

FAKULTÄT FÜR PHYSIK DER TECHNISCHEN UNIVERSITÄT MÜNCHEN
LEHRSTUHL FÜR EXPERIMENTALPHYSIK E21

Aufbau einer Anlage zur positroneninduzierten Auger-Elektronenspektroskopie

Benno Straßer

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Physik der Technischen
Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften
genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr. M. Kleber
Prüfer der Dissertation: 1. Univ.-Prof. Dr. K. Schreckenbach
2. Univ.-Prof. Dr. R. Krücken

Die Dissertation wurde am 22.08.2002 bei der Technischen Universität München
eingereicht und durch die Fakultät für Physik am 09.10.2002 angenommen.

Zusammenfassung

Auger-Elektronenspektroskopie (AES) ist eine der gängigsten Methoden in der heutigen Oberflächenanalytik. Die Anregung der untersuchten Probe erfolgt standardmäßig durch Beschuss mit keV-Elektronen oder mit Röntgenstrahlung, wobei innere Atomschalen ionisiert werden. Die dabei erzeugten Löcher werden von Elektronen aus höheren Energieniveaus aufgefüllt, und die Abgabe der freigesetzten Bindungsenergie erfolgt durch Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung oder von Auger-Elektronen. Da die zur Ionisation der Atomschale verwendete Strahlung einen hohen Untergrund durch Sekundärelektronen erzeugt, verfügt konventionelle AES über ein relativ schlechtes Signal-zu-Untergrund-Verhältnis.

Eine neuere, zur Elektronenstoß- oder Photoionisation alternative Anregungsmethode nutzt die Annihilation von niederenergetischen Positronen mit Rumpfelektronen des untersuchten Materials. Da die Energie der eingestrahnten Positronen sehr klein gewählt werden kann, erzeugen sie keinen Sekundärelektronen-Untergrund im höherliegenden Energiebereich des Auger-Signals und verursachen kaum eine Schädigung der untersuchten Probe. Ein weiterer Vorteil der durch Positronen-Annihilation induzierten Auger-Elektronenspektroskopie (PAES) liegt in der höheren Oberflächensensitivität gegenüber konventioneller AES, denn die implantierten Positronen werden an der Oberfläche eingefangen und zerstrahlen fast ausschließlich mit Elektronen der obersten Atomschicht.

PAES wurde erstmals 1987 an der Universität von Texas/Arlington an einem Positronenstrahl mit β^+ -Emitter und nachfolgendem Positronenmoderator durchgeführt. Trotz der begrenzten Strahlintensität konnten A. WEISS et al. die genannten Vorzüge gegenüber konventioneller Auger-Spektroskopie eindrucksvoll demonstrieren. Eine weitere PAES-Anlage wird am Tsukuba Electrotechnical Laboratory (Japan) an einem intensiven Positronenstrahl betrieben, der auf Paarbildung beruht und die Bremsstrahlung eines Linearbeschleunigers ausnutzt.

Am Forschungsreaktor München FRM-II wird derzeit eine intensive, auf Paarbildung basierende Reaktor-Positronenquelle aufgebaut, die eine erwartete Strahlintensität von 10^9 langsamen Positronen pro Sekunde liefert. Eines der ersten geplanten Experimente ist positroneninduzierte Auger-Spektroskopie. In der vorliegenden Arbeit wurde die erforderliche PAES-Anlage aufgebaut und unabhängig vom FRM-II an einem Positronenstrahlensystem mit β^+ -Emitter getestet, dessen Aufbau ebenfalls Inhalt dieser Arbeit ist.

Als β^+ -Emitter diente wahlweise eine kommerzielle ^{22}Na -Quelle oder ^{64}Cu , welches am Forschungsreaktor München FRM durch Aktivierung von natürlichem Kupfer hergestellt wurde. Die hochenergetischen Positronen des β^+ -Emitters werden in einer $1\ \mu\text{m}$ starken Wolfram-Moderatorfolie auf thermische Energien abgebremst und danach auf einige 10 eV beschleunigt. Anschließend werden sie magnetisch durch ein gekrümmtes Strahlrohr zur Auger-Anlage geführt und elektrisch auf die zu untersuchende Probe fokussiert. Zum Nachweis der emittierten Auger-Elektronen dient ein hemisphärischer Energieanalysator. Eine zusätzlich installierte Elektronenkanone gestattet die Durchführung konventionell induzierter Auger-Spektroskopie.

Der Positronenstrahl wurde an verschiedenen Stellen des Strahlsystems überprüft. Die Intensitätsmessung am Ort der Probe ergab, dass unter Verwendung der 5 mCi ^{22}Na -Quelle etwa 10^4 langsame Positronen pro Sekunde auf die Probe treffen. Mit der stärkeren ^{64}Cu -Quelle konnte eine achtmal höhere Strahlintensität erzielt werden. Für die Wolframfolie wurde eine Moderationseffizienz von $6 \cdot 10^{-4}$ ermittelt, was ein guter Wert für metallische Positronenmoderatoren ist. Eine ortsauflösende Messung zeigte, dass der Positronenstrahl einen gleichmäßigen Querschnitt aufweist und sein Durchmesser etwa 6 mm beträgt.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden konventionelle und positroneninduzierte Auger-Spektren an polykristallinem Kupfer gemessen. Da zum Zeitpunkt der PAES-Messungen der Forschungsreaktor FRM bereits endgültig abgeschaltet war, erfolgten sie ausschließlich unter Verwendung der schwächeren ^{22}Na -Quelle. Aufgrund der geringen e^+ -Intensität war das PAES-Signal äußerst schwach und betrug weniger als 10^{-1} Auger-Elektronen, die pro Sekunde in den Eingang des Analysators treffen. Dennoch konnte der untersuchte Auger-Übergang ($\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$) im PAES-Spektrum signifikant beobachtet werden, wodurch insbesondere die Empfindlichkeit der Anlage demonstriert wurde.

Die analoge Messung elektroneninduzierter Auger-Spektren machte deutlich, dass PAES über ein wesentlich besseres Signal-zu-Untergrund-Verhältnis verfügt als konventionelle Auger-Spektroskopie. Messungen an einer mit Adsorbaten bedeckten Probe sowie an einer Probe mit hoher Defektkonzentration ergaben eine merkliche Abnahme des PAES-Signals gegenüber der Messung an einer frisch gereinigten und rekristallisierten Probe.

Nach Inbetriebnahme des neuen Forschungsreaktors FRM-II soll die PAES-Anlage an der intensiven Reaktor-Positronenquelle installiert werden. Die hohe Strahlintensität gestattet stark verkürzte Messzeiten und eröffnet ein weites Feld möglicher Experimente.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|----|
| Einleitung | 6 |
| 1 Positronen in der Festkörperphysik | 8 |
| 1.1 Eigenschaften von Positronen..... | 8 |
| 1.1.1 Entdeckung und fundamentale Eigenschaften..... | 8 |
| 1.1.2 Eigenschaften von Positronen in kondensierter Materie | 8 |
| 1.2 Langsame Positronenstrahlen | 11 |
| 1.2.1 Positronenquellen..... | 12 |
| 1.2.2 Moderation von Positronen..... | 14 |
| 1.2.3 Strahlführung von Positronen | 15 |
| 1.2.4 Beispiel eines langsamen Positronenstrahls: Die intensive Reaktor-Positronenquelle am FRM-II..... | 20 |
| 1.3 Experimente mit Positronen..... | 21 |
| 2 Positronen-Annihilation-induzierte Auger-Elektronenspektroskopie (PAES) .. | 24 |
| 2.1 Grundlagen zur Auger-Spektroskopie | 24 |
| 2.2 PAES im Vergleich zu konventioneller Auger-Elektronenspektroskopie..... | 25 |
| 2.2.1 Untergrund durch Sekundärelektronen..... | 25 |
| 2.2.2 Oberflächensensitivität | 26 |
| 2.2.3 Intensität des Auger-Signals | 28 |
| 3 Experimenteller Aufbau | 29 |
| 3.1 Allgemeines Konzept der Apparatur | 29 |
| 3.2 Vakuumsystem..... | 31 |
| 3.3 β^+ -Emitter..... | 33 |
| 3.3.1 Herstellung und Einschleusung der ^{64}Cu -Quelle..... | 33 |
| 3.3.2 Verwendung der ^{22}Na -Quelle | 34 |
| 3.4 Positronenmoderator | 35 |
| 3.4.1 Moderatorfolie | 35 |
| 3.4.2 Moderator-Halterung | 35 |
| 3.4.3 Glühen der Moderatorfolie | 37 |

| | |
|--|-----------|
| 3.5 Strahlführung | 38 |
| 3.5.1 Beschleunigung der moderierten Positronen | 38 |
| 3.5.2 Magnetischer Strahltransport | 40 |
| 3.5.3 Auskopplung der Positronen aus dem Magnetfeld | 43 |
| 3.5.4 Elektrische Strahlführung auf die Probe | 47 |
| 3.6 Probenhandhabung..... | 50 |
| 3.6.1 Probenpräparation | 50 |
| 3.6.2 Probenhalterung | 51 |
| 3.7 Elektronen-Energieanalysator | 53 |
| 4 Messungen | 55 |
| 4.1 Messung des Positronenstrahls | 55 |
| 4.1.1 Messung nach dem geraden Strahlrohr | 55 |
| 4.1.2 Messung nach dem gekrümmten Strahlrohr | 58 |
| 4.1.3 Messung nach der Fokussierlinse | 63 |
| 4.1.4 Messung in der Analysekammer..... | 66 |
| 4.2 Auger-Messungen | 68 |
| 4.2.1 Allgemeines | 68 |
| 4.2.2 Minimierung des Elektronenuntergrunds | 69 |
| 4.2.3 Konventionelle und positroneninduzierte Auger-Spektren an Kupfer | 70 |
| 5 Diskussion der PAES-Messungen und Ausblick..... | 77 |
| 5.1 Interpretation des Elektronenuntergrunds im Spektrum | 77 |
| 5.2 Intensität des Auger-Signals | 78 |
| 5.3 Einfluss von Gitterfehlern und Adsorbaten | 80 |
| 5.3.1 Einfluss von Gitterfehlern..... | 80 |
| 5.3.2 Einfluss von Adsorbaten | 80 |
| 5.4 Ausblick | 81 |
| Anhang A | 82 |
| Literaturverzeichnis | 86 |
| Danksagung | 89 |

Einleitung

Die zerstörungsfreie Untersuchung kondensierter Materie mit Positronen hat sich in den letzten Jahrzehnten zu einer Standardmethode der Festkörper- und Oberflächenphysik etabliert. Als Antiteilchen des Elektrons ist ein isoliertes Positron im Vakuum stabil, im Festkörper hingegen beträgt seine Lebensdauer nur wenige 100 ps, ehe es dort mit einem Elektron zerstrahlt. Bei der Mehrzahl der Untersuchungsmethoden dient die entstehende Annihilationsstrahlung als Messsignal. So lässt sich die Lebensdauer von Positronen im Festkörper durch Messung der Zeitspanne zwischen Implantation und ausgesandter Annihilationsstrahlung bestimmen. Hieraus ist es möglich, Aussagen über Gitterfehler, wie z. B. die Konzentration atomarer Leerstellen, zu treffen. Die exakte Energie- bzw. Winkelmessung der emittierten Annihilationsphotonen erlaubt hingegen Rückschlüsse auf die Impulsverteilung der Festkörperelektronen, mit denen die Positronen zerstrahlen.

Neben der Annihilationsstrahlung als Messsignal ist es auch möglich, Informationen über die mit Positronen bestrahlte Probe zu erhalten, indem das Energiespektrum von rückgestreuten Positronen oder freigesetzten Sekundärelektronen untersucht wird. Ein weiteres Verfahren, bei dem nicht die Annihilationsstrahlung detektiert wird, ist die durch Positronen-Annihilation induzierte Auger-Elektronenspektroskopie (PAES). Diese relativ neue Methode besitzt wesentliche Vorzüge gegenüber konventioneller Auger-Elektronenspektroskopie (AES), bei der die Probe mit Röntgenstrahlung oder mit keV-Elektronen beschossen wird. Hierdurch werden Rumpfelektronen aus inneren Schalen durch Foto- bzw. Stoßionisation entfernt, was den eigentlichen Auger-Effekt auslöst: das Loch in der inneren Schale wird durch ein Elektron aus einem höheren Energieniveau aufgefüllt. Dieser Vorgang kann statt über Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung auch strahlungsfrei erfolgen. Die überschüssige Bindungsenergie wird dabei auf ein weiteres Elektron aus einer äußeren Schale übertragen, so dass dieses Auger-Elektron das Atom mit einer für das jeweilige Element charakteristischen Energie verlässt.

Ein Nachteil der klassischen Anregungsmechanismen liegt darin, dass der primäre Röntgen- oder Elektronenstrahl einen beträchtlichen Untergrund an Sekundärelektronen produziert, welcher in einem konventionellen Auger-Spektrum mehrfach höher ist als das eigentliche Auger-Signal. 1987 wurde an der Universität von Texas in Arlington von A. WEISS et al. nachgewiesen, dass der Auger-Prozess auch durch Bestrahlung mit niederenergetischen Positronen initiiert werden kann [1], da diese mit einigen Prozent Wahrscheinlichkeit mit Elektronen aus *inneren* Schalen annihilieren und so Löcher in

der Atomhülle erzeugen. Im Gegensatz zur klassischen Anregung können die Positronen mit Energien von wenigen eV eingeschossen werden, weshalb sie keinen Sekundärelektronen-Untergrund im höherliegenden Energiebereich der Auger-Elektronen produzieren. Somit verfügt PAES über ein viel besseres Signal-zu-Untergrund-Verhältnis als konventionell induzierte Auger-Elektronenspektroskopie. Ein weiterer Vorteil von PAES gegenüber klassischer AES liegt in der wesentlich höheren Oberflächensensitivität, da die Mehrzahl der implantierten Positronen mit Elektronen aus der obersten Atomlage zerstrahlt.

