

Positronenquellen-Moderator- Kombination mit hohem Richtstrahlwert

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

vorgelegt von

Martin Tongbhoyai

aus Bangkok

Bonn 1997

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

Referent : Prof. Dr. K. Maier

Korreferent : Prof. Dr. P. David

Tag der Promotion:

Das, worauf es ankommt, können wir nicht vorausberechnen. Die schönste Freude erlebt man immer da, wo man sie am wenigsten erwartet.

Antoine de Saint-Exupéry

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	6
2. Das Positron als Sondenteilchen.....	9
2.1 Wechselwirkung mit Materie.....	9
2.1.1 Thermalisierung.....	9
2.1.2 Diffusion.....	12
2.1.3 Annihilation.....	13
2.2 Meßmethoden und Meßparameter	15
2.3 Positronenquellen.....	18
3. Tiefensensitive Untersuchungen mit Positronen	19
3.1 Moderation der Positronen.....	19
3.1.1 Emission der Positronen aus Metallen	19
3.1.2 Metallmoderatoren	21
3.1.3 Edelgasmoderatoren.....	23
3.1.4 Moderatorgeometrien	24
3.2 Bestehende Meßeinrichtungen mit einer Positronensonde	25
3.2.1 Verkleinerung der Positronenstrahlen: Die Positronenmikroskopie	26
3.2.2 Erhöhung des Richtstrahlwerts durch Remoderation.....	26
3.2.3 Positronenmikroskope mit Remoderation.....	28
3.2.3.1 Positronen-Reemissions-Mikroskopie (PRM).....	28
3.2.3.2 Positronen-Annihilations-Mikroskopie (PAM).....	28
4. Der Bonner Feinfokuspositronenstrahl.....	30
5. Die Positronenquellen-Moderator-Kombination.....	33
5.1 Kleiner Phasenraum durch einstufige Moderation.....	33
5.2 Geometrie des Moderators	33
5.3 Die intensive, kleine Positronenquelle.....	36
5.3.1 Generelle Anforderungen.....	37

5.3.2 Herstellung mit dem Aufdampfverfahren	38
5.3.3 Geeignete Positronenstrahler.....	40
5.3.4 Verwendete Apparatur	42
5.4 Erreichte Quellgrößen und Intensitäten	46
5.4.1 Quellgröße und Effizienz des Aufdampfverfahrens.....	46
5.4.2 Herstellung einer intensiven, kleinen ^{22}Na -Quelle.....	49
5.5 Zweistufiges Aufdampfverfahren	50
6. Erste Messungen mit dem Feinfokuspositronenstrahl.....	54
6.1 Messung an einer Au/Si-Matrix	54
6.2 Messung an gebogenem Cu	55
6.3 Messung an wechselverformtem Cu-Einkristall	58
6.4 Vergleich der Meßergebnisse mit Voruntersuchungen.....	62
7. Zusammenfassung	64
Literaturverzeichnis	66
Danksagung	71

1. Einleitung

Die Fortschritte in der Festkörperphysik ermöglichten in den letzten Jahrzehnten eine rasante technologische Entwicklung. Besonders die Fortschritte der Halbleiterphysik, die innerhalb weniger Jahrzehnte vom ersten Transistor bis zum heutigen Hochleistungsmikrochip führten, sind hier erwähnenswert. Diese Entwicklung ist noch nicht beendet: man strebt heute eine Miniaturisierung von Halbleiterbauelementen, supraleitenden Sensoren, und die Entwicklung von „maßgeschneiderten“ magnetischen und mechanischen Strukturwerkstoffen an. Daher rückt die Notwendigkeit in den Vordergrund, immer „feinere“ Informationen über die Auswirkung von Defekten im Kristallbau auf die physikalischen Eigenschaften von Werkstoffen (insb. von Metallen) zu erlangen. Rein optisch sind die Defekte oft nicht zu erkennen. Daher wurden eine Vielzahl von Untersuchungsmethoden mit unterschiedlicher Ortsauflösung entwickelt. Die vorliegende Arbeit nutzt eine dieser Meßmethoden: Positronen werden als bewegliche Sonde für tiefensensitive Untersuchungen von Fehlstellen im Material mit hoher Ortsauflösung verwendet.

Fehlstellen zeichnen sich durch eine lokal verminderte Dichte an Atomen und Elektronen aus. Das Feld der positiv geladenen Atomrümpfe führt zu einem attraktiven Potential, in dem die Positronen eingefangen werden können. Dort zerstrahlen sie vorzugsweise mit den Leitungselektronen der Atome, was zu einer meßbaren Dopplerverschiebung der Zerstrahlungsenergie führt. Die Nachweiswahrscheinlichkeit von Fehlern liegt bei ca. 10^{-6} (1ppm). Die Methode der Positronen-Annihilation ist eine ideale Ergänzung zur Elektronenmikroskopie, mit der zwar Versetzungen, mikroskopische Hohlräume und Korngrenzen abgebildet werden können, deren Auflösung (im nm-Bereich) jedoch nicht ausreicht, um einzelne Leerstellen (Ausdehnung ca. $1 \cdot 10^{-10}$ m) und kleine Leerstellenagglomerate aufzulösen.

Die bisherigen Positronenmeßeinrichtungen können aufgrund der lateralen Ausdehnung ihrer Positronenquellen nur Auskünfte über ein relativ großes Volumen geben. Für eine

Anwendung dieser Meßmethode in der Mikrostrukturtechnik ist aber eine lokale Auflösung bis zu $1\mu\text{m}$ notwendig. So kommt es z.B. bei der gängigen Halbleiterdotierungsmethode durch Ionenimplantation zu einer Schädigung des Halbleiters, deren Ausdehnung in diesem Bereich liegen. Auch bei der Ermüdung von Werkstoffen kommt es zur Bildung von Defektstrukturen im μm -Bereich, deren Entstehung und Fortbildung bis heute nicht verstanden sind.

Ziel vieler Forschungsvorhaben ist es daher, einen Positronenmikrostrahl von wenigen Mikrometern Durchmesser herzustellen. Die lokale Auflösung ist dabei durch die Diffusionslänge des Positrons im Material von ca. 100nm prinzipiell begrenzt. Bisher ist allerdings kein funktionstüchtiger Positronenmikrostrahl hergestellt worden. Die bisherigen Entwicklungen bestehen meist aus einer Kombination von elektronenoptischer Abbildung (Rasterelektronenmikroskop) mit einem energievariablen Feinfokuspositronenstrahl, so daß sowohl orts- als auch tiefensensitive Untersuchungen an Objekten möglich sein sollen. Dabei soll zunächst mit dem elektronenoptischen Abbildungsverfahren die Oberflächenstruktur des Objekts auf mögliche Fehlstellen untersucht und sollen anschließend ausgewählte Stellen mit dem Positronenmikrostrahl analysiert werden. Man will entweder die Positronenzerstrahlung messen oder ähnlich zur Rasterelektronenmikroskopie eine Abbildung des Untersuchungsobjekts mittels Positronen erstellen.

Hauptproblem der bisherigen Vorhaben ist die Strahlgüte des Positronenstrahls. Diese ist abhängig von der Phasenraumzelle des Strahls (laterale Ausdehnung und Energie- bzw. Impulsunschärfe) und dessen Intensität. Um eine hohe Strahlgüte zu erreichen, muß die Phasenraumzelle des Positronenstrahls ähnlich klein sein wie jene des Elektronenstrahls und die Strahlintensität sehr hoch sein. Nur so können die zur Untersuchung benötigten Strahleigenschaften erreicht werden. Die bisher zur Strahlherstellung verwendeten Positronenquellen emittieren die Positronen allerdings in eine sehr große Phasenraumzelle, so daß diese zur Strahlgüteeerhöhung verkleinert werden muß. Das dafür entwickelte Verfahren ist die sogenannte Remoderation. Mit dieser kann die Phasenraumzelle monochromatischer

(sog. moderierter) Positronen verkleinert werden. Der Wirkungsgrad der Remoderation ist allerdings sehr gering und unbefriedigend. Fast 95% aller monochromatischen Positronen gehen durch die Remoderation verloren, wobei die Effizienz der zuvor durchzuführenden Monochromatisierung (Moderation) der Positronen typischerweise bei 10^{-4} liegt. Um die Strahlgüte durch die dadurch bedingte Intensitätsschwächung nicht zu verschlechtern, muß bei Anwendung der Remoderation auf sehr intensive Positronenquellen zurückgegriffen werden, die einen enormen Aufwand an Infrastruktur erfordern (z.B. on-line Herstellung der intensiven Quelle in einem Reaktor).

In Zusammenarbeit des ISKP mit dem Unternehmen LEO¹ konnte jedoch ein mit einem Rasterelektronenmikroskop kombinierter Feinfokuspositronenstrahl entwickelt werden, der ohne die Remoderation auskommt. Vielmehr wird ein neuartiges Positronenstrahlerzeugersystem verwendet, das aus einer Kombination einer *intensiven Positronenquelle* mit einem *Moderator* (Monochromator) besteht. Die Phasenraumzelle dieser Positronen ist *ähnlich klein* wie die der Elektronen einer konventionellen Elektronenquelle aus der Elektronenmikroskopie. Eine nachträgliche, ineffiziente Verkleinerung der Phasenraumzelle zur Strahlgütererhöhung entfällt also. Dieses Positronenstrahlerzeugersystem erlaubt für das neuartige Laborgerät die Verwendung vieler Standardbauteile aus der Elektronenmikroskopie, da das Positron und das Elektron bis auf das Vorzeichen ihrer spezifischen Ladung dieselben physikalischen Eigenschaften besitzen.

In der vorliegenden Arbeit wird die Entwicklung und Herstellung einer den technischen Anforderungen entsprechenden Positronen-Moderator-Kombination beschrieben, die Positronen mit einer sehr kleinen Phasenraumzelle liefert.

¹ Joint Venture der Unternehmen Carl Zeiss (Oberkochen, Deutschland) und Leica (Cambridge, Großbritannien)

2. Das Positron als Sondenteilchen

Die Existenz des Positrons als Antiteilchen des Elektrons wurde 1929 von Dirac [DIR30] postuliert und ist durch Untersuchungen der Höhenstrahlung von Anderson 1932 bestätigt worden [AND33]. Aufgrund seiner geringen Masse und damit hohen Beweglichkeit eignet es sich als Sondenteilchen für Defektuntersuchungen von Festkörpern. Auf Leerstellen spricht es bereits ab einer Konzentration von 10^{-6} pro Atom an [HAU95]. Das Verfahren ist als Untersuchungsmethode für Leerstellen im thermodynamischen Gleichgewicht unverzichtbar [LBS90]. Seit geraumer Zeit wird versucht, diese hohe Empfindlichkeit auch für die Untersuchung bzw. Früherkennung von Materialschäden zu nutzen. Die Vielzahl der untersuchten Materialien und Materialzustände belegen den hohen Nutzen dieser Methode [z.B. SCH81, POS92, POS95, EUR95]. Die Grundlagen der Wechselwirkung des Positrons mit Materie und die sich daraus ergebenden Besonderheiten des Positrons als Sonde sollen im folgenden dargestellt werden.

2.1 Wechselwirkung mit Materie

Dringt ein Positron in Materie ein, so erfährt es aufgrund seiner Ladung zahlreiche Wechselwirkungsprozesse. Es wird zunächst bis auf thermische Energie abgebremst (thermalisiert) und diffundiert dann durch die Materie, bis es mit einem Elektron der Umgebung annihilert. Die Prozesse waren wiederholt Gegenstand ausführlicher Abhandlungen [z.B. in den Übersichtsartikeln HAU79, SCH81, SCH88]. Die wesentlichen Erkenntnisse werden hier in gestraffter Form wiedergegeben.

2.1.1 Thermalisierung

Ein in Materie eindringendes Positron gibt seine kinetische Energie innerhalb von wenigen Pikosekunden (typischerweise 3 ps) fast vollständig ab [LEE55, NIE80]. Diesen Vorgang nennt man *Thermalisierung*. Da die Lebensdauer eines Positrons in Materie (ca 10^{-10} sec.,

[LEE55, NIE80]) wesentlich größer ist als seine Abbremszeit, besitzt es für den Rest seiner Lebensdauer lediglich eine thermische Energie nach Maßgabe der Temperatur des Festkörpers von

$$E_{e^+}^{th} = \frac{3}{2} k_B \cdot T \quad [1].$$

Bei einer Temperatur von $T=300\text{K}$ beträgt die thermische Energie ca. $0,04\text{eV}$.

Die Prozesse, die zum Energieverlust beitragen, sind bis zu Positronenenergien von einigen 10eV materialunabhängig. Tabelle 1 stellt die Prozesse und die Energiebereiche zusammen, in denen sie jeweils den dominierenden Beitrag zum Energieverlust stellen:

Energieverlustprozesse	Energiebereich
Bremsstrahlung	E_{e^+} im Bereich von einigen MeV
Streuung an Elektronen	einige 100 keV
Anregung von Rumpf- und Valenzelektronen	ca. $500\text{ eV} \leq E_{e^+} \leq$ einige 100 keV
Elektron-Loch-Paarerzeugung	einige eV $\leq E_{e^+} \leq$ ca. 1 keV

Tabelle 1: Energieverlustprozesse für alle Materialien bis zu Energien von einigen eV nach [LEE55, RIT59, PER70, NIE80].

Verbleiben dem Positron noch etwa 10 eV Energie, so wird der weitere Thermalisierungsprozess materialabhängig, da er über die Erzeugung von Elementaranregungen des Festkörpers verläuft. Diese Elementaranregungen sind beispielsweise Intra- und Interbandübergänge von Elektronen, Anregungen von Plasmonen, Excitonen oder Phononen. Nicht jeder Typ ist in jedem Material möglich (siehe Abb. 1). Die Elektron-Loch-Erzeugung

und Phononenanregung dominieren in Metallen und Halbleitern [PER70]. In Isolatoren kommt es hauptsächlich zur Phononen- und Excitonenanregung [SCH88].

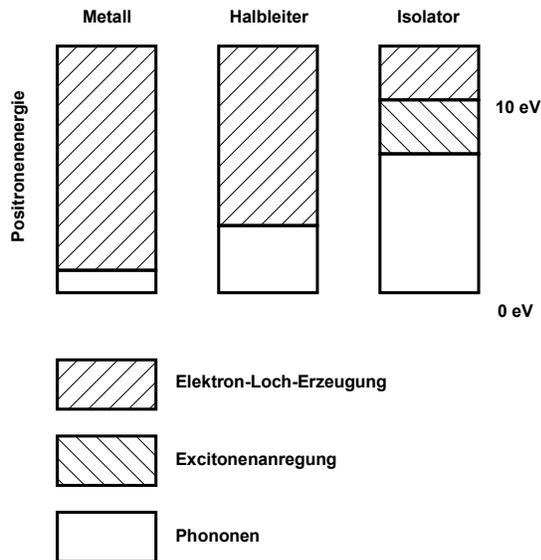


Abb. 1: Thermalisierungsprozesse im Bereich von wenigen eV sind abhängig vom Material. Die Elektron-Loch-Erzeugung und Phononenanregung dominiert in Metallen bzw. Halbleitern. In Isolatoren kommt es hauptsächlich zu Phononenanregungen [SCH88].

Die Eindringtiefe der Positronen in Materie ist abhängig von der Positronenenergie. Aufgrund des β^+ -Spektrums kann nur eine mittlere Eindringtiefe angegeben werden. In der Literatur finden sich dafür verschiedene Näherungsformeln [FLA46, SIE65, SCH88, MIL82, VEH87, COL93]. Die folgende empirisch bestimmte Näherungsformel

$$\bar{z} = A \cdot E^n \quad [2]$$

gibt die mittlere Eindringtiefe für Energien in dem sehr großen Energiebereich von einigen keV bis MeV an.

Dabei ist \bar{z} die mittlere Eindringtiefe, A und n sind empirische Faktoren, abhängig von den Materialeigenschaften, insbesondere von der Dichte ρ (siehe Abb. 2) [LYN80, MIL82, VEH87, SCH88].

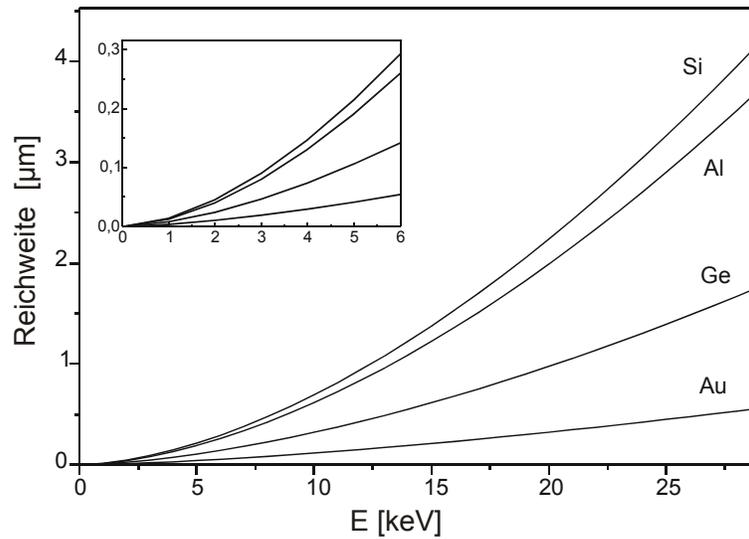


Abb. 2: Reichweite von Positronen in Abhängigkeit von der Energie für verschiedene Materialien nach Formel [2].

2.1.2 Diffusion

Ein thermalisiertes Positron diffundiert solange durch das Material, bis es mit einem Elektron zerstrahlt. Ist die mittlere freie Weglänge der Positronen kleiner als die typische Eindringtiefe der Positronen, so kann der Diffusionsvorgang durch die folgende Diffusionsgleichung

$$\frac{\partial n(\vec{r}, t)}{\partial t} = D_+ \nabla^2 n(\vec{r}, t) - \lambda_{\text{eff}} n(\vec{r}, t) - \frac{\partial}{\partial \vec{r}} [v_D n(\vec{r}, t)] \quad [3]$$

beschrieben werden, wobei $n(\vec{r}, t)$ für die Anzahl der Positronen, λ_{eff} für die invertierte effektive Lebensdauer τ^{-1} der Positronen im freien Diffusionsbereich, v_D für die feldabhängige Beweglichkeit und D_+ für den Diffusionskoeffizienten der Positronen steht.

Bei einem typischen Diffusionskoeffizienten von $D_+ \approx 1 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ und einer mittleren Lebensdauer $\tau = 10^{-10} \text{ sec.}$ liegt die mittlere Diffusionslänge $\bar{x} = \sqrt{3 \cdot D_+ \cdot \tau}$ typischerweise bei ca. 1000 \AA [MIL78, SCH88, DUP95].

Bei kleinen Positronenenergien (einigen eV, je nach Material) ist die Eindringtiefe der Positronen in den Festkörper geringer als ihre mittlere Diffusionslänge \bar{x} . Sie können somit zur Oberfläche zurückdiffundieren (Rückdiffusion), wo sie unter bestimmten Voraussetzungen reemittiert werden können (siehe Kap. 3.1.1).

2.1.3 Annihilation

Diffundiert ein Positron durch das ungestörte Kristallgitter eines Festkörpers, so wird es nach einer mittleren Lebensdauer von ca. 100ps mit einem Elektron zerstrahlen. Die Ruhemassen von Positron und Elektron sowie die kinetische Energie des zerstrahlenden Teilchenpaares werden dabei in γ -Strahlung umgesetzt. Die kinetische Energie des thermalisierten Positrons ist jedoch gegenüber der Elektronenenergie vernachlässigbar klein [HAU79].

Trifft das diffundierende Positron auf eine Fehlstelle (z.B. eine Leerstelle, Mikrohohlraum, Versetzung oder Korngrenze), so kann es dort eingefangen werden (Abb. 3 und 4). Diese Fehlstellen zeichnen sich durch das Fehlen von Atomrümpfen bzw. durch eine weniger dichte Packung des Kristallgitters aus. Gegenüber dem perfekten Kristall fehlen also positive Ladungen. Dies führt zur Bildung von Potentialtöpfen, in den das Positron eingefangen werden kann. Die Bindungsenergie des Positrons in einer Fehlstelle beträgt dabei typischerweise einige eV [SCH88].

Abb. 3: Diffusion eines e^+ in Materie. Dringt ein e^+ in Materie ein, so wird es aufgrund verschiedener Prozesse innerhalb weniger Pikosekunden auf thermische Energie abgebremst. Es diffundiert dann durch den Festkörper. Trifft es dabei auf eine Fehlstelle, so bleibt es dort haften [SCH88].

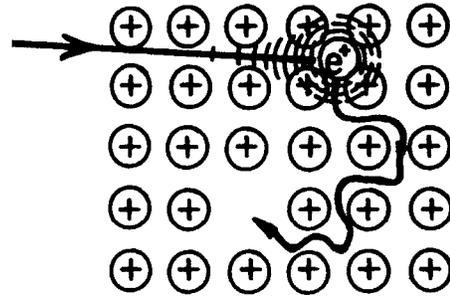
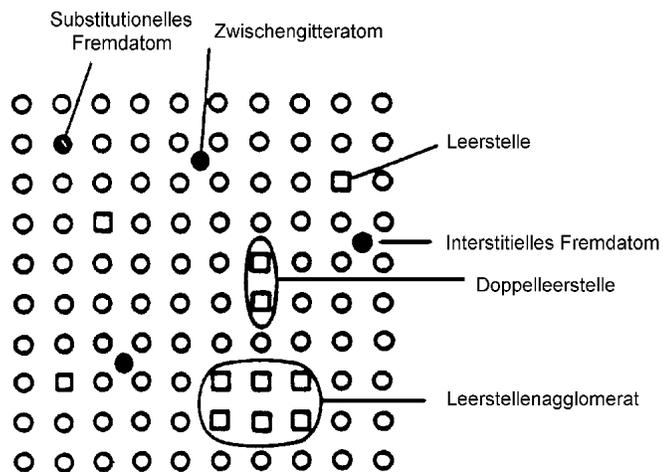


Abb. 4: Leerstellen bilden für Positronen Potentialmulden von typischerweise einigen eV, die sie nicht mehr verlassen können [SCH88].



Positron und Elektron zerstrahlen überwiegend unter Aussendung von 2 γ -Quanten von je 511keV unter 180° . Der Zerfall in 3 γ -Quanten ist grundsätzlich möglich, ist jedoch erheblich unwahrscheinlicher [SCH92]. Die Zerstrahlungswahrscheinlichkeit Γ ist proportional zur Elektronendichte n_e am Zerstrahlungsort [HEI54, SCH92]. Aufgrund der geringeren Elektronendichte in Haftstellen besitzt das Positron dort eine längere Lebensdauer als ein ungebundenes Positron. Die Wahrscheinlichkeit, daß das Positron in einer Haftstelle mit einem

Abb. 5: Im Festkörper können verschiedenartige Fehlstellentypen existieren. Leerstellen sind dabei für e^+ bevorzugte Haftstellen.



niederenergetischen Valenzelektron zerstrahlt, ist höher als die Zerstrahlung mit einem lokalisierten, hochenergetischen Rumpfelektron. Für Details wird an dieser Stelle auf die einschlägige Literatur verwiesen [SCH81, SEE74, FRA74, HAU79a, SCH88].

In Nichtmetallen kann es zur Bildung eines gebundenen, wasserstoffähnlichen Zustands kommen (Positronium) [DUP83]. Je nach relativer Spinorientierung von Positronen- und Elektronenspin können diese Zustände in 2 bzw. 3 γ -Quanten zerstrahlen (Para- und Orthopositronium). Beide Zustände sind aufgrund ihrer unterschiedlichen Zerstrahlungsrate und Lebensdauer unterscheidbar und somit meßbar [DUP83, DEC96]. In Metallen wird die Bildung von Positronium wegen der großen Dichte von Leitungselektronen ausgeschlossen, da hier das Positron effektiv abgeschirmt wird [HEL64].

2.2 Meßmethoden und Meßparameter

Betrachtet man das e^+e^- -Paar nicht im Schwerpunkt-, sondern im Laborsystem, so kommt es bei der 2γ -Annihilation aufgrund der Energie des Elektrons zu einer Energieverschiebung und Winkelabweichung. Die viel kleinere Energie des thermalisierten Positrons darf vernachlässigt werden [HAU79].

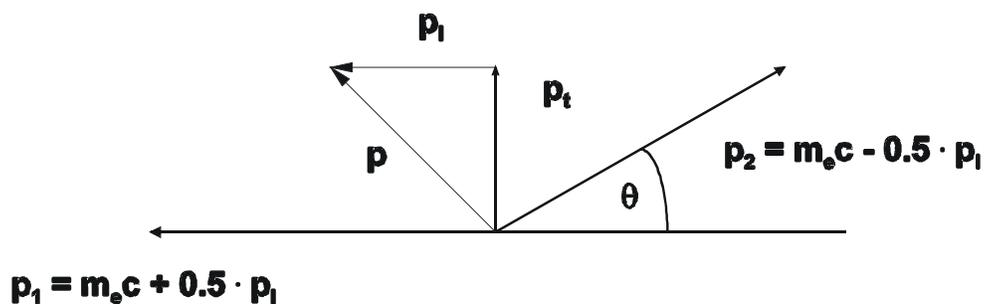


Abb. 6: Betrachtet man das e^+e^- -System bei der 2γ -Annihilation im Laborsystem, so kommt es aufgrund der Energie des e^- zu einer Winkel- und Energieverschiebung. p ist der Impuls des e^+e^- -Paares.

Der Transversalimpuls p_t des e^+e^- -Systems bewirkt eine Winkelabweichung:

$$\theta = \frac{p_t}{m_e c} \quad [4],$$

wobei m_e die Masse des Elektrons und c die Lichtgeschwindigkeit ist.

Die Energie der γ -Quanten (Gleichung 5) verschiebt sich aufgrund des Dopplereffekts durch die longitudinale Impulskomponente p_l [SCH92]:

$$E_\gamma = E_0 + \Delta E = m_e c^2 \pm \frac{cp_l}{2} \quad [5] \text{ [SCH92]}.$$

Besitzt das Elektron, das mit einem Positron zerstrahlt, eine kinetische Energie von ca. 10 eV, so beträgt die zu messende Dopplerverschiebung ca. 1.5keV [SCH92].

Die Messung der Dopplerverbreiterung erfolgt i. allg. mit Germaniumdetektoren, deren Energieauflösung gut genug ist, um eine Änderung der Linienform durch den Dopplereffekt nachzuweisen. Die Auswertung der Dopplerspektren erfolgt meist über den sog. *S-Parameter* [MCK70] (für weitere Auswertungsparameter siehe [HAU79a]). Wie in Abb. 7 veranschaulicht, ist er definiert als Quotient zweier Flächenintegrale um den Linienschwerpunkt der Zerstrahlungslinie:

$$S = \frac{F_A}{F_B} = \frac{\int_{E_0-\Delta E}^{E_0+\Delta E} N(E) dE}{\int N(E)} \quad [6].$$

Aufgrund dieser Definition zeigt der S-Parameter auch dann eine Änderung der Linienform an, wenn sich die FWHM der Linie nicht wesentlich ändert. Der Parameter gibt Aufschluß

über die Einfangrate der Positronen in Haftstellen: bei hoher Fehlstellenkonzentration erhöht sich die Wahrscheinlichkeit, daß ein Positron in einer Haftstelle zerstrahlt. Somit ist die Wahrscheinlichkeit, daß das Positron mit einem Leitungselektron zerstrahlt, erhöht. Die Dopplerlinie wird daher schmaler und der S-Parameter vergrößert sich.

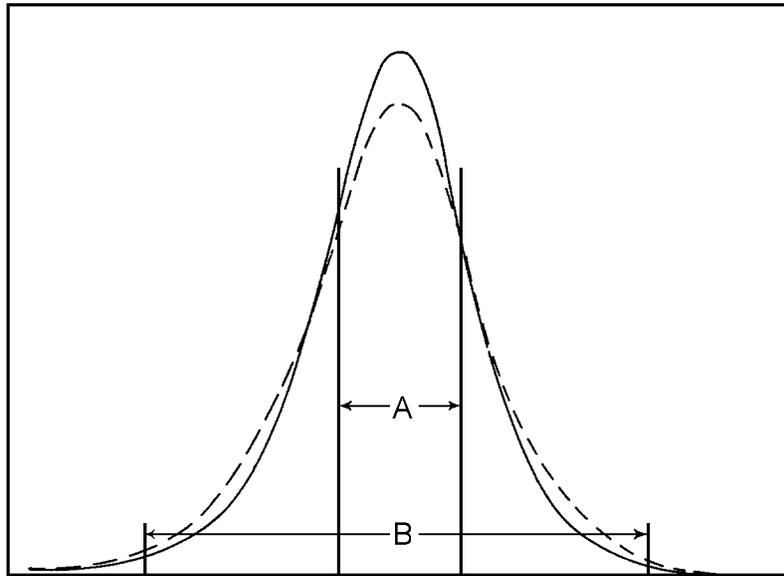


Abb. 7: Der Linienformparameter S ist definiert als Quotient zweier Flächenintegrale (A/B). Mit diesem Parameter ist es möglich, Aussagen über die Einfangrate der Positronen zu machen.

Aussagen über die Defektstruktur lassen sich auch durch Messung der Positronenlebensdauer treffen. Die Lebensdauer in Haftstellen ist aufgrund der geringeren Elektronendichte deutlich höher als im freien Volumen, so daß eine meßbare Unterscheidung des Zerstrahlungsorts möglich ist. Je nach Material und Fehlstellentyp liegen die Änderungen der Lebensdauer im Bereich von 20-50ps. Man bestimmt sie durch Messung des Zeitunterschieds zwischen einem Startsignal (promptes γ -Quant aus einem Zerfall) und einem Stop-Signal (Vernichtungsquant). Für weitere Einzelheiten der Meßtechnik sei auf die weiterführende Literatur verwiesen [z.B. SCH92 m.w.N.].

2.3 Positronenquellen

Die für Annihilationsuntersuchungen benötigten Positronen können auf unterschiedliche Weise hergestellt werden, wobei jedoch immer eine Beschleunigereinrichtung benötigt wird. Hochintensive Positronenstrahler mit Flüssen bis zu $1.8 \times 10^{11} \text{ e}^+ \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1}$ [VAN94] können durch Neutronenbestrahlung eines geeigneten Targetmaterials an einem Reaktor (z.B. $^{63}\text{Cu}(n,\gamma) \text{ } ^{64}\text{Cu}$ [VAN94, LYN85]) oder durch Paarproduktion, z.B. an einem LINAC [HOW82, GRA84], erzeugt werden. Da die Positronen direkt von der Erzeugung zum experimentellen Aufbau geleitet werden, sind derartige Untersuchungen nur mit einem hohen Aufwand an Infrastruktur und „on-line“ durchführbar.

Wesentlich einfacher ist es, einen Positronenstrahler durch geeignete Kernreaktionen an einem Zyklotron herzustellen. Ein solcher Strahler kann dann als Quelle anderenorts eingesetzt werden. Man muß aber (falls experimentell erforderlich) das Isotop vom Targetmaterial trennen. Tab. 2 stellt die am häufigsten verwendeten Positronenstrahler und ihre charakteristischen Größen zusammen.

Isotop	e^+ pro Zerfall [%]	maximale e^+ - Energie [MeV]	$T_{1/2}$
^{18}F	97	0,64	109m
^{22}Na	90	0,545	2.6y
^{48}V	50	0,696	16d
^{58}Co	15	0,47	71.3d
^{64}Cu	19	0,573	12.8h
^{68}Ge	88	1,9	275d
^{74}As	29,5	1,5	17,7d

Tabelle 2: Häufig verwendete Positronenemitter. Angegeben sind die maximalen Positronenenergien im β^+ -Spektrum und die Halbwertszeit $T_{1/2}$ [LED78].

3. Tiefensensitive Untersuchungen mit Positronen

Da die Eindringtiefe und somit auch die Tiefenempfindlichkeit der Untersuchungsmethode von der Positronenenergie abhängig ist, werden mit Positronen aus dem gesamten β^+ -Spektrum einer Positronenquelle nur über einen Tiefenbereich integrierte Informationen erhalten. Durch Monochromatisierung der Positronenenergie (Moderation) und anschließende Nachbeschleunigung der Positronen läßt sich ein *energievariabler Positronenstrahl* erzeugen, durch den auch Messungen mit variablen Eindringtiefen in dünnen Schichten (Dicke von wenigen μm) ermöglicht werden. Dieses Verfahren wird in diesem Kapitel dargestellt.

3.1 Moderation der Positronen

Wird das Positron oberflächennah thermalisiert (Eindringtiefe $<$ Diffusionslänge), so kann es zur Oberfläche zurückdiffundieren und dort wieder aus dem Festkörper mit definierter Energie senkrecht zur Oberfläche emittiert werden. Dieses Positron ist monochromatisch. Den gesamten Vorgang nennt man *Moderation*. Moderierte Positronen können durch geeignete Beschleunigungssysteme auf variable Energien nachbeschleunigt werden. Der physikalische Vorgang der Moderation wurde von Madansky et al. 1950 zum ersten Mal untersucht [MAD50]. Als Moderatoren eignen sich Metalle mit negativer Austrittsarbeit für Positronen und feste Edelgase. Dies soll im folgenden näher erläutert werden.

3.1.1 Emission der Positronen aus Metallen

Um die Materie als freies Positron verlassen zu können, muß es die Potentialbarriere an der Metalloberfläche mit ausreichend hoher Energie überwinden. Diese Energie ist abhängig von der Positronenaustrittsarbeit ϕ_+ für einen Festkörper. Sie ist analog zu der Austrittsarbeit des Elektrons definiert. Es gilt

$$\phi_+ = -D - \mu_+ = -D - (V_0 + V_{\text{corr}}) \quad [7],$$

wobei D die Potentialverteilung der Oberflächendipolschicht beschreibt. D wird durch das Fehlen der Nachbaratome der äußersten Oberflächenschichtatome bestimmt. μ_+ bezeichnet das auf das Positron bezogene chemische Potential. Es setzt sich aus dem abstoßenden Potential V_0 , das durch die positiven Kerne verursacht wird, und aus dem durch die Elektronen verursachten anziehenden Potential V_{corr} zusammen [SCH88, HEI72, HOD73, NIE76]. Ist die Austrittsarbeit ϕ_+ negativ, so können Positronen die Oberflächenbarriere überwinden und emittiert werden [TON72]. Abb. 8 verdeutlicht diesen Zusammenhang.

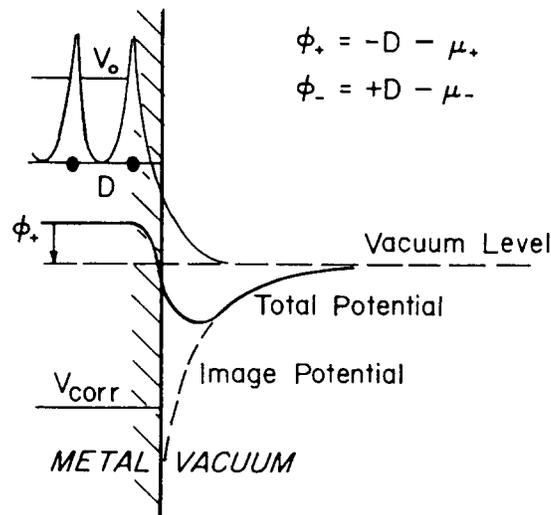


Abb. 8: Potentialverhältnisse für Positronen an Festkörperoberflächen. Die Austrittsarbeit Φ_+ ist abhängig von der Potentialverteilung der Oberflächendiploschicht D , von dem durch die Abstoßung der positiven Kerne bestimmten Potential V_0 und dem durch die Wechselwirkung mit den Elektronen bedingten Potential V_{corr} . Ist die Austrittsarbeit negativ, so kann das Positron aus dem Festkörper emittiert werden [TON72, SCH88].

Die Emission kann auch unter Bildung eines Positroniumzustands erfolgen; eine solche Bildung zwischen einem Elektron und Positron ist in Metallen aber nur an der Oberfläche möglich [SCH88 m.w.N]. Bei Metallen mit hoher negativer Austrittsarbeit für Positronen tritt dieser Effekt praktisch nicht auf, da die Elektronen für eine Emission ein sehr großes, anziehendes Potential überwinden müssen, so daß in diesen Metallen nur freie Positronen emittiert werden.

3.1.2 Metallmoderatoren

Die am häufigsten verwendeten metallischen Moderatoren sind ein- oder vielkristallines Wolfram, Kupfer oder Nickel [SCH88 m.w.N]. Sie haben den Vorzug, daß sie unter einfachen Bedingungen (z.B. einfache Präparation, Verwendung bei Raumtemperatur) betrieben werden können. Jene Positronen, die die Oberflächenbarriere überwinden, werden mit einer Energie entsprechend der Austrittsarbeit senkrecht zur Oberfläche emittiert [MUR80, GUL85, FIS86]. Für Wolfram beträgt diese Austrittsarbeit ca. 2,6eV [FIS86]. Die Energieunschärfe beträgt bei den meisten metallischen Moderatoren bei $T=300\text{K}$ ca. 75meV [FIS86]. Dies entspricht der Energieverbreiterung aufgrund der Maxwell-Geschwindigkeits-Verteilung von thermalisierten e^+ [SCH88]. Bei tiefen Temperaturen erhält man daher eine bessere Energieauflösung [FIS86]. Abb. 9 gibt die Winkelverteilung der emittierten Positronen von einer W(110)-Oberfläche wieder. Aufgrund von inelastischen Prozessen (z.B. Phononenanregung und Elektron-Loch-Paarerzeugung an der Metalloberfläche) können die Positronen aber auch mit niedrigeren Energien als Φ_+ emittiert werden [FIS86, WIL83]. Die Anzahl dieser Positronen ist aber relativ gering und liegt bei einigen wenigen Prozent [FIS86].

Folgende Eigenschaften sind für Moderatoren wichtig:

- Die Moderatoren sollen eine große Positronenstoppdichte besitzen, um die Positronen oberflächennah zu stoppen bzw. zu thermalisieren.
- Eine große Reinheit und geringe Defektdichte sind nötig, um die Diffusionslänge nicht durch Einfang in Haftstellen zu verkürzen.
- Die Oberfläche des Moderators muß chemisch inert sein, damit keine oxidischen Oberflächenschichten entstehen können, die die Positroniumbildung begünstigen und zu einer Vergrößerung der Energieunschärfe der Positronen beitragen.

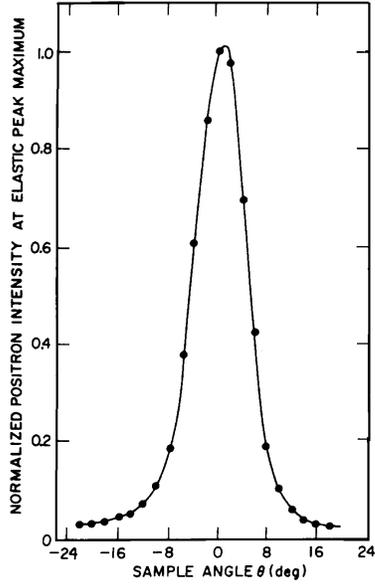


Abb. 9: Dargestellt ist die Winkelverteilung emittierter, moderierter Positronen aus W(110) [FIS86]. θ ist der Emissionswinkel. Die Emission erfolgt hauptsächlich in einem kleinen Winkelbereich. Die Energie der senkrecht zur Oberfläche emittierten Positronen entspricht der negativen Austrittsarbeit..

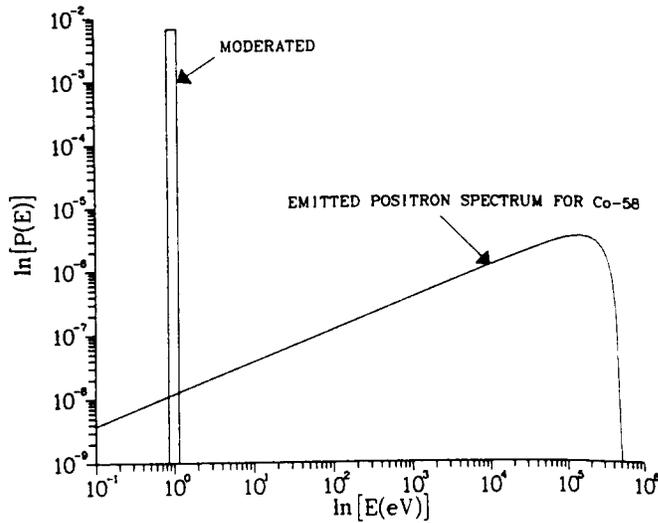


Abb. 10: Vergleich zwischen einem normalen β^+ -Energiespektrum von ^{58}Co und der Energiebandbreite von moderierten Positronen [SCH88]. Die Energieunschärfe der moderierten Positronen beträgt in Metallen bei $T=300\text{K}$ ca. 75meV [FIS86]. Würde man einfache Energiefilter zur Monochromatisierung verwenden, so würde man eine um 10^6 niedrigere Positronenintensität erhalten.

Die Effizienz der Moderatoren ist definiert durch

$$\varepsilon = \frac{\text{Anzahl der aus dem Moderator emittierten } e^+}{\text{Anzahl der aus der Quelle emittierten } e^+} \quad [8].$$

Mit Moderatoren aus Wolfram, Kupfer und Nickel erreicht man eine Effizienz von ca. 10^{-4} [SCH88 m.w.N.]. Durch einen höheren Aufwand bei der Präparation des Moderators und nach Beseitigung der dabei entstandenen Verunreinigungen haben Vehanen et al. sogar eine Effizienz von ca. 10^{-3} bei W publiziert [VEH83]. Die durch das Polieren des Kristalls entstandenen Kohlenstoffverunreinigungen wurden durch Ausheizen des W-Kristalls an die Kristalloberfläche gebracht. Durch erneutes Glühen des Kristalls in einer Sauerstoffatmosphäre wurden sie gebunden und anschließend abgedampft.

3.1.3 Edelgasmoderatoren

Gullikson et al. [GUL86] zeigten, daß sich auch feste Edelgase als Moderator verwenden lassen. Die Edelgase werden dazu bei tiefen Temperaturen auf die Quelle aufgefroren (typischerweise ca. 35K bei Krypton). In Edelgasmoderatoren verliert das Positron unterhalb einer Schwellenenergie von wenigen eV aufgrund des großen Bandabstands der Edelgase nur noch durch die Erzeugung von Phononen Energie (siehe Kap. 2.1.1). Der Diffusionsweg nicht thermalisierter Positronen erhöht sich ($E > E_{th}$). Positronen, die die Oberfläche mit einer Energie größer als die Positronenaustrittsarbeit erreichen, können emittiert werden [GUL86]. Edelgasmoderatoren besitzen eine weitaus höhere Effizienz als metallische Moderatoren [KHA90, GRU92]. Allerdings ist die Energieunschärfe sehr groß (ca. 1 bis 3eV). Ein weiterer Nachteil der Edelgasmoderatoren ist ihre Handhabung. Da die aufgefrorene Schicht ständig durch Kondensation von Verunreinigungen verschmutzt wird, ist die Moderationseffizienz unter Nicht-UHV-Bedingungen zeitlich nicht konstant. Um immer eine gute Effizienz zu erhalten, muß die Edelgasschicht am Sublimationspunkt gehalten und in gewissen Zeitabständen immer neu aufgefroren werden.

	Ne	Ar	Kr	Xe
Effizienz (%)	0,70(2)	0,13(2)	0,14(2)	0,13(2)
ΔE (eV)	0,58(5)	1,7(2)	1,8(2)	3,2(4)

Tabelle 2: Eigenschaften von festen Edelgasmoderatoren nach Mills [MIL86]. Die Effizienz ist gegenüber den metallischen Moderatoren deutlich größer. Allerdings liegt die Energieunschärfe im eV-Bereich. Neuere Messungen haben ergeben, daß die Effizienz wahrscheinlich falsch bestimmt wurde. Z.B. ist in [GRU92] eine Effizienz von Krypton bestimmt worden, die der von Neon ungefähr entspricht.

3.1.4 Moderatorgeometrien

Üblicherweise werden die Moderatoren entweder in einer *Transmissions-* oder in einer *Reflexionsgeometrie* verwendet. Dies wird in Abb. 11 verdeutlicht.

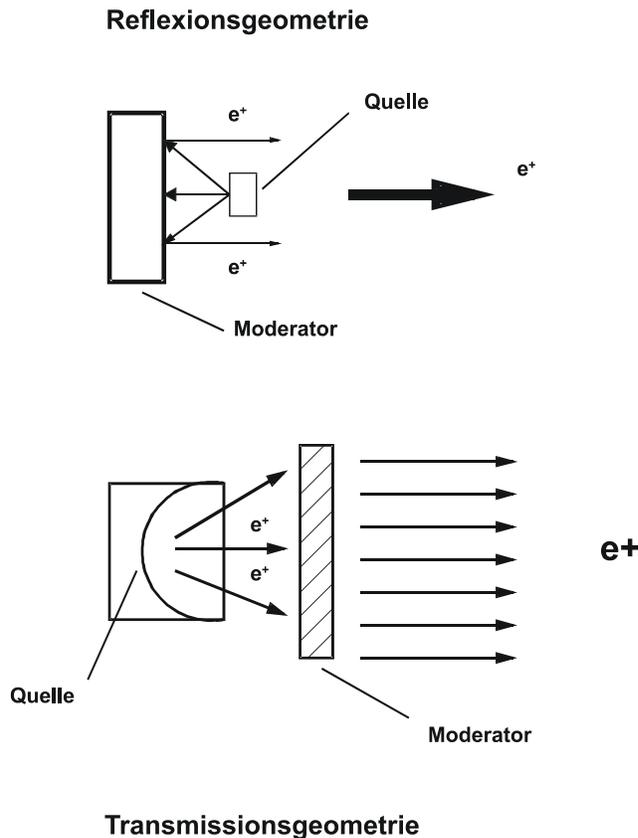


Abb.11: Typische Moderatorgeometrien.

Bei der Reflexionsgeometrie sitzt die Positronenquelle in einem geringen Abstand zum Moderator. Durch die Verkleinerung des Reflexionsraums aufgrund der Quellenposition wird die Effizienz verringert: Positronen, die in Richtung der Quelle reflektiert werden, werden an der Quelle selbst gestoppt.

Bei der Transmissionsgeometrie sitzt die Quelle direkt auf dem Moderator. [SCH88].

Bei der Transmissionsgeometrie (Abb.11) sitzt die Quelle direkt auf einer dünnen Moderatorfolie. Typischerweise beträgt die Dicke kleiner $1\mu\text{m}$, um die Selbstabsorption im Moderator so gering wie möglich zu halten.

Wird die in Abb.11 beschriebene Reflexionsgeometrie verwendet, so sitzt die Quelle in einem geringen Abstand vor dem Moderator. Die Emission der Positronen erfolgt durch Reflexion in Richtung auf die Quelle. Direkt in Richtung der Quelle reflektierte Positronen werden an dieser wieder gestoppt, was den absoluten Wirkungsgrad beeinträchtigt.

3.2 Bestehende Meßeinrichtungen mit einer Positronensonde

Aufgrund der ausgezeichneten Eigenschaften des Positrons als Fehlstellensonde existieren sehr viele Meßeinrichtungen sowohl mit nichtmoderierten als auch mit energievaren Positronenstrahlen. Ausführliche Übersichten befinden sich in [PRO83, POS92, POS95, PRO95, TRI95]. Die Ausdehnung der verwendeten Strahlen beträgt in den meisten Apparaturen einige Millimeter im Durchmesser. Aufgrund dieser Größe erhält man demnach über die Defektstruktur nur Informationen gemittelt über ein relativ großes Volumen.

Um eine bessere Ortsauflösung zu erreichen, muß die Ausdehnung des Positronenstrahls verkleinert werden. Jian et al. [JIA82] und Coleman et al. [COL82] erreichen durch Eintrocknen eines flüssigen Positronenemitters und einer einfachen Untersuchungsgeometrie Quellenausdehnungen und damit Positronenstrahler von ca. 1mm im Durchmesser. In Arbeiten von Hugenschmidt [HUG95] und Yamanaka et al. [YAM95] werden aufgetrocknete Positronenstrahler mit einem Durchmesser bis zu 0,8mm beschrieben. Die Positronen in diesen Meßeinrichtungen sind jedoch nicht moderiert. Mit diesem Auftrocknungsverfahren kann man aufgrund der Adhäsionskräfte der Flüssigkeit keine weitere Verkleinerung der Quelle erreichen. Zudem ist die Dicke der aufgetrockneten Schicht und damit die Gesamtaktivität beschränkt, da bei zu großer Schichtdicke die Selbstabsorption in der Schicht zu groß werden kann.

3.2.1 Verkleinerung der Positronenstrahlen: Die Positronenmikroskopie

Eine weitere Verkleinerung der Ausdehnung des e^+ -Strahls wird durch die Positronenmikroskopie erreicht. Der Positronenstrahl kann aufgrund seiner ähnlichen Eigenschaften wie ein Elektronenstrahl durch ein geeignetes Linsensystem verkleinert werden. Der Richtstrahlwert R , eine aus der Elektronenmikroskopie bekannte Größe, beschreibt die Qualität dieses Strahls. R ist analog zur Elektronenmikroskopie [DOS40] als

$$R = \frac{I}{\frac{\pi^2}{4} \theta^2 d^2 E} \quad [9]$$

definiert [SEI95 m.w.N], wobei I die Intensität (e^+ pro sec.) und d den Strahldurchmesser bezeichnet. θ ist der Abstrahlungswinkel und E steht für die Positronenenergie.

Der Richtstrahlwert R ist eine Funktion des Phasenraums $\Delta x \cdot \Delta p$, wobei $2x = d$ und $p = p(\theta, E)$. Wird der Positronenstrahl durch ein Linsensystem verkleinert, d.h. Δx verkleinert, so bleibt die Phasenraumzelle des Strahls aufgrund des Liouvilleschen Theorems² konstant. Es kommt so zu einer Vergrößerung der Impulsunschärfe [MIL83, SCH88].

3.2.2 Erhöhung des Richtstrahlwerts durch Remoderation

Für Untersuchungen von Materie mit Positronen ist in der Positronenmikroskopie ein hoher Richtstrahlwert R erforderlich. Die Moderation bewirkt eine Vergrößerung des Richtstrahlwerts R durch eine Verkleinerung der Phasenraumzelle der Positronen (Verkleinerung von ΔE bzw. Δp), da die Prozesse der Moderation auch nicht konservative Kräfte einführen [MIL83, SCH88, HUL95].

² Das Theorem besagt, daß die Dichte in der Phasenraumzelle des Strahls unter Einfluß konservativer Kräfte eine Konstante ist [GOL89].

konservativer

Wird ein primärer, moderierter Positronenstrahl nun mehrmals hintereinander jeweils beschleunigt und auf einen weiteren, sehr dünnen Transmissionsmoderator verkleinert, erhält man aufgrund der Phasenraumverkleinerung hinter diesem Moderator einen hohen Richtstrahlwert R . Dieses Verfahren nennt man Remoderation (siehe Abb. 12). Man erreicht Richtstrahlwerterhöhungen von einem Faktor 500 [BRA88a]. Die Effizienz bezüglich der moderierten Positronen ist bei dem Remoderationsverfahren allerdings relativ gering: zwischen 50% und 95% der primär moderierten Positronen gehen verloren [BRA88, SCH88].

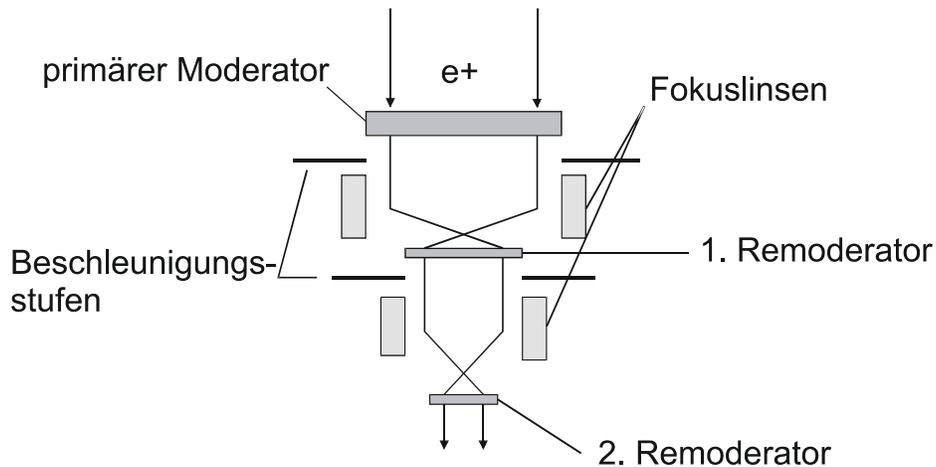


Abb. 12: Remoderationsverfahren. Ein primärer, moderierter Positronenstrahl wird nachbeschleunigt und mittels eines Fokussystems auf einen dünnen Moderator projiziert (Remoderator). Der Strahldurchmesser wird dabei verkleinert. Durch diese weitere Moderationsstufe erfolgt eine Verkleinerung der Phasenraumzelle, da der Moderationsprozess auch nicht konservative Kräfte einführt und demnach das Liouvillesche Theorem dann nicht gilt. Der Vorgang kann mehrmals hintereinander durchgeführt werden (dargestellt sind zwei Remoderationsschritte). Durch die Phasenraumverkleinerung erhält man zwar eine Richtstrahlwerterhöhung (typische Erhöhung: Faktor 500 [BRA88a]), jedoch gehen ca. 50% bis 95% der primär moderierten Positronen verloren [BRA88].

Die Literatur gibt allerdings über die absoluten Richtstrahlwerte keine zufriedenstellende Auskunft. In [BRA88a] wird zwar ein Richtstrahlwert von $R = 1,0 \times 10^4 \text{ e}^+ / (\text{s cm}^2 \text{ rad}^2 \text{ eV})$ angegeben (primäre Positronenquelle: 3330MBq ^{58}Co), Allerdings gibt [SEI95] nur einen erwarteten (!) Wert von $5 \text{ A}/(\text{sr m}^2 \text{ eV})$ an (primäre Quelle durch Reaktorbestrahlung, 10^9 e^+ pro Sekunde in einem Strahl von $\varnothing 10\text{mm}$). Ein Vergleich und eine Einordnung dieser Werte ist daher nicht sinnvoll.

3.2.3 Positronenmikroskope mit Remoderation

Van House und Rich haben mit einem Prototyp eines Transmissions-Positronen-Mikroskops (TPM) gezeigt, daß man mit einem Linsensystem aus der Elektronenmikroskopie und Positronen als abbildende Teilchen Abbildungen von sehr dünnen Proben herstellen kann [HOU88]. Ein solches TPM hat sich aber nicht weiter durchgesetzt, da die gewonnene Information auf Beugungsbilder beschränkt und daher einfacher durch ein konventionelles Transmissionselektronenmikroskop erhalten werden kann. Es sind vielmehr zwei weitere Lösungsansätze verfolgt worden: die Positronen-Reemissions-Mikroskopie (PRM) und die Positronen-Annihilations-Mikroskopie (PAM). Fast alle bisher veröffentlichten Arbeiten verwenden zur Erhöhung des Richtstrahlwerts das Verfahren der Remoderation.

3.2.3.1 Positronen-Reemissions-Mikroskopie (PRM)

Basierend auf einer Arbeit von Hulett et al. [HUL84] werden bei der **PRM** aus der Materie emittierte Positronen zur Bildgebung verwendet [BRA88, HUL95]. Man erhält aufgrund von Intensitätsschwächungen durch Einfang der Positronen an Fehlstellen Auskunft über die Defektdichte und -verteilung in der Probe. Der auf die Probe auftreffende Positronenstrahl besitzt einen Durchmesser von 20-50µm [BRA88, BRA88a]. Die Untersuchungsmethode ist allerdings auf sehr dünne Proben von Materialien mit negativer Austrittsarbeit beschränkt: nur diese führen zur Emission der Positronen aus der Materie (siehe Kapitel 3.1.1).

3.2.3.2 Positronen-Annihilations-Mikroskopie (PAM)

Die Idee der **PAM** besteht darin, die Positronen auf ausgesuchte Probenbereiche zu lenken und die Dopplerverbreiterung der Annihilationslinie zu messen, in der die Information über die Fehlstellendichte steckt. Bei diesem Vorhaben soll das Objekt zunächst mit einem Elektronenstrahl nach dem Prinzip der Rasterelektronenmikroskopie untersucht werden. Anhand der so erhaltenen Informationen wird der Positronenstrahl auf den ausgewählten Bereich der Probe gelenkt, der auf Fehlstellen untersucht werden soll. Es existieren Ideen, einerseits ein konventionelles Rasterelektronenmikroskop mit einem Positronenstrahl zu kombinieren [HIT86, SEI95] sowie andererseits vollständige Eigenkonstruktionen [BRA88a, ZEC95]. Beide Varianten benutzen für die Abbildung der Positronen auf dem zu untersu-

chenden Objekt für Elektronen und Positronen denselben Strahlengang. Die genannten Vorhaben weisen aber technische Schwierigkeiten auf. In [HIT86] verwendet man nicht die Remoderation, sondern eine mit einer dünnen Moderatorfolie moderierte Positronenquelle mit lateral großer Ausdehnung, deren Positronen eine relativ große Phasenraumzelle im Vergleich zu Elektronen einer konventionellen Glühkathode eines REM besitzen. Der Richtstrahlwert ist daher sehr gering. Darüberhinaus entsteht ein erheblicher Justieraufwand, um den relativ breiten Positronenstrahl im Abbildungssystem ohne großen Verlust von Positronen zu fokussieren. Bei allen anderen Varianten ist die Phasenraumzelle durch die Remoderation sehr klein, jedoch muß wegen der schlechten Remoderationseffizienz (bis zu 95% der moderierten Positronen gehen verloren) die Quellstärke der primären Positronenquelle sehr hoch sein, um vernünftige Zählraten der Annihilationsquanten zu erhalten. Die so konstruierten PAM sind daher keine einfach beweglichen Laborgeräte mehr, sondern sind an eine aufwendige Infrastruktur zur Erzeugung der primären Positronenquelle gekoppelt, d.h. sie können de facto nur neben großen Beschleunigern oder Reaktoren betrieben werden. Die daher bedingte Strahlführung erhöht den Justieraufwand erheblich.

Darüberhinaus wird versucht, analog zur Rasterelektronenmikroskopie den Positronenstrahl über das Objekt zu rastern [z.B. BRA88, BRA88a]. Dies ist technisch durchaus möglich. Allerdings werden die Meßzeiten pro Probe unpraktikabel groß, da man für jeden der bis zu einigen hundert Rasterpunkte eine gute Statistik braucht. Dies läßt sich auch nicht durch eine Intensitätserhöhung des Positronenstrahls kompensieren, da die maximalen Zählraten eines Ge-Detektors bis etwa 10kHz liegen, wobei aber die benötigte Energieauflösung negativ beeinflußt wird. Die bisher gesteckten Ziele sind bis zum heutigen Tag noch nicht erreicht worden. Es wurden bisher noch keine zufriedenstellenden Lösungen der bei der Remoderation auftretenden Probleme gefunden.

4. Der Bonner Feinfokuspositronenstrahl

Im Rahmen einer Zusammenarbeit des ISKP mit dem Unternehmen LEO wurde ein neues Konzept einer Positronenmikrosonde (PMS) erarbeitet. Im folgenden Kapitel werden die Anforderungen zusammengestellt und es wird ein Überblick über die technische Realisation gegeben. Für Details wird auf [GRE96] verwiesen. Das erarbeitete Konzept wurde beim Deutschen Patentamt als Patent angemeldet [DPA96, DPA96A].

Die Positronenmikrosonde ist ein Feinfokuspositronenstrahl, der auf dem Prinzip der Positronen-Annihilations-Mikroskopie basiert. Entwickelt wurde ein Laborgerät bestehend aus einem Feinfokuspositronenstrahl in Kombination mit einem Rasterelektronenmikroskop (EM 960 A der Fa. LEO). Dieses Gerät kann wechselweise mit einer Elektronen- oder Positronenquelle betrieben werden. Da das Positron und das Elektron betragsmäßig dieselbe spezifische Ladung besitzen, kann zur Strahlformung bzw. -führung des Positronenstrahls das Abbildungssystem des REM verwendet werden. Man greift so auf Standardkomponenten der Elektronenmikroskopie zurück. Die Elektronen- und die Positronenquelle sind sich gegenüberliegend angeordnet, so daß beide über einen Ablenkmagneten auf dieselbe Strahlachse eingefädelt werden können. Im Abbildungssystem ändert sich aufgrund des verschiedenen Vorzeichens der spezifischen Ladung nur der Drehsinn der Spiralbahnen der Teilchen in den Magnetfeldern.

Um einen hohen Positronenrichtstrahlwert zu erhalten, wird aufgrund der diskutierten Nachteile das Remoderationsverfahren nicht verwendet. Vielmehr ist eine moderierte Positronenquelle hergestellt worden, deren Positronen nach Verwendung von nur einer Moderationsstufe eine ähnlich große Phasenraumzelle wie Elektronen der Elektronenquelle besitzen (siehe Kap. 5). Man erhält so einen hohen Positronenrichtstrahlwert ohne zusätzliche Positronenverluste, da auf weitere Moderationsstufen mit niedriger Effizienz verzichtet wird. Durch die sehr kleine Phasenraumzelle sind weiterhin keine aufwendigen Änderungen beim vorhandenen REM-Abbildungssystem erforderlich.

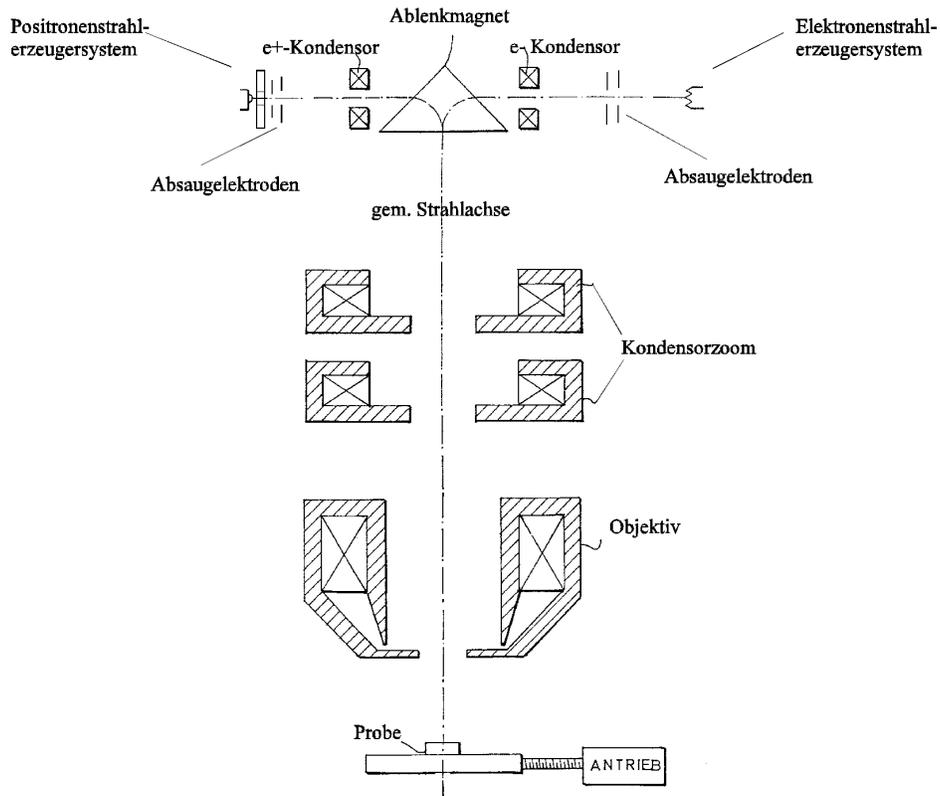


Abb. 13: Prinzipieller Aufbau des Bonner Feinfokuspositronenstrahls

Der prinzipielle Aufbau ist in Abb. 13 dargestellt. Das Kombinationsgerät besteht aus einem Elektronenstrahlerzeugersystem, einem Positronenstrahlerzeugersystem (Kap. 5), einem Ablenkmagneten und einem geeigneten Abbildungssystem (Kondensorzooom und Objektiv). Von zwei sich gegenüberliegenden Seiten werden wechselweise Elektronen bzw. Positronen mit einem Kondensator in die Eingangsebene des Ablenkmagneten abgebildet. Der Ablenkmagnet fokussiert den jeweiligen Teilchenstrahl auf die gemeinsame Strahlachse. Ein unterhalb des Ablenkmagneten positioniertes Kondensorzooom verkleinert den Strahldurchmesser. Der Strahl wird mittels eines Objektivs auf das Objekt abgebildet. Mit Luftspulen (in Abb.13 nicht dargestellt) werden transversale magnetische Felder erzeugt, die zur Justierung des Strahls dienen.

Soll nun ein Objekt untersucht werden, so wird es zunächst mit einem Elektronenstrahl abgerastert. Man erhält so ein konventionelles Rasterelektronenbild. Die Auflösung beträgt bei diesem modifizierten Gerät ca. 12nm. Die in der Rasterelektronenmikroskopie übliche Auflösung von 4nm wurden noch nicht erreicht, da das Laborgerät empfindlich auf jegliche Schwingung reagiert und noch nicht genügend schwingungsgedämpft ist. Diese Auflösung ist aber für eine Untersuchung mit dem Feinfokuspositronenstrahl voll und ganz ausreichend, da das Positron ohnehin in der Probe einen typischen Diffusionsweg von ca. 100nm zurücklegt.

Mit Hilfe des Rasterelektronenbildes können die für Untersuchungen mit Positronen interessanten Bereiche abgebildet werden. Das REM dient also als "Zieleinrichtung" für den Positronenstrahl. Wird ein interessanter Bereich abgebildet, so wird auf Positronenbetrieb umgeschaltet. Durch den Ablenkmagneten wird der Positronenstrahl auf die Strahlachse bzw. dieselben Crossoverpunkte (Fokuspunkte) wie die Elektronen fokussiert. Es wurden bisher Strahldurchmesser von ca. 20 μ m erreicht (Verkleinerung des Strahls um Faktor 20, Verwendung eines 400 μ m-Moderators, siehe Kap 5). Um tiefensensitive Untersuchungen zu ermöglichen, kann der Positronenstrahl auf Energien im Bereich von 5kV bis 30 kV beschleunigt werden. Der hier beschriebene Strahl ist statisch; er bleibt fest auf einen Punkt fokussiert. Nicht der Strahl, sondern der interessierende Bereich des Objekts wird mittels einer Justiereinrichtung unter den Strahl positioniert. Eine aufwendige Ummagnetisierung der elektronenoptischen Elemente für eine Rasterung mit Positronen entfällt durch dieses Prinzip. Es werden lediglich die magnetisch unkomplizierten Luftspulen zur Strahlachsenjustierung verwendet.

Dieses Kombinationsgerät erlaubt sowohl orts- als auch tiefensensitive Untersuchungen mit Positronen als Sondenteilchen. Voraussetzung für dieses Konzept ist aber ein Positronenerzeugersystem, daß moderierte Positronen mit einem kleinen Phasenraum, vergleichbar jenem der Elektronen einer gängigen, konventionellen Elektronenquelle, liefert.

5. Die Positronenquellen-Moderator-Kombination

Durch eine Positronenquellen-Moderator-Kombination, die Positronen mit Phasenraumeigenschaften liefert, die jenen von Elektronen einer Elektronenquelle sehr ähnlich sind, erhält man für einen Positronenstrahl optimale Strahlführungseigenschaften. Zur Charakterisierung des Phasenraums der Elektronen wird in der Elektronenmikroskopie die laterale Ausdehnung und die Energieunschärfe des Elektronenstrahls am ersten Crossover (Fokuspunkt) verwendet. Das Kombinationsgerät verwendet einen Elektronenstrahl mit einer Ausdehnung von 50 μm und einer Energieunschärfe von ca. 1 eV [BEN96]. Es gilt dann

$$\Delta x \cdot \Delta p \leq \Delta x \cdot \sqrt{2m_e E} = 50\mu\text{m} \cdot 1\text{keV} / c = 50 \cdot 10^{-3} \text{ eVm} / c.$$

Im folgenden wird die Herstellung eines diesen Anforderungen entsprechenden Positronenerzeugersystems beschrieben.

5.1 Kleiner Phasenraum durch einstufige Moderation

Man erhält die benötigte kleine Phasenraumzelle durch eine geeignete Wahl der Moderator-geometrie. Diese Geometrie erfordert die Verwendung eines bei Raumtemperatur festen Moderatormaterials, d.h. eines metallischen Moderators.

5.2 Geometrie des Moderators

Im Positronenstrahlerzeugersystem wird ein Reflexionsmoderator verwendet. In einem ca. 1mm dicken Plättchen ist eine kleine Bohrung von 0,1 - 0,4mm Durchmesser eingebracht. Die Positronenquelle sitzt auf dem Moderator genau vor dieser Bohrung (Abb. 14).

Als Moderatormaterial wird Wolfram verwendet. Wolfram besitzt eine negative Positronenaustrittsarbeit von ca. 2,6 eV. Die Energieunschärfe beträgt 75 meV (siehe Kap. 3.2). Um

eine optimale Moderationseffizienz zu erreichen, wird ein durch Zonenschmelzen hergestellter W-Einkristall verwendet. Vorhandene Verunreinigungen (insbesondere Kohlenstoffkontaminationen) werden durch ein spezielles Ausheizverfahren beseitigt [GRE96].

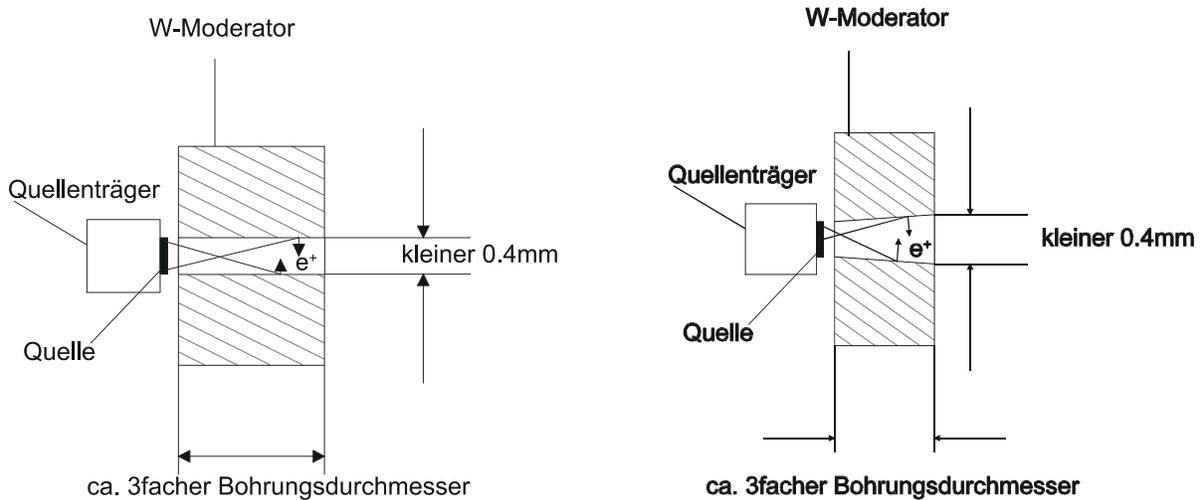


Abb. 14: Für den Feinfokuspositronenstrahl wird ein Wolframreflexionsmoderator verwendet. Durch eine kleine Bohrung (Durchmesser $\leq 0.4\text{mm}$) dringen Positronen aus einer vor der Bohrung sitzenden Quelle in die Moderatorwand ein. Sie werden moderiert und senkrecht zur Wand emittiert. Die aus der Bohrung austretenden moderierten Positronen werden in einen durch den Bohrungsdurchmesser bestimmten kleinen Phasenraum emittiert. Im Positronenstrahlerzeugersystem des Feinfokuspositronenstrahls saugt ein Beschleunigungsfeld die Positronen ab und fokussiert sie auf einen Fokuspunkt (Crossover). Ist die Bohrung konisch geformt (rechtes Bild), so können die Feldlinien des Beschleunigungsfelds weiter in die Moderatorbohrung eingreifen und die Positronen aus einem größeren Bereich absaugen.

Positronen aus der Quelle, die in die Bohrung fliegen, dringen mit hoher Wahrscheinlichkeit zunächst in das Wolfram ein (Abb. 14). Sie werden dort moderiert und senkrecht zur Wand emittiert. Bei dieser Geometrie wird nicht die gesamte Fläche des Moderators genutzt, sondern nur ein durch den Lochdurchmesser bestimmter sehr geringer Teil ($2\pi r \times 3d = 3\pi d^2$). Die aus der Bohrung austretenden moderierten Positronen werden so in eine sehr kleine Phasenraumzelle emittiert.

Ein elektrostatisches Beschleunigungsfeld (siehe Abb. 15 und 16) saugt die moderierten Positronen ab. Ist die Bohrung zusätzlich noch konisch geformt, so wird dem elektrischen Feld ein besserer Eingriff in die Bohrung ermöglicht. Die Positronen werden durch eine geeignete Feldgeometrie auf einen Punkt fokussiert, dessen Lage dem ersten Fokuspunkt der Elektronenquelle des REM entspricht, so daß ohne schwierige Justierung eine Abbildung der Quelle auf das Objekt möglich ist. Da die laterale Ausdehnung des Positronenstrahls am ersten Crossover höchstens dem Bohrungsdurchmesser entspricht, ergibt sich für die Phasenraumzelle bei einer Energieunschärfe von 75meV

$$\Delta x \cdot \Delta p \leq 400\mu\text{m} \cdot \sqrt{2m_e E} = 400\mu\text{m} \cdot 0,28\text{keV} / c = 112 \cdot 10^{-3} \text{eVm} / c.$$

Dieser Wert ist etwa doppelt so groß wie der für die konventionelle Elektronenquelle Abgeschätzte³.

Diese Moderatorgeometrie wurde mit einer $4 \cdot 10^6$ Positronen e^+ /s emittierenden ^{22}Na -Quelle von ca. 0,3mm lateraler Ausdehnung (Herstellung siehe Kap.5.3) und einer 0,4mm Bohrung im W-Plättchen im Kombinationsgerät erfolgreich getestet. Die Effizienz dieser Moderatorgeometrie wurde zu $1,4 \cdot 10^{-4}$ bestimmt.

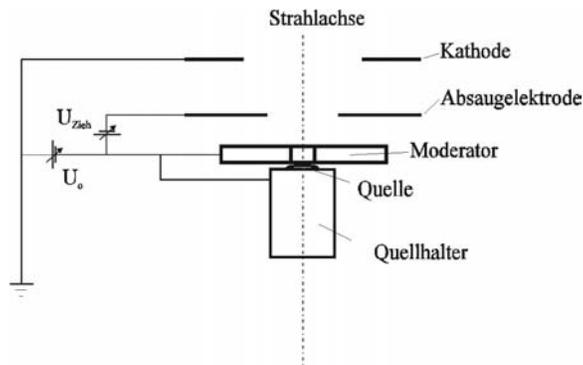


Abb. 15: Positronenstrahlerzeuersystem. Die auf einem Quellträger aufgebrachte Quelle sitzt direkt vor der Bohrung des Moderators. Der Quellträger liegt auf positiver Hochspannung (bis zu 30 kV). Die Absaugelektrode besitzt ein etwas niedrigeres Potential, um den Felddurchgriff zu erhöhen. Die moderierten Positronen werden durch das in die Bohrung eingreifende Feld abgesaugt und zur Kathode hin beschleunigt [GRE96].

³ Elektronen von Feldemissionskathoden werden in weitaus noch kleinere Phasenraumzellen emittiert.

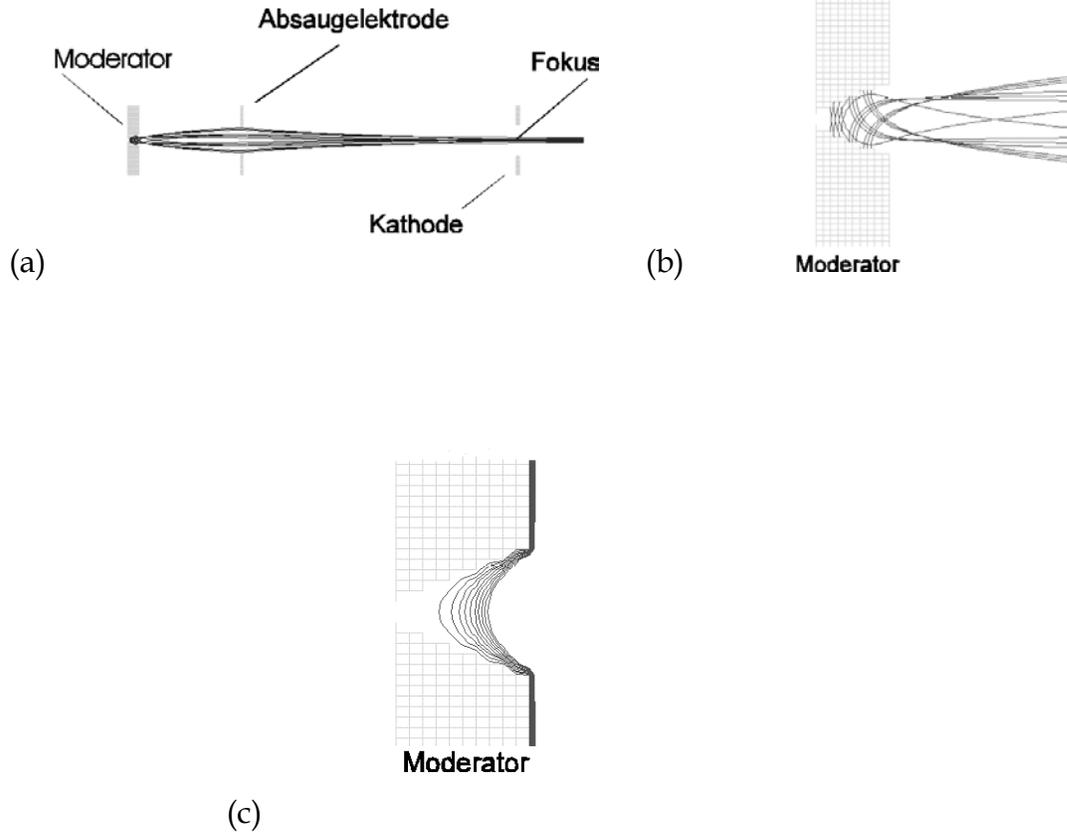


Abb.16: Mit SIMION⁴ simulierte Feldlinien- und Trajektorienverlauf im Positronenstrahlerzeugersystem. (a) Das Bild zeigt die Trajektorien der Positronen, die durch ein Absaugfeld aus der Moderatorbohrung gesogen werden. Die Lage des Crossovers entspricht dem Fokuspunkt der Elektronenquelle im Elektronenstrahlerzeugersystem, so daß ohne schwierige Justierung eine Abbildung der Positronenquelle auf das Objekt möglich ist. Ist die Bohrung konisch geformt, so können die Feldlinien besser in die Bohrung eingreifen. (b) Ausschnittsvergrößerung der Trajektorien der Positronen in einer konischen Bohrung. (c) Feldlinienverlauf des Absaugfeldes in konischen Bohrung.

5.3 Die intensive, kleine Positronenquelle

Die beschriebene Moderatorgeometrie liefert zwar den geforderten kleinen Phasenraum, um aber eine ausreichend hohe Zählrate zu erhalten, müssen sehr viele Positronen das Objekt erreichen. Daher muß eine intensive Positronenquelle für das beschriebene Moderationsverfahren verwendet werden.

⁴ SIMION Lens Analysis and Design Program, Idaho National Engineering Laboratory, Idaho Falls, ID 83415, USA

5.3.1 Generelle Anforderungen

Die Positronenquelle muß den folgenden Anforderungen genügen:

- Aufgrund der Moderationseffizienz von $\epsilon = 10^{-4}$ und der Vorgabe, daß pro Meßpunkt die Meßzeit nur einige Minuten betragen soll, muß die Gesamtaktivität der Quelle groß sein. Eine ^{22}Na -Quelle von einigen 10Mbq bei einer β^+ -Ausbeute von 90% erfüllt diese Anforderung.
- Nur die Positronen, die durch die Bohrung in den Moderator eindringen, können in den Strahlengang des Mikroskops gelenkt werden. Daher muß die gesamte Ausdehnung der Quelle genau über der Bohrung positioniert werden. Die Dimension der Quelle darf den Durchmesser der Bohrung im Moderator von 0,1 - 0,4mm nicht überschreiten.
- Die Quelle muß trägerfrei sein, um eine hohe Selbstabsorption der Positronen in der Quelle zu vermeiden.
- Die Halbwertszeit des Isotops sollte möglichst groß sein, um die Intervalle zwischen den Quellenwechseln möglichst lange zu halten.
- Es sollen für eine hohe Ausbeute günstige Positronenverzweigungsverhältnisse vorliegen.
- Die Grenzenergien der Positronen aus dem β^+ -Spektrum soll niedrig sein, um die Stoppdichte und damit die Effizienz des Moderators zu erhöhen.

Im folgenden wird ein Verfahren vorgestellt, mit dem es möglich ist, intensive und trägerfreie Positronenquellen mit einem Durchmesser bis zu 0,1mm herzustellen.

5.3.2 Herstellung mit dem Aufdampfverfahren

Damit die genannten Anforderungen erfüllt werden, wurde zur Herstellung der Positronenquelle ein Aufdampfverfahren entwickelt und in Vorversuchen getestet [TON94]. Das Verfahren beruht auf dem Ausdampfen eines Isotops aus einer Flüssigkeit in Kombination mit einer bestimmten Blendengeometrie.

Wird ein Positronenstrahler in einem Trägermaterial erzeugt, das einen sehr viel niedrigeren Dampfdruck besitzt als der Positronenstrahler selbst, so kann beim Aufschmelzen des Trägermaterials in einem Tiegel der Positronenstrahler durch Abdampfen trägerfrei getrennt werden. In Kombination mit einer speziellen Blende mit einem kleinen Kollimatorloch, durch die der Positronenstrahler entweicht und auf einem gekühlten Substrat kondensiert, erhält man kleine, intensive Quellen. Die Größe der Quelle wird dabei von mehreren Parametern bestimmt.

Die aufgedampfte Masse pro Flächeneinheit folgt dem *erweiterten Kosinusetz* [MAI70]

$$\frac{dM_r(\varphi, \theta)}{dA_r} = \frac{M_e}{\pi r^2} \cdot \cos \varphi \cdot \cos \theta \quad [8].$$

wobei $M_r(\varphi, \theta)$ der Masse des aufgedampften Materials auf dem Kühlfinger in Abhängigkeit der Einfallswinkel φ und θ , A_r der Fläche, die das ausgedampfte Material einnimmt, und M_e der Gesamtmasse des ausgedampften Materials entspricht. Abb. 17 illustriert diese Beziehung.

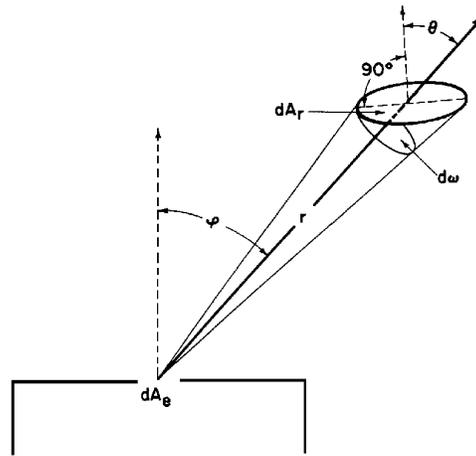


Abb. 17: Zur Erläuterung des erweiterten Kosinusetzes aus Gleichung [8] nach [MAI70].

Aus dieser Beziehung geht hervor, daß der Quellträger genau über der Öffnung des Tiegels zu positionieren ist, damit möglichst viel Quellmaterial auf dem Träger kondensiert [MAI70, KNU09]. Der Parameter φ ist nicht beeinflussbar, jedoch die Parameter θ und r . Diese können minimiert werden. Positioniert man die Kühlfläche parallel zum Deckel, so gilt

$$\varphi = \theta \Rightarrow \frac{dM_r}{dA_r} \propto \cos^2(\varphi) \quad [9].$$

Minimiert man den Abstrahlungswinkel durch Verringerung des Abstands r , so erhält man auf einer Fläche hohe spezifische Aktivitäten.

- Ist darüber hinaus der Durchmesser des Kollimatorlochs sehr klein, minimiert man die Größe der aufgedampften Fläche und erhält so sehr kleine radioaktive Quellen.

5.3.3 Geeignete Positronenstrahler

Die Isotope ^{74}As und ^{22}Na eignen sich zur Herstellung von Quellen nach diesem Verfahren. Beide lassen sich durch Kernreaktionen bei Bestrahlung von hochreinem Targetmaterial erzeugen (siehe Tabelle 3). Aufgrund der geringen Halbwertszeit dient ^{74}As zu Test- und Justierzwecken. ^{22}Na ist wegen seiner hohen Positronenausbeute und sehr langen Halbwertszeit der bevorzugte Positronenemitter für die Bonner PMS.

^{74}As kann durch die Reaktion $^{74}\text{Ge}(p,n)^{74}\text{As}$ aufgrund der geringen Schwellenenergie von 3.4 MeV [LBS73] am Bonner Zyklotron mit einer Protonenenergie von $E_p = 14$ MeV hergestellt werden. Die maximale Energie von 14 MeV des Bonner Zyklotrons reicht aber nicht aus, um die Reaktion $^{27}\text{Al}(p,\alpha pn)^{22}\text{Na}$ mit einer Schwellenenergie $E_{\text{THR}} = 23,3$ MeV [LBS73] zu erzeugen. Daher wurde das ^{22}Na am Injektor-Zyklotron des Paul-Scherrer-Instituts mit 72 MeV Protonen hergestellt. Um alle Protonen zu stoppen, ist die Targetdicke abhängig von der Eindringtiefe der Protonen bzw. deren Einschubenergie. Für die Produktion am Bonner Zyklotron ist eine Dicke von ca. 1,2mm ausreichend. Das Target für das Injektor-Zyklotron am PSI ist wesentlich dicker. Um alle Protonen zu stoppen, benötigt man eine Dicke von 8-10mm.

Isotop	$T_{1/2}$	β^+ -Ausbeute	$E_{\beta\text{-max}}$	begl. E_γ	mögl. Reaktion
^{74}As	17,7d	29%	1,5 MeV	595 keV, 635 keV	$^{74}\text{Ge}(p,n)^{74}\text{As}$
^{22}Na	2,6y	90%	545keV	1,27 MeV	$^{27}\text{Al}(p,\alpha pn)^{22}\text{Na}$

Tabelle 3: Wichtige Eigenschaften geeigneter Positronenemitter [LED78, GSI79]

^{74}As läßt sich durch Bestrahlen von hochreinem Ge mit Protonen ($E_p=14$ MeV, $E_{\text{THR}} = 3,4$ MeV [LBS73]) am Bonner Zyklotron erzeugen. Die Erzeugung von ^{22}Na durch Beschuß von hochreinem Al mit Protonen erfordert aufgrund der hohen Schwellenenergie ($E_{\text{THR}} = 23,3$ MeV [LBS73]) viel energiereichere Protonen. Diese Schwellenenergie wird am Bonner Zyklotron nicht erreicht. Daher wurde das ^{22}Na -Präparat am Injektor-Zyklotron des PSI hergestellt ($E_p=72$ MeV).

Entscheidendes Kriterium für die Wahl der Isotope ist ein möglichst großer Unterschied der Dampfdrücke des Targetmaterials und des Isotops am Schmelzpunkt des Targets. Wird das bestrahlte Targetmaterial in der erläuterten Geometrie über seinen Schmelzpunkt erhitzt, so dampft der Positronenstrahler (^{74}As , ^{22}Na) aus dem Tiegel mit einem Dampfdruck aus, der ca. 10^{10} mal so groß ist wie jener des Trägermaterials (Ge, Al) (siehe Abb. 18). Im Tiegel verbleibt aufgrund des niedrigeren Dampfdrucks nur noch das Trägermaterial und eine Restaktivität. Nur ein vernachlässigbar kleiner Anteil des Trägermaterials dampft ebenfalls mit ab.

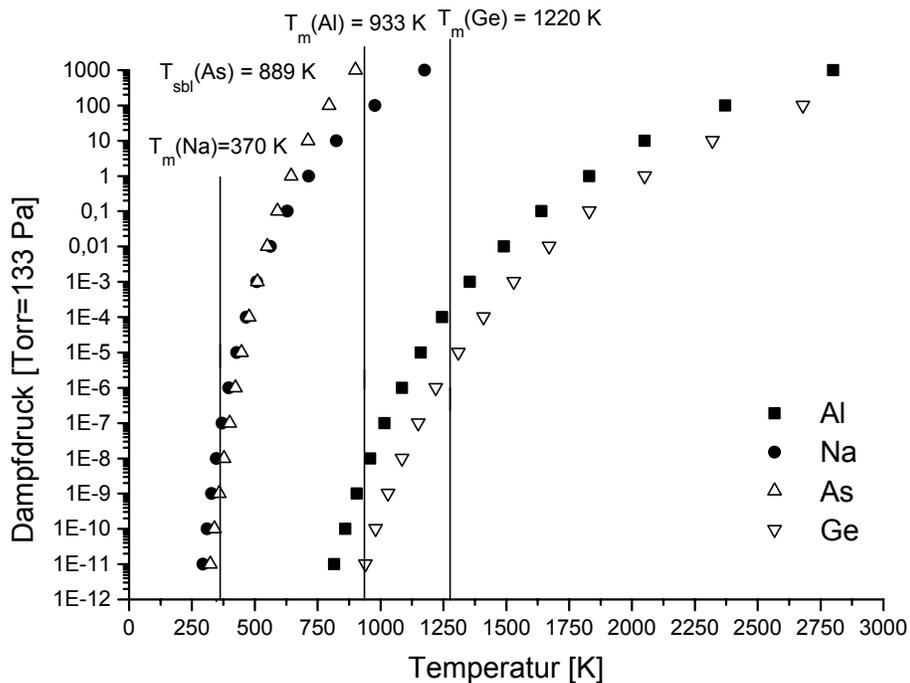


Abb. 18: Dampfdruckkurve mit Schmelzpunkten für die Systeme As/Ge nach [MAI70, HOL85] und Na/Al nach [MAI70, KUC91]

Wichtig für dieses Verfahren ist, daß das Targetmaterial auch wirklich aufschmilzt. Bis zum Schmelzpunkt sind die Diffusionskoeffizienten des Positronenstrahlers im Targetmaterial so klein, daß dessen vollständige Diffusion an die Oberfläche des Targetmaterials nach einer Abschätzung einige Jahre benötigen würde (siehe Tab. 4). Ein Abdampfen in großen

Mengen, wie im vorliegenden Verfahren beschrieben, wäre demnach völlig unmöglich. In der flüssigen Phase jedoch kann der Positronenstrahler schneller an die Oberfläche des Targetmaterials gelangen und abdampfen.

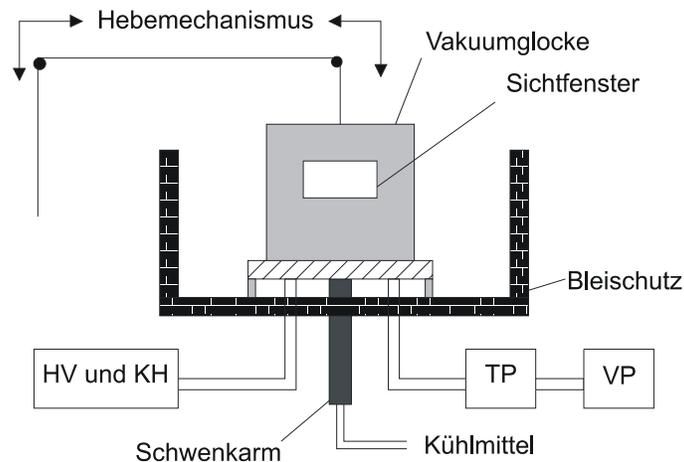
	As in Ge	Ge in Ge
$D (T_m = 1273 \text{ K}) [\text{m}^2/\text{s}]$	ca. $4 \cdot 10^{-13}$	ca $7 \cdot 10^{-15}$
	Na in Al	Al in Al
$D (T_m = 933 \text{ K}) [\text{m}^2/\text{s}]$	ca. $1 \cdot 10^{-13}$	ca $1 \cdot 10^{-12}$

Tabelle 4: Diffusionskoeffizienten von As/Ge [FRA84] und Na/Al [LUN62, SUD77, LBS90]. Bis zur Schmelztemperatur ist der Diffusionskoeffizient sehr klein. Die Diffusion vom Positronenstrahler an die Oberfläche des Trägermaterials bis zu T_m ist daher sehr gering. Erhitzt man das Targetmaterial über T_m , so gelangt der Positronenstrahler durch Diffusion in der Schmelze schneller an die Oberfläche des Materials, um abzdampfen.

5.3.4 Verwendete Apparatur

Die verwendete Apparatur ist in den Abbildungen 19 und 20 dargestellt. In einer Vakuumlöcke mit einem Außendurchmesser von 50 cm (Vakuum ca. $1 \cdot 10^{-6}$ mbar = $1 \cdot 10^{-4}$ Pa) wird ein Kühlfinger an einem Schwenkarm gehalten. Der Schwenkarm kann sowohl in z-Richtung bewegt als auch in der xy-Ebene gedreht werden. Am Kühlfinger ist mit einem Führungs- und Dichtmechanismus der Quellträger befestigt. Dieser Quellträger kann mit Wasser oder Alkohol gekühlt werden ($T < 273 \text{ K}$).

Aufgrund der Verarbeitung hoher Aktivitäten (bis zu ca. 50-100mCi) kann die gesamte Apparatur zu allen Seiten hin mit Blei abgeschirmt (Abb. 19) werden. Alle Arbeitsschritte sind mit Manipulatoren durchführbar oder können von außen ferngesteuert werden.



TP: Turbomolekularpumpe
 VP: Vorpumpe
 HV: Hochspannungsversorgung
 KH: Kathodenheizung

Abb. 19: Ansicht der Aufdampfapparatur. In einer Vakuumblock (\varnothing 50cm) befindet sich die Aufdampfvorrichtung. Das Vakuum wird durch eine Turbomolekularpumpe auf ca. $1 \cdot 10^{-6}$ mbar ($1 \cdot 10^{-4}$ Pa) gehalten. Durch Zuführungen werden Spannungsversorgungen und Kühlmittelleitungen in die Kammer eingebracht. Der Schwenkarm kann in alle Dimensionen bewegt werden (siehe Abb. 20).

Der Probensträger wird in einem geringen Abstand parallel zu dem Tiegel (Material: Graphit für As und Tantal für Al) positioniert, in dem sich das bestrahlte Trägermaterial befindet (Abb. 20, 21). Der Tiegeldeckel besitzt eine kleine Bohrung (\varnothing bis zu 0,07mm). Mittels einer Kathodenheizung und Anlegen einer negativen Hochspannung wird der auf Erdpotential liegende Tiegel durch Elektronenbestrahlung erhitzt: das Targetmaterial wird aufgeschmolzen und der Positronenstrahler auf den Quellträger aufgedampft.

Da der Abstand der Flächen und die Bohrung sehr klein gewählt werden können, erreicht man Strahlergrößen bis zu 0,1mm Durchmesser (siehe Kap. 5.4). Nach erfolgtem Aufdampfen wird auf den Probensträger aus einem zweiten, nicht in der Abbildung sichtbaren Tiegel eine Al-Schicht als Schutzschicht aufgedampft.

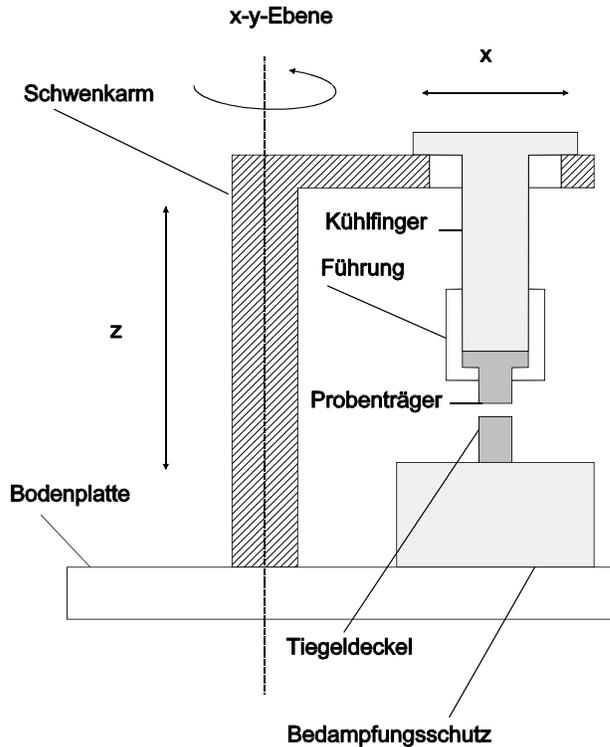


Abb. 20: Anordnung Probenträger-Tiegel. Der Probenträger wird in geringem Abstand parallel zum Tiegel positioniert. Im Tiegel befindet sich das bestrahlte Trägermaterial. Um diese Anordnung sind Kühlfallen als Bedampfungsschutz positioniert, um eine Kontamination der gesamten Anlage zu verhindern.

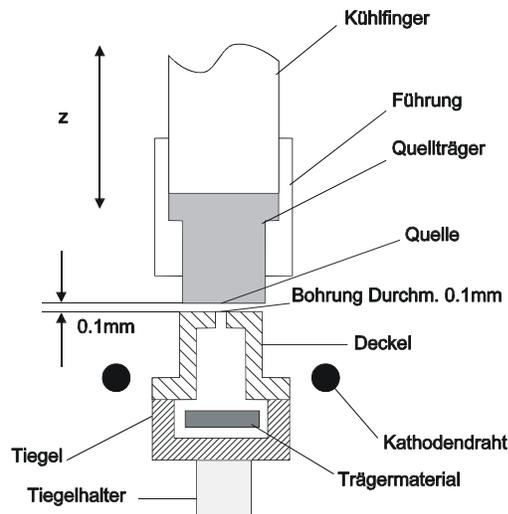


Abb. 21: Der auf einem Tiegelhalter sitzende Tiegel besitzt im Deckel eine kleine Bohrung von ca. $\varnothing 0,1\text{mm}$. Der von Kühlmittel durchflossene Quellträger wird parallel und in einem kleinen Abstand zum Tiegel positioniert. Mit einem auf negativer Hochspannung liegenden Kathodendraht wird der auf Erdpotential liegende Tiegel mittels Elektronenbestrahlung über die Schmelztemperatur des Trägermaterials erhitzt. Dabei dampft eine große Menge des Positronenstrahlers auf den Quellträger.

Zusätzlich zum Dampfen durch eine kleine Lochblende wurde ein weiteres Verfahren entwickelt, um die Aufdampftrate durch besseres Vakuum im Tiegel zu steigern (Abb.22): aus einer Bohrung von ca. 2mm Durchmesser wird der Positronenstrahler in einen mit einer $10\mu\text{m}$ dicken Al-Folie abgeschlossenen, konusförmigen Ta-Trichter gedampft (Öffnungen $\varnothing 2\text{mm}$ und $\varnothing \leq 0,3\text{mm}$). Ein großer Teil der Aktivität wird dabei direkt auf die Al-Folie gedampft. Die sich auf den schrägen Wänden befindende Restaktivität wird auf die Folie geschabt und mit einem Ta-Stempel gesichert (siehe Abb. 23). Durch Verwendung dieser Geometrie erhält man im Bereich der $\varnothing 0,3\text{mm}$ Öffnung des Trichters eine kleine intensive Quelle. Der Ta-Stempel dient zusätzlich als Abschirmung für die rückwärts emittierten γ -Quanten.

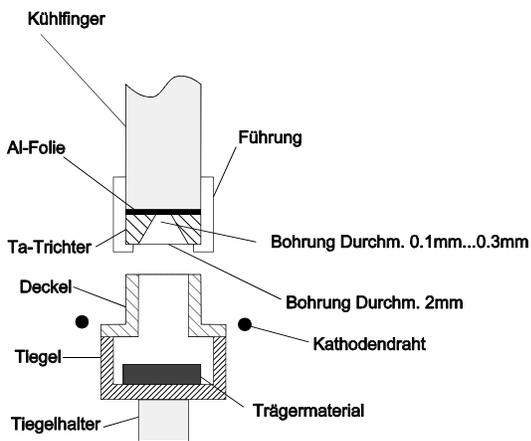


Abb. 22: In dieser Abbildung ist eine Variante des Aufdampfverfahrens dargestellt. Aus einer ca. 2mm großen Bohrung wird der Positronenstrahler in einen mit einer $10\mu\text{m}$ dicken Al-Folie abgeschlossenen konusförmigen Ta-Trichter gedampft (Öffnungen $\varnothing 2\text{mm}$ und $\varnothing \leq 0,3\text{mm}$). Ein großer Teil der Aktivität wird dabei direkt auf die Al-Folie gedampft.

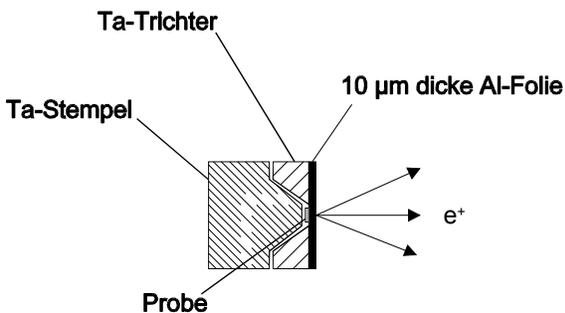


Abb. 23: Die sich auf den schrägen Wänden befindliche Aktivität wird auf die Folie geschabt. Mit einem Ta-Stempel wird die Quelle gesichert. Durch Verwendung dieser Geometrie erhält man im Bereich der $\varnothing \leq 0,3\text{mm}$ Öffnung des Trichters eine kleine intensive Quelle. Zusätzlich dient der Ta-Stempel als Abschirmung für rückwärts emittierte γ -Quanten.

5.4 Erreichte Quellgrößen und Intensitäten

Im folgenden werden die ersten Ergebnisse der Herstellung einer intensiven Positronenquelle dargestellt. Verwendet wurden zunächst die Systeme $^{74}\text{As}/\text{Ge}$ und zu Testzwecken $^{24}\text{Na}/\text{Al}$. Aufgrund seiner gleichen chemischen Eigenschaften, aber sehr kurzen Halbwertszeit von 15h, diente ^{24}Na als Testisotop, um bei evtl. ungewollter Kontamination die Anlage nach kurzer Zeit weiter benutzen zu können. ^{24}Na läßt sich wie ^{22}Na aus Bestrahlung von Reinstaluminium durch die Reaktion $^{27}\text{Al}(\text{d},\alpha\text{p})^{24}\text{Na}$ erzeugen. Nach erfolgreichem Test wurde dann das System $^{22}\text{Na}/\text{Al}$ verwendet.

Die verwendeten Quellstärken betragen bis zu 370 MBq. Bei Temperaturen von ca. 100-200 K über der Schmelztemperatur des jeweiligen Trägermaterials wurde auf einen reinen bzw. mit Gold beschichteten Cu-Probenträger⁵ aufgedampft.

5.4.1 Quellgröße und Effizienz des Aufdampfverfahrens

Bei kleinen Bohrungen im Tiegeldeckel (\varnothing 0,07-0,3mm) und einem geringen Abstand von 0,1-0,2mm zwischen Tiegel und Quellträger erreicht man Quellgrößen von 0,1-0,5mm (Abb. 24-28). Die Dicke der aufgedampften Schicht beträgt 10-20 μm .

Die erreichten Aufdampfeffizienzen (Verhältnis der aufgedampften Aktivität zur Anfangsaktivität) sind abhängig von der jeweiligen Heizdauer und dem Durchmesser der Tiegelbohrung. Je kürzer die Heizdauer und je kleiner der Bohrungsdurchmesser, um so geringer ist die Wahrscheinlichkeit, daß Atome auf der Kühlfläche aufgefangen werden. Für kleine Bohrungen (\varnothing 0,1-0,3mm) liegen die idealen Heizdauern bei einigen Stunden. Man erreicht hier eine Effizienz von 10% - 50%. Diese Schwankungen kommen aufgrund eines evtl. schlechten Vakuums im Tiegel zustande. Da der Tiegel bis auf die kleine Bohrung dicht

⁵ Au besitzt eine hohe Massenzahl Z, so daß sehr viele Positronen, die von der Quelle in das Gold emittiert werden, zurückgestreut werden.

verschlossen ist, wird er nur über diese gepumpt. Aufgrund der kleinen Fläche führt dieses zu sehr langen Pumpzeiten. Wird die Bohrung durch einen Partikel auch nur teilweise verstopft, so reicht das Vakuum nicht aus, um eine sehr große mittlere freie Weglänge der Atome zu erhalten. Der entstehende Gasstrom reicht aber für das Aufdampfverfahren aus. Es wird allerdings nur eine geringe Effizienz erreicht. Die restliche, nicht mitaufgedampfte Aktivität befindet sich noch im Tiegel. Nur ein kleiner Prozentsatz von 1% - 2% entweicht in die Vakuumkammer. Bei der in Kap. 5.3.4 angesprochenen Variante 2 erreicht man mit weit kürzeren Heizdauern von 15-30min. eine Effizienz von 90%. Hier stellt sich aufgrund der größeren Bohrung von \varnothing 2mm im sonst geschlossenen Tiegel ein besseres Vakuum ein, so daß die mittlere freie Weglänge der Isotope groß wird.

Im Temperaturbereich von etwa 1073 K bis 1973 K dampft As ausschließlich in Form von As_2 - oder As_4 - Molekülen ab [HOL85]. Da in diesem Temperaturintervall ein an die Oberfläche der Schmelze gelangendes As-Atom zum Abdampfen immer mindestens ein Partneratom benötigt, muß die Heizzeit zum Erreichen einer guten Effizienz für As hoch gewählt werden: man erhöht so die Wahrscheinlichkeit, daß sich ein As-Molekül bilden kann. Für Na hingegen reichen kurze Heizzeiten im Minutenbereich, um hohe Effizienzen zu erreichen, da der Dampf im Temperaturbereich von 1000 K ausschließlich einatomig vorliegt.

Abb. 24: Lichtmikroskopische Aufnahme einer ^{74}As -Quelle auf einem Cu-Proben­träger (500fache Vergrößerung). Gedampft wurde aus einer Bohrung von 0,07mm Durchmesser. Die maximale Ausdehnung der Quelle beträgt 0,1mm.

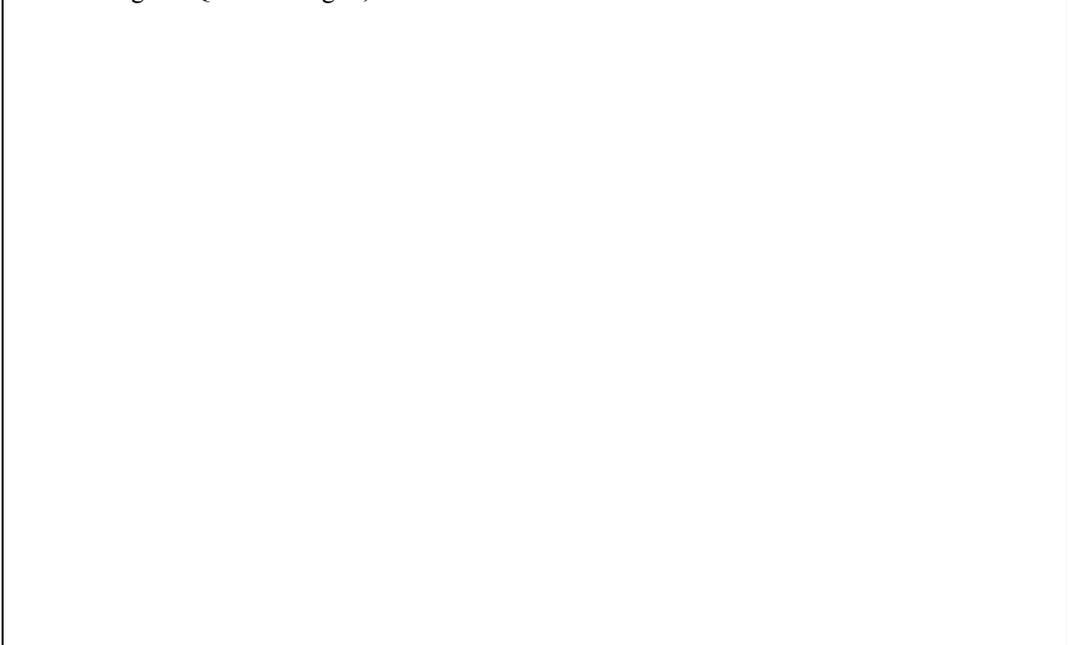


Abb. 25: Lichtmikroskopische Aufnahme einer ^{24}Na -Quelle auf einem Cu-Quellträger (100fache Vergrößerung). Die Bohrung des Tiegels betrug \varnothing 0,3mm und der Abstand zwischen Tiegel und Proben­träger ca. 0,1 - 0,2mm. Die Quelle hat einen Durchmesser von ca. 0,45 mm.

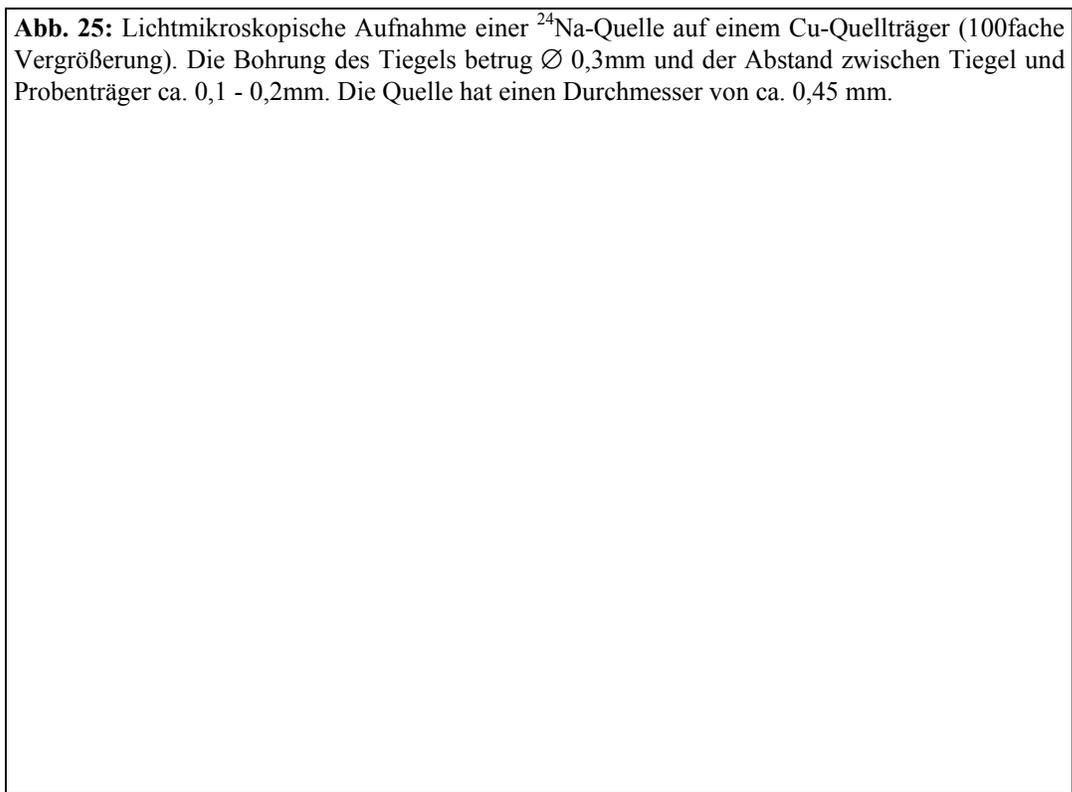


Abb. 26: Lichtmikroskopische Aufnahme einer ^{24}Na -Quelle auf einem mit Au beschichteten Cu-Quellträger (500fache Vergrößerung). Die Ausdehnung der Quelle beträgt ca. 0,3mm. Der graue Schleier ist NaOH, das sich beim Belüften der Vakuumkammer auf dem Quellträger gebildet hat.

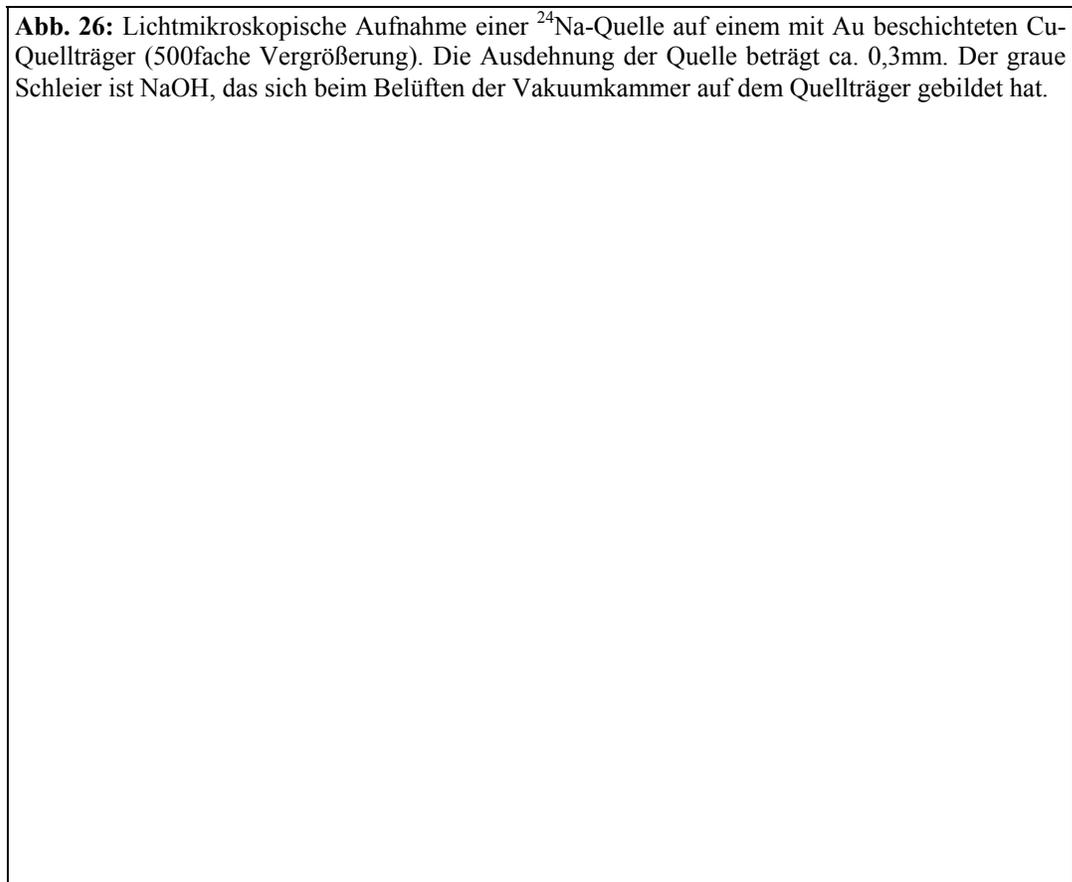


Abb. 27: Lichtmikroskopische Nahaufnahme des NaOH (1000fache Vergrößerung)

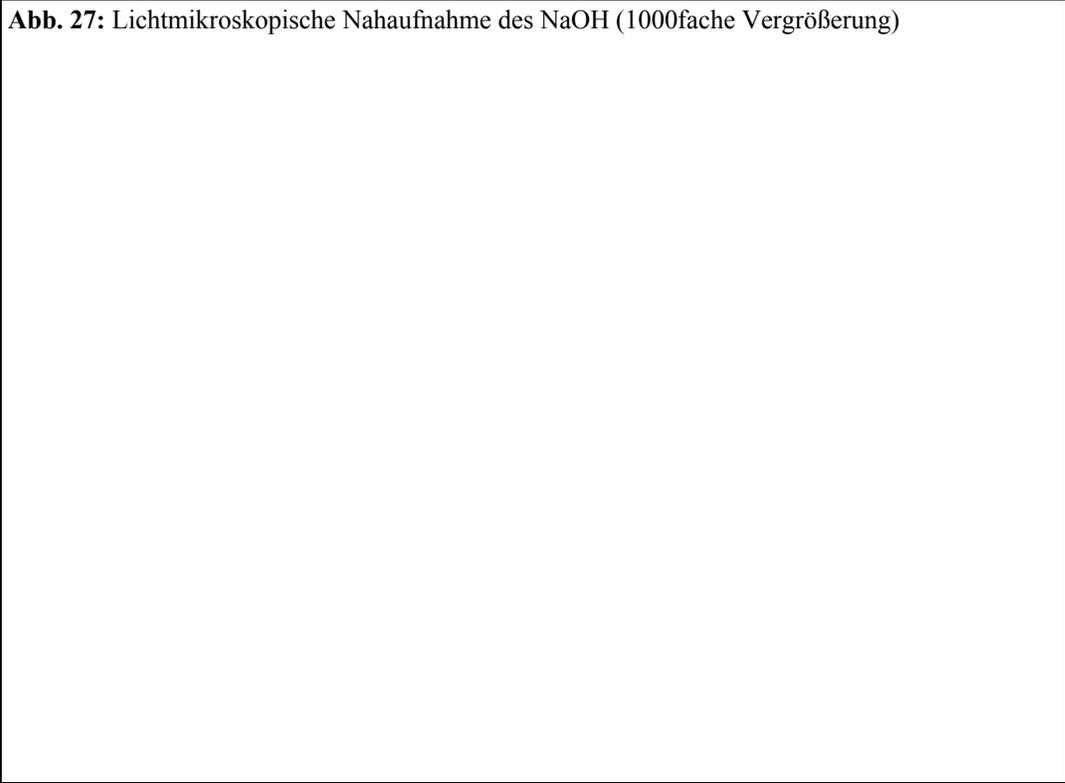
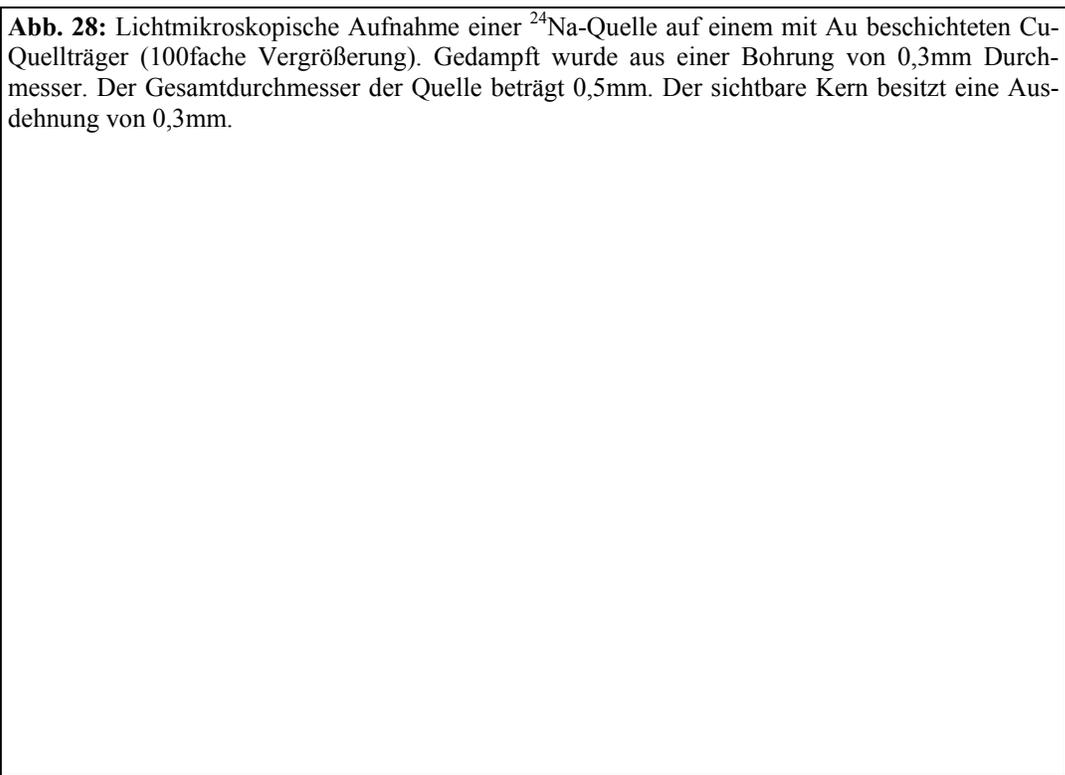
The image area for Abb. 27 is currently blank, representing the location of the light micrograph of NaOH at 1000x magnification.

Abb. 28: Lichtmikroskopische Aufnahme einer ^{24}Na -Quelle auf einem mit Au beschichteten Cu-Quellträger (100fache Vergrößerung). Gedampft wurde aus einer Bohrung von 0,3mm Durchmesser. Der Gesamtdurchmesser der Quelle beträgt 0,5mm. Der sichtbare Kern besitzt eine Ausdehnung von 0,3mm.

The image area for Abb. 28 is currently blank, representing the location of the light micrograph of a ^{24}Na source on a Cu carrier at 100x magnification.

5.4.2 Herstellung einer intensiven, kleinen ^{22}Na -Quelle

Für die Herstellung einer intensiven, kleinen ^{22}Na -Quelle wurde die 2. Variante des Aufdampfverfahrens gewählt, um eine möglichst hohe Effizienz zu erreichen. In einem Al-Zylinder (\varnothing 10mm, Höhe 10mm) wurde eine ^{22}Na -Aktivität durch Bestrahlung hergestellt. Ca. 80% der primären Aktivität wurde in den konusförmigen Quellträger, der mit einer 10 μm dicken Al-Folie verschlossen wurde, gedampft. Bei der Quelle mit der kleinsten Ausdehnung wurden auf einen Durchmesser von 0,2mm $5 \cdot 10^5 \text{ e}^+/\text{s}$ gemessen.

Diese Quelle ist in Verbindung mit der beschriebenen einstufigen Moderatorgeometrie eine sehr intensive Positronenquelle mit kleiner Phasenraumzelle der Positronen. Bei einem Strahldurchmesser von 20 μm und dem durch die vorliegende Strahlführungsgeometrie bestimmte Öffnungswinkel von 0,03mrad [GRE96a] ergibt sich ein Richtstrahlwert von $R \approx 4 \cdot 10^{10} \text{ e}^+ / (\text{s mrad}^2 \text{ m}^2 \text{ eV})$. Ein Vergleich mit Literaturwerten ist aufgrund der unverlässlichen Angaben in der Literatur nicht möglich (Kap. 3.2.2).

5.5 Zweistufiges Aufdampfverfahren

Bei den diskutierten verschiedenen Varianten des Aufdampfverfahrens kommt es zu einer (wenn auch geringen) Selbstabsorption in der Quelle aufgrund der aufgedampften Schichtdicke. Um diese noch weiter zu verringern, muß die aufgedampfte Dicke der aktiven Schicht weiter verkleinert werden. Dazu wurde ein mehrstufiges Aufdampfverfahren in Betracht gezogen. Vorversuche zeigten aber, daß das Verfahren nicht das gewünschte Ergebnis lieferte. Abb. 29 zeigt den verwendeten Versuchsaufbau.

Zunächst dampft man aus einem Tiegel (Deckelbohrung \varnothing 2-3mm) den Positronenstrahler mit sehr hoher Effizienz auf eine Kühlfläche (Quellträger I). In einem zweiten Schritt versucht man, ihn von dort auf einen Quellträger II abzdampfen. Da er nicht mehr in einem großen Trägervolumen vorliegt, entfällt das Aufheizen des Targetmaterials in die flüssige

Phase. Es reicht eine niedrigere Temperatur als im ersten Schritt aus. Der bei dieser Temperatur herrschende Dampfdruck des Targetmaterials verringert die Anzahl der mitabdampfenden Trägeratome, die beim ersten Heizschritt noch mit auf den Quellträger I aufgedampft sind. Somit kann die Selbstabsorption weiter verringert werden.

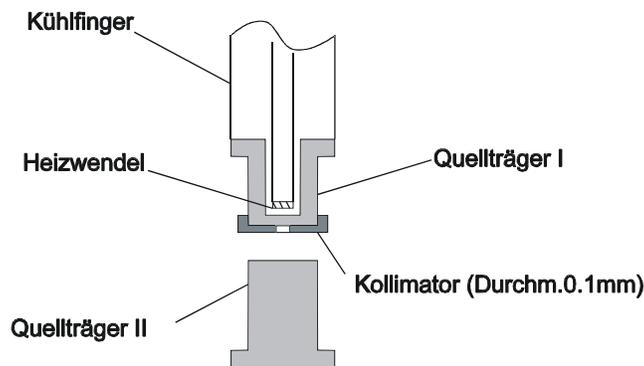


Abb. 29: Auf einem schon bedampften Quellträger I wird ein Kollimator ($\varnothing 0,1\text{mm}$) befestigt. Mit einer Heizwendel wird der Quellträger I geheizt. Ziel ist es, den Positronenstrahler schon bei sehr geringer Temperatur auf den Quellträger II zu dämpfen.

Für die zweite Heizstufe wird der Kühlfinger der 1. Stufe mit einer Heizwendel versehen und zum Heizfinger umfunktioniert (Abb. 29). Nach dem ersten Verdampfungsschritt wird auf die vorher bedampfte Fläche ein Kollimator ($\varnothing 0,1\text{mm}$) aufgebracht. Die bedampfte Fläche wird dann mit der Heizwendel geheizt (bis zu 1000 K). Die abdampfenden Atome können von dem im geringen Abstand positionierten Quellträger II aufgefangen werden.

Diese Vorgehensweise wurde mit dem System $^{74}\text{As}/\text{Ge}$ getestet. Der Positronenstrahler wurde im ersten Verdampfungsschritt auf verschiedene Quellträgermaterialien (Cu, Au, Fe und Al_2O_3) gedampft. Es gelang jedoch nicht, das As von diesen Flächen mit genügend großer Effizienz wieder abzdampfen.

Folgende Erklärungen sind dafür möglich:

- Trotz hochpolierter und gereinigter Oberflächen der ausgeheizten Quellträger I ist die Oberfläche leicht verschmutzt gewesen. Die aufgedampften As_2 - und As_4 -Moleküle gingen mit diesen Verschmutzungen Verbindungen ein, die sich bei den verwendeten Temperaturen im zweiten Aufdampfschritt nicht lösten.
- Obwohl der Kühlkreislauf den Quellträger I sehr gut kühlt, entsteht aufgrund des geringen Abstands zwischen dem Quellträger I und dem Tiegel ein hoher Temperaturgradient. Die Temperatur an der Oberfläche des Quellträgers I kann dabei durchaus einige 100 K betragen⁶. Es ist möglich, daß das Probenrägermaterial in die langsam aufdampfende As/Ge-Schicht hineindiffundiert. Der umgekehrte Fall erscheint eher unwahrscheinlich. Sowohl für ein binäres System As/Quellrägermaterial als auch für ein ternäres System As/Ge/Probenrägermaterial liegen keine Daten für die Diffusion von Cu, Fe oder Au in As vor [LBS9]. Betrachtet man aber die Phasendiagramme der binären Systeme (Abb. 30-32), so erkennt man, daß schon bei relativ geringen Temperaturen an der Oberfläche des Quellträgers I arsenreiche Phasen entstehen. Da es sich hier natürlich nicht um binäre, sondern um ternäre Systeme handelt, wird die Phasenbildung noch unübersichtlicher. Von diesen Systemen liegen allerdings keine Phasendiagramme vor. Die so gebildeten, komplizierten Phasensysteme sind wahrscheinlich durch Erwärmung in festem Zustand nicht einfach trennbar.
- Das As wurde auch auf einen hart eloxierten Al-Probenräger aufgebracht. Auch hier scheiterte der Versuch, es wieder abzdampfen. Je nach Güte der Galvanisierung liegt das Al_2O_3 nicht als dichteste Schicht vor. Befinden sich einige Lücken im Al_2O_3 , lagert sich das As in den Lücken ab und geht dort eine Verbindung ein, die sich sehr schwer trennen läßt.

⁶ Da beim ersten Verdampfungsschritt sehr hohe Effizienten erreicht wurden, kann davon ausgegangen werden, daß die Kühlleistung ausreichend hoch ist, so daß die As-Moleküle auf dem Quellräger nicht schon während des ersten Verdampfungsschritts abgedampft werden.

As-Au

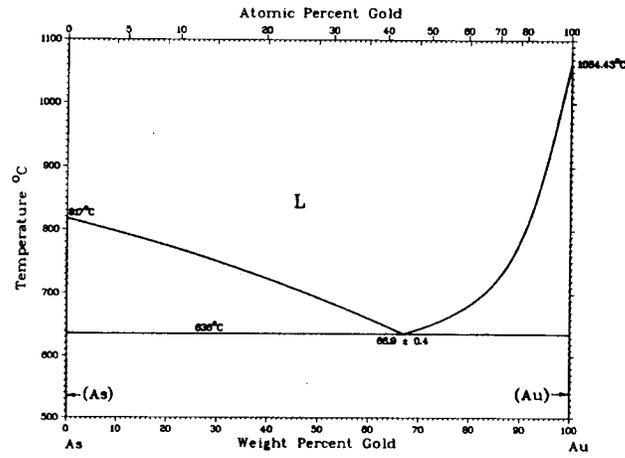


Abb.

30: Phasendiagramm As/Au aus [ALL92].

As-Fe

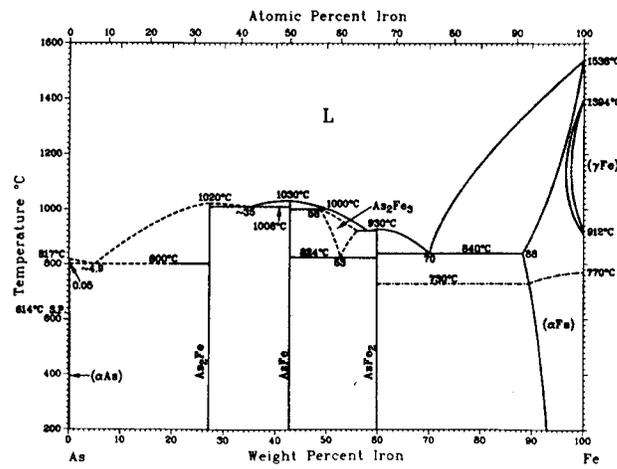


Abb. 31: Phasendiagramm As/Fe aus [ALL92].

As-Cu

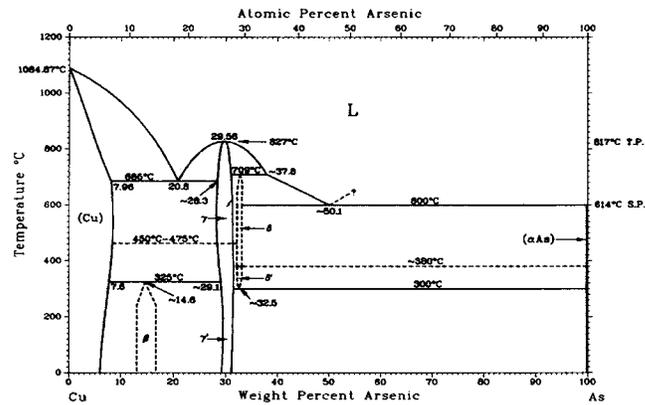


Abb. 32: Phasendiagramm As/Cu aus [ALL92].

6. Erste Messungen mit dem Feinfokuspositronenstrahl

In diesem Kapitel werden erste orts aufgelöste Messungen (μm -Bereich) mit dem Feinfokuspositronenstrahl vorgestellt. Dazu wurden zunächst Systeme untersucht, mit denen man die Funktionsweise der vorgestellten Apparatur testen kann und durch die sich neue, aufgrund mangelnder Meßmöglichkeit bisher noch nicht erhaltbare physikalische Aussagen treffen lassen. Gemessen wurde jeweils der Linienparameter S bei einer Positroneneinschubenergie von 30keV.

6.1 Messung an einer Au/Si-Matrix

Es wurde zunächst eine Au/Si-Matrix untersucht. Mit lithographischen Verfahren wurde eine 0,6 μm dicke Goldschicht mit scharfen Kanten auf einem Silizium-Wafer hergestellt.

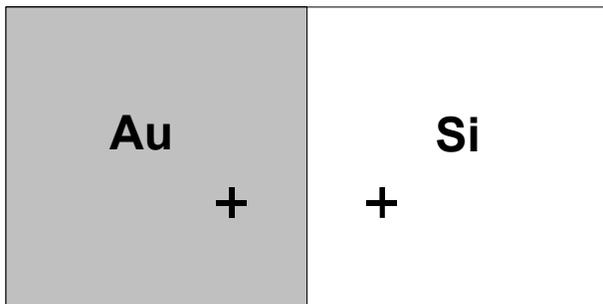


Abb. 33: Zunächst wurde eine Au/Si-Matrix untersucht. Die Dicke der Goldschicht betrug 0,6 μm . Die Kreuze kennzeichnen die Meßpunkte.

Abb. 34 zeigt das Meßergebnis. Aufgetragen ist der S-Parameter gegen die Meßzeit. Man sieht zunächst, daß sich der S-Parameter nicht ändert, d.h. die Zählrate der Apparatur bleibt sehr konstant. Der S-Parameter von Si ist um ca. 5% höher als der von Au. Diese Verschiebung ist durch die unterschiedliche Elektronendichte bedingt. Da Au ($\rho=19,32 \text{ g/cm}^3$) dichter gepackt ist als Si ($\rho=2,328 \text{ g/cm}^3$), ist in Au die Zerstrahlung des Positrons mit einem Rumpfelektron wahrscheinlicher als in Si. Es kommt zu einer Verbreiterung der Dopplerlinie bzw. Verkleinerung des S-Parameters.

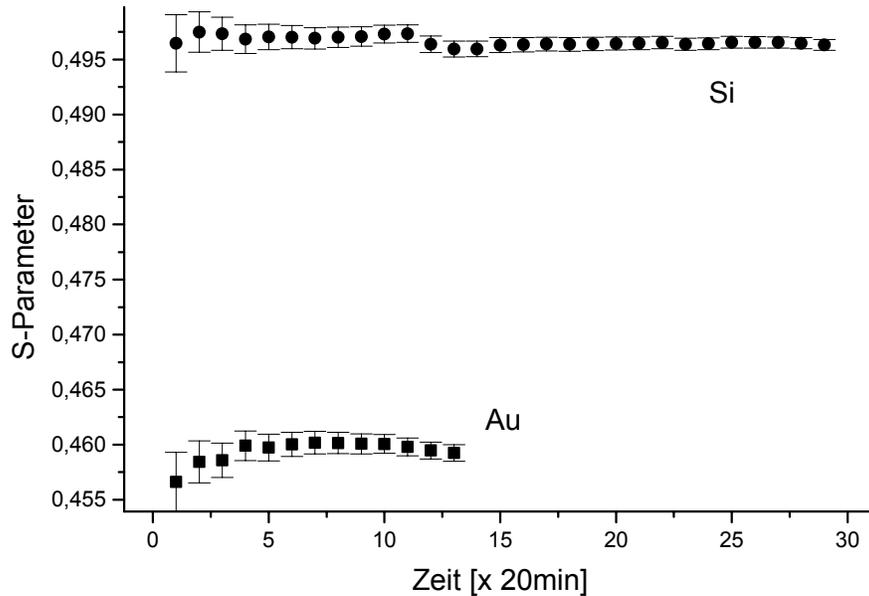


Abb. 34: Dopplermessung an einer Au/Si-Matrix. Der S-Parameter ändert sich im Rahmen der Fehler nicht, d.h. die Meßapparatur läuft sehr konstant. Die beiden S-Parameter unterscheiden sich aufgrund der unterschiedlichen Elektronendichte von Au und Si. Au ist dichter gepackt ($\rho=19,32 \text{ g/cm}^3$) als Si ($\rho=2,328 \text{ g/cm}^3$). Daher ist in Au die Zerstrahlung des Positrons mit einem Rumpfelektron (hoher Impuls) wahrscheinlicher als in Si.

6.2 Messung an gebogenem Cu

Ein sauerstoffarmes, polykristallines Cu-Plättchen ($0,95 \times 2 \times 20 \text{ mm}^3$) wurde zunächst an der Oberfläche poliert ($6\mu\text{m}$ - Körnung), dann ausgeheizt und in einem Zug-Druck-Versuch wechselverformt (Abb. 35). Dazu wurde das Plättchen an drei Punkten befestigt und in der Probenmitte mit einer Kraft von ca. 200 N in 30000 Zyklen gebogen. Die Biegungsamplitude betrug $25\mu\text{m}$.

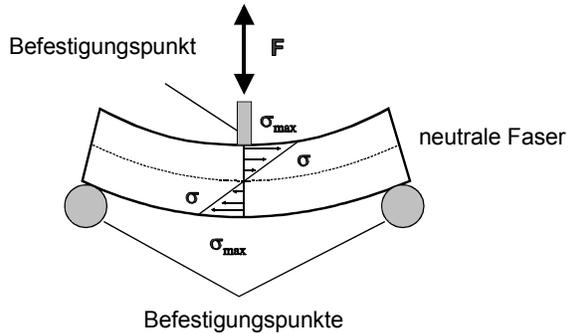


Abb. 35: Ein sauerstoffarmes Cu-Plättchen wurde an drei Punkten befestigt und in der Mitte mit einer Kraft von ca. 200 N 30000 mal gebogen (gedrückt und gezogen). Die auftretenden Biegespannungen wachsen mit Abstand von der neutralen Faser. Es wird eine hohe Fehlstellenkonzentration in oberflächennahen Bereichen erwartet, die zur neutralen Faser hin abnimmt.

Die auftretenden Biegespannungen wachsen mit dem Abstand von der neutralen Faser. Mit diesem Verfahren erzeugt man Fehlstellen im Material. Erwartet wird eine Fehlstellenkonzentration, die in oberflächennahen Bereichen sehr hoch ist und zur neutralen Faser hin abnimmt.

Zunächst wurde eine Aufnahme mit einem Lichtmikroskop mit einer elektronenoptischen Aufnahme verglichen. (Abb. 36-38, Beobachtungsrichtung senkrecht zur neutralen Faser). Auf beiden Aufnahmen erkennt man keine Defektstrukturen an der Oberfläche. Danach wurde die Probe mit dem Feinfokuspositronenstrahl untersucht und mit einer Positronenenergie von 30keV senkrecht zur neutralen Faser gemessen. Die mittlere Eindringtiefe betrug ca. $1\mu\text{m}$ [SCH88] .

Abb. 36: Lichtmikroskopische Aufnahme des gebogenen Cu-Plättchens (Draufsicht, Vergrößerung 200fach). Man erkennt keine Defektstrukturen an der Oberfläche.

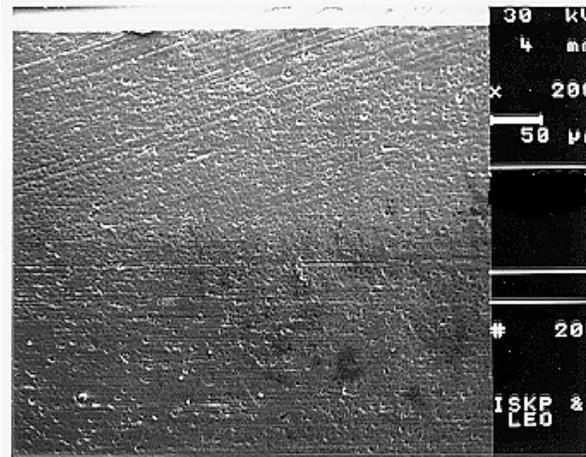


Abb. 37: Aufnahme des Cu-Plättchens mit dem Rasterelektronenmikroskop (200fache Vergrößerung). Die Beobachtungsrichtung ist senkrecht zur neutralen Faser. Gezeigt wird ein Ausschnitt von der Probenkante bis zur Probenmitte (neutrale Faser). Man erkennt Schleifspuren vom Polieren der Probe, jedoch keine Defektstrukturen, die aufgrund des Zug-Druck-Versuchs entstanden sind.

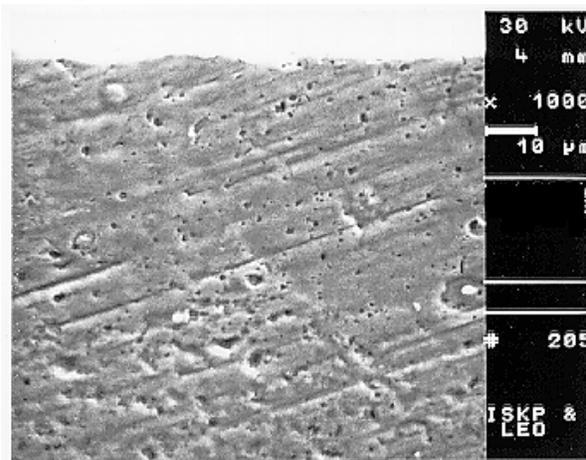


Abb. 38: Aufnahme des Cu-Plättchens mit dem Rasterelektronenmikroskop (1000fache Vergrößerung). Gezeigt ist eine Ausschnittsvergrößerung von Abb. 37. Am oberen Bildrand erkennt man die Probenkante. Auch auf diesem Bild treten die Schleifspuren durch das Polieren der Probe deutlich hervor, allerdings erkennt man auch hier keine durch den Biegeversuch hervorgerufenen Defektstrukturen zur Oberfläche hin.

Abb. 39 zeigt das Meßergebnis. Der S-Parameter nimmt deutlich mit geringerem Abstand zur neutralen Faser hin ab, d.h., daß der Verlauf der erwarteten Fehlstellenkonzentration (Versetzungen und Leerstellenagglomerate) bestätigt wurde. Der Verlauf ist allerdings nicht linear; 100µm von der neutralen Faser entfernt mißt man noch keine deutliche Veränderung des S-Parameters. Im Bereich um die neutrale Faser wurde daher das Cu mit der aufgebrauchten Kraft nur elastisch verformt. Erst in einer Entfernung von ca. 200µm steigt der S-Parameter an. Hier beginnt der Bereich der plastischen Deformation.

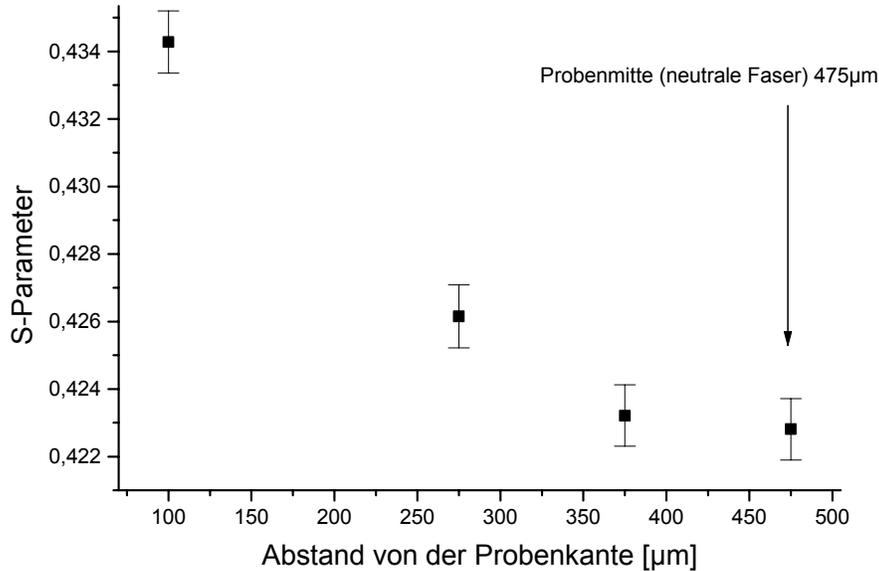


Abb. 39: Der S-Parameter nimmt deutlich mit geringerem Abstand zur neutralen Faser hin ab. Der Verlauf ist nicht linear. 100μm von der neutralen Faser entfernt mißt man noch keine deutliche Veränderung des S-Parameters. Im Bereich um die neutrale Faser wurde daher das Cu nur elastisch verformt. Erst in einer Entfernung von ca. 200μm steigt der S-Parameter an. Hier beginnt der Bereich der plastischen Verformung.

6.3 Messung an wechselverformtem Cu-Einkristall

Ein Cu-Einkristall-Stab (Außendurchmesser 5mm) wurde in einem Zug-Druck-Versuch wechselverformt⁷ (Abb. 40). Der Stab ist in der Mitte leicht verjüngt. Nach mehreren tausend Verformungszyklen haben sich dort ca. 15% persistente Gleitbänder mit Abmessungen von einigen μm gebildet, die mit bloßem Auge erkennbar sind (Abb. 41). In diesen kann sich fast die gesamte Abgleitung bei der Wechselverformung kubisch-flächenzentrierter Metalle lokalisieren. Sie treten als kumulierte Makrobänder von Versetzungen aus der Oberfläche aus und setzen sich im Kristall fort. Sie bestehen aus einer regelmäßigen Abfolge schmaler

⁷ Cu-Probe Cu_{FMIH}-137 vom MPI für Metallforschung, Institut für Physik.

versetzungsreicher Wände und breiter versetzungsarmer Kanäle, die längs einer kristallographischen Richtung verlaufen [HOL92].

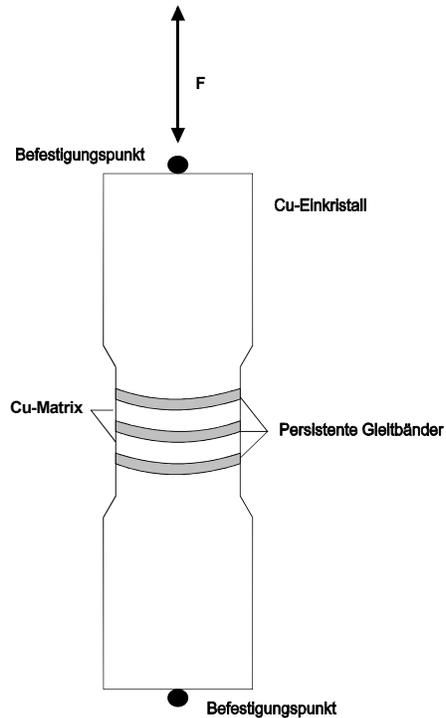


Abb. 40: Schematische Darstellung des Wechselverformungsversuchs (Zug/Druck). Der Cu-Einkristall wurde an zwei Punkten befestigt. In der Verjüngung der Probe entstehen *persistente Gleitbänder*, die mit bloßem Auge sichtbar sind.

Sowohl auf der lichtmikroskopischen als auch auf der elektronenmikroskopischen Aufnahme (Abb. 41, 42) kann man die persistenten Gleitbänder von der Cu-Matrix sehr gut unterscheiden. Im Matrixbereich erkennt man keine Anzeichen von bestehenden Fehlern an der Oberfläche.

Abb. 41: Lichtmikroskopische Aufnahme der Cu-Probe (100fache Vergrößerung). Man erkennt deutlich die an die Oberfläche getretenen persistenten Gleitbänder. Die dazwischenliegende Cu-Matrix weist an der Oberfläche keine Defektstrukturen auf.

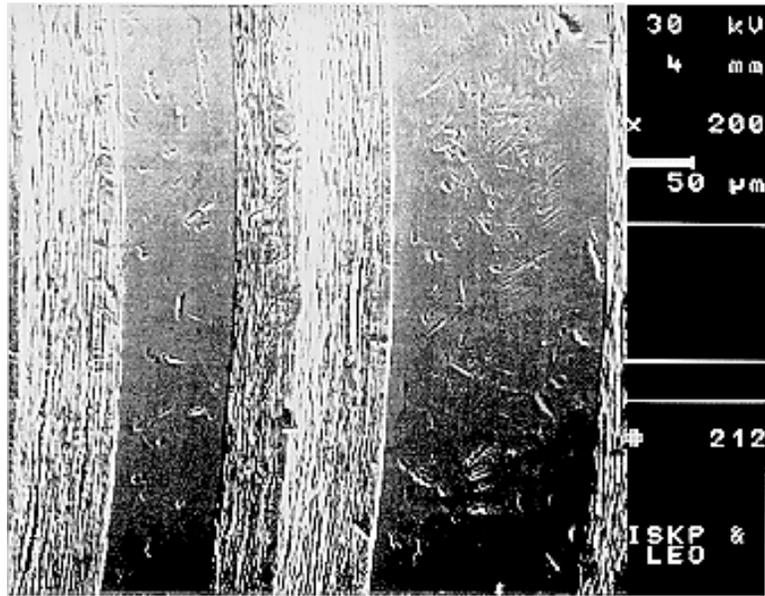


Abb. 42: Aufnahme der Cu-Probe mit dem Rasterelektronenmikroskop (200fache Vergrößerung). Man erkennt deutlich die an die Oberfläche getretenen persistenten Gleitbänder. Auch auf dieser Aufnahme erkennt man an der Oberfläche der Cu-Matrix keine Defektstrukturen.

Die Oberfläche des Kristalls wurde mit dem Feinfokuspositronenstrahl (Positronenenergie 30keV, mittlere Eindringtiefe ca. $1\mu\text{m}$) untersucht. Ziel der Messung war es zu untersuchen, ob man einen Unterschied im S-Parameter von persistenten Gleitbändern und der Cu-Matrix sieht. Abb. 43 stellt das Meßergebnis dar.

Gemessen wurde der S-Parameter an verschiedenen Positionen im Gleitband (G) und in der Cu-Matrix (M). Es ist kein Unterschied im S-Parameter von Gleitband oder Matrix festzustellen. Durch die Verformung des Cu-Kristalls haben sich auch in der Matrix sehr viele Versetzungen gebildet. Diese sind in der Oberflächenstruktur allerdings nicht zu sehen. Die Versetzungsdichte ist in beiden Bereichen so groß, daß alle Positronen in Haftstellen eingefangen werden (Sättigungseinfang) und dort mit Elektronen zerstrahlen. Daher zeigt der S-Parameter keinen Unterschied zwischen den beiden Bereichen.

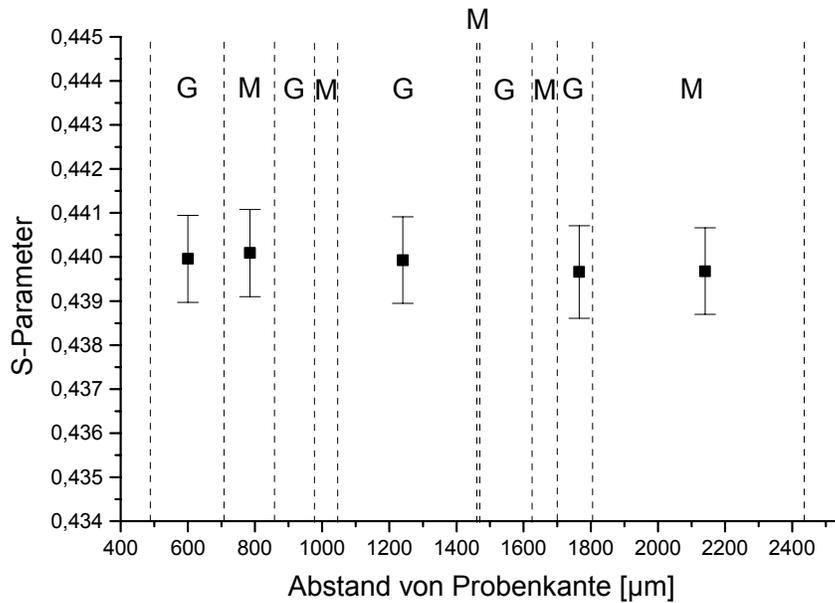


Abb. 43: S-Parameter an verschiedenen Positionen im Gleitband (G) und in der Cu-Matrix (M). Es ist kein Unterschied im S-Parameter von Gleitband und Matrix festzustellen. Durch die Verformung haben sich auch in der Matrix sehr viele Versetzungen gebildet, die in der Oberflächenstruktur nicht sichtbar sind. Die Versetzungsdichte ist in beiden Bereichen so groß, daß alle Positronen in Haftstellen eingefangen werden (Sättigungseinfang).

Der Wert des S-Parameters dieser Messung ist absolut mit dem der Messung des gebogenen Cu-Plättchens vergleichbar, da beide Messungen mit denselben Flächenintegralgrenzen ausgewertet wurden. Der S-Parameter des wechselverformten Cu-Einkristalls ist über dem gesamten Meßbereich größer als der des gebogenen Cu-Plättchens. Dies zeigt, daß sowohl in den persistenten Gleitbändern als auch in der Matrix die Fehlstellendichte weitaus größer ist als im gebogenen Cu-Plättchen.

6.4 Vergleich der Meßergebnisse mit Voruntersuchungen

Der gemessene S- Parameter-Verlauf beider Messungen zeigt sich auch in einer Messung von Wider et al. [WID96] (Abb.44). Hier wurde ein 20mm langes Röhrchen aus sauerstofffreiem, polykristallinem Kupfer wechselverformt (Verformungsfrequenz 4 Hz, Verformungsamplitude $0,5\mu\text{m}$ - $29\mu\text{m}$) und der S-Parameter in Abhängigkeit der relativen Längenänderung gemessen (kleine relative Längenänderungen kommen durch kleine Verformungsamplituden zustande; große Längenänderungen analog). Der S-Parameter ändert sich bei geringer relativer Längenänderung nicht (Bereich der elastischen Deformation), steigt dann aber an (Beginn der plastischen Deformation), bis er einen Sättigungswert bei hoher Verformung erreicht (Sättigungseinfang der Positronen).

Der Verlauf des S-Parameters des gebogenen Cu-Plättchens spiegelt sich in dieser Messung ebenso wider (Anstiegsflanke) wie der des wechselverformten Cu-Einkristalls (Sättigungsbereich).

- Im Bereich der neutralen Faser des gebogenen Plättchens herrscht elastische Deformation vor (keine Änderung des S-Parameters). Mit größerem Abstand von der neutralen Faser steigt der S-Parameter an (Anstiegsflanke). Dies ist der Bereich der plastischen Deformation. In Oberflächennähe ist man kurz vor dem Sättigungsbereich.
- Durch die sehr hohe Verformung des Cu-Einkristalls zeigt sich auch in dessen Matrix und persistenten Gleitbändern der Sättigungseinfang.

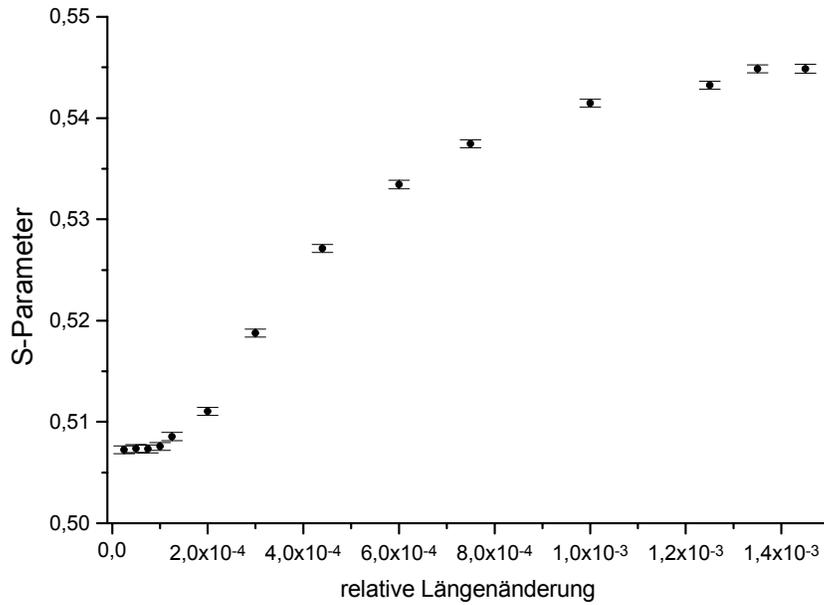


Abb. 44: S-Parameter eines wechselverformten Cu-Röhrchens in Abhängigkeit der relativen Längenänderung nach [WID96]. Bei kleiner relativer Längenänderung ändert sich der S-Parameter nicht. Erst bei größerer Verformung wird der S-Parameter größer, bis er einen Sättigungswert erreicht (Sättigungseinfang der Positronen). Der Verlauf der S-Parameter der in dieser Arbeit vorgestellten Messungen des gebogenen Cu-Plättchens und des wechselverformten Cu-Einkristalls mit persistenten Gleitbändern spiegelt sich im Verlauf des von Wider et al. gemessenen S-Parameters eindeutig wider (aufsteigende Flanke bzw. Sättigungswert).

7. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde für den Bonner Feinfokuspositronenstrahl, eine Kombination aus einem Rasterelektronenmikroskop mit einem feinfokussierten Positronenstrahl, eine Positronenquellen-Moderator-Kombination zur Erzeugung hoher Richtstrahlwerte entwickelt. Die Phasenraumzelle der aus dieser Kombination emittierten Positronen ist ähnlich klein wie die der Elektronen einer konventionellen Elektronenquelle aus der Elektronenmikroskopie. Das System erlaubt für das Kombinationsgerät die Verwendung vieler Standardbauteile aus der Elektronenmikroskopie, da das Positron und das Elektron bis auf das Vorzeichen ihrer Ladung dieselben physikalischen Eigenschaften besitzen. Daher ist der Aufwand der Strahljustierung und Fokussierung sehr begrenzt, da man auf die bekannten Methoden der Elektronenmikroskopie zurückgreifen kann.

Man erhält den kleinen Phasenraum durch eine geeignete Moderatorgeometrie, bestehend aus einem dünnen W-Einkristall mit kleiner Bohrung in Kombination mit einer intensiven kleinen Positronenquelle. Die Positronenquelle sitzt direkt über der kleinen Bohrung. Die Positronen werden aus der Quelle in die Bohrung emittiert, in der Moderatorwand moderiert und wieder aus der Bohrung emittiert. Die Größe der Phasenraumzelle dieser Positronen ist abhängig vom Bohrungsdurchmesser. Beträgt er nur wenige zehntel Millimeter, so ist die Phasenraumzelle ähnlich klein wie diejenige der von Elektronen einer konventionellen Elektronenquelle.

Zur Herstellung der kleinen intensiven Positronenquellen wurde ein Aufdampfverfahren verwendet. Dazu wurde eine Apparatur entwickelt, aufgebaut und in Betrieb genommen, mit der man trägerfreie Positronenquellen von sehr hoher Intensität mit einer Ausdehnung bis hinab zu 0.1mm herstellen kann.

Die Funktionsweise des Bonner Feinfokuspositronenstrahls wurde an verschiedenen Festkörperproben erfolgreich getestet. Die Kombination des Strahls mit einem Rasterelektronenmikroskop erlaubt sowohl optische Untersuchungen mit Elektronen als auch tiefensensitive Untersuchungen mit Positronen bei hoher lokaler Auflösung. Besonders interessant sind Untersuchungen an Proben, die für Licht- oder Rasterelektronenmikroskope keine sichtbaren Defektstrukturen an der Oberfläche aufweisen, aber in oberflächennahen Bereichen mittels des Positronenmikrostrahls nachgewiesen werden konnten.

Der Bonner Feinfokuspositronenstrahl eröffnet neue Dimensionen in der Festkörperphysik. Mit Sicherheit werden viele, offene Fragen in naher Zukunft mit Hilfe dieser neuen Untersuchungsmethode beantwortet werden können.

Literaturverzeichnis

- ALL92** ASM Handbook, Vol. 3, Alloy Phase Diagrams, H. Baker, ed., Ohio (1992)
- AND33** C.D. Anderson, Phys. Rev. 43 (1933), 491
- BEN96** G. Benner, Fa. LEO, Oberkochen, private Mitteilung (1996)
- BRA88** G. Brandes, K. F. Canter, A.P. Mills jr., Phys. Rev. Lett. 61 (5) (1988), 492
- BRA88a** G.R. Brandes, K.F. Canter, T.N. Horsky, P.H. Lippel, A.P. Mills jr., Rev. Sci. Instrum., 59 (2) (1988), 228
- COL82** C.F. Coleman, A.E. Hughes, F.A. Smith, in POS 82, 871
- COL93** P.G. Coleman, J.A. Baker, N.B.Chilton, J. Phys. Cond. Mat. 5 (1993), 8117
- DEC96** C. Deckers, Dissertation, Universität Bonn 1996
- DIR30** P.A.M. Dirac, Proc. Roy. Soc. A126 (1930), 360
- DOS40** J. Dosse, Z. Phys. 115, (1940), 530
- DPA96** Patentanmeldung vom 6.12.96 beim Deutschen Patentamt München, Titel "Elektronenmikroskop mit Positronenzusatz"
- DPA96A** Patentanmeldung vom 6.12.96 beim Deutschen Patentamt München, Titel "Positronenquelle"
- DUP83** A. Dupasquier in PRO83, 510 (1983)
- DUP95** A. Dupasquier, G. Ottiuviani, in PRO95 (1995), 581
- EUR95** Europhysics Industrial Workshop EIW 12, J.d. Phys. IV, Coll. C1, vol. 5 (1995)
- FIS86** D.A. Fischer, K.G. Lynn, D.W. Gidley, Phys. Rev. B 33 (1986), 4479
- FLA46** A. Flammersfeld, Naturw. 33 (1946), 280
- FRA74** W. Frank, A. Seeger, Appl. Phys. 3 (1974), 61
- FRA84** W. Frank, U. Gösele, H. Mehrer, A. Seeger in: Diffusion in Silicon and Germanium, Academic Press Inc. (Diffusion in Crystalline Solids), Nowick ed. (1984)

- GOL89** H. Goldstein, Klassische Mechanik, Aula-Verlag, Wiesbaden (1989)
- GRA84** G. Gräff, R. Ley, A. Osipowicz, G. Werth, Appl. Phys. A 33 (1984), 59
- GRE96** H.Greif, Dissertation, Universität Bonn (1996)
- GRE96a** H.Greif, mündliche Mitteilung
- GRU92** T. Grund, K. Maier, A. Seeger, in POS92, 1879
- GSI79** GSI-Report 79-2, Gamma-Ray-Catalogue, eds. U. Reus, W. Westmeier, I. Warnecke (1979)
- GUL85** E.M. Gullikson, A.P. Mills jr., W.S. Crane, B.L. Brown, Phys. Rev. B 32 (1985), 5484
- GUL86** E.M. Gullikson, A.P. Mills jr., Phys. Rev. Lett. 57 (1986), 376
- HAU79** P. Hautojärvi, A. Vehanen, in HAU79a, 1 (1979)
- HAU79a** Positrons in Solids, P. Hautojärvi ed., Berlin, Heidelberg, New York (1979)
- HAU95** P. Hautojärvi, C. Corbel, in PRO95, 491
- HEI54** W. Heitler, "The quantum theory of Radiation", 3rd edition, Oxford University Press (1954)
- HEI72** V. Heine, C.H. Hodges, J. Phys. C 5 (1972), 225
- HEL64** A. Held, S. Kahana, Can. J. Phys. 42 (1964), 1908
- HIT86** European Patent Specification, Publication No. 0205 092 B1
- HOD73** C.H. Hodges, M.J. Stolt, Phys. Rev B 7 (1973), 73
- HOL85** A.F. Holleman, E. Wiberg, N. Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie, de Gruyter-Verlag, Berlin, New York (1985)
- HOL92** Uwe Holzwarth, Dissertation, Universität Stuttgart 1992
- HOU88** J. van House, A. Rich, Phys. Rev. Lett. 60 (1988), 169
- HOW82** RH. Howell, R.A. Alvarez, M. Stanek, Appl. Phys. Lett. 40 (8) (1982), 751
- HUG95** C. Hugenschmidt, Diplomarbeit, Universität Bonn (1995)
- HUL84** L.D. Hulett jr., J.M. Dale, S. Pendyala, Mat. Sc. Forum 2 (1984), 133
- HUL95** L.D. Hulett jr., in POS95 (1995), 99

- JIA82** J. Jian, X. Liagnyue, L. Chi-wei, J. Gokun, L. Nianqing, W. Shuying, in POS82 (1982), 469
- KHA90** R. Khatri, M. Charlton, P. Sferlazzo, K.G. Lynn, A.P. Mills jr., L.O. Roellig, Appl. Phys. Lett. 57 (2) (1990), 2374
- KNU09** M. Knudsen, Ann. Physik 28 (1909), 75,999
- KUC91** H. Kuchling, Taschenbuch der Physik, Fachbuchverlag Leipzig-Köln (1991)
- LBS73** Landolt-Börnstein; New Series, Vol. 5a, b, Springer-Verlag, Berlin (1973)
- LBS90** Landolt-Börnstein, Bd.26, Diffusion in festen Metallen und Legierungen, Hrsg. H. Mehrer, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (1990)
- LED78** C.M. Lederer, J.M. Hollander, I. Perlman, Tables of Isotops, J.Wiley and Sons, NewYork, London, Sidney (1978)
- LEE55** G.E. Lee-Whiting, Phys. Rev. 97 (6) (1955), 1557
- LUN62** T.S. Lundy, J.F. Murdock, J. Appl. Phys 33 (1962), 1671
- LYN80** K.G. Lynn, H. Lutz, Phys. Rev. B 22 (1980), 4143
- LYN85** K.G. Lynn, A.P. Mills jr., R.N. West, S. Berko, K.F. Canter, L.O. Roellig, Phys. Rev. Let. 54 (1985), 1702
- MAD50** L. Madansky, F. Rasetti, Phys. Rev. 79 (1950), 397
- MAI70** L.I. Maissel, R. Glang, Handbook of Thin Film Technology, Mc Graw Hill, New York (1970)
- MCK70** I.K. MacKenzie, J.A. Eady, R.R. Gingerich, Phys. Lett. A 33 (1970), 279
- MIL78** A.P. Mills jr., Phys. Rev. Let. 41 (1978), 1828
- MIL82** A.P. Mills jr., R. Wilson, Phys. Rev. A 26 (1982), 490
- MIL83** A.P. Mills jr., in PRO83 (1983), 432
- MIL86** A.P. Mills jr., E.M. Gullikson, Appl. Phys. Lett. 49 (1986), 1121
- MUR80** C.A. Murray, A.P. Mills jr., Solid State Com. 34 (1980), 789
- NIE76** R.M. Nieminen, C.H. Hodges, J. Phys. F. 6 (1976), 573
- NIE80** R.M. Nieminen, J. Oliva, Phys. Rev. B. 22 (1980), 2226

- PER70** A. Perkins, J.P. Carbotte, Phys. Rev. B, Vol I.1 (1970), 101
- POS82** Positron Annihilation, edited by P.G. Coleman, S.C. Shama, L.M. Diana, North-Holland Publishing Company (1982)
- POS92** Proc. of the 9th Int. Conf. on Positron Annihilation (ICPA9), Materials Science Forum 105-110 (1992)
- POS95** Proc. of the 10th Int. Conf. on Positron Annihilation (ICPA10), Materials Science Forum 175-178 (1995)
- PRO83** Proceedings of the International School of Physics “Enrico Fermi” Course LXXXIII, edited by W. Brandt and A. Dupasquier (1983)
- PRO95** Proceedings of the International School of Physics “Enrico Fermi”, Course CXXXV; edited by A. Dupasquier and A.P. Mills jr. (1995)
- RIT59** R.H. Ritchie, Phys. Rev. 114 (1959), 644
- SCH81** H.E. Schaefer, Habilitationsschrift, Universität Stuttgart (1981)
- SCH88** P.J. Schultz, K.G. Lynn, Rev. Mod. Phys. 60 (3) (1988), 701
- SCH92** G. Schatz, A. Weidinger, “Nukleare Festkörperphysik”, Teubner Verlag, Stuttgart (1992)
- SEE74** A. Seeger, Appl. Phys. 4 (1974), 183
- SEI95** L.J. Seijbel, R.F.J. Nielissen, P. Kruit, A. VanVeen, H. Schut, Appl. Surf. Sci. 85 (1995), 92
- SIE65** K. Siegbahn, Alpha-, Beta- and Gamma-Ray Spectroscopy, Vol. 1, Amsterdam (1965)
- SUD77** S. Sudár, J. Csikai, M. Buczkó, Z. Metallkunde 68 (1977), 740
- TON72** B.Y. Tong, Phys Rev. B 5 (1972), 1436
- TON94** M. Tongbhoyai, Diplomarbeit, Universität Bonn (1994)
- TRI95** W. Triftshäuser, J.d.Phys. IV, Coll. C1, Vol. 5 (1995), 217
- VAN94** A. VanVeen, H. Schut, P.E. Mijndards, L. Seijbel and P. Kruit, Slow Positron Beam Technique for Solids and Surfaces, Conf. Proceed. 303, (AIP), New York (1994), 354
- VEH83** A. Vehanen, K.G. Lynn, P.J. Schultz, M. Eldrup, Appl. Phys A 32 (1983), 163

- VEH87** A. Vehanen, K. Saarinen, P. Hautojärvi, H. Huomo, Phys. Rev. B 35 (1987), 4606
- WID96** T. Wider , S. Hansen, Diplomarbeiten, Universität Bonn, werden im Januar 1997 veröffentlicht
- WIL83** R.J. Wilson, Phys. Rev. B 27 (1983), 6974
- YAM95** C. Yamanaka, K. Hosokawa, M. Ikeya, S. Nishijima, T. Okada, Jpn. J. Appl. Phys. 34 (1995), 6528
- ZEC95** A. Zecca, in POS95 (1995), 125

Danksagung

Ich danke...

- ...meinem Lehrer Karl Maier, der es ermöglichte, diese abwechslungsreiche Dissertation anzufertigen. Besonders danke ich ihm für seinen aufbauenden Optimismus, für seine "g'schwind" zu realisierenden Ideen und seinen Rat, nicht nur bei wissenschaftlichen Problemen. Ein herzlicher Dank auch an die "Chefin", Frau Gerlinde Maier, die uns immer gut versorgt hat.
- ...Herrn Prof. Dr. Peter David für die Übernahme des Korreferats und für die zahlreichen Hilfestellungen.
- ...meiner Familie und hier besonders meinen Eltern, die mir in der ganzen Zeit mit vielen Dingen den Rücken frei gehalten haben und mit deren Unterstützung ich jederzeit rechnen konnte.
- ...Heike Gregarek, die mir entscheidende und wichtige Impulse mit auf meinen Weg gegeben hat. Ich habe versucht, viele ihrer Anregungen auch mit in diese Arbeit einfließen zu lassen.
- ...meinen beiden Freunden Christoph Deckers und Holger Greif für eine jahrelange Freundschaft und kameradschaftliche Zusammenarbeit im "Reha-Zentrum", das in den letzten Monaten unserer Dissertation (bezogen auf unsere Anwesenheit) wahrlich unsere Heimat geworden ist. Seit der Studienzeit konnte ich mich sowohl auf Christoph als auch auf Holger immer verlassen. Die Zeit am ISKP war und bleibt durch sie besonders geprägt.
- ...allen "Maiers" : Thomas Albrecht, Carsten Bühner, Bernd Didinger, Frank Emert, Frank Keuser, Mathias Haaks, Sabine Hansen, Dr. Uwe Holzwarth, Christoph Hugenschmidt, Ulrike Männig, Dieter Platzek, Dr. Joachim Reske, Stephan Roth, Petra Schaaff und Tobias Wider. Mit einer aufgeschlossenen Arbeitsgruppe im Rücken hat die Arbeit viel Spaß und Freude gemacht. Ich wünsche mir, daß auch in Zukunft ein herzliches Arbeitsklima in der Maier-Klausur herrschen wird.
- ...der Außenstelle Stuttgart, unserem Andreas Siegle. Vieles wäre ohne ihn nicht gegangen.
- ...denen, von denen ich in meiner Zeit am ISKP sehr viel gelernt habe: Herrn Wilfried Schaub, der die Aufdampfanlage konstruiert und mit mir gebaut hat, und Herrn Siegfried Hinderlich, der nicht nur meine permanente Anwesenheit in s(m)einer Werkstatt mit viel Geduld ertragen hat, sondern der auch zu den an sich unmöglichen Arbeitszeiten des öffentlichen Dienstes (Feierabend und Wochenende) für mich Werkstücke baute. Es hat viel Spaß gemacht !
- ...Herrn Dr. Kristian Freitag und Frau Sigrid Engelhard für Ihre Gastfreundschaft und Hilfe in den Räumen des Isotopenseparators.
- ...Herrn Prof. Dr. Peter Herzog für zahlreiche anregende, nicht nur physikalische Fragestellungen betreffende Diskussionen und das Vertrauen, das er mir dadurch entgegenbrachte. An dieser Stelle gilt mein Dank auch zusammen mit ihm den Herren Mark

Franken und Dirk Köhler, die sich für die rechtzeitige Herstellung des von uns benötigten neuen Isotopenlabors gekümmert haben.

- ...den Mitarbeitern der Zentralwerkstatt (und hier besonders dem verstorbenen Herrn Hammerschlag) für die präzise Anfertigung der Aufdampfanlage. Mein Dank gilt auch der feinmechanischen Werkstatt des ISKP und der Elektronikwerkstatt für Ihre Bemühungen und Anfertigungen zahlreicher Werkstücke.
- ...Herrn Rolf Henes und Peter Keppler (MPI für Metallforschung, Stuttgart) für ihre Mühe bei zahlreichen Präparationsarbeiten.
- ... Herrn Wagner vom Gießerei-Institut des RWTH Aachen für die Bereitstellung von SC16-Proben.
- ...der Betriebsmannschaft des Bonner Zyklotrons, die mir zahlreiche Sonderwünsche erfüllen mußte.
- ...Herrn Dr. Rafael Abela (Paul-Scherrer-Institut) für seine unkomplizierte und spontane Hilfsbereitschaft bei der Herstellung des ^{22}Na .
- ...dem Unternehmen LEO (Oberkochen) für die Zusammenarbeit bei der Entwicklung des Bonner Feinfokuspositronenstrahls. Hier möchte ich besonders den Herren Bernd Huber, Albrecht Rilk, Dr. Gerd Benner, Hans Bihl und dem ehemaligen Geschäftsführer Dr. Jan B. Lugtenburg danken.
- ... stellvertretend für den Bundesminister für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie Herrn Dr. Ehrlich vom Projektträger Material- und Rohstoffforschung des Forschungszentrums Jülich GmbH für die finanzielle Förderung des Projekts (F.u.E. - KZ03N8001).
- ...allen administrativen Helfern im ISKP. Stellvertretend für alle möchte ich Frau Elvira Schoppmann, Frau Barbara Gatzweiler und Frau Christel Weiß erwähnen.
- ...allen, die nicht namentlich erwähnt sind und ihren Teil zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Lebenslauf

Martin Tongbhoyai
Kottenforststr. 36
53340 Meckenheim

Persönliche Daten

Geburtsdatum: 22. Januar 1968
Geburtsort : Bangkok/Thailand
Familienstand : ledig

Schulbildung

10/74 - 07/78 Katholische Grundschule, Meckenheim
09/78 - 06/87 Vinzenz-Pallotti-Kolleg, Rheinbach
priv. Gymnasium (kath. Trägerschaft)
Abschluß: Allgemeine Hochschulreife

Wehrdienst

07/87 - 09/88 Grundwehrdienst an verschiedenen Standorten der Bundeswehr

Hochschulausbildung

10/88 - 01/94 Studium der Physik an der Universität Bonn
Abschluß: Diplom-Physiker
01/93-01/94 Anfertigung der Diplomarbeit am Institut für Strahlen- und Kern-
physik der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität
Bonn bei Prof Dr. K. Maier
seit 01/94 Promotion am Institut für Strahlen- und Kernphysik der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn bei
Prof. Dr. K. Maier
Nebenfach: Rechtswissenschaft

Berufliche Erfahrung

03/93 - 01/94 studentische Hilfskraft am ISKP
01/94 - 03/94 wissenschaftliche Hilfskraft am ISKP
seit 04/94 wissenschaftlicher Mitarbeiter am ISKP