
EINZELFEHLSTELLENNACHWEIS MIT
EINEM POSITRONEN-MIKROSTRAHL

von
Sven-Martin Hühne

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am
Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

im

Mai 2008

Erklärung

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate als solche kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. Karl Maier

Koreferent: PD Dr. Reiner Vianden

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Kristalldefekte	3
2.1.1	Punktdefekte	3
2.1.2	Clusterbildung von Leerstellen	4
2.2	Verhalten von Positronen in Festkörpern	5
2.2.1	Positronenquellen	5
2.2.2	Thermalisation und Diffusion	6
2.2.3	Implantationsprofil	8
2.2.4	Positroneneinfang	9
2.2.5	Positronenannihilation	11
2.2.6	S- und W-Parameter	11
3	Geräte	15
3.1	Bonner Positronen-Mikrosonde	15
3.1.1	Allgemeiner Überblick	15
3.1.2	Strahlführung und Fokussierung	16
3.2	FIB - Focussed Ion Beam	20
4	Probenpräparation	23
4.1	Materialeigenschaften	23
4.1.1	Gold	23
4.1.2	Platin	23
4.2	Anfertigung der Platinproben	25
4.3	Justiermaske zur Feinstrahlfokussierung	26
4.4	Probenanordnung und Höhenmessung	29
5	Mikrostrahl an der Bonner Positronen-Mikrosonde	31
5.1	Messungen: Positronenmikrostrahl	32
6	Messungen und Auswertung zur Leerstellenclusterung in Platin	39

7 Zusammenfassung und Ausblick	43
A Technische Daten	45
Literaturverzeichnis	47
Danksagung	51

1 Einleitung

Seit Mitte des letzten Jahrhunderts werden die Zerstrahlungseigenschaften von Positronen zur Untersuchung von Fehlstellen in Festkörpern genutzt [BM42]. Positronen haben sich als eine sehr empfindliche Fehlstellensonde erwiesen, mit der selbst geringste Defektkonzentrationen in einem Festkörper nachgewiesen werden können.

Die Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS) [Wes73] ist heute eine renommierte Methode zur zerstörungsfreien Analyse von Defekten in kristallinen Materialien. Mit Auswertung der Dopplerverbreiterung des 511 keV - Annihilationspeaks durch den S-Parameter kann eine Aussage über die Fehlstellendichte in einer Kristallstruktur getroffen werden.

Am Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik der Universität Bonn steht für PAS-Messungen eine einzigartige Messapparatur zur Verfügung: die Bonner Positronen-Mikrosonde [GHH⁺97].

Die Bonner Positronen-Mikrosonde hat in den Jahren ihres Bestehens viele wissenschaftliche Errungenschaften möglich gemacht.

Erwähnt sei hier die Vermessung von Zonen plastischer Verformung an verschiedenen Metallen [HBB⁺99], [Haa08], [ZSH⁺04] und Halbleitern [ZMSM03], Vorgänge bei Zerspanungsprozessen [Haa03], als Nachweismethode der Strahlenschädigung in Quarzglas [Neg08] und die Schadensvorhersage bei Werkstoffen unter zyklischer Wechselbelastung [Eic06], [HEFM08].

In dieser Arbeit werden Leerstellencluster in Platin untersucht. Ziel ist es die bisher experimentell nicht zu ermittelnde Verteilung einzelner Leerstellencluster mit der Positronen-Annihilations-Spektroskopie nachzuweisen.

Materialproben werden mit einem Positronenstrahl untersucht, dessen Durchmesser zwischen 20 und 50 μm liegt. Für Untersuchungen von Leerstellencluster-Verteilungen in Platin, wie sie in dieser Arbeit angestrebt werden, ist der Positronenstrahl in seiner Ausdehnung zu breit. Somit wird es notwendig den Strahldurchmesser auf einen bisher nicht erreichten Durchmesser von einem Mikrometer zu optimieren.

Für die Optimierung wird eine Justiermaske aus einem sehr dünnen Goldfilm hergestellt und ein geeignetes Muster durch Gallium-Ionen-Beschuss in jenen hinein geschnitten. Mit dieser Justiermaske kann während der Optimierung der Strahljustier- und Fokussiersysteme der Positronen-Mikrosonde der Durchmesser durch Abschatten des

Positronenstrahles ermittelt werden.

Nach erfolgreicher Optimierung ist an der Bonner Positronen-Mikrosonde der weltweit erste Positronenstrahl mit einem Durchmesser von einem Mikrometer für Messungen nutzbar.

Mit diesem werden die Platinproben analysiert, in denen durch Abschrecken von hoher Temperatur eine hohe Leerstellenkonzentration erzeugt worden ist. Bei einer nachfolgenden Wärmebehandlung des Platins diffundieren die Leerstellen durch die Gitterstruktur und schließen sich beim Abkühlen zu energetisch günstigeren Clustern zusammen.

In dieser Arbeit zeigt sich, dass mit dem sehr kleinen Strahldurchmesser Abweichungen im S-Parameter jenseits statistischer Schwankungen dargestellt werden können, die mit einem breiten Strahldurchmesser ($\varnothing = 50 \mu\text{m}$) nicht nachzuweisen sind.

Der Mikrostrahl der Positronen-Mikrosonde bietet damit eine sehr viel bessere Strukturauflösung bei der Untersuchung von Defekten in Festkörpern und kann so Defekte sichtbar machen, die mit anderen Methoden nicht messbar sind. Im Prinzip ist mit dem in dieser Arbeit entwickelten Positronenstrahl der experimentelle Nachweis einer einzigen Leerstelle möglich.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Kristalldefekte

Unterscheidet sich die Anordnung der Atomrümpfe in einem Kristall von einer idealen Kristallordnung, wird dies als Kristalldefekt bezeichnet. Diese Kristalldefekte zeigen sich im Festkörper in mannigfaltiger Art und Weise [AM07].

In der Realität gibt es keinen Kristall ohne Fehler. Auch im thermodynamischen Gleichgewicht sind Fehler in der Gitterstruktur zu finden. Aber gerade diese Defekte im Kristall haben entscheidenden Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften kristalliner Festkörper. Sie verändern die optischen und elektronischen Eigenschaften, insbesondere auch die mechanischen Charakteristika.

Aus einer Vielzahl von Defekten werden im Folgenden die Punktdefekte beschrieben. Die Systematisierung dieser Arten geschieht anhand der Dimension der Fehler.

Somit sind Fehlstellen und Fremdatome als Punktdefekte Fehler ohne Dimension, diese Art von Fehler beeinflusst vor allem die optischen und elektronischen Eigenschaften. Versetzungen (Liniendefekte) als eindimensionale Fehler bestimmen unter anderem die Festigkeit eines Festkörpers. Selbst in einem gut ausgeheilten fcc-Einkristall sind im Mittel 1000 cm^{-2} Versetzungen zu finden, zum Vergleich liegt im Extremfall die Versetzungsanzahl bei Siliziumkristallen bei $\frac{1}{100} \text{ cm}^{-2}$. Höheren Dimensionen sind Volumen- und Flächendefekten zuzuordnen. Beispiele für diese Art von Defekten sind Stapelfehler, Korngrenzen, Phasengrenzen oder Leerstellencluster im Festkörper [AM07].

2.1.1 Punktdefekte

Punktdefekte finden sich in einem Festkörper in vielfältiger Gestalt. Der leere Platz in einer Gitterstruktur wird als Einfachleerstelle (Schottky-Defekt) bezeichnet. Andere Fehler treten als Substitutionen von Gitterplätzen durch Fremdatome auf. Zudem kann sich auf Zwischengitterplätzen ein Atom gleicher Sorte oder ein fremdes Atom als Störung der Gitterstruktur befinden. Treten Einfachleerstellen in Verbindung mit einem naheliegenden Zwischengitteratom auf, wird dieses Paar als „Frenkel-Defekt“ bezeichnet.

In Abbildung 2.1 sind diese Defekttypen dargestellt. Die Verzerrung des Gitters durch die unterschiedlichen Defekte ist vereinfacht abgebildet, diese sind in einem realen Festkörper in vielen Fällen wesentlich komplizierter. Fremdatome sind entweder natürliche oder dotierte Verunreinigungen. Die Konzentration natürlicher Verunreinigungen liegt selbst in reinsten Metallen bei 10^{-4} bis 10^{-6} pro Atom.

Die Konzentration von Leerstellen hat einen Einfluss auf die gemessene Positronen-Annihilations-Strahlung, im weiteren Verlauf wird darauf näher eingegangen (ab Kapi-

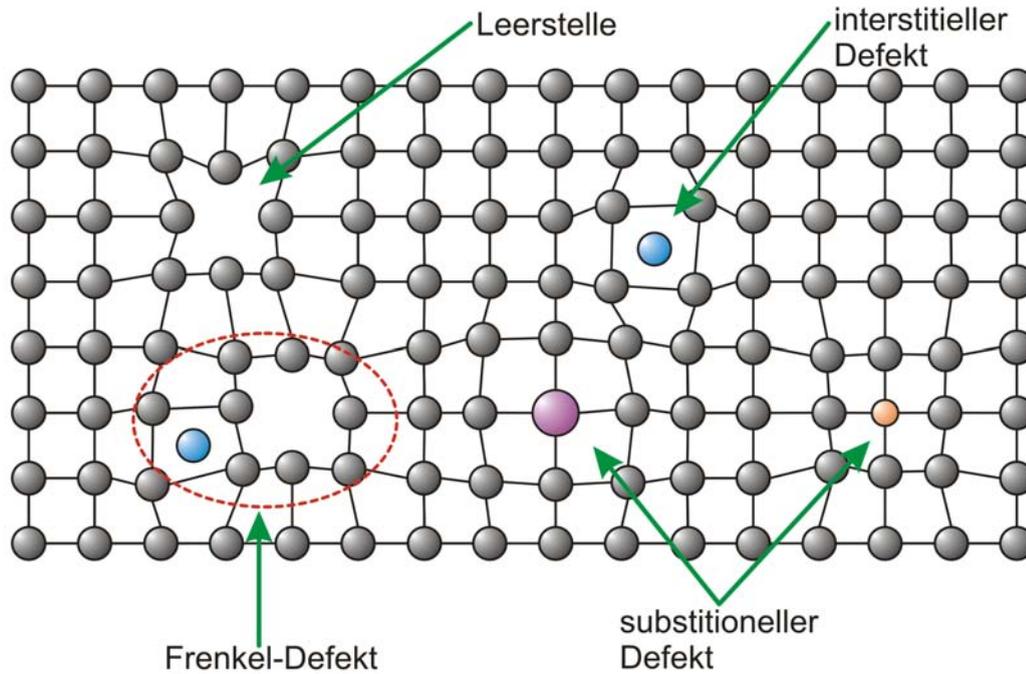


Abbildung 2.1: Übersicht verschiedener Punktdefekte: Leerstellen, Zwischengitteratome und substitutionelle Atome. Die Verzerrung durch Defekte ist vereinfacht angedeutet. In der roten Umrandung ist ein Frenkel-Defekt, bestehend aus Leerstelle und Zwischengitteratom, dargestellt.

tel 2.2.4).

Im thermischen Gleichgewicht ist die Leerstellenkonzentration C_{1V} Boltzmann-verteilt:

$$C_{1V}(T) = e^{-\frac{H_{1V}^F}{k_B T}} e^{-\frac{S_{1V}^F}{k_B}} \quad (2.1)$$

S_{1V}^F ist der Entropiebeitrag einer Leerstelle und H_{1V}^F die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie. Mit Hilfe der Positronenlebensdauerspektroskopie kann die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie z.B. für Platin (Pt) bestimmt werden. Sie liegt für Platin bei $(1,35 \pm 0,09)$ eV [SB87]. Die Leerstellen-Bildungs-Enthalpie hängt von der Schmelztemperatur ab, z.B. ist für Cadmium $H_{1V}^F \sim 0,4$ eV bei einer Schmelztemperatur $T_{melt} = 321$ °C oder für Wolfram mit einer Schmelztemperatur $T_{melt} = 3410$ °C ist $H_{1V}^F \sim 3,4$ eV [Got98], [LB91], [Stö98].

2.1.2 Clusterbildung von Leerstellen

Nach 2.1 liegen Leerstellen (V) auch im thermodynamischen Gleichgewicht vor, d.h. bei hoher Temperatur ist ihre Anzahl sehr viel höher ($\sim 10^{-4}$ /Atom am Schmelzpunkt). Wird bei dieser Leerstellenkonzentration abgeschreckt, bleiben in Platin bei Raumtemperatur eine hohe Zahl von Leerstellen erhalten. Leerstellen beginnen bei ausreichender Temperatur durch Platzwechsel zu diffundieren. Der thermische Prozess der Ausheilung hängt von der Leerstellen-Wanderungs-Enthalpie H_{1V}^M ab. Die Leerstellen-Wanderungs-Enthalpie für Platin ist $H_{1V}^M = 1,34$ eV [SB87]. Die Wanderung von Leerstellen ist eine komplexe Bewegung zufälliger Platzwechsel durch den Festkörper.

Während des Diffusionsprozesses akkumulieren sie sich zu energetisch günstigen, drei-

dimensionalen Agglomeraten. Diese Agglomerate in einem Gefüge werden Leerstellencluster genannt. Bei kubisch flächenzentrierter (fcc) Kristallstruktur sind aufeinander folgende $\langle 111 \rangle$ - Ebenen in der Reihenfolge $\dots \widehat{ABC} \widehat{ABC} \widehat{ABC} \widehat{ABC} \dots$ angeordnet. Bei einer Störung durch Leerstellen z.B. in einer C-Ebene $\dots \widehat{ABC} \widehat{ABAB} \widehat{C} \widehat{ABC} \dots$ ändert sich die Stapelabfolge zu einer hexagonal-dichtest gepackten (hcp) Struktur. Der Zusammenschluss zu kleinen Leerstellenclustern bildet den energetisch günstigeren und stabileren Zustand gegenüber der Anlagerung an eine Versetzung¹ [Joh66]. Die durch die Leerstellen verursachte Trennung der Atome in der $\langle 111 \rangle$ - Ebene verkleinert sich linear mit der Wurzel aus der Leerstellenzahl im Cluster. Bei großer Leerstellendichte im Cluster ($> V_{180}$), bricht dieser zu einem Versetzungsring zusammen. Die so zusammengeschlossenen Leerstellen verursachen einen Stapelfehler. Durch die Bildung des Stapelfehlers wird der Versetzungsring energetisch günstiger als ein sphärischer Cluster. [Sei50], [Joh66].

Durch gezielte Temperaturerhöhung eines Festkörpers mit eingebetteter Leerstellenkonzentration, können diese Leerstellen sich zu inhomogen verteilten Clustern von wenigen Ångström bis zu einigen Nanometern zusammenschließen.

2.2 Verhalten von Positronen in Festkörpern

1928 von P. A. Dirac postuliert [Dir30] ist das Positron 1932 von Carl David Anderson experimentell nachgewiesen und benannt worden [And33].

Das Positron ist das Antiteilchen des Elektrons. Bei Aufeinandertreffen von Elektron und Positron löschen sie sich aus, sie annihilieren. Im Schwerpunktsystem werden bei der Zerstrahlung in den meisten Fällen 2- γ -Quanten mit einer Energie von 511 keV in entgegengesetzter Richtung ausgesandt. Nach den ersten Untersuchungen in den 60er Jahren des letzten Jahrhunderts ist festgestellt worden [BM42], dass die Zerstrahlungseigenschaften des Positrons empfindlich auf die Defekte in der Kristallstruktur eines Festkörpers reagieren.

R. N. West lieferte in seinem Artikel „Positron studies of condensed matters“ 1973 [Wes73] eine umfassende Beschreibung der Möglichkeiten der Positronen-Annihilations-Spektroskopie (PAS). Die Positronen-Annihilations-Spektroskopie ist in der heutigen Zeit eine der zerstörungsfreien Methoden zur Untersuchung von Fehlstellen in Festkörpern und Materialprüfung [PL88]. Im Folgenden ist der Weg eines Positrons aus einer Quelle bis zur Annihilation mit seinem Antiteilchen beschrieben.

2.2.1 Positronenquellen

Neutronenarme Kerne, wie das unten beschriebene Isotop ^{22}Na , sind als Positronenquelle geeignet. Durch β^+ -Zerfall (allg.: $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$) werden Positronen emittiert. Weitere Entstehungsmechanismen sind der Zerfall positiver Myonen aus kosmischer Strahlung und Paarbildung aus hochenergetischer γ -Strahlung. Letztere werden jedoch erst durch den Bau von Großanlagen, wie Beschleunigern oder Reaktoren, nutzbar und sind aus diesem Grund für den täglichen Laborgebrauch ungeeignet. Ein geeignetes Isotop für die

¹[AM07]

Positronen-Annihilations-Spektroskopie vereint eine lange Halbwertszeit mit einer hohen Wahrscheinlichkeit für β^+ -Zerfall.

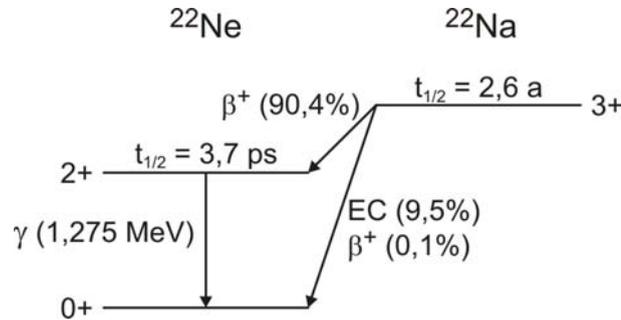
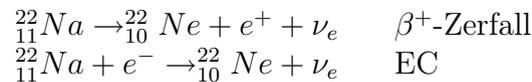


Abbildung 2.2: Zerfallsschema von ^{22}Na , die maximale Energie der emittierten β^+ -Strahlung liegt bei 544 keV.

Mit einer Halbwertszeit von $t_{1/2} = 2,6$ Jahren zerfällt ^{22}Na durch β^+ -Zerfall mit einer maximalen Energie von 544 keV in einen angeregten Kernzustand von ^{22}Ne (Abb. 2.2). Dieser angeregte Kernzustand geht unter Aussendung eines prompten γ -Quants in den Grundzustand von ^{22}Ne über. Das ausgesendete γ -Quant kann als Startsignal für Lebensdauermessungen genutzt werden [SF83]. Mit einer Wahrscheinlichkeit von 90,4% zerfällt ^{22}Na durch β^+ -Zerfall in den gerade beschriebenen angeregten Zustand, mit einer sehr viel geringeren Wahrscheinlichkeit von 9,5% wird es durch Elektroneneinfang (EC := electron capture) in den Grundzustand des ^{22}Ne übergehen. In sehr seltenen Fällen (Wahrscheinlichkeit = 0,1%) wird ein direkter Übergang durch β^+ -Zerfall in den Grundzustand von ^{22}Ne stattfinden.



2.2.2 Thermalisation und Diffusion von Positronen im Festkörper

Innerhalb weniger Pikosekunden verlieren Positronen beim Eindringen in den Festkörper ihre kinetische Energie. Sie werden auf die thermische Energie $E = \frac{3}{2} k_B T$ des Festkörpers abgebremst. Die Energie liegt bei Raumtemperatur bei einem Wert von ≈ 40 meV. Der Vorgang der Energieabgabe auf thermische Energie des Festkörpers wird Thermalisierung genannt.

Die Thermalisierung geschieht während eines Bruchteils der Positronenlebensdauer.

Je nach Positronenenergie tragen unterschiedliche Prozesse zum Thermalisierungsablauf bei. Während des Energieverlustes beim Eindringen in den Festkörper lösen sich diese Prozesse nacheinander ab.

Liegt die Energie bei einigen MeV verliert das Positron seine Energie anfänglich über Bremsstrahlung. Im keV-Bereich hingegen dominieren inelastische Streuungen an Rumpfelektronen. Dies führt in Metall zu Ionisation oder elektronischer Anregung der Atome. Die Energie des an der Streuung beteiligten Positrons nimmt bis auf einige eV ab [JW93]. Die hochenergetischen Prozesse laufen innerhalb der ersten 0,1 ps nach Eindringen in den Festkörper ab. Die daran anschließenden niederenergetischen Abbremsprozesse finden innerhalb der folgenden 3 ps statt. Im Bereich niederenergetischer Prozesse sind es

inelastische Streuungen mit Valenzelektronen (0,5 - 100 keV), plasmonische und letztendlich phononische Anregungen (wenige meV - 1 keV), die zur Reduktion auf die thermische Energie des Festkörpers führen.

Das Positron befindet sich im thermischen Gleichgewicht mit dem Kristall. Durch eine mittlere Lebensdauer von 10^{-10} s in Metall und den üblich verwendeten Quellstärken (in der Positronen-Mikrosonde: ~ 12 mCi) befindet sich immer nur ein einzelnes Positron im Festkörper, d.h. trotz seiner Eigenschaft als Fermion gelingt es jedem in den Festkörper eingebrachten Positron ins thermodynamische Gleichgewicht zu gelangen [EB83], [NO80]. Nachdem der Thermalisierungsprozess abgeschlossen ist, diffundiert das Positron durch den Festkörper (s. Abb. 2.3).