Trotz der genannten Vorzüge ist die Auger-Spektroskopie mit Positronen wegen der geringen Intensität verfügbarer Positronenstrahlen noch sehr beschränkt. Herkömmliche Systeme verwenden radioaktive β^+ -Emitter als Positronenquelle und liefern etwa 10^5 langsame Positronen pro Sekunde. Wegen des generellen Bedarfs intensiverer Positronenstrahlen werden weltweit Anstrengungen unternommen, hochintensive Quellen und Strahlsysteme zu entwickeln. Neuere Konzepte benutzen dabei den Paarbildungsmechanismus. Für die benötigte hochenergetische γ -Strahlung kann z. B. Bremsstrahlung von Elektronen-Linearbeschleunigern (LINACs) verwendet werden, die in einem geeigneten Target zu Elektron-Positron Paaren konvertiert. Am neuen Forschungsreaktor FRM-II der Technischen Universität München wird derzeit eine auf Paarbildung basierende, intensive Reaktor-Positronenquelle aufgebaut, wobei die erforderliche γ -Strahlung durch den Einfang thermischer Neutronen in ^{113}Cd produziert wird. Die erzeugten Positronen werden im Konversionstarget abgebremst und anschließend elektrisch auf die gewünschte Energie beschleunigt. Die erwartete Strahlintensität liegt bei etwa 10^9 langsamen Positronen pro Sekunde. Umfangreiche Vorarbeiten zu diesem Projekt wurden am Forschungsreaktor München FRM unter Mitwirkung des Verfassers durchgeführt [2,3,4]. Eines der ersten geplanten Experimente an der hochintensiven Positronenquelle am FRM-II ist die in der vorliegenden Arbeit beschriebene, durch Positronen induzierte Auger-Elektronenspektroskopie.

Ziel dieser Arbeit war es, die für den Positronenstrahl am FRM-II geplante PAES-Anlage aufzubauen und zu testen. Um die Apparatur zunächst unabhängig von der Reaktor-Positronenquelle und bereits vor deren Fertigstellung im Labormaßstab zu erproben, wurde im Rahmen dieser Arbeit zudem ein langsamer Positronenstrahl mit β^+ -Emitter aufgebaut [5].

Kapitel 1

Positronen in der Festkörperphysik

1.1 Eigenschaften von Positronen

1.1.1 Entdeckung und fundamentale Eigenschaften

Das Positron wurde 1929 von DIRAC als Antiteilchen des Elektrons postuliert [6]. 1932 entdeckte ANDERSON [7] in einer Nebelkammer die Spur eines durch kosmische Strahlung erzeugten, positiven Teilchens mit Elektronenmasse. Es stellte sich heraus, dass dieses Teilchen dem von DIRAC postulierten Positron entsprach. Das Positron hat eine Ruhemasse von $511 \text{ keV}/c^2$ und eine dem Elektron entgegengesetzte Ladung von $+1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$. Der Spin des Positrons ist wie beim Elektron $\frac{1}{2}$, und sein magnetisches Moment von $-9,2848 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2$ ist dem des Elektrons entgegengesetzt. Als isoliertes Teilchen im Vakuum besitzt das Positron eine Lebensdauer von $\tau > 2 \cdot 10^{21} \text{ a}$ und ist somit stabil.

1.1.2 Eigenschaften von Positronen in kondensierter Materie

Streuung, Thermalisierung

Wenn Positronen vom Vakuum auf einen Festkörper treffen, können sie auf unterschiedliche Weise mit ihm wechselwirken. Ein Teil der Positronen wird von der Oberfläche elastisch reflektiert oder inelastisch gestreut, wobei Sekundärelektronen ausgelöst werden können. Positronen, die in den Festkörper eindringen, werden dort innerhalb weniger Pikosekunden auf thermische Energien ($E_{\text{th}} = \frac{3}{2} k_B T \approx 0,04 \text{ eV}$ bei $T = 300 \text{ K}$) abgebremst. Der Energieverlust im Festkörper lässt sich dabei durch zwei aufeinanderfolgende Prozesse beschreiben [8]: innerhalb 10^{-15} s nach dem Eindringen in den Festkörper werden die Positronen auf Energien von ca. 10 eV abgebremst, indem sie Atome ionisieren, Rumpf- und Valenzelektronen anregen oder Exzitonen erzeugen. Unterhalb 10 eV verlieren die Positronen weiter Energie durch Phononen- oder Plasmonenanregung und sind nach einigen 10^{-12} s vollständig thermalisiert. Der

Abbremsvorgang ist somit wesentlich schneller als die Lebensdauer im entsprechenden Material, welche typischerweise 10^{-10} s beträgt.

Wie weit die Positronen bis zu ihrer Thermalisierung in den Festkörper eindringen können, hängt von der Einschussenergie und der Dichte des Materials ab. Für Implantationsenergien im Bereich $0,15 \text{ MeV} < E < 0,8 \text{ MeV}$ kann die mittlere Eindringtiefe mit der Formel

$$\bar{z}(E) \approx \frac{0,407 \cdot g / \text{cm}^2}{\rho} \cdot (E / \text{MeV})^{1,38}$$

(E : Einschussenergie in MeV; ρ : Massendichte des Materials)

angenähert werden [9]. Als Beispiel seien schwere Metalle wie Wolfram oder Platin erwähnt: bei Einschussenergien im oben genannten Bereich liegt die mittlere Eindringtiefe zwischen $15 \mu\text{m}$ und $150 \mu\text{m}$.

Diffusion, Trapping

Nachdem die Positronen thermische Energien erreicht haben, diffundieren sie durch das Material bis zu ihrer Zerstrahlung. Typische Werte für Diffusionslängen im Festkörper liegen bei einigen 100 nm . Auf ihrem Diffusionsweg können die Positronen auf Haftstellen treffen und dort eingefangen werden. Dieses sogenannte *Trapping* findet an Gitterfehlern wie Leerstellen oder Leerstellenagglomeraten, Korngrenzen und Versetzungen statt.

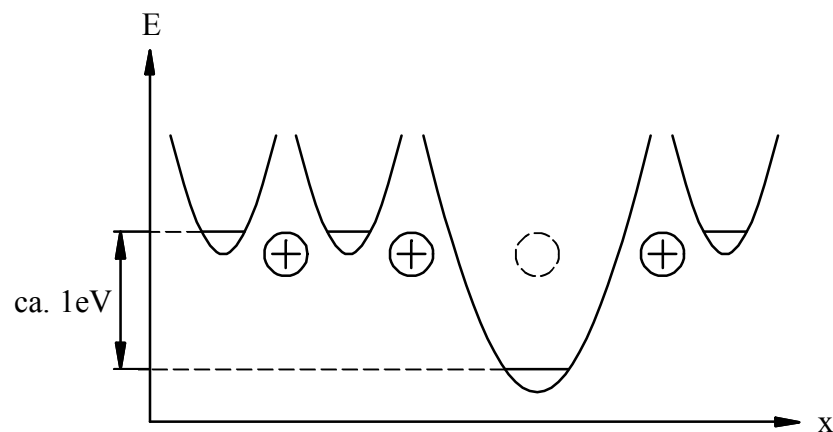


Abb. 1.1: Schematischer Potentialverlauf im Bereich einer atomaren Leerstelle. Das Potential in der Leerstelle ist um etwa 1 V tiefer als im ungestörten Kristall, weshalb das Positron gebunden bleibt, bis es zerstrahlt.

Als Beispiel soll eine Leerstelle im metallischen Festkörper betrachtet werden: Da ein positiver Atomrumpf fehlt, ist die Leerstelle negativ bezüglich ihrer Umgebung geladen. Das Potential des Positrons ist deshalb am Ort der Leerstelle um etwa 1 V tiefer als im ungestörten Kristallgitter (Abb. 1.1). Das Positron kann diese Potentialmulde aufgrund seiner thermischen Energie nicht verlassen und bleibt gebunden, bis es annihiliert. Wegen der geringeren Elektronendichte ist die mittlere Lebensdauer in Leerstellen länger als auf Zwischengitterplätzen im ungestörten Kristall.

Gelangt ein Positron während seiner Diffusion zur Oberfläche des Festkörpers, so kann es in einem sogenannten *Oberflächenzustand* eingefangen werden. Dieser wird durch ein Minimum des Gesamtpotentials an der Oberfläche verursacht, welches vom Korrelationspotential des Positrons hervorgerufen wird (vgl. Abschnitt 2.2.2).

Annihilation

Wenn ein Elektron mit einem Positron zerstrahlt, wird die gesamte beteiligte Masse in Strahlungsenergie umgewandelt. Bei der Annihilation eines ruhenden Elektron-Positron-Paares werden im Schwerpunktsystem zwei γ -Quanten mit einer Energie von jeweils $m_e c^2 = 511 \text{ keV}$ in genau entgegengesetzte Richtungen emittiert. Die Annihilation von Elektron und Positron kann auch unter Emission von drei γ -Quanten erfolgen. Dieser Prozess ist jedoch weniger wahrscheinlich und um den Faktor der Feinstrukturkonstante $\alpha \approx \frac{1}{137}$ unterdrückt. Für geringe Schwerpunktsenergien ist die mittlere Positronenlebensdauer umgekehrt proportional zur lokalen Elektronendichte n_e am Ort des Positrons [10]:

$$\frac{1}{\tau_{e^+}} = \pi r_0^2 c n_e \propto n_e$$

($r_0 = e^2 / m_e c^2$: klassischer Elektronenradius; c : Vakuumlichtgeschwindigkeit)

Positronium

Unter gewissen Bedingungen kann ein Positron mit einem Elektron einen wasserstoffähnlichen Bindungszustand eingehen, der als Positronium (Ps) bezeichnet wird. Je nachdem, ob der Spin des Elektrons parallel oder antiparallel zum Spin des Positrons orientiert ist, wird zwischen Ortho- und Parapositronium unterschieden. Die Bildungswahrscheinlichkeiten von Ortho- und Parapositronium stehen zueinander im Verhältnis 3:1. Im Vakuum ist die mittlere Lebensdauer des Ortho-Ps ($\tau = 142 \text{ ns}$) etwa 1000 mal länger als die des Para-Ps ($\tau = 125 \text{ ps}$). Beim Zerfall des Para-Ps werden zwei γ -Quanten emittiert, wogegen der Zerfall von Ortho-Ps unter Aussendung von drei γ -Quanten erfolgt. Die Bildung von Positronium ist in Gasen und in Isolatoren möglich. Wegen der Abschirmwirkung der Leitungselektronen kann bei Metallen Positronium nur auf der Oberfläche gebildet werden.

Reemission

Erreicht ein thermalisiertes Positron während seiner Diffusion die Oberfläche des Festkörpers, so kann es diesen unter Umständen wieder verlassen und ins Vakuum reemittiert werden. Voraussetzung ist, dass das entsprechende Material eine für Positronen negative Austrittsarbeit besitzt. Diese Eigenschaft weisen insbesondere verschiedene Metalle auf. Aus dem Zusammenspiel der repulsiven Wirkung der Ionenrümpfe, der attraktiven Wirkung der Leitungselektronen und der sogenannten Dipolbarriere, welche durch die endliche Aufenthaltswahrscheinlichkeit von Leitungselektronen außerhalb der Oberfläche verursacht wird, kann eine für Positronen negative oder positive Austrittsarbeit resultieren. Als Beispiel für Metalle mit negativer Austrittsarbeit seien Nickel (-1,0 eV), Wolfram (-2,9 eV) oder Platin (-1,9 eV) genannt¹ [8]. Wegen $\vec{F} = -\text{grad}(\phi)$ sind die Positronen beim Übergang in das Vakuum bestrebt, ihre potentielle Energie $E_{pot} = e \cdot \phi$ möglichst schnell abzubauen, weshalb die Reemission senkrecht zur Oberfläche erfolgt. Die kinetische Energie, mit der die Positronen den Festkörper verlassen, entspricht dabei der negativen Austrittsarbeit. Allerdings verursacht die thermische Bewegung der Positronen vor ihrer Reemission eine gewisse Energieunschärfe. Aus demselben Grund ist die senkrechte Emissionscharakteristik geringfügig gestört: der Austritt der Positronen erfolgt innerhalb einer schmalen, zur Oberfläche senkrechten „Emissionskeule“. Die Halbwertsbreite der Winkelverteilung beträgt etwa 10° bei einer Temperatur von 300 K [8]. Es ist auch möglich, dass die in den Festkörper implantierten Positronen bereits vor ihrer vollständigen Thermalisierung zur Oberfläche gelangen und als schnelle oder epithermische Positronen nahezu isotrop emittiert werden. Die Reemission thermalisierter Positronen wird speziell bei der Positronenmoderation ausgenutzt, welche in Abschnitt 1.2.2 erläutert wird.

1.2 Langsame Positronenstrahlen

Grundsätzlich gibt es zwei Möglichkeiten, Positronen zu gewinnen: aus β^+ -emittierenden Radionukliden oder aus dem Paarbildungsprozess². In beiden Fällen erstreckt sich das Energiespektrum der erzeugten Positronen über einen weiten Bereich, mit Maximalenergien von wenigen 100 keV bis zu einigen MeV. Im Gegensatz dazu wird für die Untersuchung von Festkörperoberflächen und oberflächennaher Bereiche meist ein monoenergetischer Positronenstrahl mit frei einstellbarer Energie von wenigen 10 eV bis zu einigen 10 keV benötigt. Es ist also erforderlich, die primär erzeugten Positronen möglichst effizient abzubremsen, weshalb derartige Strahlsysteme neben der eigentli-

¹ Bei Einkristallen hängt der exakte Wert der Positronenaustrittsarbeit – ebenso wie für Elektronen – von der räumlichen Orientierung der Kristalloberfläche ab.

² Positronen entstehen auch beim Zerfall elementarer Teilchen wie μ^+ . Allerdings müssten diese erst produziert werden, was viel aufwendiger wäre als die direkte Erzeugung von Positronen.

chen Positronenquelle einen sogenannten Positronenmoderator besitzen. Dort werden die primären Positronen thermalisiert und danach auf die gewünschte Energie beschleunigt und durch ein Strahlführungssystem zum Experiment geleitet.

1.2.1 Positronenquellen

β^+ -Emitter

Der positive β -Zerfall tritt bei neutronenarmen Kernen auf, wobei sich ein Proton gemäß $p \rightarrow n + e^+ + \nu_e$ in ein Neutron verwandelt. Die bei der Umwandlung freigesetzte Energie verteilt sich auf das Positron und das Neutrino, weshalb die emittierten Positronen ein kontinuierliches Energiespektrum aufweisen, das sich von Null bis zur Maximalenergie erstreckt (Abb. 1.2). Ein zum β^+ -Zerfall konkurrierender Prozess ist der Elektroneneinfang, bei dem gemäß $p + e^- \rightarrow n + \nu_e$ ein Elektron aus der Atomhülle eingefangen wird. Das Verhältnis der β^+ -Zerfälle zur Gesamtzahl der Kernumwandlungen wird deshalb als Positronenausbeute eines Radionuklids bezeichnet.

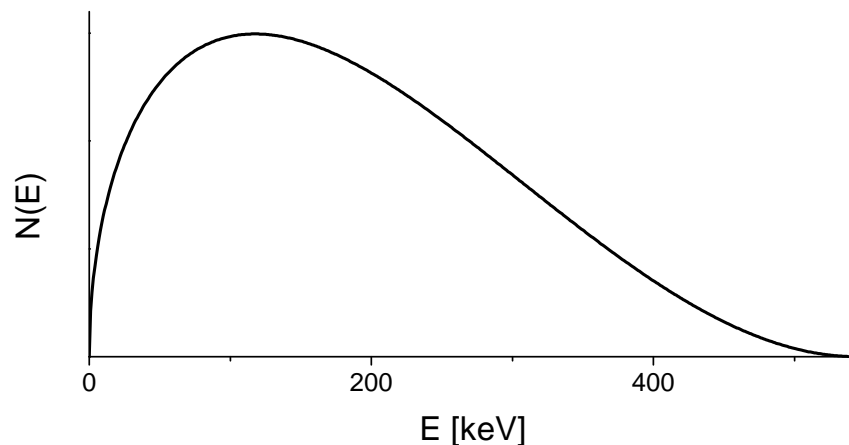


Abb. 1.2: β^+ -Spektrum von ^{22}Na . Das kontinuierliche Energiespektrum der produzierten Positronen erstreckt sich von Null bis zur Maximalenergie, die bei ^{22}Na 544 keV beträgt.

Als Positronenquelle kommt prinzipiell jeder β^+ -Emitter in Frage. Allerdings bestehen gewisse Anforderungen an die Halbwertszeit: zu kurzlebige Nuklide müssen oft ausgetauscht werden und die Halbwertszeit muss im Experiment berücksichtigt werden, falls die Aktivität währenddessen merklich abnimmt. Sehr langlebige Nuklide weisen dagegen eine zu geringe spezifische Aktivität auf. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden ^{22}Na und ^{64}Cu als Positronenquellen eingesetzt.

Mit $T_{1/2} = 2,62$ a besitzt ^{22}Na eine günstige Halbwertszeit und ist wegen seiner hohen Positronenausbeute (90 %) ein idealer β^+ -Emitter. Außerdem verfügt ^{22}Na über eine

weitere wichtige Eigenschaft: unmittelbar nach dem β -Zerfall wird ein γ -Quant der Energie 1,28 MeV emittiert, welches bei Messungen der Positronenlebensdauer als Startsignal genutzt werden kann. Die Herstellung von ^{22}Na mit der Kernreaktion $^{24}\text{Mg}(d,\alpha)^{22}\text{Na}$ ist jedoch aufwendig und teuer. Im Gegensatz dazu kann das Isotop ^{64}Cu kostengünstig gemäß $^{63}\text{Cu}(n_{\text{th}},\gamma)^{64}\text{Cu}$ durch Bestrahlung von ^{63}Cu (natürliche Häufigkeit 68 %) mit thermischen Neutronen hergestellt werden. Allerdings ist die Quelle mit $T_{1/2} = 12,7$ h relativ kurzlebig und besitzt nur eine geringe Positronenausbeute von 19 %.

Positronen durch Paarbildung

Treffen hochenergetische γ -Quanten auf Materie, so kann die Strahlungsenergie gemäß $\gamma \rightarrow e^- + e^+$ in Masse umgewandelt werden. Wegen des Energieerhaltungssatzes $E = mc^2$ findet der Paarbildungsprozess erst ab γ -Energien von 1,022 MeV statt, was der Summe der Ruheenergien von Elektron und Positron entspricht. Bei Photonenenergien oberhalb 1,022 MeV wird die überschüssige Energie als kinetische Energie auf das Elektron und das Positron übertragen. Da sie sich auf beliebige Weise verteilen kann, besitzen die erzeugten Elektronen und Positronen ein kontinuierliches Energiespektrum. Wegen der Impulserhaltung kann Paarbildung nur im Coulomb-Feld eines Atomkerns oder auch eines Elektrons erfolgen. Für γ -Energien unter 20 MeV ist der Wirkungsquerschnitt für Paarbildung ungefähr $\sigma \propto Z^2$, weshalb sie bevorzugt in schweren Elementen auftritt [11].

Positronenstrahlensysteme, die vom Paarbildungsmechanismus Gebrauch machen, unterscheiden sich hauptsächlich durch die Produktion der benötigten γ -Strahlung. Zumeist wird die Bremsstrahlung von Elektronen-Linearbeschleunigern (LINACs) verwendet, wobei hochenergetische Elektronen in einem geeigneten Target abgebremst werden. Weil die dabei eingebrachte Energie zu einer starken Erwärmung führt, ist eine aufwendige Kühlung des Bremstargets nötig. Wegen des gepulsten Betriebs von Linearbeschleunigern unterliegen entsprechende Positronenstrahlen ebenfalls einer Pulsung. Eine derartige Positronenquelle wird am Lawrence Livermore National Laboratory (USA) betrieben. Mit einer Strahlintensität von ca. 10^9 langsamen e^+/s liefert sie zur Zeit den weltweit intensivsten Positronenstrahl [12]. Für die Entwicklung noch intensiverer Positronenquellen stellt die Verwendung von Synchrotronstrahlung ein vielversprechendes Konzept dar. Hierbei soll die gebündelte γ -Strahlung aus den Undulatoren großer Speicherringe zur Paarbildung ausgenutzt werden; derzeitige Synchrotron-Strahlungsquellen liefern allerdings noch nicht die erforderlichen γ -Energien.

Am neuen Forschungsreaktor FRM-II der Technischen Universität München wird eine intensive Reaktor-Positronenquelle aufgebaut. Der Paarbildungsprozess wird dabei von γ -Strahlung ausgelöst, die beim Einfang thermischer Neutronen in ^{113}Cd entsteht. Eine genauere Beschreibung dieser Quelle erfolgt in Abschnitt 1.2.4.

1.2.2 Moderation von Positronen

Das Energiespektrum der durch β -Zerfall oder Paarbildung erzeugten Positronen erstreckt sich über einen weiten Bereich. Für die Untersuchung von Festkörperoberflächen wird aber ein monoenergetischer Strahl langsamer Positronen mit variabler Energie benötigt. Zur Herstellung eines derartigen Strahls wäre es prinzipiell möglich, die Positronen einer bestimmten Energie mit Geschwindigkeitsfiltern vom Gesamtspektrum abzutrennen. Die Effizienz einer solchen Anordnung wäre aber verschwindend klein, da der größte Teil der erzeugten Positronen verloren ginge. Langsame Strahlsysteme nutzen deshalb den in Abschnitt 1.1.2 beschriebenen Effekt der Reemission: die primär erzeugten, schnellen Positronen werden in Materialien implantiert, die eine für Positronen negative Austrittsarbeit aufweisen. Hierbei werden sie auf thermische Energien abgebremst („*moderiert*“) und diffundieren mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit an die Oberfläche. Von dort können sie den Festkörper wieder verlassen und werden ins Vakuum emittiert, wobei ihre Energie der Austrittsarbeit des Materials entspricht. Als Standardmoderator in langsamen Strahlsystemen hat sich vor allem Wolfram ($\phi^+ = -2,9 \text{ V}$) durchgesetzt.

Bei ihrer Diffusion im Moderatorkristall können die Positronen auf Gitterfehler treffen und dort eingefangen werden. Hierdurch reduziert sich die Zahl der Positronen, die den Moderator wieder verlassen, erheblich. Dieselbe Auswirkung haben oberflächliche Verunreinigungen wie Adsorbate, denn auch sie können Positronen einfangen. Vor ihrem Einsatz müssen metallische Moderatoren deshalb im Hochvakuum oberhalb der Rekristallisationstemperatur ausgeglüht werden. Hierbei werden Gitterfehler ausgeheilt, Verunreinigungen ausgeschieden und schädliche Adsorbate von der Oberfläche abgedampft.

Die Güte eines Positronenmoderators wird durch seine Moderationseffizienz beschrieben. Sie ist definiert als das Verhältnis der Zahl der Positronen, die den Moderator vollständig thermalisiert mit der Austrittsarbeit verlassen, zur Zahl der in den Moderator eingestrahlten primären Positronen. Mit metallischen Moderatoren lassen sich Effizienzen von 10^{-4} bis 10^{-3} realisieren [8]. Dieser Wert mag gering erscheinen und besagt, dass der größte Teil der implantierten Positronen den Moderator nahezu ungehindert passiert oder in ihm zerstrahlt. Trotzdem liegt hierbei die Effizienz um fünf bis sechs Größenordnungen über der eines Geschwindigkeitsfilters [8]. Seit einiger Zeit werden zur Positronenmoderation auch aufgefrorene Edelgasschichten aus Neon oder Krypton eingesetzt. Sie besitzen eine höhere Effizienz als metallische Moderatoren, aber der technische Mehraufwand entsprechender Strahlsysteme ist beträchtlich. Eine neue Entwicklung stellen sogenannte feldunterstützte Halbleitermoderatoren dar. Hierbei wird versucht, die im Moderator thermalisierten Positronen durch Anlegen eines elektrischen Feldes gezielt an die Oberfläche zu führen.

Die Moderation von Positronen kann in Reflexions- oder in Transmissionsgeometrie erfolgen. Bei Reflexionsmoderatoren wird ausgenutzt, dass ein Teil der implantierten Positronen zur Eintrittsfläche zurück diffundiert und von dort den Moderator verlässt.

Transmissionsmoderatoren nützen Positronen, die den Moderator durchqueren und die gegenüberliegende Seite erreichen.

Die durch β -Zerfall oder Paarbildung erzeugten Positronen werden unter Umständen bereits im Material moderiert, in dem sie entstehen. Dieser als *Selbstmoderation* bezeichnete Vorgang wird vor allem in Paarbildungsquellen technisch genutzt: hier dient oft das Konversionstarget, in welchem die γ -Strahlung zu e^-e^+ -Paaren konvertiert, gleichzeitig als Positronenmoderator.

1.2.3 Strahlführung von Positronen

Nach ihrer Thermalisierung verlassen die Positronen den Moderator mit einheitlicher Energie, die seiner Austrittsarbeit entspricht. Sie können nun durch geeignete elektrische oder magnetische Felder zu einem Strahl geformt und zum Experiment geleitet werden. Eine Beschleunigung der Positronen auf die gewünschte Energie erfolgt in der Regel mit elektrostatischen Feldern³, wogegen der Transport des Strahls und seine Abbildung auf die zu untersuchende Probe magnetisch oder elektrostatisch geschehen kann.

Elektrostatische Strahlführung

Analog zur Lichoptik werden zur Fokussierung von Teilchenstrahlen rotationssymmetrische elektrische Linsen verwendet. Diese bestehen im einfachsten Fall aus zwei elektrisch leitenden Rohren auf unterschiedlichem Potential, die durch einen schmalen Spalt voneinander getrennt sind (Abb. 1.3). Das Potential an der Rohrwand ändert sich abrupt, wogegen der Potentialsprung auf der Rohrachse verschmiert ist und wegen des gegenseitigen Feldeingriffs über eine Distanz erfolgt, die ungefähr dem Rohrdurchmesser entspricht. In Abb. 1.3 ist der Verlauf der Äquipotentialflächen und die fokussierende Wirkung einer solchen *Immersionslinse* auf einen von links eintreffenden Positronenstrahl dargestellt. Solange sich die Positronen im linken Rohrabschnitt befinden, ist die Radialkomponente des elektrischen Feldes \vec{E} (welches stets senkrecht zu den Äquipotentialflächen verläuft) zur Rohrachse hin gerichtet. Es wirkt also eine Kraft zur Rohrmitte, was einer Fokussierung des Strahls entspricht⁴. Im rechten Rohrabschnitt ist die radiale Feldkomponente nach außen gerichtet, und der Strahl wird defokussiert. Da die Positronen beim Durchlaufen der Potentialstufe beschleunigt werden, sind sie dem fokussierenden Einfluss länger ausgesetzt als dem defokussierenden. Die Immersionslinse wirkt deshalb insgesamt als Sammellinse. Entsprechende Überlegungen zeigen, dass dies auch für verzögernde Immersionslinsen zutrifft. Soll

³ Wegen der geringen Energie langsamer Positronenstrahlen kommen Hochfrequenzbeschleuniger nur selten in Betracht.

⁴ Es lässt sich zeigen, dass die Stärke der radialen Feldkomponente linear mit dem Abstand zur optischen Achse zunimmt, weshalb außermittige Strahlen stärker gebrochen werden als achsnahe Strahlen. Dieses Verhalten entspricht der geometrischen Lichoptik und ist Voraussetzung einer teilchenoptischen Abbildung mit elektrischen Linsen.

ein Teilchenstrahl fokussiert werden, ohne dabei die Geschwindigkeit der Teilchen zu ändern, so müssen zwei Immersionslinsen „in Reihe geschaltet“ werden. Man erhält dadurch drei Rohrabschnitte, wobei sich der erste und der letzte Rohrabschnitt auf demselben elektrischen Potential befinden. Die Länge des mittleren Rohrabschnitts entspricht ungefähr dem Rohrdurchmesser. Diese als *Einzellinse* bezeichnete Anordnung kann insgesamt fokussierend oder defokussierend wirken.

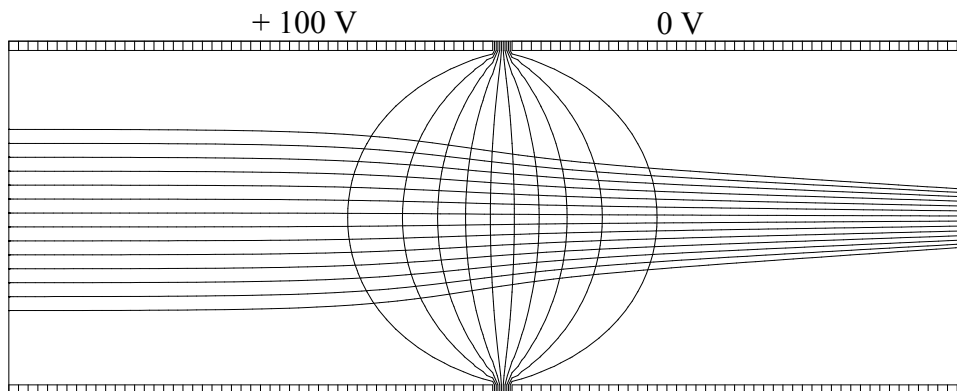


Abb. 1.3: Fokussierende Wirkung einer elektrischen Immersionslinse auf einen von links einlaufenden Positronenstrahl (Startenergie 30 eV).

Werden mehrere fokussierende Linsen in Reihe geschaltet, so erfährt der Strahl jedes Mal eine Brechung zur Rohrachse *hin* und wird dadurch im Bereich der Rohrmitte gehalten. Bei richtiger Dimensionierung der Brennweiten und Linsenabstände können Teilchenstrahlen so über weite Distanzen geführt werden.

Zur Beschleunigung oder Verzögerung eines Teilchenstrahls ohne gleichzeitige Fokussierung werden häufig elektrische Drahtgitter verwendet. Der Feldverlauf zwischen zwei benachbarten Gittern gleicht dem in einem Plattenkondensator, wobei sich die Teilchen längs der Feldlinien bewegen. Aufgrund der begrenzten Transmission führt der Einsatz von Drahtgittern aber zu Intensitätseinbußen. Die Beschleunigung kann auch ohne Gitter erfolgen, falls der zu durchlaufende Potentialsprung sukzessive auf mehrere Rohrabschnitte verteilt wird. Das elektrische Feld wirkt dann vorwiegend in axialer Richtung und eine ungewollte Fokussierung wird weitgehend vermieden.

Die Lenkung des gesamten Teilchenstrahls in eine beliebige Richtung erfolgt elektrostatisch meist mit zwei gekreuzten Plattenkondensatoren, welche der Strahl senkrecht zur Feldrichtung durchfliegt. Solche Ablenkeinheiten werden beispielsweise verwendet, um eine Probe in zwei Dimensionen ortsauflösend mit dem Strahl „abzutasten“.

Magnetische Strahlführung

Geladene Teilchen lassen sich am einfachsten mit magnetischen Solenoidfeldern über weite Distanzen transportieren. Hierfür wird das evakuierte Rohr, durch das der Strahl geführt werden soll, mit isoliertem Draht umwickelt. Beim Anlegen eines Gleichstroms wirkt im Innern des Strahlrohrs ein homogenes Magnetfeld in axialer Richtung, welches dem einer langen Spule entspricht⁵. Tritt ein geladenes Teilchen in dieses Feld ein, so bewegt es sich unverändert längs der Magnetfeldlinien, falls sein Geschwindigkeitsvektor \vec{v} parallel zu den Feldlinien ist. Wenn das Teilchen unter einem schrägen Winkel ins Magnetfeld eintritt, besitzt es eine Geschwindigkeitskomponente v_{\parallel} in Richtung der Feldlinien und eine dazu senkrechte Komponente v_{\perp} . Letztere veranlasst das Teilchen zur Bewegung auf einer Kreisbahn mit dem Radius

$$r = \frac{m v_{\perp}}{e B}$$

und der Umlauffrequenz

$$\omega = \frac{e B}{m} ,$$

welche auch Zyklotronfrequenz genannt wird. Da sich das Teilchen wegen v_{\parallel} gleichzeitig entlang der Magnetfeldlinien bewegt, ergibt sich insgesamt eine Spiralbahn, auf der das Teilchen durchs Strahlrohr „gyriert“. Der Weg, den das Teilchen während einer Umdrehung in Strahlrichtung zurücklegt, wird als *Gyrationslänge* bezeichnet.

Auch im inhomogenen Magnetfeld kann ein geladenes Teilchen gyrieren und dabei den Magnetfeldlinien folgen. Wegen des gekrümmten Feldverlaufs beschreibt das Teilchen nun die Bahn einer gebogenen Spirale (Abb. 1.4). Voraussetzung ist, dass sich das Magnetfeld nicht zu abrupt ändert. Bleibt der Vektor \vec{B} innerhalb weniger Gyrationslängen in Betrag und Richtung nahezu konstant, so spricht man von *adiabatischer Strahlführung*. Wenn p_{\parallel} und p_{\perp} die momentanen Impulskomponenten eines Teilchens bezüglich des lokalen Magnetfelds \vec{B} beschreiben, dann lassen sich folgende adiabatische Invarianten der Bewegung aufstellen:

$$r^2 \cdot B = \text{const.}, \quad B = |\vec{B}|$$

$$\frac{p_{\perp}^2}{B} = \text{const.}$$

Die erste Gleichung folgt aus der Erhaltung des Drehimpulses und beschreibt die Invarianz des von der Teilchenbahn eingeschlossenen magnetischen Flusses. Nimmt die lokale Magnetfeldstärke B ab, so vergrößert sich der Radius r der Gyrationsspirale. Die zweite Gleichung besagt, dass sich das Quadrat der transversalen Impulskompo-

⁵ Natürlich muss das Strahlrohr aus nichtmagnetischem Material sein, da sonst das Magnetfeld abgeschirmt und nicht ins Innere des Strahlrohrs eindringen würde.

nente proportional zum Magnetfeld verhält. Sie folgt aus der ersten Gleichung zusammen mit der Äquivalenz von Lorentz- und Zentralkraft.

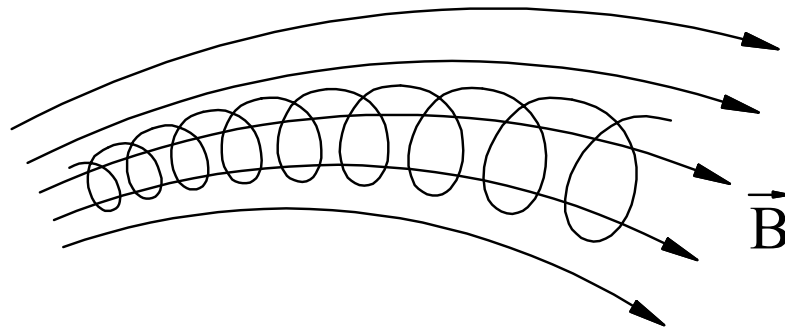


Abb. 1.4: Adiabatische Gyrationbewegung eines geladenen Teilchens im inhomogenen Magnetfeld. Das Gyrationzentrum des Teilchens folgt dem gekrümmten Verlauf der Magnetfeldlinien. Der von der Teilchenbahn umschlossene magnetische Fluss bleibt konstant.

Die Tatsache, dass geladene Teilchen im Falle adiabatischer Strahlführung den gekrümmten Magnetfeldlinien folgen, wird insbesondere beim Strahltransport durch ein gekrümmtes Rohr genutzt. Dieses wird wieder mit isoliertem Draht umwickelt, wodurch ein gebogener Solenoid entsteht, dessen Feldlinien parallel zur Strahlrohrachse verlaufen.⁶ Aus geometrischen Gründen ist die Wicklungsdichte auf der Konkavseite höher als auf der Konvexseite, weshalb die Magnetfeldstärke über den Strahlrohrquerschnitt einen Gradienten aufweist. Die Trägheit der Teilchen und der Feldgradient bewirken, dass der Strahl nicht genau den Feldlinien folgt, sondern auf dem Weg durchs Strahlrohr einen Versatz erleidet. Die Geschwindigkeit \vec{v}_d , mit der das Gyrationzentrum eines Teilchens von den Feldlinien abdriftet, lässt sich berechnen [13]:

$$\vec{v}_d = \frac{v_{\parallel}^2 + \frac{1}{2}v_{\perp}^2}{\omega \cdot R} \cdot \frac{\vec{R} \times \vec{B}}{R \cdot B}$$

Hierbei ist \vec{R} der Radiusvektor vom Krümmungsmittelpunkt der entsprechenden Feldlinie zum Ort des Gyrationzentrums. Die zum lokalen Magnetfeld \vec{B} parallele Geschwindigkeitskomponente v_{\parallel} beschreibt die Translationsgeschwindigkeit des Gyrationzentrums entlang der Feldlinie. Der Versatz, um den das Teilchen beim Durchlaufen eines Strahlrohr-Kreisbogens mit dem Sektorwinkel α abdriftet, ist demnach

$$s = \frac{2\pi \cdot R \cdot \alpha}{360^\circ} \cdot \frac{v_d}{v_{\parallel}}$$

⁶ Der Krümmungsradius des Rohrs darf nicht zu klein gewählt werden, da sich sonst die Richtung von \vec{B} zu schnell ändert und die Bedingung für adiabatische Strahlführung nicht mehr gewährleistet ist.

In längeren Rohrabschnitten kann die Krümmungsdrift dazu führen, dass der Strahl gegen die Rohr-Innenwandung trifft. Um den Strahlversatz auszugleichen, ist es notwendig, das gebogene Strahlrohr mit magnetischen Kompensationsspulen zu versehen. Dies geschieht am einfachsten mit langgestreckten „Sattelspulen“, die entsprechend Abb. 1.5 längs des Strahlrohrs verlegt werden. Durch die Kombination von zwei gekreuzten Spulenpaaren wirken auf der Strahlrohrachse die Korrekturfelder \vec{B}_x und \vec{B}_y , welche senkrecht zueinander und senkrecht zur Strahlrichtung \vec{z} verlaufen. \vec{B}_x und \vec{B}_y sind normalerweise wesentlich schwächer als das eigentliche Transportfeld \vec{B}_z und addieren sich vektoriell zu diesem. Die Richtung des resultierenden Gesamtfelds \vec{B} ist dann nicht mehr parallel zur Strahlrohrachse, sondern weicht geringfügig ab. Dadurch ist es möglich, den Strahl in beliebiger Richtung zu justieren und den von der Krümmungsdrift verursachten Strahlversatz auszugleichen.

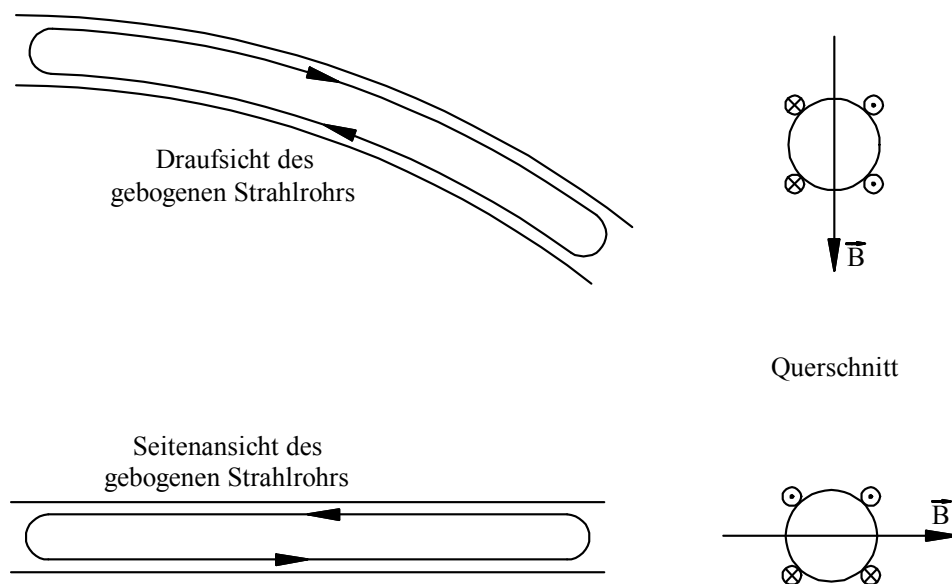


Abb. 1.5: Schematische Darstellung der Korrekturfeldspulen eines horizontal gebogenen Strahlrohrs zur Kompensation der Krümmungsdrift.

Die Korrekturfelder \vec{B}_x und \vec{B}_y sind auch geeignet, das magnetische Erdfeld ($B_E \approx 10 \mu T$) zu kompensieren. Sein Einfluss darf beim Strahltransport über längere Distanzen nicht unterschätzt werden, weshalb in magnetisch geführten Strahlssystemen auch die geradlinigen Strahlrohre mit entsprechenden Kompensationsspulen ausgestattet sind. Natürlich kann das magnetische Erdfeld auch mit weichmagnetischen Materialien wie μ -Metall abgeschirmt werden.

In vielen Strahlführungssystemen wird der Strahl adiabatisch auf die zu untersuchende Probe fokussiert. Dabei wird ausgenutzt, dass die Magnetfeldlinien zusammenlaufen, wenn das Transportfeld zur Probe hin steigt. Dies kann z. B. durch einen Solenoid mit

zunehmender Wicklungsdichte realisiert werden. Die Teilchen folgen den zusammenlaufenden Feldlinien, wodurch eine Fokussierung eintritt. Außerdem nimmt bei steigender Feldstärke der Gyrationradius ab ($r^2 \cdot B = \text{const.}$), was die Fokussierung zusätzlich unterstützt.

1.2.4 Beispiel eines langsamen Positronenstrahls:

Die intensive Reaktor-Positronenquelle am FRM-II

Am neuen Forschungsreaktor München FRM-II wird derzeit eine intensive Quelle langsamer Positronen aufgebaut, die auf einem Konzept von B. KRUSCHE und K. SCHRECKENBACH [14] beruht und den Einfang thermischer Neutronen in ^{113}Cd ausnutzt. Die verwendete Kernreaktion $^{113}\text{Cd}(n_{\text{th}}, \gamma)^{114}\text{Cd}$ besitzt einen hohen Einfangquerschnitt ($\sigma_{n,\gamma} = 26000$ barn), wobei die Neutronen-Bindungsenergie von 9,05 MeV in Form einer γ -Zerfallskaskade abgegeben wird. Pro eingefangenen Neutron werden im Mittel 2,3 γ -Quanten mit Energien oberhalb 1,5 MeV emittiert. Die produzierte γ -Strahlung trifft auf ein Platin-Target, in welchem sie durch Paarbildung zu e^-e^+ -Paaren konvertiert. Aufgrund seiner hohen Kernladungszahl besitzt Platin einen großen Paarbildungs-Wirkungsquerschnitt ($\sigma \propto Z^2$) und eignet sich daher als Konversionstarget. Außerdem ist es ein effizienter Positronenmoderator, weshalb die erzeugten hochenergetischen Positronen bereits im Platin thermalisiert werden und sich ein weiterer Moderator erübrigt.

Die grundlegende Geometrie der Reaktor-Positronenquelle ist in Abb. 1.6 dargestellt [15]. Der gesamte Aufbau befindet sich in einem Neutronen-Strahlrohr des FRM-II, welches in der Nähe des Reaktorkerns mündet. Die Spitze des Aluminium-Strahlrohrs ist mit einer Kappe aus Cadmium (\varnothing 110 mm, Länge 95 mm) ausgekleidet, in der die thermischen Reaktorneutronen eingefangen werden. Ein großflächiger Kontakt zum Strahlrohr stellt sicher, dass die im Cadmium freigesetzte Wärme optimal an das umgebende Schwerwasser im Reaktortank abgegeben wird. Innerhalb der γ -emittierenden Cadmiumkappe befinden sich stirnseitig eine kreisrunde Platinfolie und mehrere, hintereinander angeordnete Platinringe. Die Stärke der ausgeglühten Platinelemente ist der mittleren Austrittstiefe der erzeugten Positronen angepasst und beträgt 125 μm . Die einzelnen Elemente befinden sich auf unterschiedlichen elektrischen Potentialen, wodurch die emittierten Positronen aus der Platinstruktur extrahiert und zu einem Strahl geformt werden. Um die Positronenausbeute zu optimieren, wurde der gesamten Platinstruktur eine möglichst große Oberfläche verliehen. Dabei musste jedoch beachtet werden, dass die Trajektorien der extrahierten Positronen nicht von nachfolgenden Platinelementen unterbrochen werden [16].

Nach ihrer elektrischen Extraktion werden die Positronen weiter beschleunigt und magnetisch zu einer Remoderationsstufe außerhalb des Neutronenstrahlrohrs geführt, welche zur Verbesserung der Strahleigenschaften dient. Danach durchlaufen sie eine Strahlweiche und werden zum jeweiligen Experiment geleitet. Unter Berücksichtigung des am FRM-II verfügbaren Neutronenflusses und der verschiedenen Konversionsfak-

toren wird eine Strahlintensität von ungefähr 10^9 remodierten Positronen pro Sekunde erwartet.

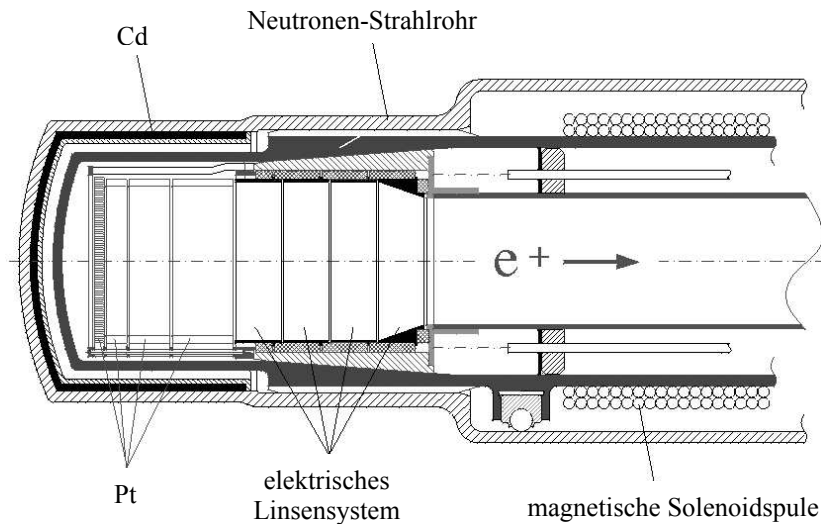


Abb. 1.6: Schnitt durch das Quellteil der intensiven Reaktor-Positronenquelle am FRM-II. Die durch Paarbildung erzeugten Positronen werden elektrostatisch aus der Platinstruktur extrahiert und magnetisch zu einer Remoderationsstufe geleitet.

1.3 Experimente mit Positronen

Im folgenden sollen einige Methoden zur Untersuchung von Festkörpern und Oberflächen mit Positronen vorgestellt werden. Ein Vorteil aller Verfahren ist, dass die untersuchten Proben dabei nicht zerstört werden. Die Methode der Auger-Elektronenspektroskopie mit Positronen, welche Inhalt der vorliegenden Arbeit ist, wird in Kapitel 2 genauer erläutert.

Lebensdauermessung

Die Annihilationswahrscheinlichkeit eines thermalisierten Positrons im Festkörper ist proportional zur lokalen Elektronendichte. Bei der Diffusion durch den Festkörper können Positronen in Gitterfehlern wie Leerstellen, Hohlräumen, Versetzungen oder Korngrenzen eingefangen werden. Da die Elektronendichte dort geringer ist als auf Zwischengitterplätzen im ungestörten Kristall, weisen die eingefangenen Positronen eine niedrigere Annihilationsrate auf. Die mittlere Positronenlebensdauer ist also ein Maß für die Defektkonzentration eines Festkörpers. Zur Bestimmung der Lebensdauer

wird die Zeitspanne zwischen der Implantation eines Positrons in die Probe und der daraufhin ausgesandten Annihilationsstrahlung gemessen. Werden die Positronen aus einer ^{22}Na -Quelle ohne zusätzlichen Moderator in die Probe implantiert, so kann als Startsignal das 1,28 MeV- γ -Quant dienen, welches direkt nach dem β -Zerfall emittiert wird. In gepulsten Strahlsystemen kann die Pulsstruktur als Startinformation ausgenutzt werden. Die erforderliche Zeitauflösung wird mit BaF_2 -Detektoren oder organischen Szintillatoren erreicht, die eine kurze Abklingzeit für das durch γ -Quanten erzeugte Szintillationslicht aufweisen.

Ortsauflösende Lebensdauermessung

Durch Variation der Einschussenergie kann die Implantationstiefe der Positronen in eine Probe verändert werden. Dadurch ist es möglich, Tiefenprofile der Defektkonzentration zu messen. An der Universität der Bundeswehr München wurde ein Raster-Positronenmikroskop aufgebaut [17]. Hierbei wird die Probe von einem Positronenstrahl mit 2 μm Durchmesser abgetastet, was eine mikroskopische Defektanalyse der Probenoberfläche in lateraler Richtung ermöglicht.

Winkelkorrelation der Annihilationsquanten

Bei der Annihilation eines Elektron-Positron-Paares werden im Schwerpunktsystem zwei γ -Quanten in genau entgegengesetzte Richtungen emittiert. Im Laborsystem gilt dies nur, falls ein ruhendes Elektron mit einem ruhenden Positron zerstrahlt. Die Energie der Elektronen im Festkörper erstreckt sich aber bis hoch zur Fermi-Energie von etwa 10 eV. Für den Impuls der ausgesandten Annihilationsquanten gilt daher:

$$\vec{p}_{\gamma_1} + \vec{p}_{\gamma_2} = \vec{p}_{e^-} + \vec{p}_{e^+} \approx \vec{p}_e$$

Der Impuls des thermalisierten Positrons kann vernachlässigt werden, da seine Energie ($E_{\text{th}} = \frac{3}{2} k_B T \approx 0,04 \text{ eV}$) klein ist verglichen mit der Energie des zerstrahlten Elektrons. Der Impuls des Elektrons kann in eine longitudinale Komponente p_L und eine transversale Komponente p_T zur Emissionsrichtung der γ -Quanten zerlegt werden. Letztere ist dafür verantwortlich, dass der Winkel zwischen den Annihilationsphotonen geringfügig von 180° abweicht. Die gestörte Emissionsrichtung enthält also Informationen über die Impulsverteilung der Elektronen im Festkörper. Für kleine Winkelabweichungen θ von 180° gilt:

$$\theta \approx \frac{p_T}{m_0 c}$$

Die Annihilationsstrahlung wird meistens mit einem festen und einem um die Probe drehbaren γ -Detektor in Koinzidenz gemessen, wobei durch Kollimatoren ein enger Winkelbereich ausgeblendet wird. Um erforderliche Winkelauflösungen von etwa 1 mrad zu erreichen, muss der Abstand der Detektoren einige Meter betragen.

Doppler-Verschiebung der Energie der Annihilationsquanten

Die zur γ -Emissionsrichtung longitudinale Impulskomponente p_L des zerstrahlten Elektrons bewirkt eine Doppler-Verschiebung in der Energie der Annihilationsquanten. Dabei wird das eine Photon mit der Energie $511 \text{ keV} + \Delta E$ und das andere mit $511 \text{ keV} - \Delta E$ ausgestrahlt, wobei

$$\Delta E = \frac{c}{2} \cdot p_L \quad .$$

Für Elektronen, die mit einer kinetischen Energie von 10 eV mit einem Positron zerstrahlen, ist die zu messende Doppler-Verschiebung ΔE kleiner als $1,5 \text{ keV}$. Zum Nachweis der γ -Strahlung werden deshalb Germanium-Detektoren mit hoher Energieauflösung benötigt.

Kapitel 2

Positronen-Annihilation-induzierte Auger-Elektronenspektroskopie (PAES)

2.1 Grundlagen zur Auger-Spektroskopie

Der Auger-Effekt wurde 1923 bei Experimenten zur Ionisation von Edelgasen durch Röntgenstrahlung entdeckt [18]. Ausgangspunkt für den Auger-Prozess ist ein unbesetztes Niveau in einer inneren Elektronenschale. Ein solches „Loch“ kann durch innere Konversion, K-Einfang, Photoeffekt oder durch Elektronen- und Ionenbeschuss entstehen, aber auch durch Annihilation des Rumpfelektrons mit einem Positron. Das unbesetzte Niveau wird durch ein Elektron aus einer höheren Schale aufgefüllt. Die freigesetzte Bindungsenergie kann entweder als Röntgenquant abgestrahlt oder auf ein weiteres Elektron aus einer äußeren Schale übertragen werden, welches das Atom als Auger-Elektron mit einer für das jeweilige Element charakteristischen Energie verlässt. Bei leichten Elementen oder kleinen Bindungsenergien der beteiligten Elektronen erfolgt die Energieabgabe des angeregten Atoms fast ausschließlich durch den strahlungslosen Auger-Prozess. Erst für Übergangs-Energien oberhalb 10 keV dominiert die Energieabgabe durch charakteristische Röntgenstrahlung [19]. Das Resultat eines Auger-Übergangs ist ein zweifach ionisiertes Atom, wobei die zurückbleibenden Löcher Ausgangspunkt für weitere Auger-Prozesse sein können. Generell sind nur Übergänge erlaubt, bei denen der Anfangs- und der Endzustand in den Quantenzahlen L, S, J und in der Parität P übereinstimmen [19], so dass

$$\Delta L = \Delta S = \Delta J = 0 \quad \text{und} \quad P_{\text{vor}} = P_{\text{nach}} \quad \text{gilt.}$$

Die Nomenklatur der Auger-Übergänge folgt der Bezeichnung der beteiligten Haupt- und Unterschalen. Sie entspricht allgemein der Form „ WXY “, wobei W die Schale des primären Lochs darstellt und X die Schale des Elektrons, welches das Loch auffüllt. Y bezeichnet die Schale des beim Übergang emittierten Auger-Elektrons. Seine kinetische Energie beträgt

$$E(WXY) = E(W) - E(X) - E(Y) - \Delta E(XY) \quad ,$$

wobei $E(W)$, $E(X)$, $E(Y)$ den Bindungsenergien der beteiligten Elektronen im neutralen Atom entspricht und $\Delta E(XY)$ den Anstieg der Bindungsenergie des Y -

Elektrons aufgrund des X -Lochs beschreibt. Findet der Auger-Prozess im Festkörper statt, so ist die Energie zusätzlich um die Austrittsarbeit der Auger-Elektronen aus dem jeweiligen Material reduziert.

Die Breite der Auger-Linien ist bei Spektren an freien Atomen (Gas-Spektren) im wesentlichen durch die natürliche Linienbreite des primären Lochzustands bestimmt und beträgt bei Bindungsenergien einiger 100 eV typischerweise 0,1 eV bis 1 eV, was Lebensdauern der Größenordnung 10^{-15} s entspricht. Allgemein gilt, dass Löcher in schwach gebundenen Schalen längere Lebensdauern aufweisen als in stark gebundenen Schalen, weshalb Auger-Übergänge mit abnehmender Bindungsstärke geringere Linienbreiten besitzen [20]. Eine Ausnahme stellen sogenannte *Coster-Kronig-Übergänge* dar, bei denen das primäre Loch gemäß W_iW_jY von einem Elektron aus derselben Hauptschale aufgefüllt wird (z. B. L_1L_2M). Aufgrund des starken Überlapps der Wellenfunktionen erfolgt ein entsprechender Übergang mit hoher Wahrscheinlichkeit, sofern er energetisch möglich ist. Dies äußert sich in relativ kurzen Lebensdauern, weshalb die zugehörigen Linienbreiten mehrere eV betragen können.

Im Gegensatz zum freien Atom befinden sich die Elektronen eines Festkörpers nicht in scharfen Energieniveaus, sondern in Bändern, die für schwach gebundene Elektronen mehrere eV breit sein können. Insbesondere Auger-Übergänge, an denen das Valenzband („ V “) beteiligt ist, sind deshalb zusätzlich verbreitert. Bei Übergängen der Form WVV können beide Valenzelektronen aus einem beliebigen Niveau innerhalb des Bandes stammen, so dass die Linienverbreiterung der doppelten Valenzbandbreite entspricht. Die emittierten Auger-Elektronen können beim Verlassen des Festkörpers zusätzlich Energie durch inelastische Streuprozesse verlieren, was in Festkörperspektren eine weitere Aufweitung der Auger-Peaks zur niederenergetischen Seite verursacht.

2.2 PAES im Vergleich zu konventioneller Auger-Elektronenspektroskopie

2.2.1 Untergrund durch Sekundärelektronen

Bei konventioneller Auger-Elektronenspektroskopie (AES) wird die zu untersuchende Probe meist durch Röntgenstrahlung oder durch den Beschuss mit keV-Elektronen angeregt. Die Energie der eingestrahlten Quanten muss prinzipiell höher sein als die Bindungsenergie der durch Photo- oder Stoßionisation entfernten Rumpfelektronen und liegt damit auch oberhalb der Energie der ausgelösten Auger-Elektronen. Demzufolge erzeugt der primäre Röntgen- oder Elektronenstrahl im Bereich der Auger-Energien

einen beträchtlichen Untergrund an Sekundärelektronen, welcher mehrfach höher ist als das eigentliche Auger-Signal.

Im Gegensatz zu konventioneller AES werden bei PAES die Löcher in inneren Schalen durch Annihilation der Rumpfelektronen mit niederenergetischen Positronen produziert. Die Energie der eingestrahlteten Positronen kann sehr klein gewählt werden und beträgt typischerweise einige 10 eV, weshalb sie keinen Untergrund durch Sekundärelektronen im höherliegenden Energiebereich der Auger-Peaks verursachen. Der durch Annihilationsstrahlung erzeugte Untergrund an Photo- oder Compton-Elektronen ist gering, verglichen mit dem Sekundärelektronen-Untergrund bei konventioneller AES, weshalb PAES ein wesentlich besseres Signal-zu-Untergrund-Verhältnis aufweist.

2.2.2 Oberflächensensitivität

Konventionelle Auger-Spektroskopie ist eine der gängigsten Methoden zur Untersuchung von Festkörperoberflächen. Die Energie der detektierten Auger-Elektronen liegt typischerweise zwischen 20 eV und 2 keV, was einer Austrittstiefe ohne Energieverlust von 0,5 nm bis 2 nm entspricht [21]. Die resultierende Oberflächenempfindlichkeit erstreckt sich daher über mehrere Atomschichten.

Anders als bei klassisch induzierter AES wird die Oberflächensensitivität von PAES nicht durch die Austrittstiefe der Auger-Elektronen bestimmt. Vielmehr werden die implantierten Positronen bei ihrer Diffusion mit hoher Wahrscheinlichkeit an der Probenoberfläche eingefangen, da ihre potentielle Energie dort ein Minimum annimmt. Untersuchungen von SCHULTZ und LYNN [8] haben gezeigt, dass Positronen, die mit Energien $E \leq 100 \text{ eV}$ in einkristalline Metalle implantiert werden, zum größten Teil an der Oberfläche gebunden werden. Der Anteil der Positronen, die im Volumen der Probe zerstrahlen, ist unbedeutend klein.

Abb. 2.1 zeigt den schematischen Verlauf des Gesamtpotentials eines Positrons senkrecht zur Oberfläche. Die ersichtliche Potentialmulde befindet sich wenige Ångström außerhalb des Festkörpers und besitzt eine typische Tiefe von einigen eV. Ihre Ursache liegt im *Korrelationspotential* des Positrons [22,23], welches auf die attraktive Wechselwirkung mit den Elektronen der Festkörperoberfläche beruht und bei Metalloberflächen dem Bildpotential entspricht.

Die Aufenthaltswahrscheinlichkeit eines in der Potentialmulde gebundenen Positrons kann durch numerische Lösung der Einteilchen-Schrödingergleichung berechnet werden und ergibt, dass die Wahrscheinlichkeitsamplitude $|\psi_+(r)|^2$ bereits an der zweit-obersten Atomlage nahezu auf Null sinkt [24]. Folglich annihilieren die an der Oberfläche eingefangenen Positronen fast ausschließlich mit Elektronen aus der obersten Atomschicht.

Verschiedene Messungen von WEISS et al. bestätigen experimentell, dass PAES nur Informationen aus der obersten Atomschicht wiedergibt und somit eine höhere Oberflächensensitivität aufweist als klassisch induzierte AES. Als Beispiel zeigt Abb.

2.2 das PAES-Spektrum einer unbelegten (110)-Kupferoberfläche und ein Spektrum an derselben Probe, nachdem sie mit 0,3 Monolayern Cäsium beschichtet wurde. Es ist deutlich zu erkennen, dass das Kupfer-PAES-Signal aufgrund der Beschichtung vollständig verschwindet.

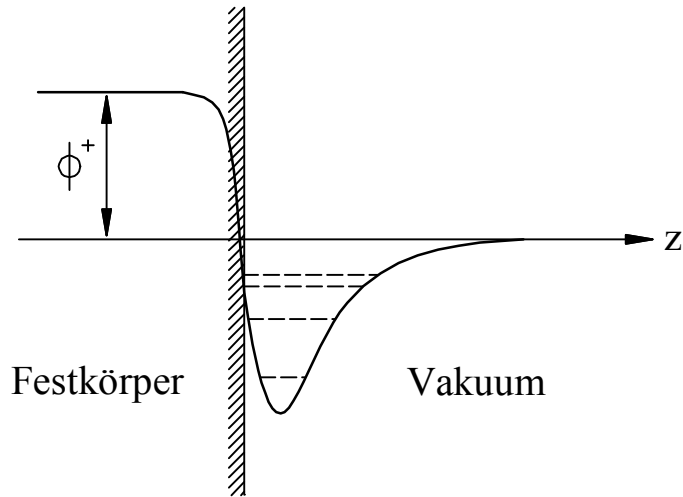


Abb. 2.1: Schematischer Verlauf des Gesamtpotentials eines Positrons senkrecht zur Festkörperoberfläche (hier mit negativer Austrittsarbeit). Die Potentialmulde besitzt eine Tiefe von einigen eV und liegt wenige Ångström außerhalb des Festkörpers.

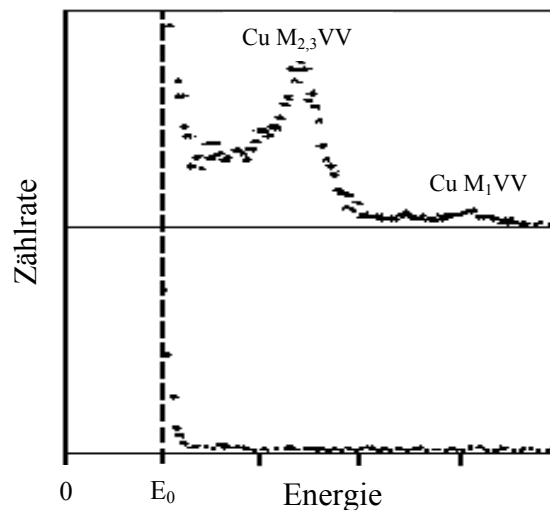


Abb. 2.2: PAES-Spektrum einer unbelegten (110)-Kupferoberfläche (oben) im Vergleich zum Spektrum an derselben Probe, die mit 0,3 Monolayern Cäsium beschichtet wurde (unten). Das Kupfer-PAES-Signal verschwindet aufgrund der Cs-Beschichtung praktisch vollständig. Der starke Anstieg der Zählrate unterhalb der Implantationsenergie $E_0 = 25$ eV beruht auf positroneninduzierten Sekundärelektronen. Quelle: [24]

2.2.3 Intensität des Auger-Signals

Die Intensität des PAES-Signals ist vor allem durch die sogenannte *Core-Annihilationswahrscheinlichkeit* (p_{core}) bestimmt. Sie gibt an, welcher Anteil der Positronen mit Rumpfelektronen eines bestimmten Energieniveaus annihiliert und ist proportional zum Überlapp der Positronen-Wellenfunktion $\psi_+(\vec{r})$ mit den Wellenfunktionen der Elektronen $\psi_i(\vec{r})$ im jeweiligen Niveau:

$$p_{core} \propto \int d^3\vec{r} \left| \psi_+(\vec{r}) \right|^2 \left(\sum_i \left| \psi_i(\vec{r}) \right|^2 \right) .$$

In Tabelle A.1 im Anhang sind die berechneten Werte von p_{core} für verschiedene Elemente und Rumpfelektronen-Niveaus zusammengestellt [25]. Zur groben Abschätzung kann die Näherungsformel

$$p_{core} \approx \frac{600 \cdot N(E_B)}{(E_B / eV)^{1.6}} \%$$

verwendet werden [26], wobei E_B die Bindungsenergie der Rumpfelektronen in eV angibt und $N(E_B)$ die Anzahl der Elektronen pro Atom in dem entsprechenden Energieniveau. p_{core} wird mit zunehmender Bindungsstärke der Elektronen kleiner, da das Positron vom positiven Atomkern abgestoßen wird und daher seine Aufenthaltswahrscheinlichkeit in Kernnähe abnimmt. Für äußere Rumpfelektronen mit Bindungsenergien im Bereich von 10 eV bis 100 eV liegt p_{core} typischerweise zwischen 1 % und 10 %. Die Werte aus Tabelle A.1 und obige Näherungsformel beschreiben die Annihilationswahrscheinlichkeit *im* Material und weichen von der Annihilationswahrscheinlichkeit der eingefangenen Positronen an der Oberfläche ab. Da die Rumpfelektronendichte an der Oberfläche stärker abnimmt als die der Leitungselektronen, verkleinert sich p_{core} relativ zur gesamten Annihilationswahrscheinlichkeit. Entsprechende Rechnungen [25] ergaben, dass p_{core} für Positronen im Oberflächenzustand etwa halb so groß ist wie im freien Volumen.

Ein gewisser Teil der an der Oberfläche gebundenen Positronen bildet thermisch aktiviertes Positronium und wird dadurch ins Vakuum emittiert. Untersuchungen von MILLS [27] und WEISS [28] haben gezeigt, dass die Zunahme der Positroniumbildung bei steigender Temperatur der Abnahme des PAES-Signals entspricht. Bei Raumtemperatur beträgt die Minderung des PAES-Signals durch Positroniumbildung etwa 50 %.

Unter Berücksichtigung der Core-Annihilationswahrscheinlichkeit, des Verlustes durch Positronium und weiterer Einbußen durch inelastische Streuung der erzeugten Auger-Elektronen kann die PAES-Effizienz beurteilt werden. Von WEISS et al. durchgeführte Abschätzungen ergaben, dass bei einer Core-Annihilationswahrscheinlichkeit von 1 % bis 10 % etwa 10^{-4} bis 10^{-3} Auger-Elektronen pro implantiertem Positron ins Vakuum emittiert werden [26]. Die Effizienz von PAES ist somit höher als bei klassisch induzierter AES, welche eine Ausbeute von ungefähr 10^{-5} Auger-Elektronen pro eingestrahltm Primärelektron liefert [20,29].

Kapitel 3

Experimenteller Aufbau

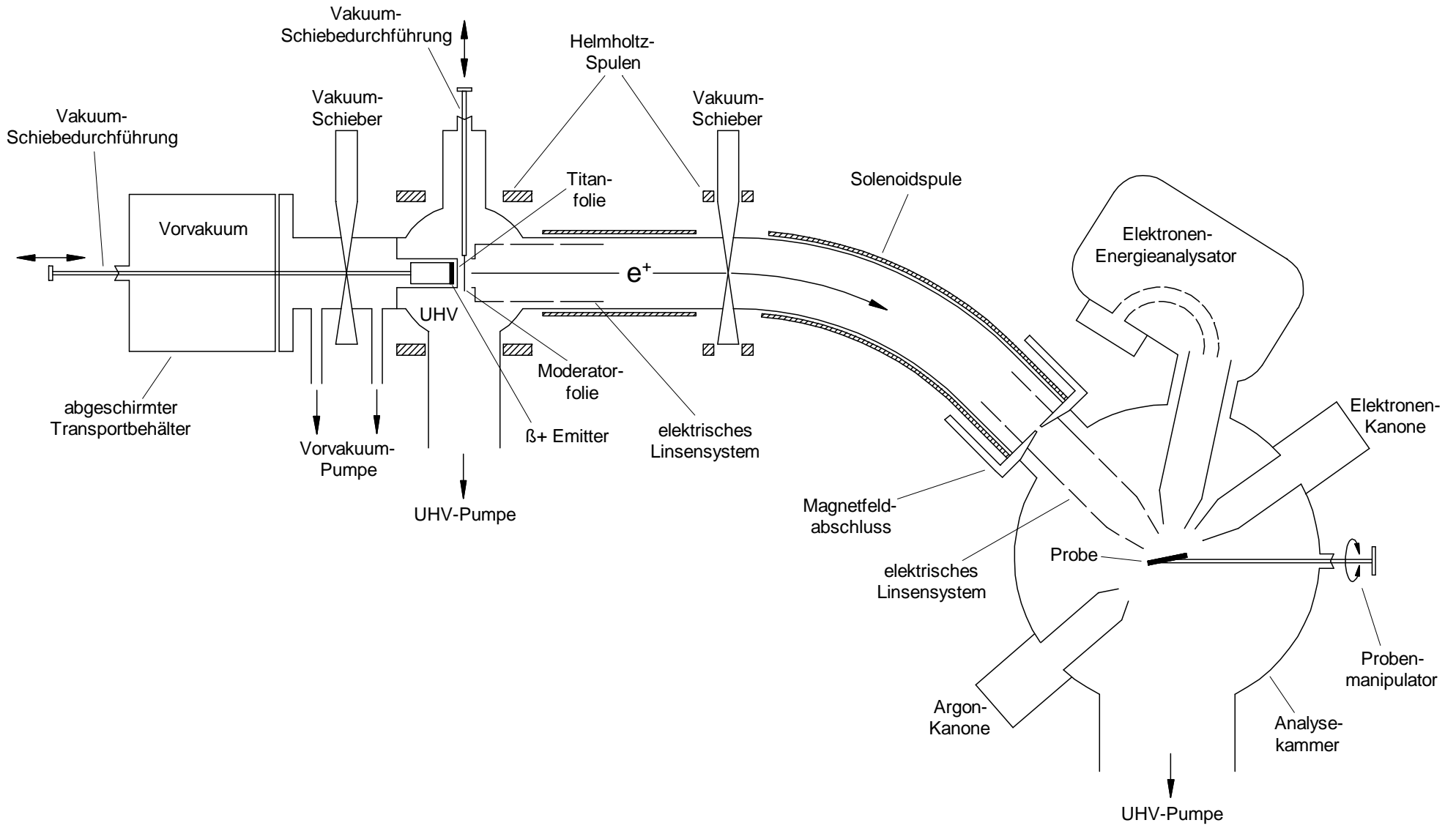
3.1 Allgemeines Konzept der Apparatur

Ziel der vorliegenden Arbeit war der Aufbau einer Apparatur zur Auger-Spektroskopie mit Positronen sowie die Durchführung erster Testmessungen. Der experimentelle Aufbau unterteilt sich in ein langsames Positronenstrahlssystem und eine Analyseeinheit, in der das Auger-Experiment stattfindet (Abb. 3.1).

Als Positronenquelle wurden die β^+ -Emitter ^{22}Na und ^{64}Cu verwendet. In geringem Abstand zur radioaktiven Quelle befindet sich ein dünner Wolframeinkristall als Positronenmoderator. Die moderierten Positronen treten mit einer einheitlichen Energie von ca. 3 eV und nahezu senkrecht zur Kristalloberfläche aus. Von dort werden sie mit elektrischen Linsen in Strahlrichtung auf die gewünschte Energie beschleunigt und magnetisch durch ein gekrümmtes Strahlrohr zur Analyseeinheit geführt. Weil das magnetische Transportfeld die Auger-Apparatur beeinträchtigen würde, können die Positronen nicht auf magnetische Weise bis zur Probe geführt werden. Am Eingang in die Analysekanne befindet sich ein Magnetfeldabschluss aus μ -Metall, welcher die Positronen aus dem Transportfeld auskoppelt und sicherstellt, dass im Bereich der Probe kein magnetisches Restfeld wirkt. Die Fokussierung auf die Probe erfolgt dann durch ein weiteres System elektrischer Linsen.

Um die zulässigen Dosisleistungswerte nicht zu überschreiten und den γ -Untergrund in der Analyseeinheit möglichst gering zu halten, ist die Apparatur im Bereich der radioaktiven Quelle von einem fünf bis zehn Zentimeter starken Bleischild umgeben. Wegen des hohen Gewichts ($\approx 1,7$ t) musste besonderes Augenmerk auf eine ausreichende Statik der Unterkonstruktion gelegt werden. Die Abschirmung der von der Quelle emittierten γ -Strahlung in Richtung des Positronenstrahls wird durch ein gekrümmtes, mit Blei ummanteltes Strahlrohr zur Analyseeinheit realisiert. Dieses wirkt auch als Geschwindigkeitsfilter, denn nur *vollständig* moderierte Positronen können dem gekrümmten Solenoidfeld adiabatisch folgen.

Abb. 3.1: Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus (Gesamtübersicht)



Kernstück der Analyseeinheit bildet die kugelförmige Analysekanne mit diversen Flanschanschlüssen und einer Ummantelung aus μ -Metall, die zur Abschirmung magnetischer Störfelder dient. Zur Messung der Auger-Elektronen steht ein hemisphärischer Elektronen-Energieanalysator zur Verfügung, der nahe vor der zu untersuchenden Probe im Zentrum der Analysekanne mündet. Die detektierten Elektronen durchlaufen im Analysator eine Kreisbahn im elektrischen Feld eines Kugelkondensators. Durch die Variation der Feldstärke zwischen den konzentrischen Hemisphären kann vorgegeben werden, Elektronen welcher Energie bis zum Channeltron am Ende der Kreisbahn gelangen.

Die Präparation der untersuchten Proben erfolgt wahlweise mit einer Ar^+ -Kanone oder durch Anlegen einer elektrischen Heizspannung. Eine Elektronenkanone zur konventionellen Erzeugung der Auger-Elektronen in der Probe ermöglicht, die Probenoberfläche zu charakterisieren sowie Vergleichsmessungen zwischen positroneninduzierter und elektroneninduzierter Auger-Spektroskopie durchzuführen.

3.2 Vakuumsystem

Sowohl das Strahlensystem als auch die Analyseeinheit befinden sich unter Ultra-Hochvakuum (UHV). Um innerhalb der Messzeit eine Belegung der gereinigten Probenoberfläche mit Adsorbaten möglichst zu vermeiden, muss in der Analysekanne ein Druck $p < 10^{-10}$ mbar aufrecht erhalten werden. Hierfür stehen eine zweistufige Turbo-Molekularpumpe mit einer Saugleistung von 350 l/s und eine Iongetterpumpe mit integrierter, stickstoffgekühlter Titan-Sublimationspumpe zur Verfügung⁷. Das Strahlensystem wird ebenfalls mit einer Iongetterpumpe in Verbindung mit einer kleineren Turbo-Molekularpumpe gepumpt, wobei Drücke von wenigen 10^{-9} mbar erreicht werden. Die an das Vakuum gestellten Anforderungen lassen sich nur erfüllen, indem alle evakuierten Oberflächen erhitzt und dadurch von Verunreinigungen befreit werden. Deshalb wurde die gesamte Apparatur so konzipiert, dass sie bei Temperaturen von mindestens 200°C ausgeheizt werden kann. Die Analysekanne und sämtliche Anbauten sowie Teile des Strahlensystems wurden zu diesem Zweck mit elektrischen Heizbändern versehen. Das Ausheizen des Strahlrohrs geschieht mithilfe der aufgewickelten Solenoidspule, durch die während der Ausheizphase ein vielfach höherer Strom fließt als zum Erzeugen des magnetischen Führungsfeldes. Die Vakuumüberwachung der gesamten Anlage erfolgt mit mehreren Bayard-Alpert- und Pirani-Messröhren.

⁷ Wie sich beim Auger-Experiment herausstellte, müssen die Iongetterpumpe und die Titansublimationspumpe während der Messung ausgeschaltet sein, da beide einen starken „Elektronenuntergrund“ durch Sekundärelektronen-Emission bzw. Glühemission verursachen und daher die Messung beeinträchtigen. Dasselbe gilt für die Vakuum-Messröhren in der Analysekanne.

Zusätzlich wurde in der Analysekammer ein Quadrupol-Massenspektrometer installiert, das eine Analyse des Restgases gestattet und zur Lecksuche eingesetzt werden kann.

Da im Strahlrohr nicht ein vergleichbar gutes Vakuum wie in der Analysekammer erreicht werden konnte, muss die Apparatur auf differentielle Weise gepumpt werden: der Magnetfeldabschluss am Eingang der Analysekammer erfüllt vakuumtechnisch die Funktion einer Lochblende, die einen Druckausgleich zwischen den Rezipienten erheblich behindert. Das elektrische Linsensystem, das die Positronen nach Verlassen des Magnetfelds auf die Probe fokussiert, stellt gewissermaßen eine Verlängerung des Strahlrohrs dar, die in die Analysekammer hineinragt (Abb. 3.1). Der letzte Linsenabschnitt mündet unmittelbar vor der Probe mit einer kleinen Öffnung, aus der der Strahl austritt. Ein differentieller Druckabfall wäre dort unerwünscht, da er zu einer Molekülströmung direkt auf die Probe führen würde. Vielmehr muss sichergestellt werden, dass der Druck im Linsen-Innenraum dem in der Analysekammer entspricht, und der Druckabfall ausschließlich am Magnetfeldabschluss erfolgt. Die Wandung des Linsensystems ist deshalb mit vielen kleinen Löchern durchbohrt und besitzt eine durchlässige Struktur. Ähnlich wie beim Faradayschen Käfig werden die elektrostatischen Eigenschaften davon nicht beeinflusst.

Neben ^{22}Na wurde als Positronenquelle der kurzlebige β^+ -Emitter ^{64}Cu ($T_{1/2} = 12,7$ h) verwendet, welcher nach wenigen Halbwertszeiten erneuert werden muss. Um zu verhindern, dass beim Austausch der Positronenquelle die unter UHV stehende Apparatur belüftet werden muss, wurde sie in zwei getrennte Sektionen unterteilt. Der Bereich der Positronenquelle wird nur unter Vorvakuum-Bedingungen betrieben, wogegen sich der Wolfram-Moderator, das Strahlführungssystem sowie die Analyseeinheit ständig unter UHV befinden. Die Trennung beider Sektionen erfolgt durch eine vakuumdichte, 10 μm starke Titanfolie, die sich zwischen der Positronenquelle und der Moderatorfolie befindet. Aufgrund der geringen Dichte des Materials ($\delta_{\text{Ti}} = 4,5$ g/cm^3) stellt die Titanfolie für die hochenergetischen Positronen aus dem β^+ -Emitter nur ein begrenztes Hindernis dar⁸. Untersuchungen von R. PAULIN [30] haben gezeigt, dass die Transmission exponentiell mit der Foliendicke abnimmt und für 10 μm Titan 88 % (^{64}Cu) bzw. 83 % (^{22}Na) beträgt. Um zu verhindern, dass die Titanfolie beim Austausch der Positronenquelle dem atmosphärischen Druck von 1 bar standhalten muss, wird die Quelle unter Vakuum mit einem Transferstab von der Titanfolie entfernt und dabei durch einen Vakuumschieber gezogen (Abb. 3.1). Dieser wird vor dem Belüften der Quelle geschlossen, wodurch das Vorvakuum an der Titanfolie gehalten wird. Ein druckgesteuertes Schließventil verhindert, dass beim Ausfall der Vorpumpe die Titanfolie einer Druckdifferenz von mehr als 1 mbar ausgesetzt wird.

Im Strahlrohr, das den Moderatorbereich mit der Analysekammer verbindet, befindet sich ein weiterer Vakuumschieber (Abb. 3.1). Dieser wird beim Probenwechsel geschlossen, so dass nicht der gesamte UHV-Bereich, sondern nur die Analysekammer

⁸ Als alternatives Material könnte z. B. Aluminium verwendet werden, das aufgrund der geringeren Dichte ($\delta_{\text{Al}} = 2,7$ g/cm^3) eine noch höhere Transmission für Positronen aufweist. Allerdings ist die Zugfestigkeit etwa dreimal niedriger als die von Titan, was die Gefahr des Reißens der Folie vergrößert.

belüftet werden muss. Hierdurch wird insbesondere eine Kontamination der Moderatorfolie mit atmosphärischer Luft vermieden.

3.3 β^+ -Emitter

Als Positronenquelle wurde der β^+ -Emitter ^{64}Cu eingesetzt, der durch Neutronenbestrahlung am Forschungsreaktor München FRM hergestellt werden konnte. Alternativ wurde eine kommerzielle ^{22}Na -Quelle verwendet⁹. Nach dem Abschalten des FRM wurden die Arbeiten ausschließlich mit der ^{22}Na -Quelle fortgesetzt.

3.3.1 Herstellung und Einschleusung der ^{64}Cu -Quelle

Als kostengünstiges Ausgangsmaterial wurde natürliches Kupfer verwendet, das zu 68 % aus dem Isotop ^{63}Cu besteht. Hieraus kann das Radionuklid ^{64}Cu gemäß der Reaktion $^{63}\text{Cu}(n_{\text{th}},\gamma)^{64}\text{Cu}$ durch den Einfang thermischer Neutronen hergestellt werden. Dazu wurde ein hochreines Kupferplättchen (\varnothing 10 mm, Stärke 50 μm) in einer verschweißten Aluminiumkapsel 36 Stunden lang bei einem thermischen Neutronenfluss von $3 \cdot 10^{13} \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$ bestrahlt, wodurch eine Aktivität von 500 mCi erreicht wurde. Bei einer Positronenausbeute von 19 % entspricht dies etwa $4 \cdot 10^9$ Positronen pro Sekunde, die im aktivierten Kupfer durch β^+ -Zerfall entstehen. Die Stärke des Kupferplättchens wurde an die Reichweite der erzeugten Positronen im Kupfer angepasst. Der Durchmesser entspricht etwa dem der Moderatorfolie und wird letztlich vom maximal tolerierbaren Strahldurchmesser begrenzt.

Nach abgeschlossener Bestrahlung wurde die Aluminiumkapsel mit dem aktivierten Kupferplättchen in einem abgeschirmten Behälter zu einer „heißen Zelle“ transportiert. Dort ist es möglich, höhere Aktivitäten mit ferngesteuerten Greifarmen gefahrlos hinter einer Bleiglaswand zu handhaben. Zum sauberen Öffnen der Kapsel wurde ein Mechanismus entwickelt, der es gestattet, trotz seiner ferngesteuerten Bedienung eine definierte Kraft auf die verwendeten Schneidwerkzeuge auszuüben. Um eine spätere Kontamination des Strahlsystems mit radioaktiven Partikeln zu vermeiden, wurde das aus der Kapsel entnommene Kupferplättchen zunächst mit Aceton abgespült. Anschließend wurde es mit doppelseitigem Vakuum-Klebeband in einer Zentriervorrichtung mittig an einem Aluminiumstempel fixiert. Zum weiteren Vorgehen wurde ein abgeschirmter, vakuumdichter Transportbehälter verwendet, der direkt am Strahlsystem angeflanscht werden kann. In diesen mündet ein langer Transferstab, an dessen Ende der Aluminiumstempel mit dem Kupferplättchen in einer speziellen Aufnahme

⁹ Die ^{22}Na -Quelle wurde uns freundlicherweise vom Fachbereich für Physik der Martin-Luther-Universität Halle zur Verfügung gestellt, wofür stellvertretend Herrn Dr. Krause-Rehberg gedankt sei.

eingerstet wird (Abb. 3.2). Nach Anschluss an das Strahlsystem kann der Behälter evakuiert und das Kupferplättchen mit dem Transferstab zur Moderatorfolie geschoben werden. Ein Anschlag verhindert, dass der Stempel zu weit in die Apparatur geschoben wird und dabei die Titanfolie oder den Moderator beschädigt. Durch ein Führungsrohr wird sichergestellt, dass der Stempel stets mittig auf den Moderator ausgerichtet ist. Zum Anflanschen des ca. 200 kg schweren Transportbehälters an das Strahlsystem wurde im Labor ein Flaschenzug installiert und die Unterkonstruktion mit einem fahrbaren Schlitten versehen.

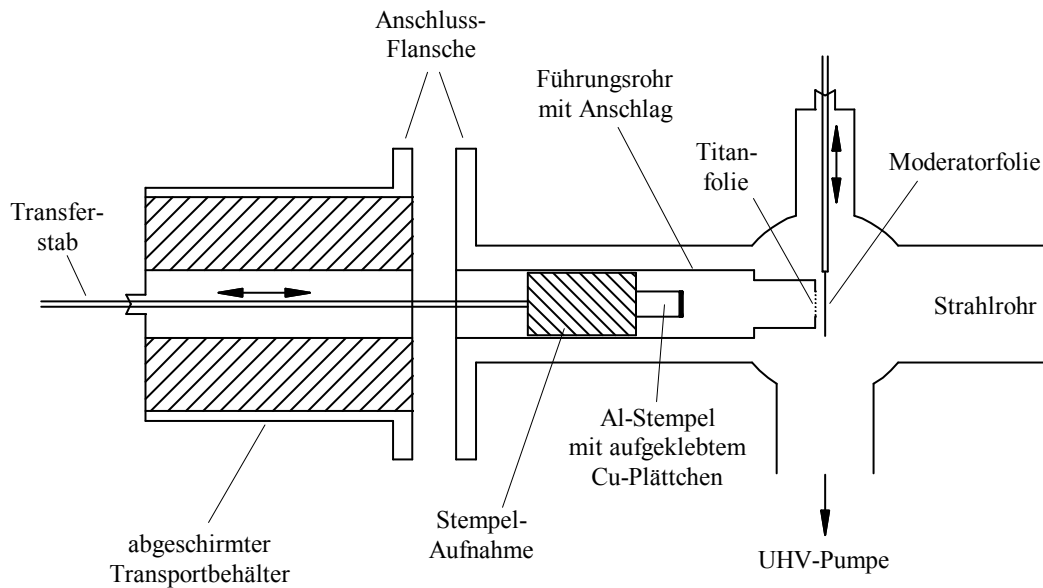


Abb. 3.2: Einschleusung des aktivierten Kupferplättchens in das Strahlsystem. Der β^+ - Emitter wird mit Hilfe eines Transferstabs zur Moderatorfolie geschoben.

3.3.2 Verwendung der ^{22}Na -Quelle

Seit dem Abschalten des FRM wird das Strahlsystem ausschließlich mit einer kommerziellen ^{22}Na -Quelle betrieben. Diese besitzt eine Aktivität von 5 mCi, was etwa $2 \cdot 10^8$ in der Quelle erzeugten Positronen pro Sekunde entspricht. Die aktive Fläche hat einen Durchmesser von 3,7 mm. Die Geometrie der Quelle ist derart beschaffen, dass kein aktiviertes Natrium in Form von Partikeln oder Aerosol austritt, jedoch das beim Zerfall gebildete (inaktive) Neongas entweichen kann. Auf ihrer Vorderseite wird die Quelle von einer 5 μm starken Titanfolie abgedichtet, welche für die schnellen Positronen eine Transmission von 91 % aufweist [30].

Die Einschleusung der ^{22}Na -Quelle in das Strahlsystem erfolgt in analoger Weise zum Aluminiumstempel mit dem aufgeklebten Kupferplättchen. Zur Fixierung der Quelle am Transferstab wurde eine modifizierte Quellenaufnahme angefertigt.

3.4 Positronenmoderator

3.4.1 Moderatorfolie

Der Vorgang der Positronenmoderation wurde bereits in Abschnitt 1.2.2 erläutert. Als Moderator material wurde Wolfram gewählt, das eine gute Moderationseffizienz aufweist. Wegen seines hohen Schmelzpunkts ($T_s = 3137 \text{ K}$) kann Wolfram problemlos im Vakuum gegläht werden, wodurch Gitterfehler ausheilen und Adsorbate abdampfen. Da im polykristallinen Festkörper die Korngrenzen der Kristallite als Positronenfallen wirken, wird als Moderator ein (100)-Wolfram-Einkristall verwendet. Aus konzeptionellen Gründen wurde beschlossen, den Moderator in Transmissionsgeometrie zu betreiben. Nur so war es möglich, das Strahlsystem in zwei getrennte Vakuum-Sektionen zu unterteilen und einen einfachen Austausch der Positronenquelle zu gewährleisten. Die Fläche der Moderatorfolie beträgt etwa 1 cm^2 und entspricht ungefähr dem Strahldurchmesser. Ihre Dicke berücksichtigt das Energiespektrum der aus der Quelle emittierten Positronen und beträgt lediglich $1 \mu\text{m}$, weshalb sich die Handhabung der Folie als relativ schwierig erweist. Um einen möglichst großen Raumwinkel der von der Quelle abgestrahlten Positronen zu erfassen, wurde der Abstand zwischen Quelle und Moderatorfolie so klein wie möglich gehalten. Trotz des benötigten Platzes für die Moderator-Halterung und die Titanfolie, welche sich zwischen Quelle und Moderator befindet, konnte ein Abstand von etwa 3 mm realisiert werden.

3.4.2 Moderator-Halterung

Beim Entwurf der Moderator-Halterung mussten verschiedene Aspekte berücksichtigt werden.

Die Moderatorfolie und ihre Halterung befinden sich auf elektrischem Potential und sind somit Teil des elektrischen Linsensystems, welches die moderierten Positronen auf die gewünschte Energie beschleunigt. Um Feldverzerrungen zu vermeiden, sollte die dem Linsensystem zugewandte Seite der Moderator-Halterung eine möglichst ebene und wenig zerklüftete Geometrie aufweisen. Die Vorderseite der Halterung entspricht deshalb einer ebenen Fläche, in deren Zentrum die Moderatorfolie liegt (Abb. 3.3). Sämtliche Montageschrauben wurden außerhalb des Durchmessers der angrenzenden Rohrlinse angebracht. Die elektrischen Zuleitungen und die Aufhängung der Moderator-Halterung befinden sich auf ihrer Rückseite und haben daher keinen Einfluss auf den Feldverlauf im Linsensystem.

Um ein in-situ-Glühen der Moderatorfolie zu ermöglichen, besteht ihre Halterung aus zwei elektrisch isolierten Hälften, die von der Folie überbrückt werden. Beim Anlegen

einer Heizspannung fließt durch die Folie ein Strom, wodurch sie bei hohen Temperaturen gegläht werden kann. Um eine homogene Temperaturverteilung zu gewährleisten, muss die Kontaktierung der 1 μm starken Folie mit hoher Präzision und über ihre gesamte Breite erfolgen. Weil die beim Glühen entwickelte Wärmestrahlung evtl. ein Schmelzen des unmittelbar benachbarten Titanfensters zur Folge hätte, wurde die Moderator-Halterung an einer Vakuum-Schiebedurchführung befestigt. Dadurch ist es möglich, den Wolframkristall während des Glühvorgangs nach oben zu ziehen und von der Titanfolie zu entfernen.

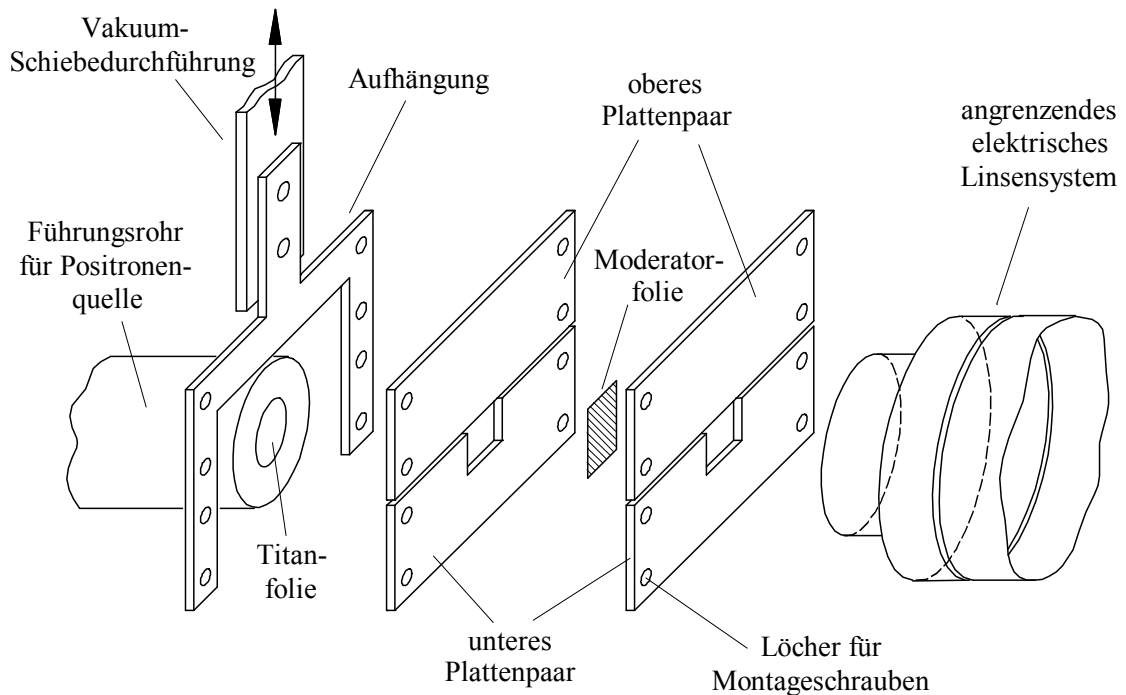


Abb. 3.3: Vereinfachte Darstellung der Moderator-Halterung (Explosionszeichnung). Die Halterung besteht aus zwei elektrisch isolierten Hälften, wodurch die Moderatorfolie im Stromdurchgang in-situ gegläht werden kann.

Der Aufbau der Moderator-Halterung gleicht insgesamt einer „Sandwich-Struktur“, wodurch eine kompakte Bauweise realisiert wurde. Dies war erforderlich, um den Abstand des Moderators zur Positronenquelle möglichst klein zu gestalten. Die in Abb. 3.3 ersichtliche Aufhängung besitzt die Form eines umgekehrten „U“, in welches das Führungsrohr der Positronenquelle von links hineinragt. Rechts an der Aufhängung sind jeweils zwei Plattenpaare befestigt, zwischen denen die Moderatorfolie eingespannt wird. Das untere Plattenpaar besitzt im Zentrum eine Aussparung, wodurch ein Fenster für die Moderatorfolie entsteht. Aus vakuumtechnischen Gründen befinden sich zwischen den geschichteten Elementen kleine Distanzscheiben, wodurch großflächige Kontakte vermieden werden. Hierdurch wird erreicht, dass der Raum zwischen den

Schichten effektiv gepumpt werden kann. Die Distanzscheiben sind teilweise aus Keramik, wodurch die elektrische Isolierung des oberen Plattenpaars gegen das untere verwirklicht wurde.

Beide Plattenpaare der Moderatorhalterung und sämtliche Montageschrauben wurden aus Molybdän gefertigt. Aufgrund seiner chemischen Verwandtheit zu Wolfram besitzt es eine vergleichbare Elektronen-Austrittsarbeit, wodurch das Auftreten einer elektrischen *Kontaktspannung* zwischen der Halterung und dem Moderator vermieden wird. Diese würde ein elektrisches Störfeld hervorrufen, welches eine lokale Verzerrung des in Strahlrichtung wirkenden Beschleunigungsfeldes zur Folge hätte. Um einem Ausgasen des Molybdäns im Vakuum vorzubeugen wurde Material verwendet, das im Herstellungsprozess direkt aus der Schmelze erstarrt ist. Üblicherweise wird Molybdän als pulvermetallurgischer Sinter-Werkstoff vertrieben, der die Gefahr von Mikrokavernen birgt.

3.4.3 Glühen der Moderatorfolie

Die Moderatorfolie wurde bei einer Temperatur von $T \approx 2600$ K drei Minuten lang bei einem Basis-Vakuum von $2 \cdot 10^{-9}$ mbar geglüht. Da sich während des Glühvorgangs das Vakuum aufgrund der freigesetzten Verunreinigungen verschlechtert, wurde die gesamte Glühdauer auf sechs Zyklen von je 30 Sekunden unterteilt. Zwischen den einzelnen Zyklen wurde jeweils so lange gewartet, bis das anfängliche Vakuum wiederhergestellt war. Zum Erreichen der maximalen Glühtemperatur wurde an der Moderatorfolie eine Heizspannung von 10,5 V angelegt. Dabei floss ein elektrischer Strom von 15 A, woraus sich eine Heizleistung von ca. 160 W ergibt.

Voraussetzung für einen definierten Glühvorgang ist die genaue Kenntnis der Glühtemperatur. Durch gleichzeitige Messung der an der Moderatorfolie angelegten Heizspannung und des resultierenden Heizstroms kann der elektrische Widerstand $R(T)$ bestimmt werden. Da die Abmessungen der Folie bekannt sind, lässt sich daraus der spezifische Widerstand $\rho(T)$ berechnen. Dieser steigt ungefähr proportional zur Temperatur gemäß

$$\rho(T) = \rho_0 + \zeta \cdot (T - T_0) ,$$

so dass daraus die mittlere Temperatur bestimmt werden kann. Für Wolfram, das bei Raumtemperatur T_0 einen spezifischen Widerstand $\rho_0 = 5,5 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ besitzt, beträgt die Proportionalitätskonstante $\zeta_W \approx 3,17 \cdot 10^{-2} \mu\Omega \cdot \text{cm} \cdot \text{K}^{-1}$. Demnach ist der spezifische Widerstand bei 2600 K etwa 14 mal höher als bei Raumtemperatur. