christoph Deckers*, die seit Beginn des Studiums sehr gute Freunde von mir sind. Ich erinnere mich gerne an unzählige Diskussionen, die meistens allgemeine Heiterkeit hinterließen, und wie wir drei uns mit Rat und Tat gegenseitig zur Verfügung standen.

Bernd Huber für den großen Arbeitseinsatz und seine Freundschaft, die sich in unserer Oberkochener Zeit entwickelte.

Den restlichen Mitgliedern der Königscrew aus Zimmer 260 für viel Freude und zahllose gemeinsame Unternehmungen: *Thomas Albrecht*, *Carsten Bühner*, *Bernd Didinger*, *Frank Emert*, *Frank Keuser*, *Sabine Hansen*, *Uwe Holzwarth*, *Christoph Hugenschmidt*, *Dieter Platzek*, *Joachim Reske*, *Stephan Roth*, *Petra Schaaff*, *Tobias Wider*. Für die Unterstützung in der Schlußphase dieser Arbeit allerdings ganz besonders *Matz Haaks* und *Ulrike Männig*

Sämtlichen wissenschaftlichen und nichtwissenschaftlichen Mitgliedern des Instituts für „das große Drumherum“, ganz besonders aber *Peter Herzog* für viele Arbeiten im Hintergrund, gerade im Bereich des Strahlenschutzes, *Siegfried Hinderlich* und *Jörg Seul* für direkte und diskussionslose Übernahmen von technischen Aufgaben, *Jens Bisplinghoff* für das zeitweilige Gastrecht in seinem Labor und *Elvira Schoppmann*, die als einzige mein Chaos in den zahlreichen Reisekostenrechnungen durchschaute.

Dem gesamten Team von LEO für die unkomplizierte Aufnahme in die Firma und die sehr große Kooperationsbereitschaft, weit über dienstliche Belange hinaus. Mein besonderer Dank gilt hier *Jan Lugtenburg*, *Johannes Bihr*, *Albrecht Rilk*, *Philip Schlichtmeier*, *Paul Ditzinger* und *Josef Frey*, ohne deren Engagement die Arbeit in diesem knappen Zeitrahmen nicht zu realisieren gewesen wäre.

Mark Franken und *Dirk Köhler* für ihren Einsatz bei dem vorgezogenen Genehmigungsverfahren.

Den Mitarbeitern des Max-Planck-Instituts für Metallforschung in Stuttgart, *Peter Keppler*, *Rolf Henes* und *Walter Plenert*, für die Erledigung vieler Arbeiten, insbesondere im Zusammenhang mit dem Wolframmoderator.

Dem Bundesministerium für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie (BMBF) und namentlich Herrn *Dr. Ehrlich*. Das Forschungsvorhaben wurde über den Projektträger Material- und Rohstoffforschung des Forschungszentrum Jülich unter der Projektnummer F. u E.-KZ03N8001 gefördert.

Andreas Siegle, Peter Sevenich, Reinhard Nebel, Peter Hempen, Jürgen Ollhoff, Alfred Klapperstück, Michaela Mühl und Barbara Gatzweiler für zahlreiche Leihgaben bzw. für die technischen oder administrativen Lösungen anfallender Probleme.

Heinke Melchior, Gerlinde Maier, Ute Cordewener, Christian und Ilona Hermes, Paul Kortyka, Niko Kalpakis, Kaspar Nagel, Volker Keiner, dem *Dienstags-Squashteam* in Bonn, dem *Mittwochs-* bzw. *Donnerstags-Squashteam* in Oberkochen und dem *Mittwochsclub*, die mich alle während der Zeit der Doktorarbeit begleitet haben, dafür, daß sie eigentlich nie verstehen konnten, warum und was ich da eigentlich mache und vor allem, daß ich immer noch Freude daran hatte, egal was passierte.

Zum Schluß bedanke ich mich bei all den *vielen anderen*, die zum Gelingen dieser Arbeit mit großen und kleinen Taten beigetragen haben, auch wenn sie hier nicht namentlich erwähnt sind.

9 Lebenslauf

Name:	Holger Greif
Geburtsdatum:	22.11.1968
Geburtsort:	Bonn
Familienstand:	ledig
Eltern	Erwin Greif, Diplom-Ingenieur Hildegard Greif, geb. Bischoff, Hausfrau
Geschwister	Thomas Greif, Diplom-Ingenieur
1974 - 1978	Katholische Grundschule in Bonn Holzlar
1978 - 1987	Kardinal - Frings - Gymnasium in Bonn Beuel, Abschluß: allgemeine Hochschulreife
1987 - 1988	Grundwehrdienst
Okt. '88	Immatrikulation im Fach Physik Diplom an der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität in Bonn
Jan. '93 - Jan '94 eines	Diplomarbeit in Experimentalphysik „Aufbau und Erprobung mobilen Positronenstrahls“
seit Jan. '94 Strahlen-	Beginn der Promotion in der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. Karl Maier als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für und Kernphysik in Bonn
Okt. '95 - Aug. '96 LEO	Forschungsaufenthalt bei dem Kooperationspartner, der Firma Elektronenmikroskopie GmbH in Oberkochen