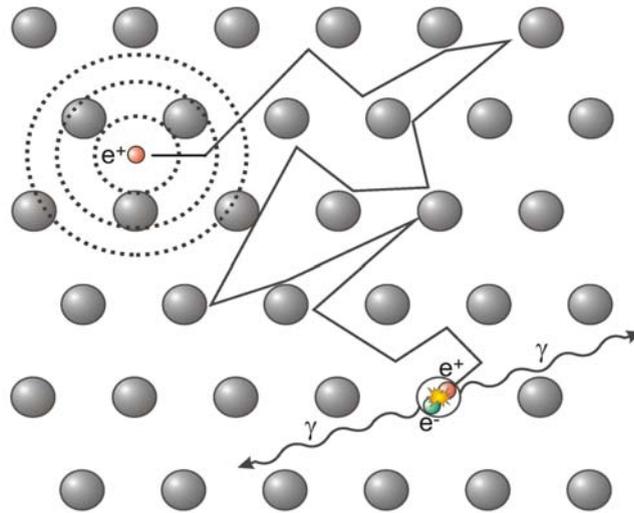


Abbildung 2.3: Diffusion von Positronen im Festkörper: Positronen diffundieren nach dem Eindringen in einem 3D-Random-Walk durch die Gitterebenen eines Festkörpers, sie werden dabei einige tausend Male an den Gitteratomen gestreut, bis sie an einem Platz im Zwischengitter oder z.B. einer Leerstelle mit einem Elektron annihilieren. Die mittlere Diffusionsweglänge liegt bei 300 - 500 nm, dabei werden $\sim 10^6$ Gitterplätze gescannt.

Der Weg, den das Positron durch den Festkörper nimmt, kann durch einen dreidimensionalen Random-Walk beschrieben werden. Dieser Random-Walk wird durch die nachstehende Diffusions-Gleichung (2.2) beschrieben:

$$\dot{n}_+(\vec{x}, t) = D_+ \Delta n(\vec{x}, t) \quad (2.2)$$

$$D_+ \approx 10^{-4} \frac{m^2}{s} \quad (2.3)$$

Die Funktion $\dot{n}_+(\vec{x}, t)$ beschreibt die Änderung der Aufenthaltswahrscheinlichkeit von Positronen an einem Gitterplatz. D_+ ist der Diffusionskoeffizient, welcher von der thermischen Energie und mittleren freien Weglänge abhängt [Leo93]. Der in (2.3) genannte Wert ist der Diffusionskoeffizient für ausgeheilte Metalle bei Raumtemperatur.

Daraus ergibt sich mit $\langle L_+ \rangle = \sqrt{6D_+\tau_+}$ und einer durchschnittlichen Positronenlebensdauer $\tau = 100 \dots 200$ ps eine mittlere Diffusionsweglänge von 300 - 500 nm. Das Positron legt eine große Strecke im Festkörper zurück, bevor es im Zwischengitter oder einem Ort mit attraktiven Potential (siehe Kapitel 2.2.4) mit einem Elektron annihiliert. Die große

Beweglichkeit ist der Grund für die hohe Affinität gegenüber Gitterdefekten. In kürzester Zeit wird eine große Anzahl von Atompositionen ($\approx 10^6 - 10^7$) abgerastert und selbst Defekte in geringer Konzentration ($\approx 10^{-7}$ pro Atom) können im Festkörper nachgewiesen werden.

2.2.3 Implantationsprofil

Streuprozesse während der Thermalisation eines Positrons äußern sich im Implantationsprofil. Unter Betrachtung monoenergetischer Positronenstrahlen ist mit $P(z)$ die Positronendichte angegeben [Mah61] als:

$$P(z) = \frac{mz^{m-1}}{z_0^m} e^{-\left(\frac{z}{z_0}\right)^m} \quad (2.4)$$

$$z_0 = \frac{\bar{z}}{\Gamma\left(\frac{1}{m} + 1\right)}$$

\bar{z} ist die mittlere Eindringtiefe in den Festkörper und m ein dimensionsloser Parameter. Mit einer einfachen Abschätzung [Gho95] kann diese Größe angegeben werden als:

$$\bar{z} = \frac{A}{\rho} E^n \quad (2.5)$$

Die Größen in der Gleichung (2.5) sind die in keV angegebene Positronenimplantationsenergie E , die Dichte ρ des Materials in $\frac{g}{cm^3}$, sowie die Fitparameter n und A . Empirisch lassen sich für Metalle folgende Werte für n , m und A finden [VSHH87]:

- $A = 4,0 \mu g cm^{-2} keV^{-n}$
- $n = 1,6$
- $m = 2$

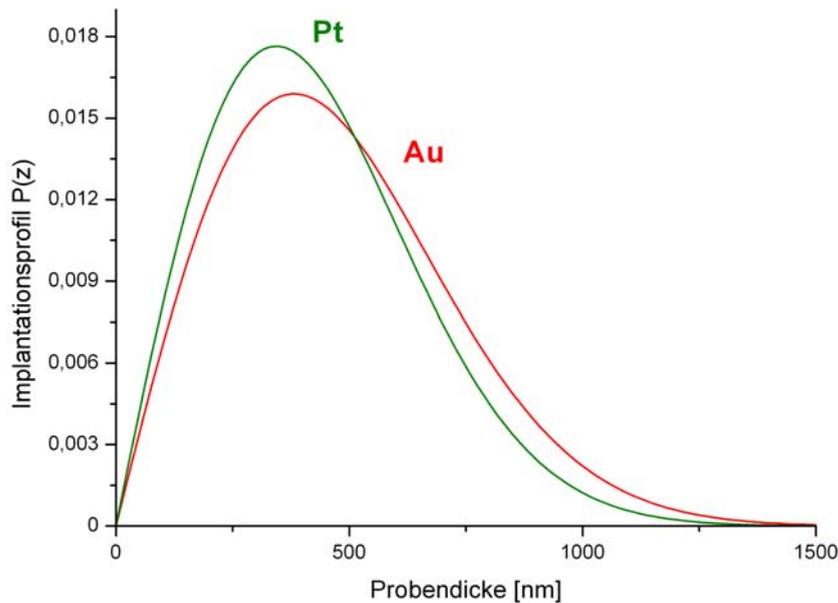


Abbildung 2.4: Implantationsprofil $P(z)$ (Gleichung 2.4) von Positronen mit einer Energie von 30 keV in Au und Pt.

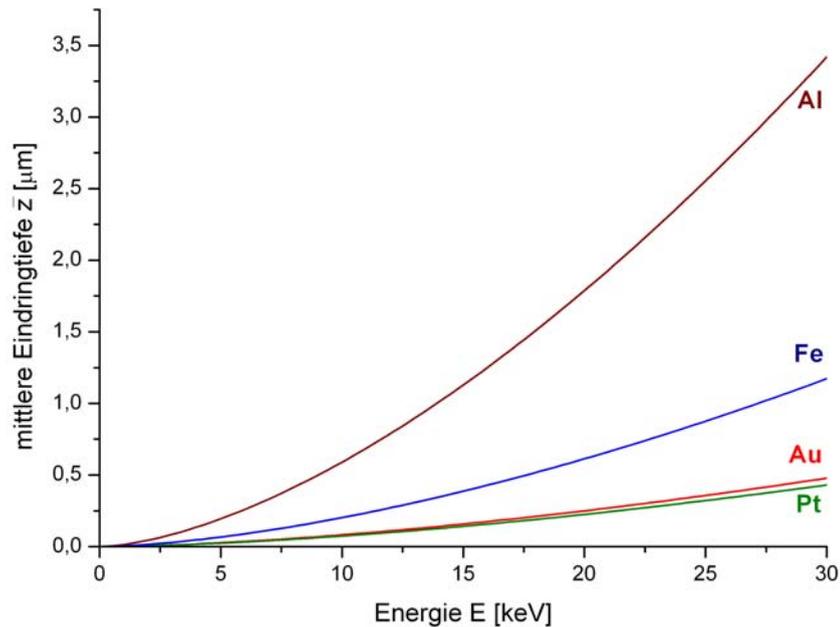


Abbildung 2.5: Mittlere Eindringtiefe \bar{z} (Gleichung 2.5) von Positronen in Au und Pt im Vergleich zu Fe und Al bis zu einer e^+ -Energie von 30 keV.

2.2.4 Positroneneinfang

Auf seinem Weg durch den Festkörper diffundiert ein Positron unter der Annahme, dass dieser frei von Defekten ist, über die Zwischengitterplätze. In diesem Fall hat die potentielle Energie eines Positrons auf Grund der Coulomb-Wechselwirkung mit den positiv geladenen Atomrümpfen dort ein Minimum, d.h. an diesen Stellen im Zwischengitter ist die Aufenthaltswahrscheinlichkeit für Positronen am größten.

Bei Einbindung von Leerstellen in einen Festkörper, bilden diese freies Volumen und durch verringerte Coulomb-Abstoßung ein attraktives Potential für Positronen (Abb. 2.6). Leerstellen bilden in der Gitterstruktur demnach ein besonders anziehendes Potential.

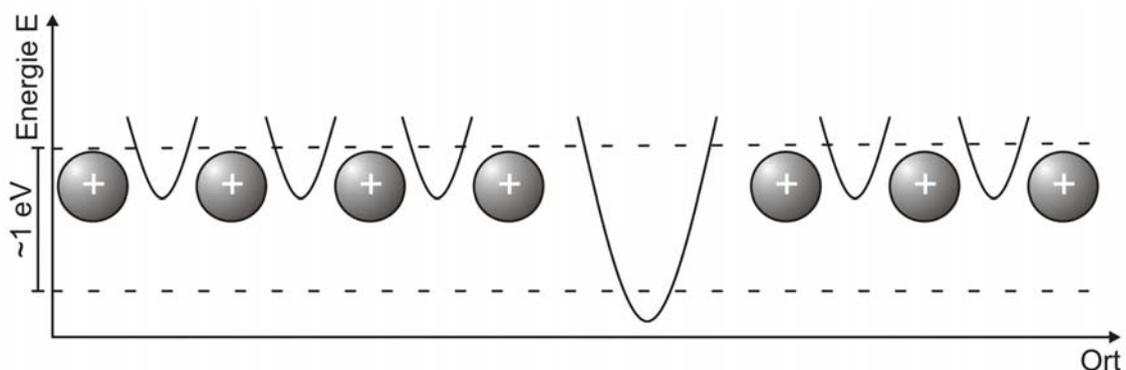


Abbildung 2.6: Mit einer Bindungsenergie von ca. einem Elektronvolt bilden Leerstellen ein attraktives Potential für den Einfang von Positronen. Das Potential eines Zwischengitterplatzes ist im Vergleich sehr viel kleiner und ist im idealen Gitter der wahrscheinlichste Zerstrahlungsort bei Fehlen von Leerstellen.

Durch die Art des Gitterdefektes können auf diese Weise flache und tiefe Einfangpotentiale (Fallen) unterschieden werden. Diese unterscheiden sich in der Größe ihrer Positronenbindungsenergie. Ist die Bindungsenergie der Positronenfalle gleich hoch oder kleiner als die

Energie des thermalisierten Positrons, so ist ein Reemittieren des Positrons wahrscheinlich. Solche flachen Positronenfallen sind insbesondere als Versetzungen in verformten Metallen zu finden und werden im Weiteren nicht behandelt.

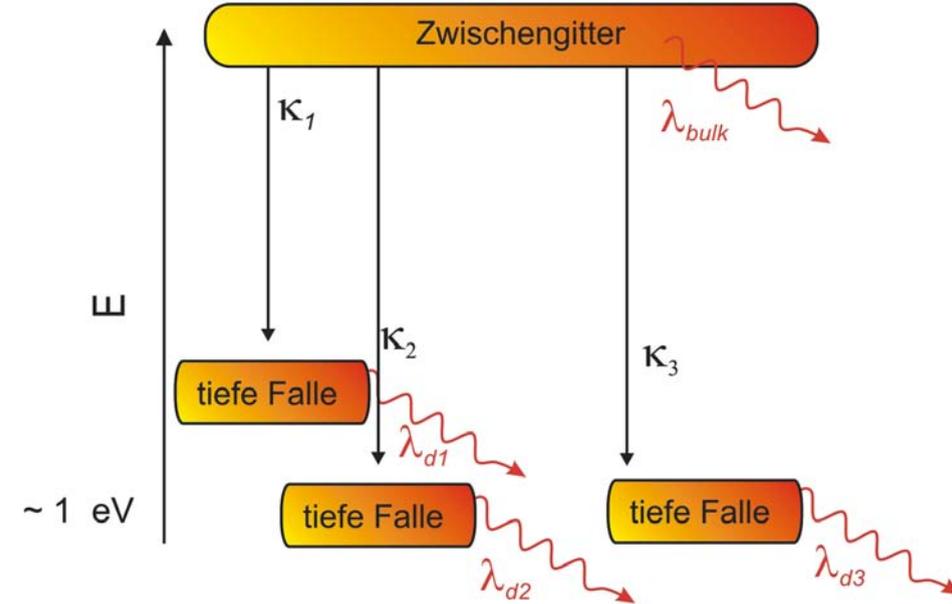


Abbildung 2.7: Mit Wahrscheinlichkeit κ_1 , κ_2 und κ_3 findet ein Einfang in einer tiefen Falle vom Zwischengitter aus statt, aus der keine Möglichkeit für Detrapping eines gefangenen Positrons existiert. λ_{d1} bis λ_{d3} und λ_{bulk} sind die Annihilationsraten mit einem Elektron. Annihilation ist aus allen Zuständen gegeben.

Trapping-Modelle geben die Raten für Einfang (Trapping) und Entweichen (Detrapping) in Abhängigkeit der Temperatur an [BM77], [DC71], [BP72], [FS74], [Wes73].

Ist der Festkörper im thermischen Gleichgewicht bei Raumtemperatur, liegt die Bindungsenergie für Positronen in Leerstellen bei ungefähr einem Elektronvolt (Abb. 2.7) [Sch81]. Bei Versetzungen ist dieser Wert sehr viel geringer und beträgt nur maximal 0,1 eV [DDDVS74], [HMM89], [HMM90], [Wid99].

Da die Zerstrahlungswahrscheinlichkeit reziprok von der Positronengeschwindigkeit abhängt ($\propto \frac{1}{v_{e^+}}$), ist die Annihilation durch nicht thermalisierte Positronen zu vernachlässigen.

Bei einer homogenen Verteilung der Kristalldefekte ist die Einfangrate für Positronen gerade proportional zur Defektdichte. Ein weiterer vereinfachender Aspekt für das Trapping-Modell ist die fehlende Positron-Positron-Wechselwirkung. Es ergibt sich die Einfangrate zu:

$$\kappa_d = \mu(T)c_d \quad (2.6)$$

Dabei ist die spezifische Einfangdichte $\mu \approx 10^{14}$ - 10^{15} s^{-1} und c_d die Defektdichte im Festkörper [Wes73].

2.2.5 Positronenannihilation

Am Ende seiner Lebenszeit wird das Positron mit einem Elektron seiner Umgebung annihilieren.

Trifft das Positron auf sein Antiteilchen, werden Ruhe- und Bewegungsenergie in γ -Strahlung umgewandelt. Am häufigsten tritt die 2- γ -Zerstrahlung auf, die Zerstrahlung in 1- γ und 3- γ -Quanten ist mit $1/\alpha$ bzw. $1/\alpha^3$ gegenüber der 2 γ -Quanten Annihilation stark unterdrückt. α bezeichnet hier die Feinstrukturkonstante ($\approx \frac{1}{137}$). 1- γ und 3- γ -Quanten-Zerfälle treten nur in Kernnähe auf und haben eine von 511 keV verschiedene Energie, womit sie keinen Beitrag zum Annihilationspeak liefern [Wes73].

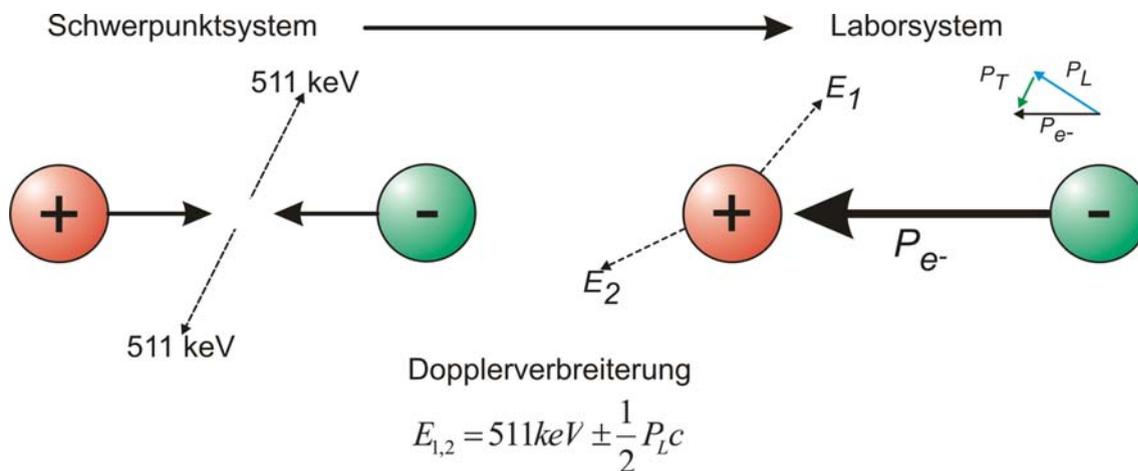


Abbildung 2.8: Der Elektronenimpuls steuert im Laborsystem betrachtet während der Annihilation mit einem Positron den größten Anteil zum Impuls der zerstrahlenden Teilchen bei. Der longitudinale Teil des Elektronenimpulses p_L , sowie die damit verbundene kinetische Energie tragen entscheidend zu der Linien-Dopplerverbreiterung des Annihilationspeaks bei. Hingegen führt der transversale Elektronenimpuls p_T zu einer Störung der 180°-Winkelkorrelation.

Im Schwerpunktsystem (Abb. 2.8) annihilieren Positron und Elektron zu 2 γ -Quanten mit je einer Energie von 511 keV in einem Winkel von 180°. Beim Übergang vom Schwerpunktsystem in das Laborsystem ist der Impuls, der an der Zerstrahlung beteiligten Teilchen nicht mehr zu vernachlässigen. Der Impuls thermalisierter Positronen mit einer Energie von 40 meV ist gegenüber dem Elektronenimpuls sehr viel kleiner und kann in weiterer Betrachtung vernachlässigt werden. Der Elektronenimpuls besteht aus zwei Komponenten: einem longitudinalen und einem transversalen Anteil². Hierbei ist die longitudinale Komponente des Elektronenimpulses für die Dopplerverbreiterung des Annihilationsphotopeaks verantwortlich. Der 511 keV - Zerstrahlungspeak wird dabei um $\Delta E = \frac{1}{2} p_L c$ (p_L : Longitudinalelektronenimpuls) symmetrisch verbreitert. Der transversale Teil des Impulses äußert sich in einer Abweichung der 180°-Winkelkorrelation der beiden γ -Quanten während der Zerstrahlung [DCK49].

2.2.6 S- und W-Parameter

Treffen ein thermalisiertes Positron und ein Elektron mit einer Energie von 10 eV aufeinander (entspricht einem Longitudinalimpuls $p_L = 6,3 \cdot 10^{-3} m_0 c$), wird die Annihilati-

²Longitudinal und transversal werden durch die Messmethode in Bezug auf die Detektorausrichtung definiert.

onslinie der gemessenen γ -Quanten um maximal 1,6 keV verbreitert. Der an der Bonner Positronen-Mikrosonde verwendete Ge-Detektor mit hoher Energieauflösung (siehe Kapitel 3.1.1) ist geeignet diese Dopplerverbreiterung zu messen [Haa03].

Je nach Impuls der an der Annihilation mitwirkenden Elektronen verändert sich die Breite der Linie. Ein thermalisiertes Positron kann auf ein kernnahes oder kernfernes Valenzelektron treffen. Während es in einer Leerstelle eingefangen ist, besteht eine große Wahrscheinlichkeit, dass ein Positron und ein Valenzelektron mit kleinem Impuls p zerstrahlen. Befindet es sich hingegen im Zwischengitter, wird das Positron mit größerer Wahrscheinlichkeit mit einem kernnahen Elektron mit hohem Impuls p annihilieren. Daraus folgt, dass das Positron eine sehr sensible Umgebungssonde in der Kristallstruktur eines Festkörpers ist. Die Dopplerverbreiterung ist ein Maß für die Fehlstellendichte im Festkörper. Um aus der Verbreiterung eine Aussage über die Fehlstellendichte zu erhalten, werden zum einen der S-Parameter (Shape-Parameter) und zum anderen der W-Parameter (Wing-Parameter) als Größen für die Auswertung eingesetzt.

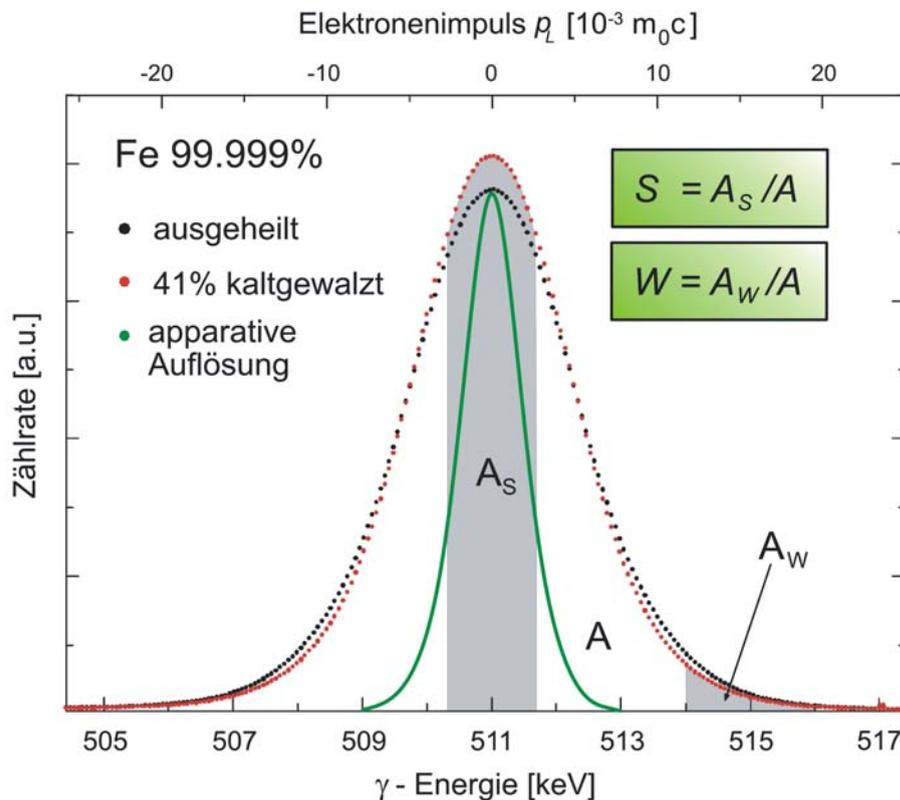


Abbildung 2.9: Die Dopplerverbreiterung des 511 keV-Annihilationspeaks wird durch den S-Parameter beschrieben. Durch den W-Parameter lassen sich Aussagen über die chemische Zusammensetzung des Festkörpers am Zerstrahlungsort treffen. In der Abbildung sind die Linienformen einer Referenzeisenprobe und einer plastisch verformten Probe im Vergleich zu sehen. Durch überwiegende Annihilation der Positronen mit Valenzelektronen in Leerstellen in der verformten Eisenprobe wird die Linie weniger dopplerverbreitert und ist schmaler. S- und W-Parameter sind als Quotient aus einem Flächenteil zur Gesamtfläche angegeben. Zudem ist die Fläche zur Vergleichbarkeit der Ergebnisse auf 1 normiert [Haa03]. Am oberen Rand der Abbildung ist der Elektronenimpuls in $m_0 c$ angegeben. Die grüne Kurve veranschaulicht die apparative Auflösung.

Der S-Parameter ist hierbei das Verhältnis zwischen einem Flächenteil aus dem Zentrum des Photopeaks und seiner Gesamtfläche.

$$S = \frac{\int_{E_0-\Delta E}^{E_0+\Delta E} N(E) dE}{\int_{E_{min}}^{E_{max}} N(E) dE} \quad (2.7)$$

Der S-Parameter ist ein Indikator für den Anteil der Positronen, die mit den kernfernen Valenzelektronen annihilieren. Aus dem S-Parameter ist direkt auf die Fehlstellendichte im untersuchten Bereich zurückzuschließen [Cle66]. Je größer der gemessene S-Parameter-Wert vom S-Parameter eines nahezu defektfreien Material abweicht, um so größer ist die Anzahl der Fehlstellen in der gemessenen Kristallstruktur.

Der W-Parameter ist ein Maß für die Annihilation von Positronen mit kernnahen Elektronen.

$$W = \frac{\int_{E_0+E_1}^{E_0+E_2} N(E) dE + \int_{E_0-E_2}^{E_0-E_1} N(E) dE}{\int_{E_{min}}^{E_{max}} N(E) dE} \quad (2.8)$$

Definiert als Quotient aus dem hochenergetischen Teil des Peaks zur Gesamtfläche, ist der W-Parameter eine sensible Größe für die chemische Umgebung am Ort der Annihilation von Positron und Elektron.

S- und W-Parameter können durch die gewählten Bereiche im Peak stark beeinflusst werden. Um Messergebnisse vergleichen zu können, ist es notwendig die Parameter normiert auf eine Referenzgröße anzugeben. In der Regel wird auf eine ausgeheilte Probe des verwendeten Materials skaliert. Die normierte Größe wird *relativer S-Parameter* genannt [Haa03], [Haa97].

3 Geräte

3.1 Bonner Positronen-Mikrosonde

3.1.1 Allgemeiner Überblick

Die Bonner Positronen-Mikrosonde (BPM) ist eine Kombination aus einem modifizierten Rasterelektronenmikroskop (REM) der Firma LEO Electron Microscopy Ltd. (seit 2001 Firma Carl Zeiss AG) des Typs DSM 960A und einer Positronenquelle mit kleinem Phasenraum.

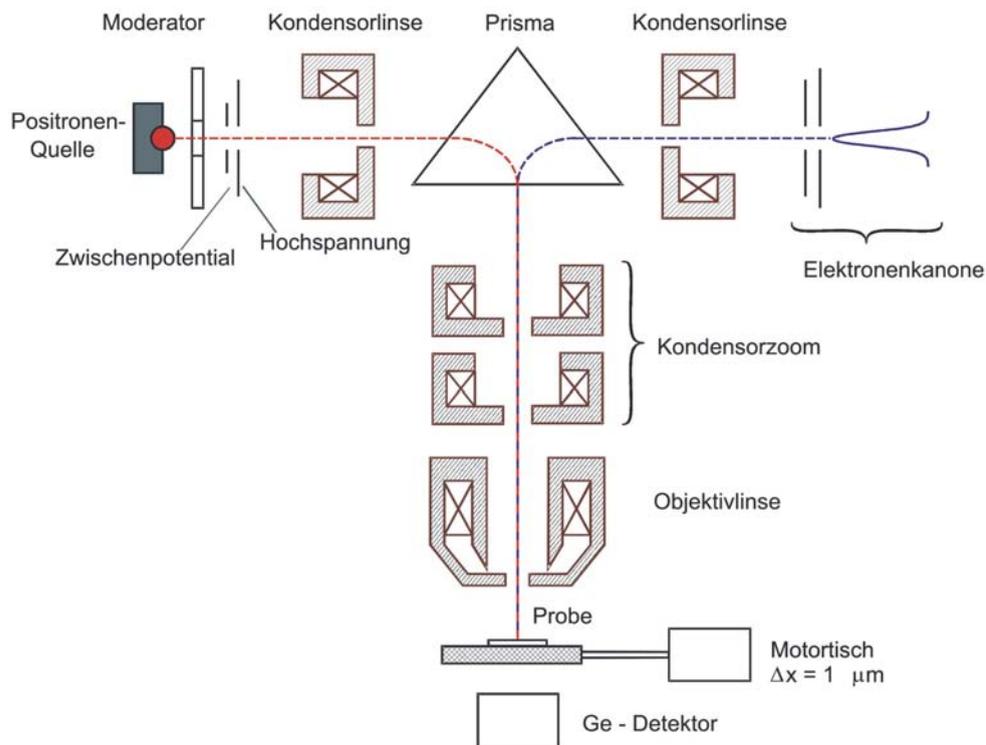


Abbildung 3.1: Schemazeichnung der Bonner Positronen-Mikrosonde: Die von der Quelle ausgesandten Positronen, werden durch den Moderator moderiert und mit dem Zwischenpotential abgesaugt und mit der Hochspannung auf bis zu 30 keV beschleunigt. Beide Strahlen werden vom Prisma in die REM Säule gelenkt und auf die Probe fokussiert. Die Kondensorlinse sind im oberen Teil symmetrisch verbaut. Unter dem computergesteuerten Motortisch registriert ein Ge-Detektor die Annihilationsereignisse [Haa03].

Die Elektronen- und Positronenquelle liegen sich gegenüber (s. Abb. 3.1). Die physikalischen Eigenschaften der beiden Teilchen sind vom Betrag her gleich, beide unterscheiden

sich lediglich durch das Vorzeichen ihrer Ladung. Dadurch kann durch ein zwischen den beiden Quellen angebrachtes magnetisches Prisma der jeweilige Strahl durch dasselbe Magnetfeld um 90° in die Säule des Rasterelektronenmikroskops gelenkt werden.

Im Positronenbetrieb werden die aus der Quelle austretenden Positronen durch einen Wolframeinkristall und eine Wolframfolie moderiert, über eine Ziehspannung abgesaugt und durch eine auf Erdpotential liegende Elektrode auf eine variable Energie von 4,5 - 30 keV beschleunigt. Die Kondensorlinse und der Kondensorzoom bündeln den Positronenstrahl, dieser wird letztendlich durch die Objektivlinse auf die Probe fokussiert.

Das gesamte System befindet sich im Ultrahochvakuum ($\approx 10^{-7}$ - 10^{-8} mbar), es können einzelne Bereiche durch Ventile voneinander getrennt werden. Dies ist insbesondere beim Öffnen der Probenkammer von Bedeutung, um die restlichen Systeme und Komponenten, wie den Moderator, nicht durch die Umgebungsluft zu kontaminieren und damit die Effizienz der BPM zu verschlechtern.

Der Elektronenstrahl wird mit Scan-Spulen über die Probe gerastert (Ortsauflösung < 12 nm), um im Positronenbetrieb Linsenfehler höherer Ordnung zu vermeiden wird dieser nicht gerastert. Abweichungen der Strahlposition bedingt durch die entgegengesetzte Bilddrehung der Positronen im Magnetfeld werden dadurch vermieden. Der Motortisch wird unter dem Strahl während einer Messung in X- und Y-Richtung verfahren. Die Proben werden auf dem in zwei Dimensionen computergesteuerten Motortisch angebracht (Genauigkeit: $\Delta x = \Delta y = 1 \mu\text{m}$). Zudem kann der Tisch in Z-Richtung³ manuell angepasst werden. Die Annihilationsstrahlung wird durch einen Ge-Detektor⁴ unterhalb der Probenkammer (Abstand: 10 mm, Raumwinkel $\Omega = 0,31$) aufgenommen. Mit einer Nachweiswahrscheinlichkeit von 70% werden die 511 keV- γ -Quanten registriert. Die Zielkoordinaten können durch das REM bestimmt werden. Für die Aufnahme von REM-Bildern stehen ein Sekundärelektronen-Detektor und ein Rückstreu-Detektor zur Verfügung.

3.1.2 Strahlführungs- und Fokussiersysteme der Mikrosonde

Voraussetzung für Fokussierung und Strahlführung ist ein monoenergetisches Positronenspektrum mit kleinem Phasenraum. In der BPM wird eine Quelle aus ^{22}Na verwendet. ^{22}Na hat ein kontinuierliches β^+ -Spektrum mit Maximalenergie von 544 keV.

Durch Moderation, unter Ausnutzung der negativen Austrittsarbeit für Positronen bei geeignetem Material, werden daraus monoenergetische Positronen gewonnen. Positronen thermalisieren oberflächennah im Moderatormaterial und werden transmittiert. D.h. die Diffusionsweglänge ist größer als die Eindringtiefe der Positronen, so dass Positronen wieder zur Oberfläche diffundieren und senkrecht zu dieser emittieren können [MR50]. Die negative Austrittsarbeit von Positronen bei Wolfram macht dieses zu einem geeigneten Moderatormaterial. Die Austrittsenergie liegt bei $2,6 \text{ eV} \pm 75 \text{ meV}$ bei Raumtemperatur [FL86] und entspricht auf Grund der Maxwell-Statistik der Energieverteilung thermalisierter Positronen [PL88].

Die derzeitige ^{22}Na -Quelle der BPM wurde Ende 2006 hergestellt und hatte eine Aktivität von 12 mCi ($\approx 0,4 \text{ GBq}$). Der Moderator vereint die Eigenschaften der Transmissions- und Reflexionsmoderation. Letztere wird durch eine konische Bohrung (10° Öffnungs-

³ \cong Höhe der Probe zwischen Probenkammerboden und Objektivlinse

⁴Fa. Canberra Industries, Inc; Detektormodell: BE5030/S, S/N: b 07145; siehe Tabelle A.2

winkel) im Wolframeinkristall erreicht [LGUS89]. Die Transmissionsmoderation wird mit Hilfe einer 500 nm dicken Wolframfolie realisiert. Sie ist auf der quellseitigen Öffnung der Bohrung mit einer im Präparationsarm befindlichen Elektronenkanone aufgeschweißt [Haa03]. Zuletzt ist diese Folie im März 2008 erneuert worden. Ein Riss in der alten Folie hatte dazu geführt (Abb. 3.2), dass die Moderatorfolie sich im elektrischen Feld des Zwischenpotentials in einem Winkel schräg zur Strahlachse ausgerichtet hat. Verstellen des Zwischenpotentials oder kleinere Schwankungen der Ziehspannung hatten zur Folge, dass die erste Crossoverposition sich änderte, der Positronenstrahl während einer Messung gedriftet ist, die Zählraten stark variierten und nicht mehr als 400 s^{-1} Annihilationsereignisse im Ge-Detektor nachzuweisen waren. Mit der neuen Folie lassen sich konstante Zählraten um 1600 s^{-1} im Ge-Detektor realisieren.

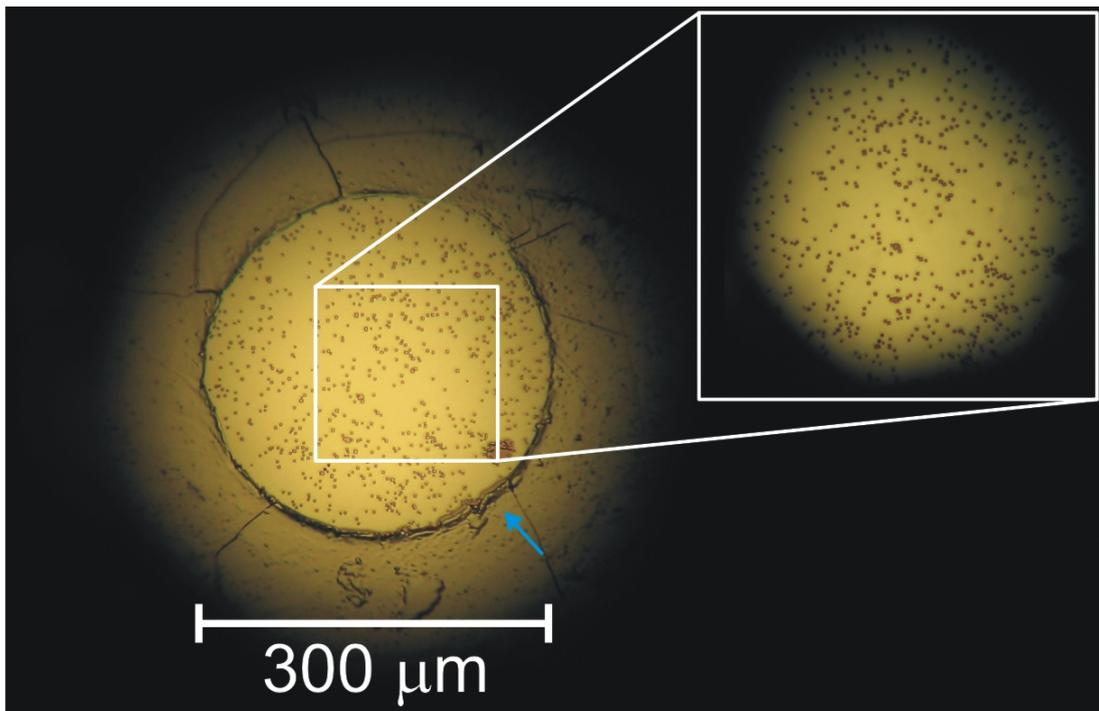


Abbildung 3.2: Ausgediente Moderatorfolie über der quellseitigen Öffnung der 300 µm-Bohrung des Wolframmoderators. Es kann deutlich einen Riss im unteren rechten Bereich erkannt werden (blauer Pfeil). Die Folie ist durch mehrere Säuberungsprozesse [Haa03] zu einem dünnenschichtigen Wolframeinkristall geworden. Die Löcher, die in der Folie zu sehen sind, haben eine quadratische Form und richten sich an der Kristallstruktur in der $\langle 100 \rangle$ -Ebene aus.

Quelle und Moderator können in alle Raumrichtungen unabhängig voneinander verschoben werden. Dies ermöglicht eine exakte Justage des Positronenstrahls auf die optische Achse der Magnetlinsen.

Weiter befinden sich im Strahlengang zwei doppelstufige und ein einstufiges, mit Luftspulen aufgebaute, Strahljustiersysteme (SJS). Die doppelstufigen Systeme erlauben eine Änderung im Strahlwinkel (alignment, Abb. 3.3 b.) und im Parallelversatz (precendering, Abb. 3.3 a.) in zwei Raumrichtungen. Die Steuerung der Strahljustiersysteme erfolgt durch das Computerprogramm „CROSS“ [Mül06]. Die Strahljustiersysteme halten den Strahl in der Mitte des Strahlrohrs und verhindern, dass der Strahl auf dem Weg zur Probe vorzeitig den Strahlengang verlässt.

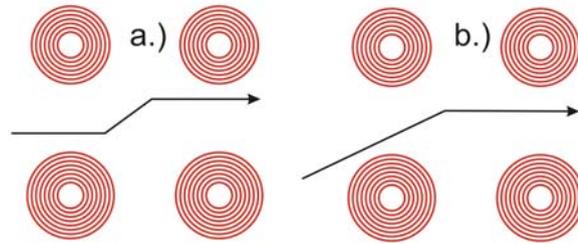


Abbildung 3.3: Mit den doppelstufigen Strahljustiersystemen kann der Strahl a.) parallel versetzt werden (Precendering) und b.) der Strahlwinkel verändert werden (Alignment). Die Strahljustiersysteme halten den Strahl mittig auf der Strahlachse [Haa03].

Für die Strahljustage können drei Szintillationsdetektoren in den Strahlengang eingeführt werden (Abb. 3.4). Die Szintillationsdetektoren weisen die Positronen direkt nach. Die Detektoren Q_{-1} und Q_0 sind mit LSO - Szintillationskristallen⁵ ausgestattet. Sie werden nur für die anfängliche Justage des Strahls benötigt. Q_{-1} dient zur Einrichtung von Quelle und Moderator auf die optische Achse, Q_0 für die richtige Umlenkung durch das Magnetprisma. Q_1 wird zum Nachweis der Positronen in der Probenkammer unter dem Motortisch verwendet und kann im Gegensatz zu Q_{-1} und Q_0 im laufenden Betrieb hydraulisch ein- und ausgefahren werden [Män00].

Der Szintillationskristall an Q_1 ist ein polierter CsJ-Einkristall. Vorteil dieses Kristalls als Szintillatormaterial liegt in der hohen Vakuumfestigkeit und der nicht vorhandenen Totschicht, so dass auch Positronen mit geringer Energie ($E_{kin} \geq 4,5$ keV) wahrgenommen werden. Q_1 wird im Weiteren für die eigentliche Strahljustage und -durchmesserbestimmung eingesetzt. Das Szintillationslicht wird in allen Detektoren durch einen Strahlteiler zur effektiveren Rauschunterdrückung auf zwei Photomultiplier gesplittet. Der Germanium-Detektor registriert die Annihilationsereignisse nach der Positron-Elektron-Zerstrahlung [Haa03].

Einfluss auf den Strahl haben die Kondensorzoomlinsen im Strahlengang. Der e^+ -Kondensor bildet den ersten Crossover hinter Moderator und Ziehspannung vor dem Magnetprisma ab. Das Prisma lenkt den Strahl mit Crossover um 90° in die Säule. Der Kondensorzoom, bestehend aus K_1 und K_2 mit Strom I_{K_1} und I_{K_2} , und die Objektivlinse O mit Strom I_O führen den Strahl durch die Säule in die Probenkammer. Die Ströme sind sowohl manuell als auch über die Konsole des REM regelbar.

Der Kondensorzoom beeinflusst, vergleichbar mit der Brechkraft einer optischen Linse den Strahlengang durch die Säule. Die Objektivlinse fokussiert den Positronenstrahl auf die Probe.

Abhängig von den Einstellungen der vorherigen Systeme und dem Abstand der Probe wird I_O eingestellt, so dass der Fokus auf der Probe liegt. Bei falscher Einstellung wird der Strahl unscharf auf der Probe auftreffen und die getroffene Stelle wird mit einem breiteren Strahldurchmesser untersucht.

⁵Lutetiumoxyorthosilikat (LSO) ist eine Siliciumoxid-Verbindung des Lutetiums.

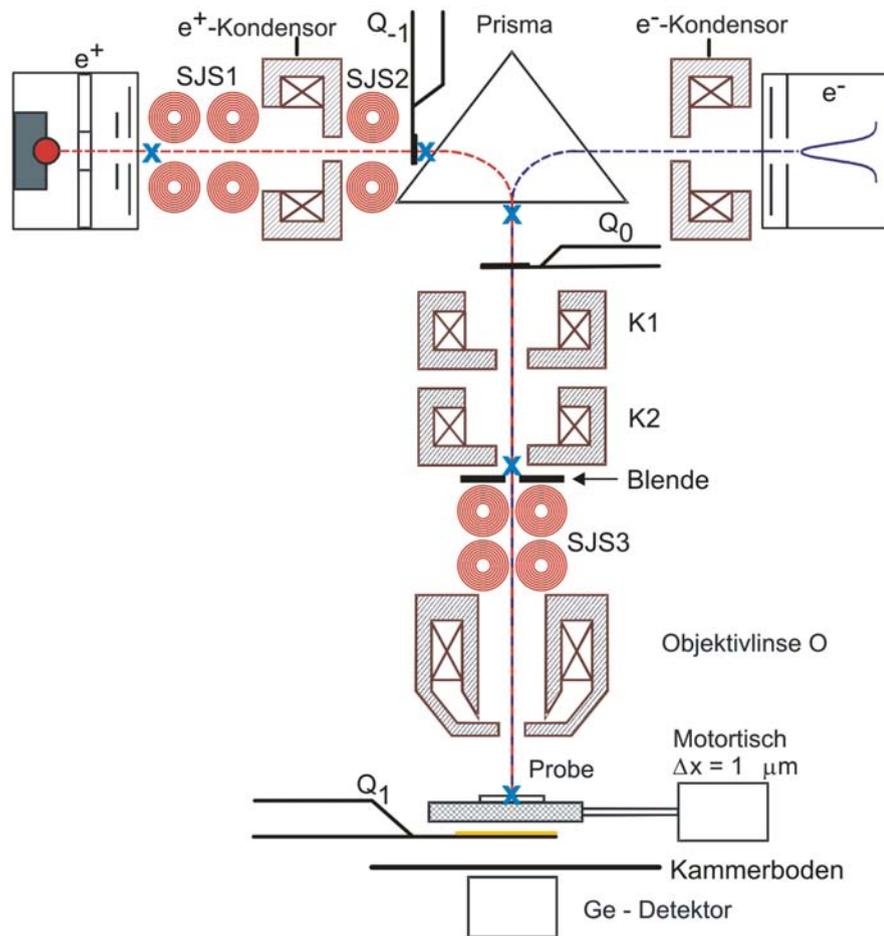


Abbildung 3.4: Strahlführungs- und Fokussiersysteme: Neben den Kondensorlinsen und dem Kondensorzoom sind die Strahljustiersysteme (rote Kreise) und die Positionen der Szintillationsdetektoren Q_{-1} , Q_0 und Q_1 und des Ge-Detektors gekennzeichnet. Die Detektoren Q_{-1} und Q_0 sind nur anfänglich eingesetzt. Nach der Justage von Quelle und Moderator werden diese wieder aus dem Strahlengang entfernt. Q_1 kann hydraulisch im laufenden Betrieb ein- und ausgefahren werden und befindet sich dauerhaft im Vakuum der Probenkammer. Der Ge-Detektor ist unter der Probenkammer außerhalb des Vakuums angebracht. Die blauen Kreuze markieren hier alle Crossover des Positronen- bzw. Elektronenstrahls [Haa03].

Die Bonner Positronen-Mikrosonde wird im Rasterelektronen-Betrieb mit 3 Crossovers in der REM-Säule und bei Positroneneinsatz mit 2 Crossovers betrieben. Der verlustarme 2-Crossover Strahlengang ermöglicht Annihilationszählraten bis zu 1600 s^{-1} im Ge-Detektor bei einem Strahldurchmesser von 5 - 200 μm mit $I_{K_1} = 0 \text{ mA}$ und $I_{K_2} = 370 \text{ mA}$ [Haa03]. Die Nutzung des dritten Crossovers und Einsatz der Blende wird für den Positronenbetrieb im Normalbetrieb nicht vorgesehen, da durch diesen ein bedeutender Teil der Positronen verloren geht. Kleinere Strahldurchmesser als 5 μm lassen sich mit diesen Einstellungen nicht verwirklichen. Im Elektronenmodus ist dieser dritte Crossover zur Verkleinerung des Strahldurchmessers auf Grund höherer Elektronenzahl ($\sim 10^{13} \text{ s}^{-1}$) kein Problem und durch die Konsolenelektronik mit vorgegebenen Werten⁶ steuerbar [Haa03].

⁶siehe Tabelle A.3

3.2 FIB - Focussed Ion Beam

Mit hochenergetischen, fokussierten Ionen-Strahlen (FIB) kann mit hoher Auflösung Material sehr präzise abgetragen werden. Diese Methode ist geeignet eine Justiermaske zur Strahldurchmesseroptimierung anzufertigen.

Für die Herstellung der Strahljustiermaske (Kapitel 4.3) für die Nutzung in der Mikrosonde ist der FEI Strata FIB 205 der Firma FEI Company des Gemeinschaftslabors für Elektronenmikroskopie der RWTH Aachen verwendet worden.

Im normalen Einsatz dient der FIB zur Bildgebung und zum Abtragen von Material. Dies setzt einen sehr stark fokussierten Strahl voraus. Material kann mit dieser Methode sehr exakt abgetragen werden [MGKM07]. Im weiteren wird die Funktionsweise beschrieben.

Funktionsweise

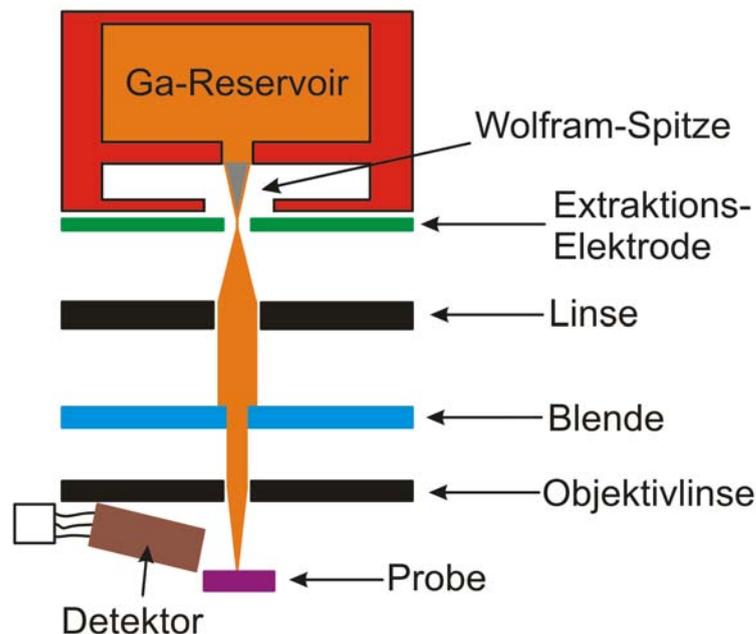


Abbildung 3.5: Schematischer Aufbau einer FIB-Apparatur. Die Ga-Ionen werden durch eine Extraktionselektrode abgesaugt und mit Kondensor- und Objektivlinse auf die Probe fokussiert, eine Blende verändert den Strahldurchmesser.

Als Ursprung für den Ionenstrahl dienen Flüssigmetallionenquellen (LMIS := liquid metal ion source). Durch Verwendung dieser Art von Quellen ist die Erzeugung stark fokussierter Strahlen mit hoher Intensität technisch einfach umzusetzen. Die meist verwendete LMIS ist Gallium, welches eine niedrige Schmelztemperatur (30 °C), kleine Flüchtigkeitsrate und geringen Dampfdruck aufweist. Zudem reagiert es nicht mit dem als Injektionsnadelmaterial verwendeten Wolfram.

Das Gallium fließt von einem Reservoir (Abb. 3.5) auf die W-Injektionsnadel (\varnothing Spitze $\approx 10 \mu\text{m}$). Dort wird durch ein großes Potential zwischen Nadel und Extraktionselektrode das Gallium abgesaugt. Die Eigenschaften des LMIS und der W-Nadel-

Geometrie sind schließlich dafür verantwortlich, dass sich ein schmaler Taylor-Kegel [Tay64] ausbildet.

Im Folgenden wird der Ionenstrahl mit einer Kondensor- und Objektivlinse auf die Probe fokussiert. Mit Hilfe von Blenden kann der Strahldurchmesser variiert werden. Die Auflösung wird begrenzt durch das Absprengrauschsignal und liegt bei 10 nm. Der auf die Probe fokussierte Strahl kann über das Zielgebiet gerastert werden.

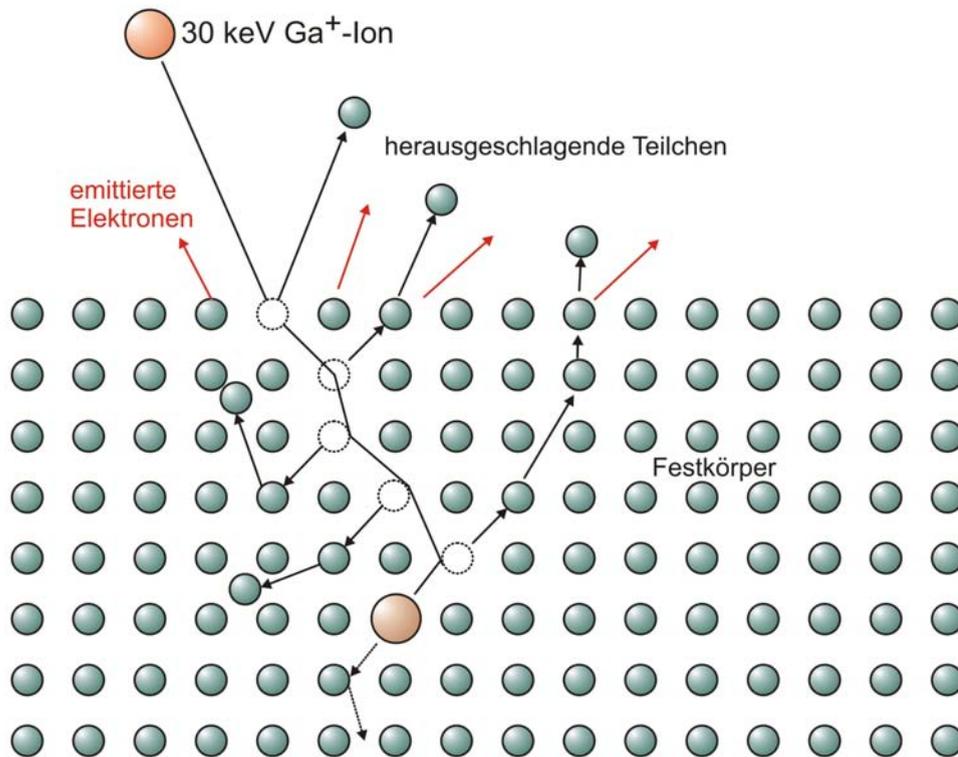


Abbildung 3.6: Abtragungskaskade nach Ga-Injektion mit einer Energie von 30 keV. Die Reichweite der injizierten Ga-Ionen beträgt bei 30 keV durchschnittlich 20 nm. Die Ga-Ionen stoßen die Atome des Festkörpers von ihren Plätzen, dabei werden zum einen Elektronen emittiert und zum anderen Atome aus der Kristallstruktur herausgeschlagen. Die herausgeschlagenen Atome verlassen entweder den Festkörper (Abtrag) oder stoßen andere Atome der Gitterstruktur von ihrem Platz, bis diese nicht mehr genug Impuls haben und im Zwischengitter zur Ruhe kommen.

Wenn der Einfallswinkel erhöht wird ($\approx 75^\circ - 80^\circ$) nimmt zugleich die Wechselwirkung der Kollisionskaskaden der Ga-Ionen mit der Oberfläche des Materials zu (Abb. 3.6). Die Anzahl der abgesprengten Atome pro Kollisionskaskade steigt. Genutzt werden kann dieser Effekt bei dem oben genannten Einfallswinkel und einer Ga-Ionenenergie von 25 - 30 keV [VM07], [MAA⁺07].

Durch die starke Fokussierung kann Material sehr präzise abgetragen werden. Durch die Rasterfunktion sind fast alle Muster und Formen in einen Festkörper übertragbar.

4 Probenpräparation

4.1 Eigenschaften der verwendeten Edelmetalle

4.1.1 Gold

Das glänzend-gelbe Metall hat die Ordnungszahl 79. Im Periodensystem ist Gold mit der Bezeichnung Au (lat.: Aurum: Gold) zu finden. Gold hat eine Dichte von $\rho = 19,32 \frac{g}{cm^3}$ und eine kubisch flächenzentrierte Kristallstruktur. ^{197}Au ist stabil, Isotope von Gold zerfallen mit Elektroneneinfang oder γ -Zerfall [Stö98]. Bei einer Temperatur $T_{melt} = 1064 \text{ }^\circ\text{C}$ beginnt Gold zu schmelzen. Gold ist neben der Verwendung in der Elektronikindustrie für Leiterbahnen, als internationales Zahlungsmittel, für medizinische Zwecke und auch zur Herstellung von Schmuck von großer Bedeutung. Wegen der guten Bearbeitungseigenschaften und der hohen Ordnungszahl Z wird es für den Bau der Justiermaske zur Strahlfokussierung der Positronen-Mikrosonde verwendet.

4.1.2 Platin

Das Element Platin ist im Periodensystem mit der Abkürzung Pt zu finden und hat die Ordnungszahl 78. Der Name wird aus dem Spanischen (sp.: platina) abgeleitet und ist die Verkleinerungsform von Silber (sp.: plata). Das grau-weiße, korrosionsbeständige Metall mit kubisch flächenzentrierter Gitterstruktur (Gitterkonstante bei Raumtemperatur: $a = 0,39240 \text{ nm}$) hat eine Dichte von $\rho = 21,45 \frac{g}{cm^3}$. Neben dem am häufigsten vorkommenden ^{195}Pt existieren zwei weitere stabile Isotope mit ähnlichem natürlichem Auftreten. Platin-Isotope zerfallen überwiegend durch γ - und β^- -Zerfall. Die Schmelztemperatur liegt bei $T_{melt} = 1769 \text{ }^\circ\text{C}$ [LB91], [Stö98]. Platin findet Einsatz zum Beispiel bei der Herstellung von Thermoelementen, Widerstandsthermometern, Katalysatoren, Laborgeräten und in der Schmuckindustrie.

Probenbehandlung

Im weiteren Verlauf wird zuvor weichgeglühtes Platin erhitzt und bei einer hohen Leerstellenkonzentration abgeschreckt [LB91]. Durch Anlassen⁷ werden die Leerstellen zur Agglomeration angeregt und die entstehenden Cluster anschließend durch Positronen-Annihilations-Spektroskopie in der Positronen-Mikrosonde untersucht (s. Abb. 4.1). Bei der Wärmebehandlung diffundieren die Leerstellen durch Platzwechsel in der Kristallstruktur.

⁷Anlassen ist eine gezielte Wärmebehandlung, um Eigenschaften eines Materials zu beeinflussen [BG97].

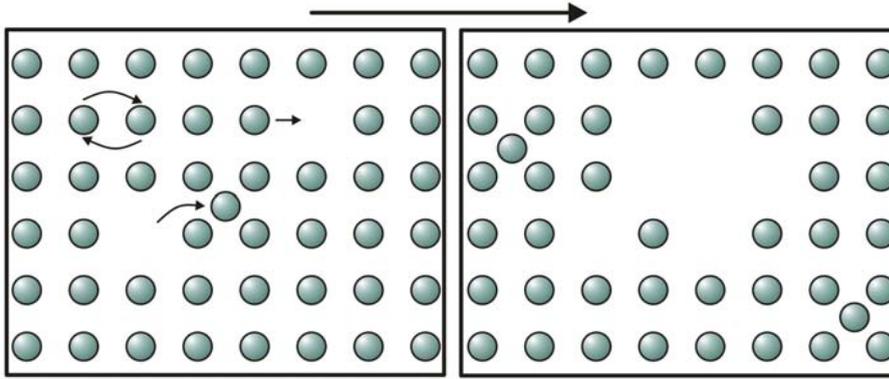


Abbildung 4.1: Diffusionsprozesse beim Anlassen: Austausch durch Rotation und Platzwechsel mit Leerstellen, Wanderung von Atomen auf Zwischengitterplätze. Durch Temperaturerhöhung eines Festkörpers werden Leerstellen oberhalb des thermodynamischen Gleichgewichts angeregt sich zu Clustern von wenigen Ångström bis zu einigen Nanometern zusammenzuschließen [Kit83].

Die nötige Temperatur zur Bildung einer hohen Leerstellenkonzentration wird aus Abb. 4.2 bestimmt. Im Diagramm ist zu erkennen, dass die Leerstellenkonzentration von der Temperatur abhängt (siehe auch Gleichung 2.1). Ab einer durch das Material vorgegebenen Temperatur erfolgt ein Anstieg der Leerstellendichte. Die Temperatur kann soweit erhöht werden, bis sich ein Sättigungszustand für Positroneneinfang einstellt.

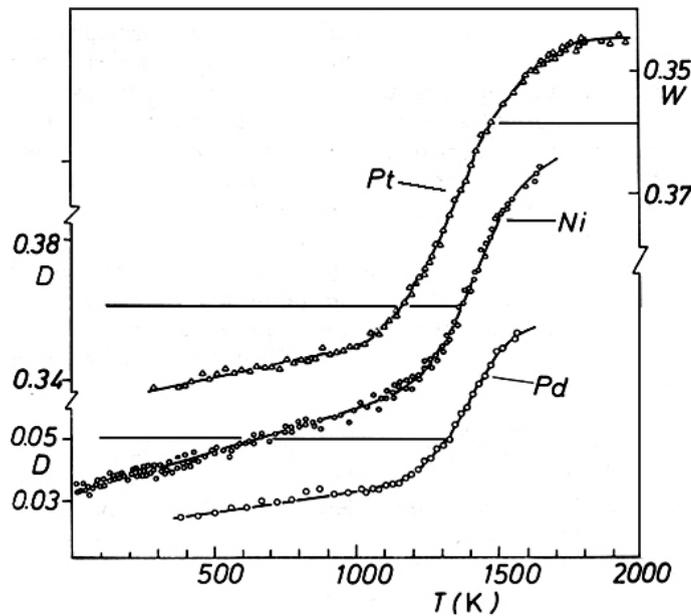


Abbildung 4.2: Dopplerverbreiterung von Ni, Pd und Pt im thermodynamischen Gleichgewicht (gemessen als D- und W-Parameter)⁸ [MRS⁺79].

Das Anlassen bewirkt einen Zusammenschluss der Leerstellen zu Clustern. Durch diese Umordnung der Leerstellen verändert sich der Mittelwert der Leerstellendichte. Es wird daher erwartet, dass der gemessene relative S-Parameter im Vergleich zum Probenzustand nach Abschrecken abnimmt. Im Mittel scheinen die Positronen weniger attraktive Einfangpotentiale zu finden. Für den Nachweis der räumlichen Leerstellencluster-Verteilung im

⁸D-Parameter ist eine alte Bezeichnung für den S-Parameter

Platin wird eine Optimierung des Positronenstrahls zur besseren Auflösung des gemessenen Bereiches nötig. Ziel ist es, die Verteilung der Cluster durch Änderung im relativen S-Parameter nachzuweisen.

4.2 Anfertigung der Platinproben

Für den Nachweis der Cluster-Verteilung werden Proben mit hoher Leerstellendichte angefertigt. Als Material dient das eingangs erwähnte Platin (vgl. Kap. 4.1.2). Die verwendeten Platinstreifen haben eine Breite von ~ 3 mm mit einer Dicke von $25 \mu\text{m}$ und Reinheit von 99,99%. Die Länge ist abhängig von den gesetzten Lötunkten⁹ zur Befestigung an der benutzten Glüh- und Abschreckvorrichtung und liegt durchschnittlich bei ca. 2 cm.

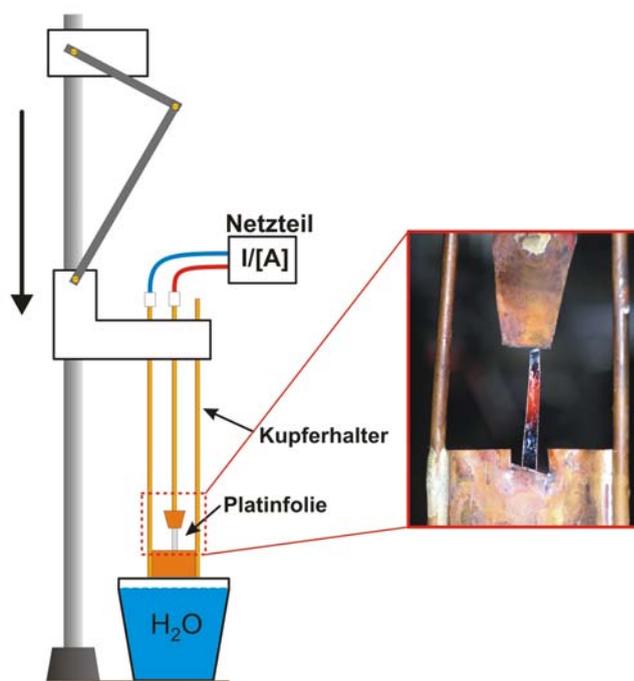


Abbildung 4.3: Schema der Abschreckvorrichtung: Das aufgelötete Platin wird mit Stromdurchgang zum Glühen gebracht (rechts, Fotografie), nach Erreichen und kurzem Halten der Zieltemperatur von 1400°C , wird die Halterung oben entriegelt und fällt am Führungsrohr nach unten. Das glühende Platin taucht in das darunter stehende Wasserreservoir ein, es wird dabei sehr schnell abgekühlt und Leerstellen werden eingeschreckt. Durch den Gelenkarm wird verhindert, dass die Kupferhalterung mit der Folie an den Boden oder die Seitenwände schlägt. Es wird dadurch ein Reißen der Folie beim Abschrecken verhindert.

Sie werden nacheinander an die beiden Kontakte der Abschreckvorrichtung (Abb. 4.3) aufgelötet. Mit einem Netzteil¹⁰ wird Strom von einigen Ampère auf die Kontakte gegeben, bis das Platin anfängt zu glühen. Die Temperatur wird mit einem Pyrometer gemessen. Dieses wird zuerst auf den Schmelzpunkt von Platin geeicht, um dann bei ausgewählten Temperaturen die gewünschten Probeneigenschaften zu erhalten.

Als erstes wird die Referenzprobe (Probe 1) angefertigt. Diese wird auf 1680°C erhitzt

⁹Weichlot für Edelmetalle

¹⁰Power Supply EA-PS 5016-20, Fa. EA Elektro-Automatik, Viersen

und durch langsames Abkühlen ausgeheilt. Für die Probe (Probe 2), die bei Raumtemperatur hohe Leerstellenkonzentration enthalten soll, wird zunächst aus Abbildung 4.2 eine Temperatur ausgewählt, bei der sich eine sehr hohe Leerstellenkonzentration bildet. Als Leerstellenbildungstemperatur wird 1400°C ($\approx 1670\text{ K}$ im Diagramm, s. Abb. 4.2) verwendet. Nach Erreichen von 1400°C wird die Platinprobe durch Herunterschnellen der Abschreckvorrichtung sehr rapide in Wasser abgeschreckt¹¹.

Die weitere Behandlung der Probe erfolgt durch Anlassen, zuerst bei 400°C 10 Minuten und 60 Minuten bei 470°C .

Zwischen den Anlassvorgängen wird die Platinprobe mit der Positronen-Mikrosonde mit einem $50\text{ }\mu\text{m}$ - und einem $1\text{ }\mu\text{m}$ - Strahldurchmesser vermessen.

4.3 Justiermaske zur Feinstrahlfokussierung der Bonner-Positronen-Mikrosonde

Zum Nachweis der im Platin erzeugten Leerstellencluster-Verteilung ist es nötig, den Strahldurchmesser der Mikrosonde zu optimieren.

Für die Bestimmung des Positronenstrahldurchmessers werden in der Regel dünne Fahnen (z.B. aus Kupferblech) an den Proben aufgeklebt. Für den 2-Crossover-Betrieb mit Strahldurchmessern von $10 - 200\text{ }\mu\text{m}$ ist diese Methode ausreichend. Mit dem Positronenstrahl werden Linienscans senkrecht zu den Kanten der Fahne gemessen, um die Ausdehnung des Strahls in X- und Y-Richtung zu erhalten. Theoretisch wird ein senkrechter Abfall der Zählrate erwartet, es ergibt sich jedoch eine Faltung aus theoretischem Zählratenabfall und dem Strahlprofil. Die Differenz des Abstandes der Punkte bei 10% und 90% der im Ge-Detektor gemessenen Zählraten der Faltung ergibt den Strahldurchmesser (Abb. 4.4).

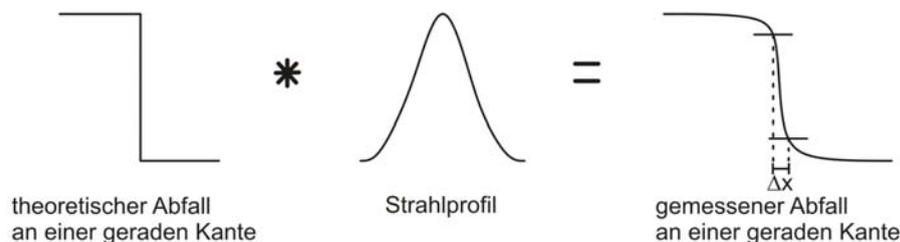


Abbildung 4.4: Der theoretisch erwartete Zählratenabfall ist mit dem Strahlprofil (vgl. Abb. 4.5) gefaltet. Diese Faltung wird im Ge-Detektor gemessen und der Strahldurchmesser aus diesen Daten bestimmt. Die Differenz Δx des Abstandes zwischen 10% und 90% der Zählraten ist bei einem Gauss-förmigen Profil äquivalent zum Strahldurchmesser.

Die Anforderungen an die Fahnenkante steigen mit kleiner werdendem Strahldurchmesser (Abb. 4.5). Für einen $5 - 10\text{ }\mu\text{m}$ Strahl werden die Kanten einer dünnen Molybdänfolie genutzt. Das Ziel einen Strahl mit einem Mikrometer Strahldurchmesser zu bekommen, erfordert eine präzise Bestimmung des Strahldurchmessers. Für die Grobeinstellung ist eine Molybdänfolie ein adäquates Hilfsmittel.

Folgende Anforderungen sind nötig: zur Verminderung von Streu- und Beugungseffekten muss die benutzte Folie sehr dünn sein, scharfe Kanten haben und gleichzeitig noch genug

¹¹[BG97]

Positronen am Hindurchdiffundieren bzw. Transmittieren hindern. Deswegen soll die Eindringtiefe in das Material klein, aber gegenüber der Diffusionsweglänge der Positronen groß genug sein.

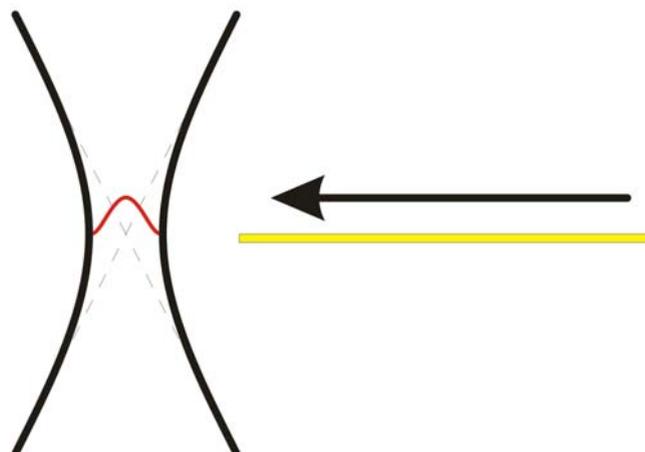


Abbildung 4.5: Für eine Strahldurchmesseroptimierung mit Ziel einen Durchmesser von einem Mikrometer zu erreichen, steigen die Anforderungen an die benutzte Fahne (rechts) zum Abschatten des Positronenstrahls (links) zur Durchmesserbestimmung.

Zu realisieren ist dies mit Materialien hoher Dichte. Positronen werden dennoch durch dünne Schichten transmittieren können. Die Rate zwischen Transmission und freiem Raum (ungehindertes registrieren in einem der Detektoren) soll groß genug sein, um einen deutlichen Unterschied in der Zählrate nachzuweisen.

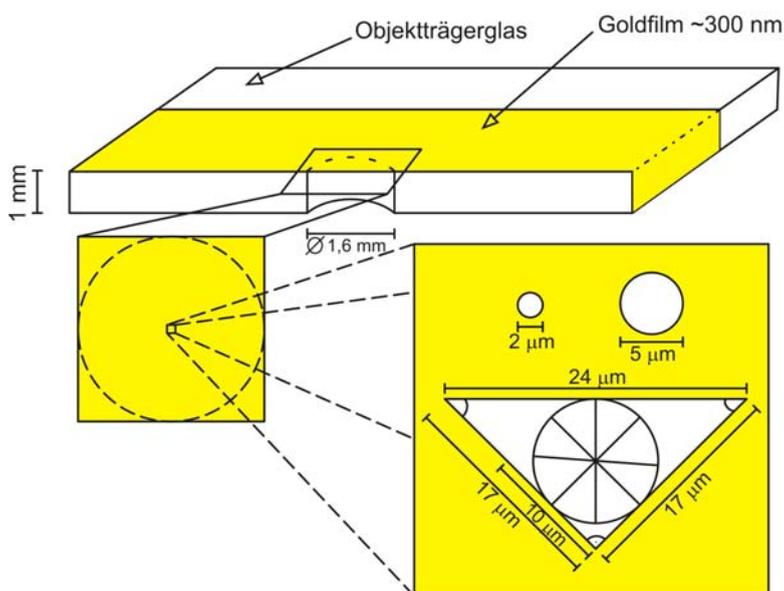


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung des Objektträgers mit aufgespannter, freitragender 300 nm dicker Goldfolie. In dessen Zentrum befindet sich ein eingeschnittenes Lochmuster mit zwei kreisförmigen Löchern, eines mit 2 µm und ein weiteres mit 5 µm Durchmesser, sowie einem rechtwinkligen, gleichseitigen Dreieck, durch dessen Mitte ein 10 µm breiter Strahl hindurchgehen kann.

Ein Material mit guten Bearbeitungseigenschaften und hoher Dichte, das den Anforderungen gemäß wird, ist Gold (vgl. Kapitel 4.1.1).

Mit Gold lassen sich dünne Folien herstellen. Als geeignetes Trägermaterial wird ein handelsübliches, 1 mm dickes Objektträgerglas verwendet. In der Mitte wird ein Loch ($\varnothing \approx 1,6$ mm) gebohrt, auf dem die Goldfolie freitragend aufgespannt werden kann. Nach Berechnung der mittleren Eindringtiefe \bar{z} und dem Implantationsprofil $P(z)$ von Positronen mit Energie ≈ 30 keV (Abb. 2.5 und 2.4) wird im Chemielabor des Helmholtz-Instituts für Kern- und Strahlenphysik (Bonn) ein 300 nm dicker Goldfilm auf eine Wasseroberfläche aufgetragen. Der durch die Oberflächenspannung des Wassers gehaltene Film wird anschließend mit dem Objektträgerglas von unten kommend eingefangen. Für eventuelle Fehlversuche bzw. Beschädigungen der Folie, wurden mehrere identische Masken hergestellt (Abb.4.6). Die Transmission durch die Goldfolie liegt nach Gleichung (2.4) (vgl. Abb. 2.4) bei $\approx 70\%$.

Als Zentrierhilfe wird die mit Leitsilber fixierte Goldfolie mit einer Graphitschicht versehen und der Bereich um die Bohrung ausgespart (Abb. 4.7). Auf diese Weise lässt sich die Mitte und die darunter befindliche Bohrung sowohl im Lichtmikroskop als auch im REM der Mikrosonde leicht wiederfinden.

Als Fokussiermuster werden ein Dreieck und zwei kreisförmige Bohrungen mit dem FIB des Gemeinschaftslabors für Elektronenmikroskopie der RWTH Aachen (vgl. Kapitel 3.2) in die Mitte geschnitten (Abb. 4.6, Abb. 4.7).

Das Dreieck wurde gewählt, um den Strahl ähnlich wie bei einer Fahne an zwei Kanten zu vermessen. Es hat Kantenlängen von je $17 \mu\text{m}$ ($2\times$) und $24 \mu\text{m}$, durch die freie Fläche kann ein $10 \mu\text{m}$ breiter Strahl passieren. Die Löcher haben einen Durchmesser von $2 \mu\text{m}$ und $5 \mu\text{m}$. Die Löcher dienen zum Nachweis des zu erzielenden Strahldurchmessers. Das heißt durch ein $5 \mu\text{m}$ - Loch sollten z.B. bei $1 \mu\text{m}$ Schritten des Motortisches vier gemessene Punkte klar von der Umgebung abgegrenzt zu erkennen sein.

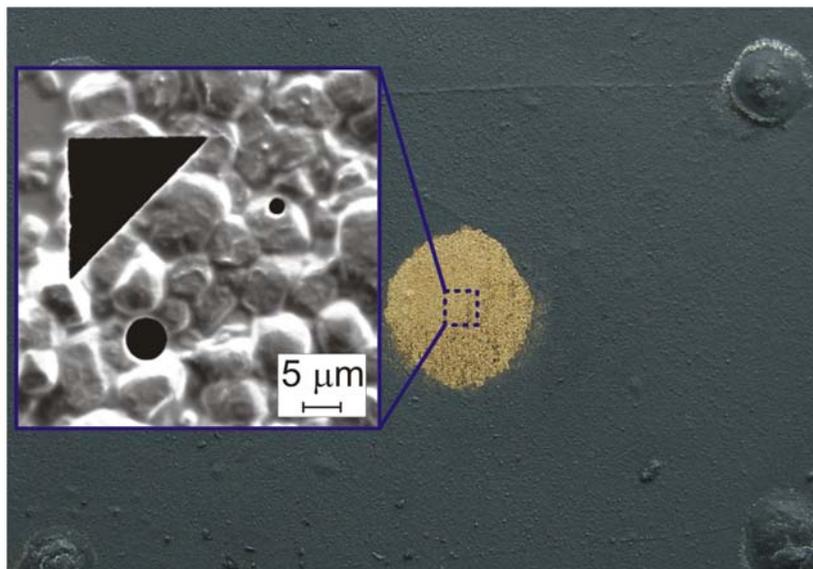


Abbildung 4.7: Zum einfacheren Wiederfinden der mittig liegenden Bohrung unter dem mit Leitsilber festgeklebten Goldfilm ist mit einer Zentrierhilfe eine Graphitschicht aufgetragen worden. Durch Abdecken des Bereiches um die Bohrung bleibt der benötigte Teil des Goldfilms ausgespart. In der Vergrößerung ist ein mit der Mikrosonde erstelltes REM-Bild des mit dem FIB (Kapitel 3.2) in die Goldschicht eingeschnittenen Musters zu sehen.

Wie in Abbildung 4.7 auf dem REM-Bild zu erkennen, haben die eingeschnittenen Muster scharfe Kanten. Das Objektträgerglas wird zusätzlich mit einer Molybdänfolie ($d = 5 \mu\text{m}$) versehen und mit einem Halter am Motortisch in der Probenkammer der Positronen-Mikrosonde angebracht. Die Höhe der Justiereinrichtung wird so gewählt, dass der Szintillationsdetektor Q_1 unter dem Objektträger Platz findet.

4.4 Anordnung der Proben und Widerstandshöhenmessung

Zwischen zwei Messingklemmen wird der Objektträger befestigt. An der Vorderkante ist eine Molybdänfahne zur Grobeinstellung angeklebt. Der ausgesparte Goldfilmbereich liegt durch die Klemmhalterung mittig und frei schwebend über den Detektoren. Rechts und links davon ist Platz für die angefertigten Platinfolien. Alle Einzelteile sind zwecks elektrischen Kontakts mit Leitsilber zur Vermeidung von Aufladung im REM-Betrieb verbunden (Abb. 4.8).

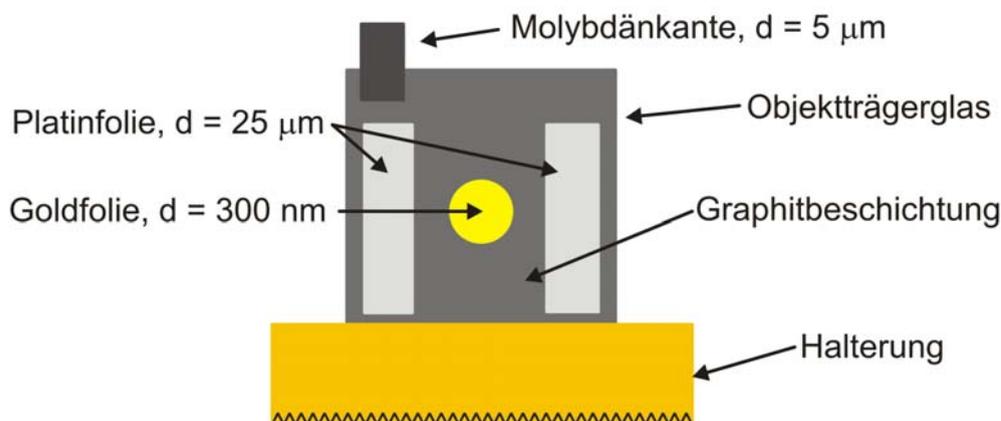


Abbildung 4.8: Schemazeichnung der Probenanordnung auf dem Objektträgerglas

Der $1\text{-}\mu\text{m}$ -Strahl wird auf das in die Goldfolie eingeschnittene Dreieck fokussiert. Bedingt durch die Dicke der Platinstreifen ergibt sich ein Höhenunterschied von mindestens $25 \mu\text{m}$. Dieser Höhenunterschied bedeutet, dass der $1\text{-}\mu\text{m}$ -Strahl neu auf die Platinoberfläche fokussiert werden muss. Eine Änderung des Objektivstroms I_O ist jedoch wegen der fehlenden Kontrolle gleichbedeutend mit dem Verlust der richtigen Fokussierung und einem kontraproduktiv verbreiterten Strahldurchmesser.

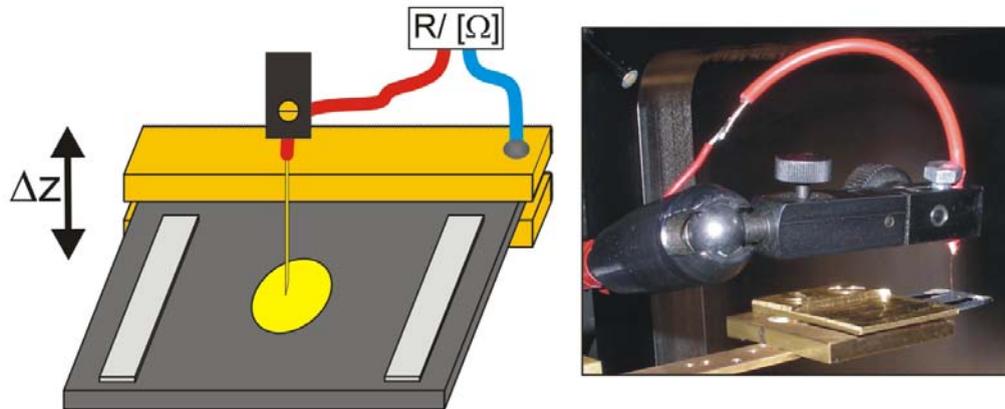


Abbildung 4.9: Schemazeichnung und *in situ*-Aufbau des Widerstandshöhenmessers

Durch die gegebene manuelle Verstellbarkeit des Motortisches in Z-Richtung kann der Höhenunterschied ohne Fokusstromänderung angeglichen werden. Mit Hilfe einer schräg angeschnittenen Kupferlitze mit einem Durchmesser¹² von 0,05 mm, einem Ohmmeter¹³ und der Z-Richtungsänderung ist die Höhe zwischen Gold- und Platinoberfläche bestimmbar (Abb. 4.9). Bei Kontakt ist der Widerstand $R = 0$, sowie an der Z-Skala ein Wert in Skalenteilen abzulesen. Die Differenz $\Delta z = z_{Platin} - z_{Gold}$ entspricht der Änderung des Motortisches, um den Fokus des 1- μm -Strahles vom Dreieck auf die Platinoberfläche zu übertragen.

¹²gemessen mit digitaler Messuhr, Fa. Mitutoyo Corp., Modell: ID-S1012B

¹³Digital Multimeter RTO, DMM-3800-21

5 Mikrostrahl an der Bonner Positronen-Mikrosonde

Das erste Ziel ist es, den Positronenstrahl der Mikrosonde zu optimieren, um damit die Platinproben zu vermessen.

Angestrebt ist ein Strahl mit Durchmesser von 1 μm .

Zur Optimierung des Strahldurchmessers stehen folgende sinnvolle Parameter zur Verfügung:

· Ziehspannung	U^z	· Strom an K_1	I_{K_1}
· Strom an e^+ -Kondensator	I_{C^+}	· Strom an K_2	I_{K_2}
· Blenden	\emptyset	· Strom an Objektivlinse O	I_O

Das Magnetprisma wird nicht zur Strahloptimierung gebraucht. Zum einen hat es keinen Einfluss auf die Strahlgeometrie, zum anderen ist weiterhin der Einsatz des REM mit selber Prismastellung gewährleistet [Haa03]. Der Blendentrieb hat vier einstellbare Positionen, die jeweils durch Stellschrauben im Strahl zentriert werden. Es stehen Blenden mit Durchmessern 1000 μm (Stellung 3), 200 μm (Stellung 2), 80 μm (Stellung 1) und keine Blende (Stellung 4) zur Verfügung.

Als Anhaltspunkt für einen sinnvollen Startpunkt zur Strahldurchmesser-Verkleinerung wird die in „Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln“ (Dissertation, Dr. Matz Haaks) vermessene Landkarte (Abb. 5.1) genutzt. In der Abbildung sind zum Vergleich einige in der Steuerung des REM vorgegebene Arbeitspunkte angegeben (L1 - L8, vgl. Tabelle A.3).

Ausgehend von den Kondensatorzoom-Einstellungen des Normalbetriebes (1) wird eine Nutzung des dritten Crossover zur Durchmesser-Verkleinerung angestrebt. Als Startpunkt wird die Einstellung (2) als Strom an K_1 und K_2 verwendet. Dieser Punkt liegt unterhalb der Drei-Crossover-REM-Arbeitspunkte L1 - L4, bildet damit einen guten Ansatzpunkt für die Strahl-Verkleinerung im Positronenbetrieb. Der Positronenstrahl wird dann wie im Elektronenmodus betrieben. Durch den dritten Crossover wird der Elektronenstrahl entscheidend beeinflusst. Durch die vorgegebenen Werte wird der Elektronenstrahl bis auf einen Durchmesser kleiner 12 nm reduziert. Ähnliches wird für den Positronenmodus angestrebt, der Strahl soll eine Reduktion auf 1 μm erfahren.

Im Vergleich zu den Elektronen ist die Anzahl der vorhandenen Positronen sehr viel kleiner. Die Verwendung des dritten Crossover äußert sich in einer Verringerung der Positronenzählrate. Entsprechend muss für ausreichende Statistik der Messpunkte die Messzeit verlängert werden.

Erst durch die Kombination von neuer Quelle, erneuerter Moderatorfolie und exakter

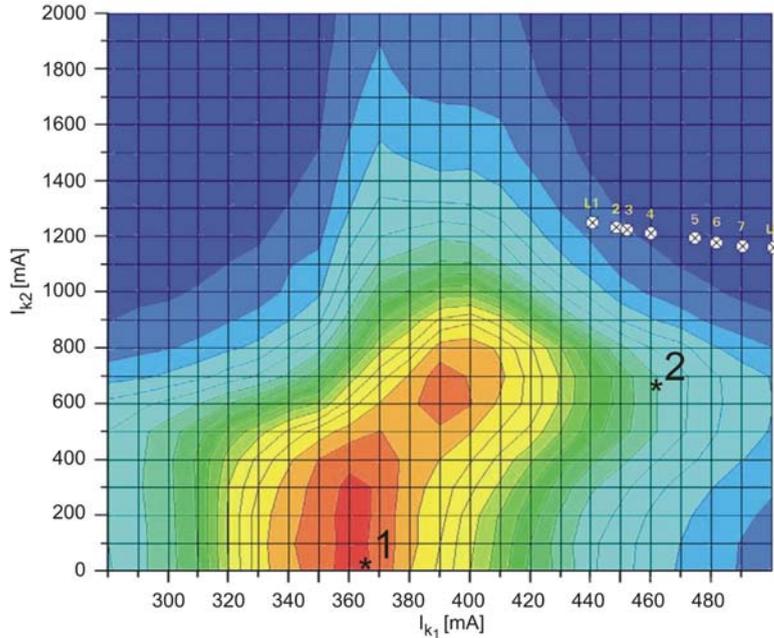


Abbildung 5.1: Vermessene Positronenzählraten im Detektor Q_1 in Abhängigkeit der Kondensatorströme an K_1 und K_2 , rot bedeutet hohe und blau niedrige aufgenommene Zählraten [Haa03]. Die Position (1) markiert die Einstellung des Kondensorzooms für den Normalbetrieb mit 2 Crossovern im Strahlengang; (2) bezeichnet den Startpunkt der Strahldurchmesseroptimierung. Die Werte L1 - L8 sind in der Steuerung der REM-Konsole vorgegebene Arbeitspunkte für Elektronenbetrieb, vgl. Tabelle A.3.

Justierung der Vorgenannten auf die optische Achse kann eine verbesserte Nutzbarkeit des dritten Crossover erreicht werden. Ziel ist es den Strahldurchmesser zu verringern und dabei eine hinreichende Zahl Positronen für Messungen zur Verfügung zu haben.

5.1 Messungen zur Einstellung des Positronenmikrostrahls

Für die Einstellungen an den Fokussystemen der Mikrosonde wird Q_1 für den direkten Positronennachweis verwendet. Mit der in der Probenkammer zuschaltbaren Infrarotkamera wird die Position von Q_1 überprüft. Für die Reproduzierbarkeit der Detektorstellung wird auf dem Kontrollmonitor die Position markiert.

Der Objektträger an der Halterung wird in der Höhe so eingestellt, dass dieser keines der anderen Bauteile (insbesondere Objektivlinse) und Detektor berührt. Die Fehler der gemessenen Zählraten sind statistischer Natur und entsprechen \sqrt{N} .

Für die Grobeinstellung wird eine Fahne aus Molybdän (vgl. Kapitel 4.3) verwendet. Zur Vermessung des Strahlprofils wird diese jeweils mit einer Seiten- bzw. Vorderkante (Variation in X- bzw. Y-Richtung) durch den Strahl gefahren. Die nötigen Koordinaten für die Motortischbewegung werden mit dem REM ermittelt [Haa97]. Der Fokus wird auf die Kante der Fahne eingestellt.

Abbildung 5.2 zeigt verschiedene Messreihen über eine Kante der Molybdänfahne. Bei einem Strom $I_O = 1731,7$ mA zeigt sich der stärkste Abfall und wird als Fokus für die

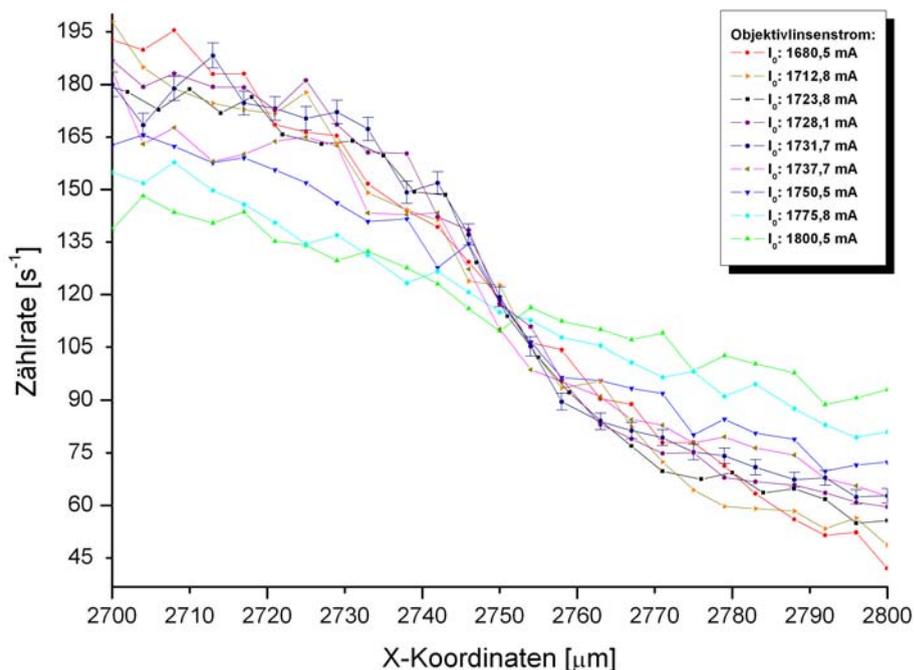


Abbildung 5.2: Fokussierung auf die Molybdänfahne, I_O angegeben in mA. Es zeigt sich der stärkste Abfall zwischen 10% und 90% der Zählrate bei einem Objektivlinsestrom von 1731,7 mA. Zur besseren Übersicht sind nur an einer Linie Fehlerbalken eingetragen. Der Fehler für die Motortischschrittweite liegt bei $0,5 \mu m$, für die Zählraten (N) entspricht der statistische Fehler \sqrt{N} .

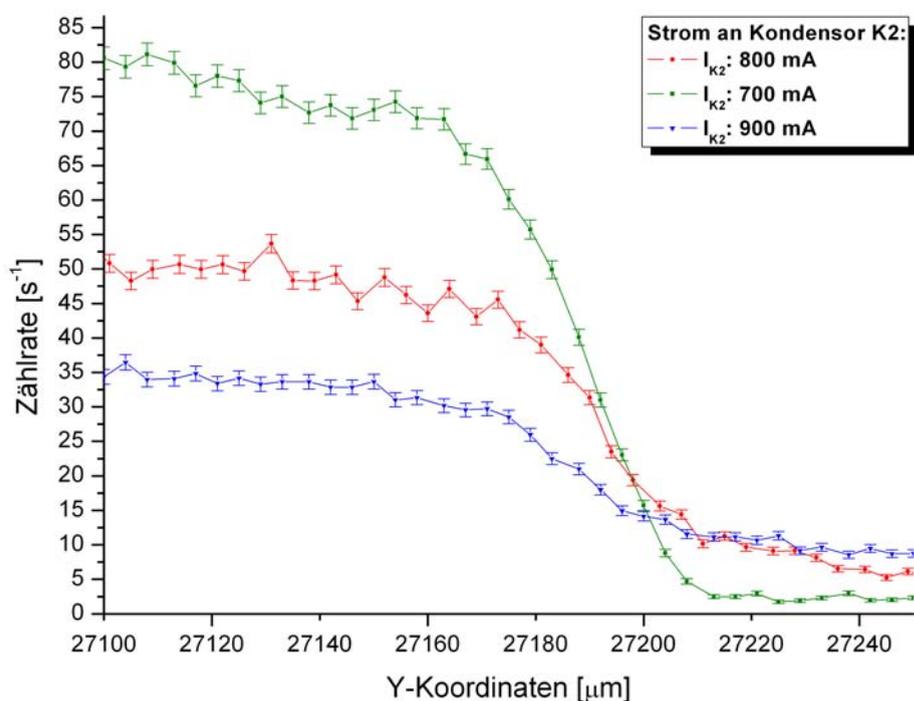


Abbildung 5.3: Nach weiterer Optimierung wird der Strom an K_2 variiert, entlang der L16-Stromeinstellung von K_1 . Für die daran anschließenden Optimierungsschritte wird ein Strom von 700 mA verwendet.

ersten Messungen an der Kante verwendet, bei denen die anderen Systeme variiert werden. Dabei ist zu beachten, dass z.B. eine Änderung an K_2 eine Bildverkleinerung bewirkt. Der Fokusstrom I_O verlagert sich dadurch nach oben in Richtung Objektivlinse, d.h. bei Änderung der Werte im Kondensorzooom muss gleichzeitig der Strom an der Objektivlinse nachgeregelt werden. Für die Goldfolie wird der Wert für I_O ebenfalls einen anderen einnehmen, da es einen Höhenunterschied gibt, zudem werden noch Variationen an den anderen Systemen vorgenommen. Die in den Diagrammen angegebenen Koordinaten entsprechen der Motortischstellung unter der Objektivlinse in X- und Y-Richtung.

Durch Änderung der Kondensorzooomströme wird das Strahlprofil verbessert. Nach Überprüfung der Positionen L4 bis L16 wird zunächst der Strom an K_2 variiert. Der Strom an K_1 entspricht dabei der L16-Position im Elektronenbetrieb, vgl. Tabelle A.3.

Bei einem Kondensorzooomstrom $I_{K_2} = 700$ mA ist der stärkste Zählratenabfall zu beobachten (Abb. 5.3). Mit der Einstellung $I_{K_2} = 700$ mA und $I_{K_1} = 605,3$ mA wird der erste Versuch unternommen das Dreieck zu treffen und abzubilden.

Die Dreiecksmitte wurde im REM-Betrieb bestimmt. Wie sich zeigt (Abb. 5.4), gibt es einen Zählratenanstieg in der Nähe der im Elektronenmodus bestimmten Dreiecksmittelpunktskoordinate (in Abbildung 5.4: Schnittpunkt der beiden schwarzen Geraden).

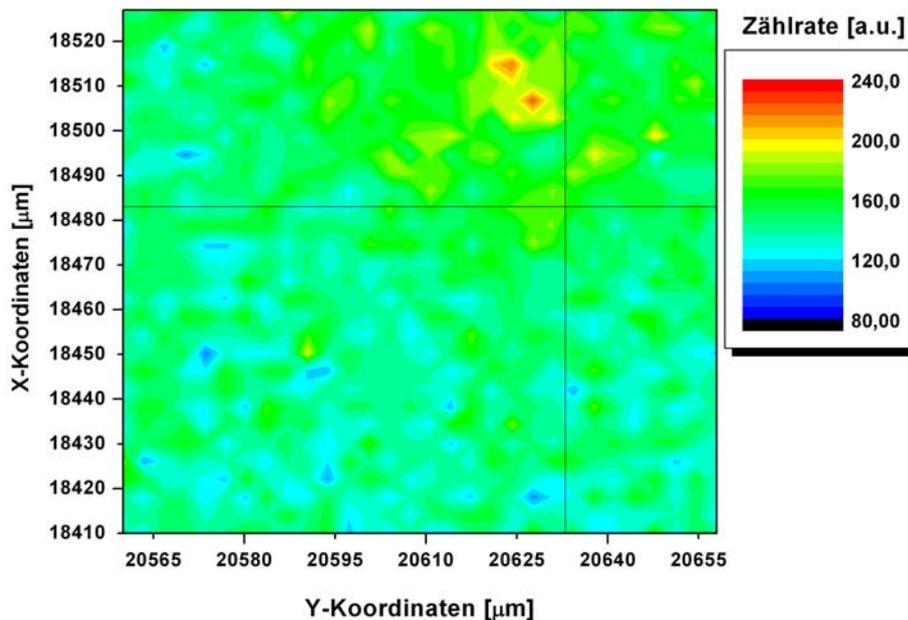


Abbildung 5.4: Erster Treffer des Dreiecks: zu erkennen sind erhöhte Zählraten an der im REM-Betrieb bestimmten Dreiecksmitte (Schnittpunkt der beiden schwarzen Geraden)

Ausgehend von den Daten des getroffenen Dreiecks wird der Strahl durch Linienscans über das Dreieck weiter optimiert. In Abbildung 5.5 ist ein 3D-Graph des REM-Bildes im Vergleich mit Linienscans dargestellt. Solche Linienscans werden später ebenso für das 5 μm-Loch gemessen.

Kleinere Blenden (Stellung 2 und 1) wirken sich negativ auf den Strahl aus (Abb. 5.6). Durch Streueffekte an den Blenden verbreitert sich der Strahl um ein vielfaches. Nach Optimierung des Stromes an K_1 (Abb. 5.6), werden der e^+ -Kondensator und die Ziehspan-

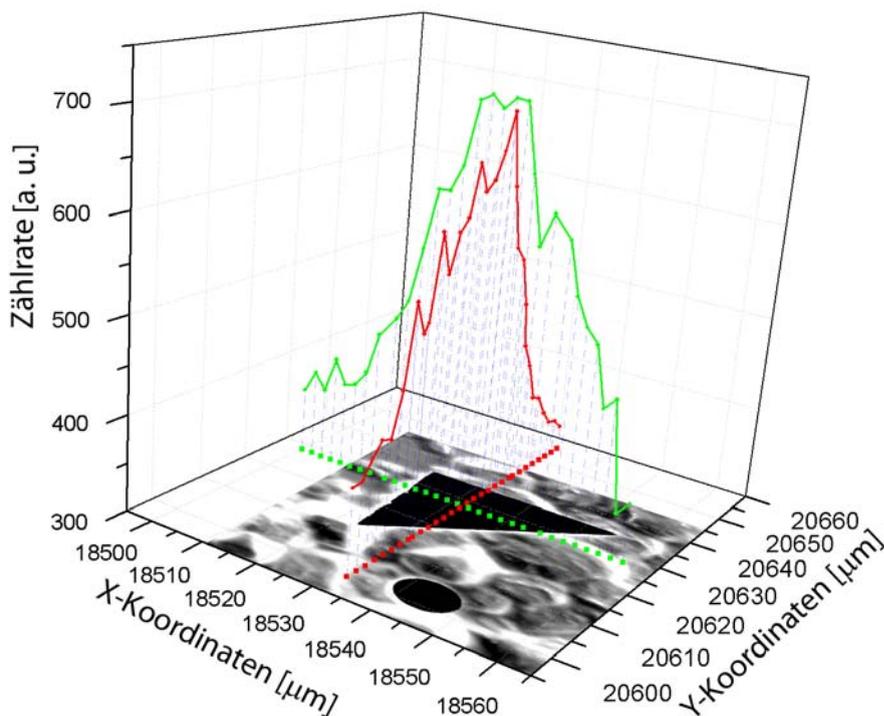


Abbildung 5.5: 3D-Graph mit eingefügtem REM-Bild zur Veranschaulichung: über das Dreieck werden orthogonale Linienscans gemessen, anhand derer die Strahldurchmesser-Verkleinerung überprüft wird.

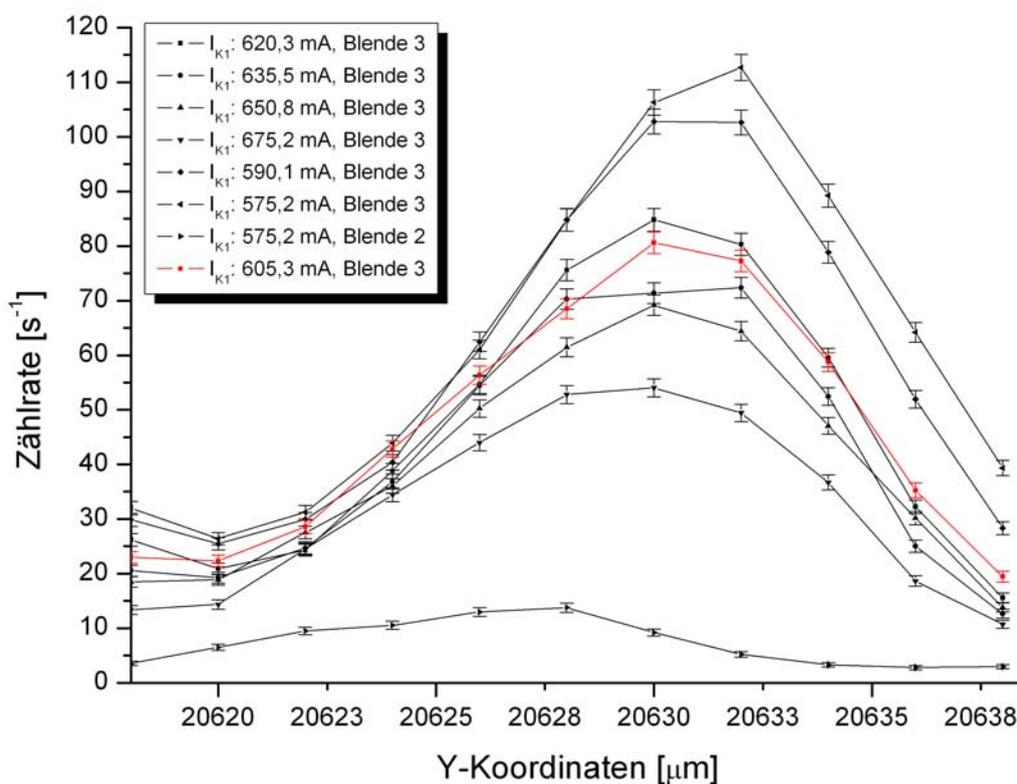


Abbildung 5.6: Linienscans über das Dreieck: Ausgehend von der roten Messreihe wird das Strahlprofil durch Variation in K_1 weiter verbessert, bei einem Wert von 635,5 mA zeigt sich das beste Ergebnis. Leicht ersichtlich ist, dass sich eine kleinere Blende als 1000 µm Durchmesser (Stellung 3) negativ auf den Strahl auswirkt.

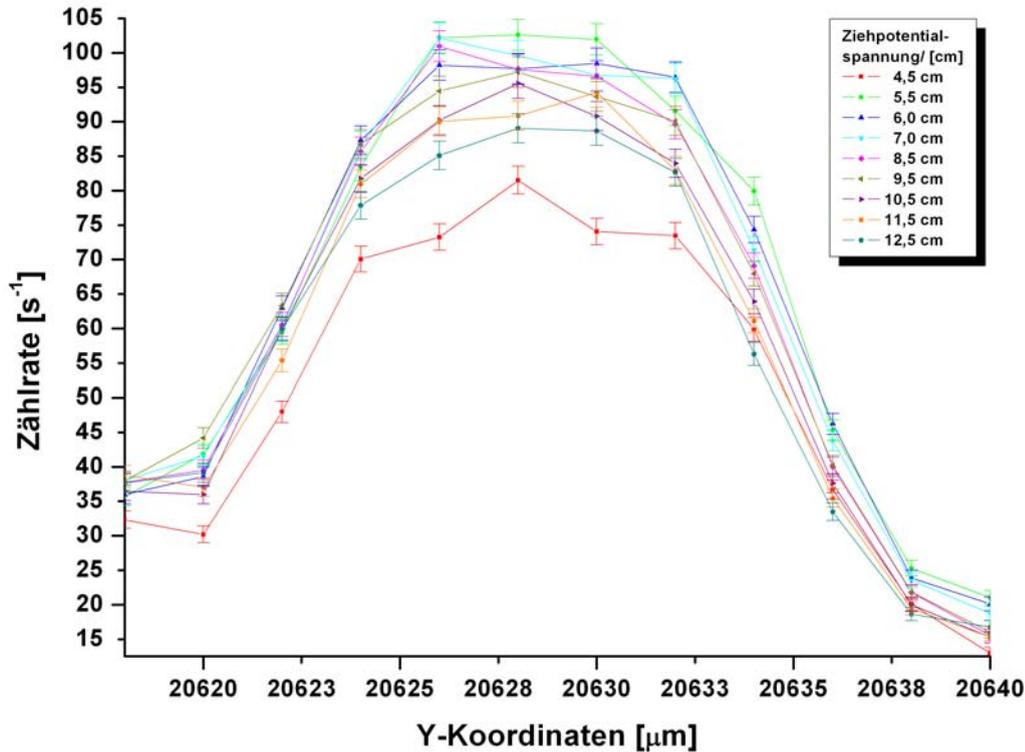


Abbildung 5.7: Die Änderung der Ziehspannung bewirkt eine Verschiebung des ersten Crossover, somit wird eine weitere positive Entwicklung im Strahldurchmesser erzielt. Durch Abstimmung mit dem e^+ -Kondensator wird ein Teil des Halo um den Strahl zu Gunsten eines schmaleren Strahls abgeschnitten.

nung¹⁴ auf die unteren Systeme abgestimmt (Abb. 5.7).

Nach der Optimierung aller Systeme heben sich deutlich die erwarteten vier Punkte (vgl. Kapitel 4.3) im Linienscan über das 5 - μm - Loch von den anderen Messpunkten ab (Abb. 5.8). Bei einer Motortisch-Schrittweite von 1 μm fällt die Zählrate innerhalb eines Schrittes ab.

Aus der Überlegung aus Kapitel 4.3 und Abbildung 4.4 kann sicher gesagt werden, dass der eingestellte Strahl einen Durchmesser von einem Mikrometer hat.

Mit den gefundenen Einstellungen für die Systeme der Mikrosonde ist ein Strahldurchmesser von einem Mikrometer¹⁵ (vgl. Abb. 5.8) zu erreichen:

I_{K_1} : 635,2 mA Blende: 3 I_O : 1796,0 mA
 I_{K_2} : 535,3 mA e^+ -Kondensator: 443 mA Ziehspannung: 5,7 cm

¹⁴Nach dem Umbau (Januar 2008) der Spannungsversorgung des Zwischenpotentials von Akkubetrieb auf einen 228 M Ω -Schiebewiderstand mit Versorgung über die Hochspannung $U^+ = 30$ kV, wird die Ziehspannung in Zentimeter-Schiebewiderstand angegeben: 1 cm \cong 234 V.

¹⁵Bez.: Mikrostrahl

Mit dem Mikrostrahl werden Dreieck (Abb. 5.9) und das 5 - μm - Loch mit einem Matrixscan¹⁶ abgefahren (Abb. 5.10).

Beide lassen sich sehr gut abbilden. Das Dreieck und das Loch sind seitenverkehrt zu dem REM-Bild abgebildet. Dies erklärt sich durch die unterschiedlichen Blickwinkel der Aufnahmeverfahren: REM-Bilder werden von oben und Messungen mit Q_1 von unten aufgenommen. Beide bildgebenden Verfahren sind daher in der Abbildung spiegelverkehrt zueinander.

Der eingestellte Mikrostrahl wird für die folgenden Messungen zum Nachweis der Leerstellencluster-Verteilung in Platin verwendet. Durch Wechsel zwischen breitem und Ein-Mikrometer-Strahldurchmesser zeigt sich, dass der Mikrostrahl für Messungen mit geringem Zeitaufwand reproduzierbar eingestellt werden kann. Nach Umstellen der Ströme am Kondensorzooom von Zwei- auf Drei-Crossoverbetrieb müssen die anderen Systeme, Objektivlinsenstrom I_O , Ziehspannung U^Z und e^+ -Kondensorstrom I_{C+} , überprüft und nachgeregelt werden.

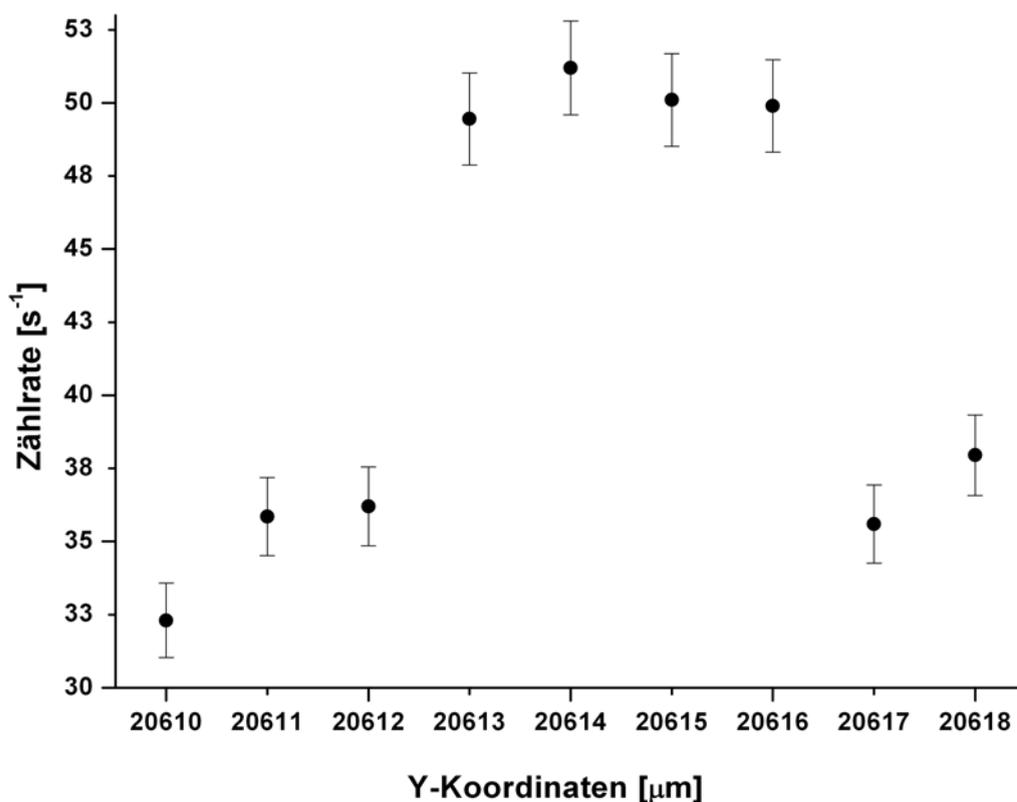


Abbildung 5.8: Linienscan über das 5 μm -Loch: Durch das Loch können vier im Abstand von einem Mikrometer klar abgegrenzte Punkte gemessen werden. Der deutliche Zählratenabfall innerhalb eines Motortisch-Schrittes von einem Mikrometer zeigt, dass der Strahl einen Durchmesser von 1 μm hat.

¹⁶ *Matrixscan*: Durch Angabe der linken oberen und rechten unteren Ecke eines Koordinatenbereiches, wird dieser Bereich mit den angegebenen Abständen zwischen den Punkten zeilenweise gemessen.

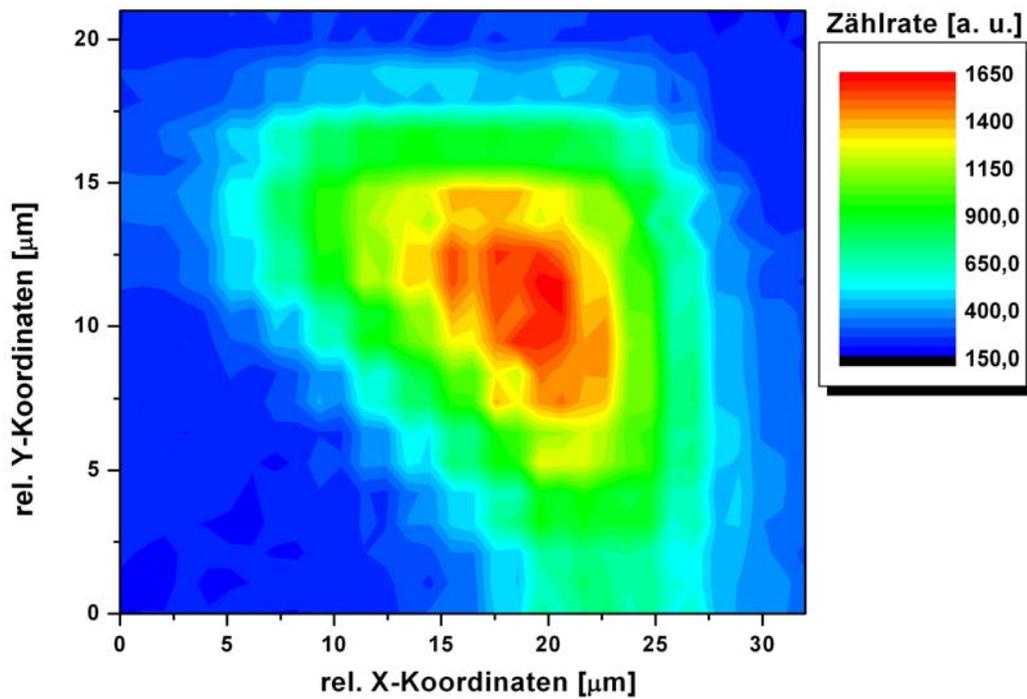


Abbildung 5.9: Abbildung des Dreiecks: Matrixscan über das Dreieck mit einer Schrittweite von einem Mikrometer. Es zeigen sich scharfe Kanten. Zur Veranschaulichung der Dimensionen und des Aussehens sind relative Koordinaten benutzt worden. Zu erkennen ist, dass das Dreieck den Vorgaben (Abb. 4.6) und dem eingeschnittenen Muster (Abb. 4.7) entspricht.

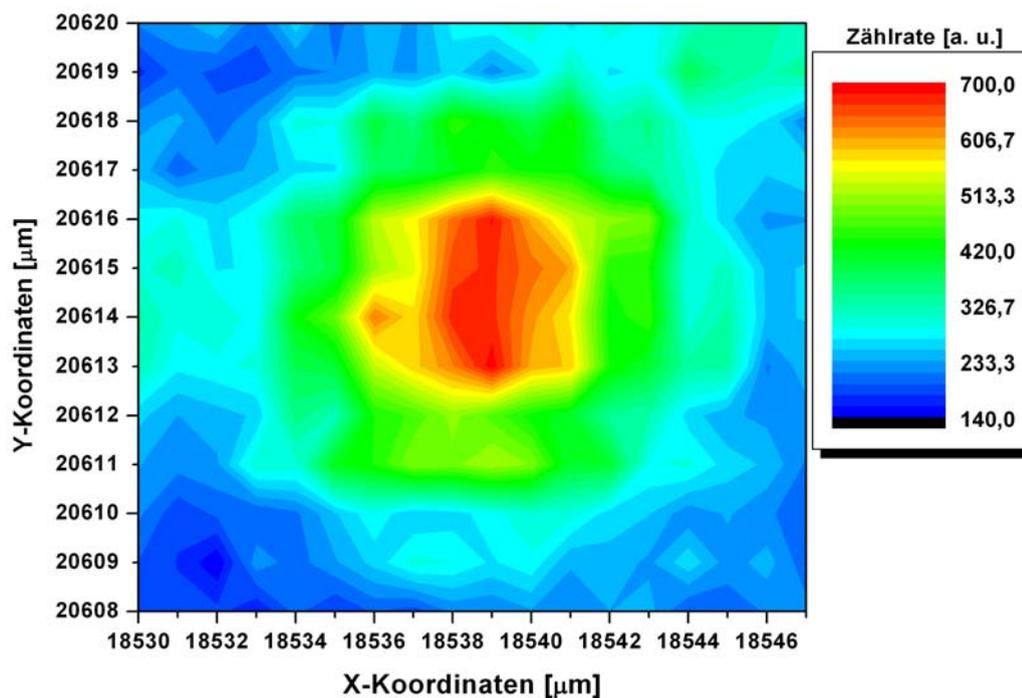


Abbildung 5.10: Abbildung des 5 - μm - Loches: Matrixscan mit einer Schrittweite von einem Mikrometer über das 5 - μm - Loch. Aus den Koordinaten kann der Durchmesser des Loches bestimmt werden und stimmt mit den Vorgaben überein (Abb. 4.6).

6 Messungen und Auswertung zur Leerstellenclusterung in Platin

Die Proben werden in unterschiedlichen Anlassenstadien jeweils in der Einstellung für Normalbetrieb mit Strahldurchmesser von $50\ \mu\text{m}$ und anschließend mit der Einstellung des Mikrostrahls untersucht.

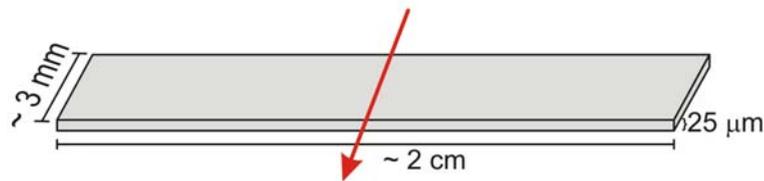


Abbildung 6.1: Messrichtung: Wenn nicht anders angegeben, werden Linienscans mittig quer über die Platinproben gemessen.

Als erstes werden die Einstellungen der Positronen-Mikrosonde auf den 2-Crossover-Betrieb umgestellt (Abb. 5.1). Der Fokus des Positronenstrahls wird an der Molybdän-Fahne eingestellt. Der Strahldurchmesser liegt bei $(50 \pm 1)\ \mu\text{m}$ mit einer Intensität von $(1600 \pm 40)\ \text{s}^{-1}$. Die ausgeheilte Platinreferenzprobe wird zuerst mit dem Motortisch unter dem Strahl verfahren, anschließend das abgeschreckte Platin. Es werden jeweils Linien über die Mitte der Probe gemessen (Abb. 6.1). Zu erkennen ist ein Unterschied von $(3,17 \pm 0,08)\%$ im relativen S-Parameter (Abb. 6.2) zwischen ausgeheilt (rot) und abgeschreckt (blau). Mit der in Kapitel 4.2 beschriebenen Vorgehensweise zur Herstellung der Proben aus Platin ist es gelungen eine hohe Leerstellenkonzentration im Platinstreifen einzufrieren.

Diese Leerstellenkonzentration wird durch Anlassen bei $400\ \text{°C}$ (10 min.) thermisch aktiviert und führt Clusterbildung. Nach dem ersten Anlassen ist der relative S-Parameter um $(0,85 \pm 0,10)\%$ (grün) gegenüber dem abgeschreckten Zustand gesunken. Bereits jetzt ist wegen der Änderung im relativen S-Parameter zu sehen, dass sich die Leerstellen bei der eingestellten Temperatur von $400\ \text{°C}$ durch Diffusion zu kleinen Clustern zusammengeschlossen haben (vgl. Kapitel 2.1). Durch die inhomogene Verteilung der Cluster gibt es Bereiche mit einer hohen Clusterdichte, sowie Bereiche mit niedriger Clusterdichte. Wie sich zeigt, ist dadurch mit dem breiten Positronenstrahl im Mittel eine niedrigere Fehlstellenkonzentration nachzuweisen (vgl. Kapitel 4.1.2).

Nach dem ersten Anlassen wird die Probe mit dem Mikrostrahl untersucht. Der Mikrostrahl wird auf die in Kapitel 5 beschriebene Weise fokussiert.

Der Höhenunterschied zwischen Gold- und Platinoberfläche wird vor dem Schließen der Probenkammer durch die in Kapitel 4.3 beschriebene Widerstandshöhenmessung bestimmt und angeglichen. Dadurch wird gewährleistet, dass der Mikrostrahl korrekt auf

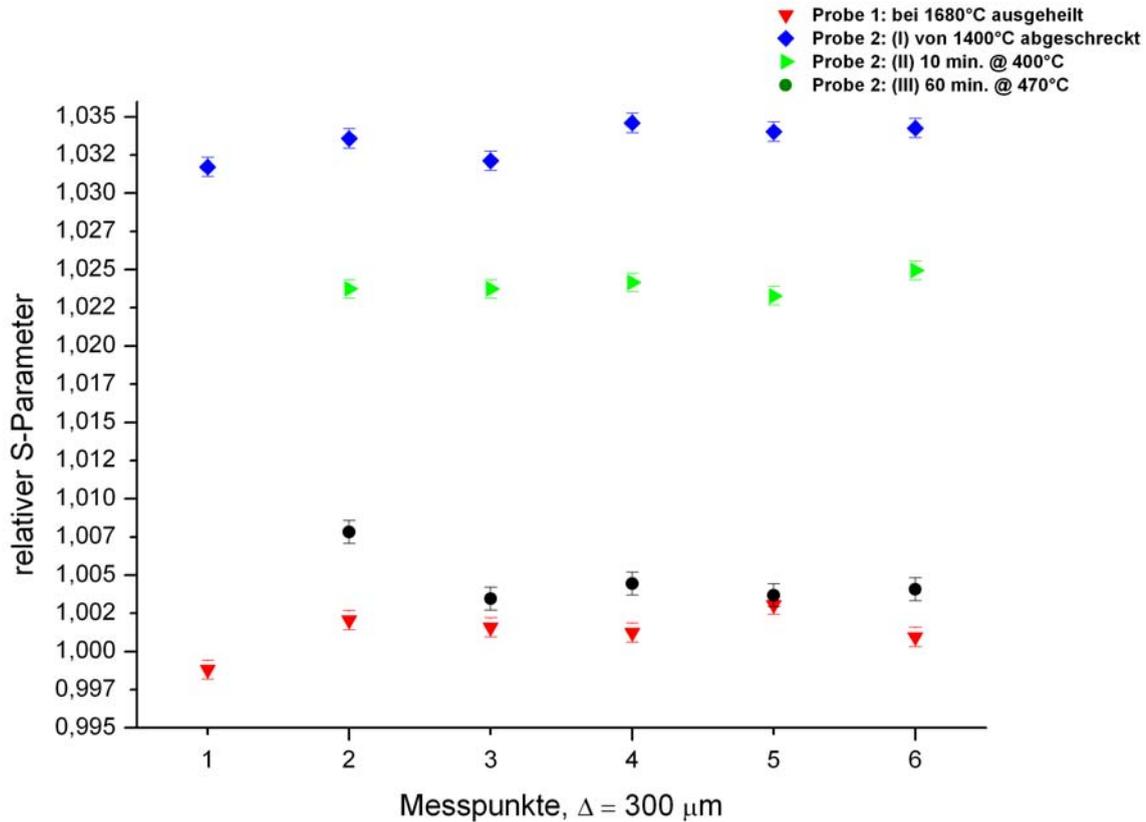


Abbildung 6.2: Übersicht der Messungen mit einem $50 \mu\text{m}$ - Strahl. Nach dem zweiten Anlassen ist nur noch ein geringer Unterschied von $(0,76 \pm 0,12)\%$ im relativen S-Parameter zwischen ausgeheiltem und angelassenem Probe festzustellen.

die Platinoberfläche fokussiert ist. Es werden $20 \mu\text{m}$ mit einem Linienscan in der Mitte der Probe unter dem Strahl abgefahren. Abbildung 6.3 zeigt die aufgenommenen Messwerte. Zum besseren Vergleich mit den vorhergegangenen Messungen des $50 \mu\text{m}$ - Strahls sind in den Graphen deren Mittelwerte (mit statistischer Abweichung) aus Abbildung 6.2 mit gleicher farblicher Kennung eingetragen worden. Die Messwerte des Mikrostrahls liegen im Mittel zwischen den mit dem $50 \mu\text{m}$ - Strahl gemessenen Mittelwerten des abgeschreckten und ersten angelassenen Zustandes.

Bei genauerer Betrachtung ist zu erkennen, dass die Streuung der Messwerte mehr als statistische Abweichung vom Mittelwert der gemessenen Daten ist. Durch die Clusterung bildet sich im Platin eine mikroskopische Struktur. Diese Struktur wird von dem Mikrostrahl im Gegensatz zu dem breiten Strahldurchmesser aufgelöst. Mit einem Strahldurchmesser von $50 \mu\text{m}$ wird hingegen über eine große Anzahl Leerstellencluster gemittelt, so dass diese Strukturen mit diesem nicht nachgewiesen werden können.

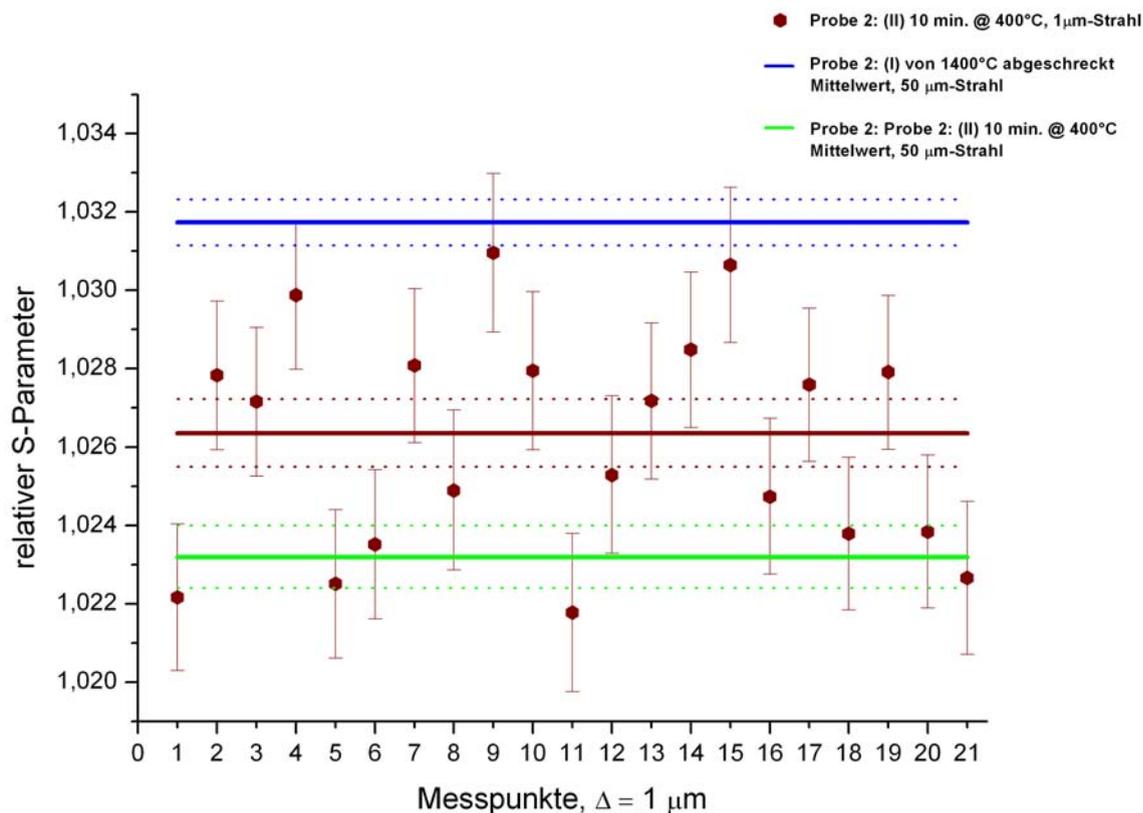


Abbildung 6.3: Vergleich zwischen den Messwerten des Mikrostrahls und den Mittelwerten der Messpunkte des 50 μm -Strahles für den ersten Anlassvorgang. Zu erkennen ist eine große Streuung der Messwerte des Mikrostrahls, die auf eine bessere Strukturauflösung deuten. Im Gegensatz zum Mikrostrahl kann mit dem breiten Strahldurchmesser nur über eine große Anzahl von inhomogen verteilten Clustern gemittelt werden.

Ein erneutes Erhöhen der Temperatur führt zu weiterer Diffusion der Leerstellen und Clusterbildung. Ziel ist es den Unterschied im relativen S-Parameter zwischen angelassener und ausgeheiltem Probe weiter zu verringern, so dass fast alle Leerstellen sich zu Clustern zusammengeschlossen haben.

Nach weiterem Anlassen wird die Probe im Zwei-Crossoverbetrieb mit 50 μm - Strahldurchmesser vermessen. Abbildung 6.2 zeigt die aufgenommenen Daten (schwarz).

Der letzte Anlassprozess bei 470 $^{\circ}\text{C}$ (60 min.) hat dazu geführt, dass nur ein kleiner Unterschied von $(0,76 \pm 0,12)\%$ zwischen ausgeheiltem und angelassenen (schwarz) Probenzustand im relativen S-Parameters zu erkennen ist. Die Clusterung ist soweit fortgeschritten, dass mit dem breiten Positronenstrahl kaum ein Unterschied zwischen der ausgeheilten und der angelassenen Probe festzustellen ist. Im Anschluss an diese Messung mit dem 50 μm - Strahl wird mit dem Mikrostrahl wiederum die Mitte der Probe untersucht. Das Ergebnis der Messung ist in Abbildung 6.4 graphisch dargestellt. Ebenfalls sind zum besseren Vergleich, wie in Abbildung 6.3, die Mittelwerte der Messungen mit 50 μm - Strahl im Graphen eingetragen.

Sehr offensichtlich ist der mit den verschiedenen Strahldurchmessern vermessene geringe Unterschied zwischen den Mittelwerten des angelassenen Zustandes (schwarz und cyan). Die Messwerte mit dem Mikrostrahl zeigen wieder eine große Streuung gegenüber dem Mittelwert des 50 μm - Strahls. Die Messwertstreuung ist vergleichbar mit der vorherigen

Mikrostrahl-Messung aus Abbildung 6.3.

Mit dem Mikrostrahl gelingt es größere Unterschiede im relativen S-Parameter außerhalb statischer Schwankungen vom Mittelwert zu messen (vgl. Abb. 6.4, z.B. Punkt 5, 8 und 20). Dies bestätigt die sehr viel bessere Strukturauflösung des Mikrostrahls gegenüber dem breiten Strahldurchmesser. Mit dem Mikrostrahl kann die in den Platinproben erzeugte Leerstellencluster-Verteilung gut dargestellt werden. Aus der guten Darstellung ist zu schließen, dass sich eine inhomogene Clusterverteilung in einer mit dem $1\ \mu\text{m}$ - Strahl aufzulösenden Größenordnung gebildet haben.

Zum ersten Mal ist es auf diese Weise möglich, Leerstellencluster in einem Festkörper nachzuweisen.

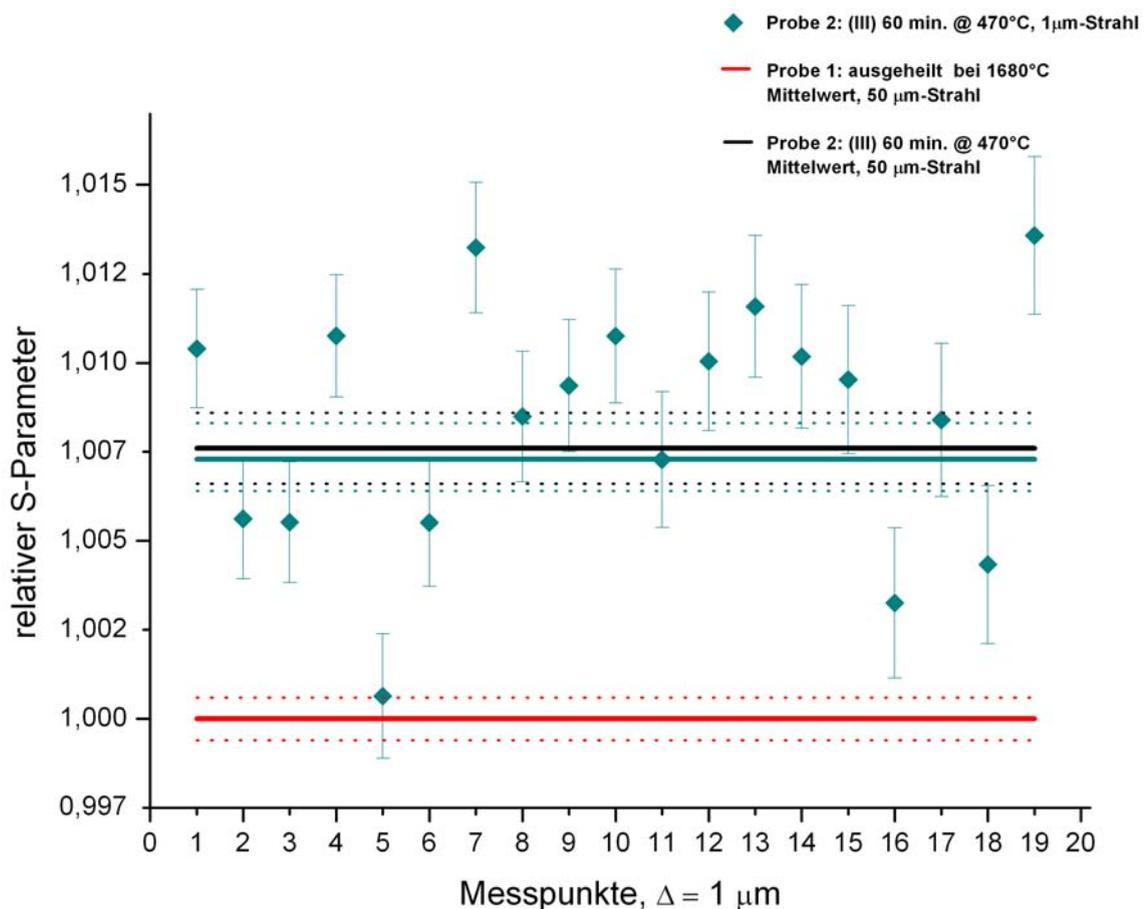


Abbildung 6.4: Vergleich zwischen den Messwerten des Mikrostrahls und den Mittelwerten der Messpunkte des $50\ \mu\text{m}$ -Strahles nach dem zweiten Anlassvorgang. Es zeigt sich wieder eine hohe Streuung der Messwerte mit dem Mikrostrahl und bestätigt die bessere Strukturauflösung gegenüber dem breiten Strahl. Durch die bessere Strukturauflösung ist es gelungen die Leerstellencluster-Verteilung in den Platinproben nachzuweisen.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Gegenstand dieser Arbeit war die Untersuchung der Verteilung von Leerstellenclustern in Platin mit Positronen-Annihilations-Spektroskopie.

Durch Abschrecken hoher Leerstellenkonzentrationen in Platin und anschließendem Anlassen wurde für die Untersuchung eine Leerstellenclusterkonzentration knapp über der Nachweisgrenze erzeugt.

Wegen der vermuteten inhomogenen Verteilung der Leerstellencluster war eine Strahldurchmesseroptimierung an der Bonner Positronen-Mikrosonde auf einen Mikrometer nötig.

Die Platinprobe wurde mit Positronenstrahldurchmessern von 50 μm und 1 μm analysiert. Es zeigte sich, dass bei der Messung mit dem 1 μm - Strahl eine Streuung der Messwerte größer der Standardabweichung zu erkennen ist. Im Gegensatz zu dem 1 μm - Strahl, konnte mit dem 50 μm - Strahl keine Messwertstreuung außerhalb der statistischen Verteilung nachgewiesen werden.

Aus diesem Grund wurde daraus geschlossen, dass sich in der Platinprobe eine inhomogene Verteilung der Leerstellencluster in einer mit dem 1 μm - Strahl aufzulösenden Größenordnung gebildet hatte (Messvolumen: $3 \cdot 10^{-19} \text{ m}^3$).

Es wurde damit zum ersten Mal die Möglichkeit des Einzelfehlstellennachweises eines Sondenverfahrens angewendet.

Durch die höhere Strukturauflösung der Fehlstellendichteverteilung des 1 μm - Strahles können, z.B. einzelne Korngrenzen, Ausscheidungen in Aluminium oder Schraubenversetzungen untersucht werden.

A Technische Daten

	e^- - Betrieb	e^+ - Betrieb
Energiebereich	0,3 - 30 keV	0,5 - 30 keV
Annihilationsereignisse im Photopeak Positronen (Q_1)		1600 s⁻¹ > 10⁴ s⁻¹
Untergrund im Photopeak		1 s ⁻¹
Strahldurchmesser	< 12 nm	1 - 200 μ m
Crossover im Strahlengang	3	2 - 3

Tabelle A.1: Technische Daten der Bonner Positronen-Mikrosonde; Neuerungen sind fettgedruckt. Stand Mai 2008.

Detektor:	BE5030/S;	S/N: b 07145	Aktiver Durchmesser:	80 mm
Kryostat:	7500SL		Aktive Fläche:	5000 mm ²
Vorverstärker:	2101P/SL		Dicke:	32 mm
Energie /[keV]:	122	1332,5		
Auflösung /[eV] (FWHM):	750	1900		

Tabelle A.2: Technische Daten des Germanium-Detektors an der Bonner Positronen-Mikrosonde [Can02]

Spotsize L	K1 /[mA]	K2/[mA]	Spotsize M	K1 /[mA]	K2/[mA]	Spotsize S	K1 /[mA]	K2/[mA]
L1	439,5	1252,1	M1	526,1	1551,5	S1	652,6	1916,1
L2	446,0	1235,9	M2	533,4	1548,6	S2	681,7	1913,1
L3	450,4	1224,9	M3	542,1	1544,2	S3	710,1	1910,9
L4	457,7	1213,5	M4	552,3	1541,3	S4	735,6	1908,8
L5	465,6	1201,4	M5	564,5	1538,3	S5	771,3	1906,6
L6	472,2	1192,6	M6	578,4	1536,1	S6	807,7	1905,1
L7	479,5	1184,5	M7	591,5	1533,2	S7	839,0	1903,6
L8	488,2	1174,2	M8	601,0	1532,4	S8	882,7	1902,9
L9	497,7	1168,4	M9	615,5	1529,5	S9	927,6	1900,7
L10	511,5	1161,8	M10	633,7	1527,3	S10	975,1	1899,9
L11	523,1	1155,2	M11	648,3	1525,1	S11	1031,6	1899,2
L12	536,3	1150,7	M12	667,1	1524,4	S12	1082,6	1897,7
L13	552,3	1144,1	M13	686,8	1522,1	S13	1137,2	1897,6
L14	571,6	1140,5	M14	702,9	1521,4	S14	1213,7	1897,0
L15	587,9	1136,6	M15	721,6	1519,9	S15	1376,6	1895,5
L16	605,3	1133,1	M16	745,8	1518,5	S16	/	/

Tabelle A.3: Eprom-Daten der Stromeinstellungen des Kondensorzooms im Elektronenbetrieb der Mikrosonde

Literaturverzeichnis

- [AM07] ASHCROFT, Neil W. ; MERMIN, David N.: *Festkörperphysik*. 3. Auflage. Oldenbourg, 2007
- [And33] ANDERSON, Carl D.: The positive electron. In: *Phys. Rev.* 43 (1933), Nr. 6, S. 491–494
- [BG97] BEITZ, W. (Hrsg.) ; GROTE, K.-H. (Hrsg.): *Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau*. 19. Auflage. Springer Verlag, 1997
- [BM42] BEHRINGER, R. ; MONTGOMERY, C.G.: The angular distribution of positron annihilation radiation. In: *Phys. Rev.* 61 (1942), S. 222 – 224
- [BM77] BERGENSEN, B. ; MCMULLEN, T.: Positron trapping at dislocations in metals. In: *Sol. Stat. Com.* 24 (1977), S. 421–424
- [BP72] BRANDT, W. ; PAULIN, R.: Positron diffusion in solids. In: *Phys. Rev. B* 5 (1972), S. 2430
- [Can02] CANBERRA: *Broad energy Ge Detector*. 2002. – Datenblatt
- [Cle66] CLEMENT, M.: Analysis of positron beam data by the combined use of the shape- and wing parameters. In: *J. Appl. Phys.* 79 (12) (1966), S. 9029–9036
- [DC71] D. CONNORS, R. W. V. Crisp C. V. Crisp: The effects of vacancies on positron annihilation in cadmium. In: *J. Phys. F: Metal Phys.* 1 (1971), S. 355
- [DCK49] DEBENEDETTI, S. ; COWAN, C. ; KONNEKER, W.: Angular distribution of annihilation radiation. In: *Phys. Rev.* 76 (1949), S. 440
- [DDDVS74] DAUWE, C. ; DORIKENS, M. ; DORIKENS-VANPRAET, L. ; SEEGER, D.: In: *Appl. Phys.* 5 (1974), 117 S.
- [Dir30] DIRAC, P.A.M.: On the annihilation of electrons and protons. In: *Proceedings of the Cambridge Philosophical Society* 26 (1930), S. 361–375
- [EB83] E.M. BELOTTI, et al.: A New Experimental Limit on Electron Stability. In: *Phys. Lett. B* 124 (1983), S. 435
- [Eic06] EICH, P.: Ortsaufgelöste Bestimmung der Schädigung an ermüdetem Karbonstahl. In: *Diplomarbeit* (2006). – Universität Bonn

- [FL86] FISCHER, D.A. ; LYNN, K.G.: High-resolution angle-resolved positron re-emission spectra from metal surfaces. In: *Phys. Rev. B* 33 (1986), Nr. 7, S. 4479
- [FS74] FRANK, W. ; SEEGER, A.: Theoretical foundation and extension of the Trapping Model. In: *Appl. Phys.* 3 (1974), S. 66
- [GHH⁺97] GREIF, H. ; HAAKS, M. ; HOLZWARTH, U. ; TONGBHOYAI, M. ; MAIER, K.: A combined Positron-Microprobe - Scanning Electron Microscope for Positron-Annihilation-Spectroscopy with a spatial resolution in the micron range. In: *Materials Science Forum* 255-257 (1997), S. 641 – 643
- [Gho95] GHOSH, V.J.: Positron implantation profiles in elemental and multilayer systems. In: *Applied Surface Science* 85 (1995), S. 187 – 195
- [Got98] GOTTSTEIN, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer, 1998
- [Haa97] HAAKS, M.: Ortsaufgelöste Positronenspektroskopie an thermisch und/oder mechanisch beanspruchten Werkstoffen. In: *Diplomarbeit* (1997)
- [Haa03] HAAKS, M.: Positronenspektroskopie an Ermüdungsrissen und Spanwurzeln. In: *Dissertation* (2003). – Universität Bonn
- [Haa08] HAAKS, M.: Scanning positron microscopy: Non-destructive imaging of plastic deformation in the micrometer range. In: *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 57 (2008), S. 537
- [HBB⁺99] HAAKS, M. ; BENNEWITZ, K. ; BIHR, H. ; MÄNNIG, U. ; ZAMPONI, C. ; MAIER, K.: Measurements on cracktips in stainless steel AISI 321 by using a new positron microprobe. In: *Applied Surface Science* 149 (1999), S. 207 – 210
- [HEFM08] HAAKS, M. ; EICH, P. ; FINGERHUTH, J. ; MÜLLER, I.: Material Science with Positrons: From Doppler Spectroscopy to Failure Prediction. In: *Adv. Sol. State Phys.* 47 (2008), S. 289
- [HMM89] HÄKKINEN, H. ; MÄKINEN, S. ; MANNINEN, M.: In: *Europhys. Lett.* 9 (1989), 809 ff. S.
- [HMM90] HÄKKINEN, H. ; MÄKINEN, S. ; MANNINEN, M.: In: *Europhys. Lett.* 9 (1990), 12441 ff. S.
- [Joh66] JOHNSON, R.A.: Calculations of small vacancy and interstitial clusters for an fcc lattice. In: *Phys. Rev.* 152 (1966), Nr. 2, S. 629 – 634
- [JW93] JENSEN, K. O. ; WALKER, A.B.: Monte Carlo simulation of the transport of fast electrons and positrons in solids. In: *Surface Science* 292 (1993), S. 83–97
- [Kit83] KITTEL, Charles: *Einführung in die Festkörperphysik*. 6. Auflage. Oldenbourg, 1983

- [LB91] LANDOLDT-BÖRNSTEIN, New S. ; P. EHRHART, H. Schultz H. U. P. Jung J. P. Jung (Hrsg.): *Atomic Defects in Metals*. Bd. III/25. 1991
- [Leo93] LEO, W.R.: *Techniques for Nuclear and Particle Physics Elements*. 2nd revisited ed. Springer New York, 1993
- [LGUS89] LYNN, K.G. ; GRAMSCH, E. ; USMAR, S.G. ; SFERIAZZO, P.: Development of a cone-geometry positron moderator. In: *Appl. Phys. Lett.* 55 (1989), Nr. 1, S. 87–89
- [MAA⁺07] MOBERLYCHAN, W.J. ; ADAMS, D.P. ; AZIZ, M.J. ; HOBLER, G. ; SCHENKEL, T.: Fundamentals of Focused Ion Beam Nanostructural Processing: Below, at, and above the surface. In: *Met. Res. Soc. Bulletin* 32 (2007), S. 424–432
- [Mah61] MAHKOV, A.: In: *Sov. Phys. sol. State* 1 (1961), 1934 S.
- [MGKM07] MAYER, J. ; GIANNUZZI, L.A. ; KAMINO, T. ; MICHAEL, J.: TEM sample preparation and FIB-induced damage. In: *Met. Res. Soc. Bulletin* 32 (2007), S. 400–407
- [Mül06] MÜLLER, Ingo: Vergleich orts aufgelöster zerstörungsfreier Methoden zur Plastizitätsuntersuchung. In: *Dissertation* (2006)
- [Män00] MÄNNIG, Ulrike: Defektuntersuchungen in Festkörpern mit der Bonner-Positronen-Mikrosonde. In: *Dissertation* (2000)
- [MR50] MADANSKY, Leon ; RASETTI, Franco: An Attempt to Detect Thermal Energy Positrons. In: *Phys. Rev.* 79 (1950), S. 397
- [MRS⁺79] MAIER, K. ; REIN, G. ; SAILE, B. ; VALENTA, P. ; SCHAEFER, H.-E.: In: *Proceedings of the fifth International Conference on Positron Annihilation Lake Yamanaka, Japan* (1979). – Lake Yamanaka, Japan
- [Neg08] NEGRINI, C.M.: Strahlenschädigung in Ultraschall-exponiertem Quarzglas. In: *Dissertation* (2008). – Universität Bonn
- [NO80] NIEMINEN, R. M. ; OLIVA, J.: Theory of positronium formation and positron emission at metal surfaces. In: *Phys. Rev. B* 22 (1980), Nr. 5, S. 2226 – 2247
- [PL88] P.J.SCHULTZ ; LYNN, K.G.: Interaction of positron beams with surfaces, thin films, and interfaces. In: *Reviews of Modern Physics* 60, No. 3 (1988), S. 701–781
- [SB87] SCHAEFER, H.-E. ; BANHART, F.: Thermal equilibrium vacancies in Platinum studied by positron annihilation. In: *Phys. stat. sol.* 104 (1987), S. 263–272
- [Sch81] SCHÄFER, H.: In: *Dissertation* (1981). – Universität Stuttgart
- [Sei50] SEITZ, F.: On the formation of dislocations from vacancies. In: *Phys. Rev.* 79 (1950), S. 890 – 891

- [SF83] SMEDSKJAER, L. C. ; FLUSS, M. J.: Experimental methods of positron annihilation for the study of metal defects. In: *Methods of experimental physics* 21 (1983), S. 77
- [Stö98] STÖCKER, Horst: *Taschenbuch der Physik*. 3. Auflage. Verlag Harri Deutsch, 1998
- [Tay64] TAYLOR, Geoffrey I.: Disintegration of water droplets in an electric field. In: *Proceedings of the Royal Society of London, Series A* 280 (1964), Nr. 1382, S. 383 – 397
- [VM07] VOLKERT, C.A. ; MINOR, A.M.: Focussed Ion Beam Microscopy and Micromachining. In: *Met. Res. Soc. Bulletin* 32 (2007), S. 389–399
- [VSHH87] VEHANEN, A. ; SAARINEN, K. ; HAUTOJÄRVI, P. ; HUOMO, H.: Profiling multilayer structures with monoenergetic positrons. In: *Phys. Rev. B* 35 (1987), Nr. 10, S. 4606 – 4610
- [Wes73] WEST, R. N.: Positron studies of condensed matters. In: *Adv. Phys.* 22 (1973), S. 263
- [Wid99] WIDER, T.: Der Einfluß von Versetzungen auf die Positronenzerstrahlung. In: *Dissertation* (1999). – Universität Bonn
- [ZMSM03] ZAMPONI, C. ; MÄNNIG, U. ; STAAB, T. E. M. ; MAIER, K.: Point defects as result of surface deformation on a GaAs wafer. In: *Appl. Phys. Lett.* 83 (2003), Nr. 20, S. 4128 – 4130
- [ZSH⁺04] ZAMPONI, C. ; SONNEBERGER, S. ; HAAKS, M. ; MÜLLER, I. ; STAAB, T.E.M. ; TEMPUS, G. ; MAIER, K.: Investigation of fatigue cracks in aluminium alloys 2024 and 6013 in laboratory air and corrosive environment. In: *Journal of Materials Science* 39 (2004), S. 6951 – 6956

Danksagung

Zuerst gilt mein besonderer Dank Herrn Prof. Dr. Karl Maier. Als seinem Diplomanden kamen mir nicht nur seine ausgezeichnete Betreuung, Tipps und Ideen zu Gute, sondern auch das ausgesprochen gute Arbeitsklima in seiner Arbeitsgruppe. Für Fragen und die damit verbundenen ideenreichen Antworten ist immer Zeit gewesen.

Bei Herrn PD Dr. Reiner Vianden bedanke ich mich für die Übernahme des Koreferates und die netten Unterhaltungen im vergangenen Jahr.

Herzlicher Dank gilt Dr. Matz Haaks für die Anregungen zu meiner Arbeit und den Wissensschatz über die Mikrosonde. Selbst bei großer räumlicher Entfernung konnte ich darauf, in meinem Bestreben einen Mikrostrahl an der Positronen-Mikrosonde einzustellen, zurückgreifen .

PD Dr. Torsten E.M. Staab danke ich für die anregenden Gespräche im Institut und auf Konferenzen.

Frau Hildegard Hodde sei an dieser Stelle noch einmal für die wunderbaren, auf den Objektträgern aufgespannten, Goldfolien gedankt.

Dank gilt dabei auch Prof. Dr. Joachim Mayer und Dr. Mathias Bückins des Gemeinschaftslabors für Elektronenmikroskopie der RWTH Aachen für die schnelle und freundliche Hilfe bei der Erstellung des Musters in der Justiermaske mit ihrem FIB, mit der es möglich gewesen ist, den Mikrostrahl an der Positronen-Mikrosonde einzustellen.

Ich danke den Mitarbeitern der Feinmechanischen Werkstatt und E-Werkstatt für die Bewältigung aller kleinen und großen Aufträge im vergangenen Jahr.

Der gesamten Arbeitsgruppe, einschließlich der Ehemaligen, danke ich für ein unterhaltsames, produktives und abwechslungsreiches Jahr.

Besonderer Dank gilt Patrick Eich und Benedikt Klobes für ihre Hilfe an Mikrosonde und Positronentopf, sowie den kurzweiligen Mittagspausen. Gedankt sei Christian Lenk als bestem Schreibtischnachbarn und den abwechslungsreichen Unterhaltungen. Thorsten Loewenhoff für den Austausch in physikalischen, nicht physikalischen und TEXnischen Fragen und Gesprächen. Marius Wirtz für das gewissenhafte Befüllen des Ge-Detektors und dem morgendlichen Kaffee und Judith Fingerhuth für fachliche, fachfremde und computertechnische Gespräche. An dieser Stelle sei auch allen Korrekturlesern dieser

Arbeit gedankt, die den Fehlerteufel hoffentlich komplett vertrieben haben.

Dank gilt auch allen, die ich in meiner Aufzählung vergessen oder nicht aufgeführt habe. Sie sollen sich hiermit angesprochen und bedankt fühlen.

Meinen Eltern und meinem Bruder sei gedankt für ihre Unterstützung vor, während und auch nach meinem Studium.

Zu guter Letzt gilt ganz besonderer Dank einem lieben und sehr wichtigen Menschen in meinem Leben, meiner Freundin Melanie Fahrendorff für ihre Geduld, Zuneigung und Liebe.

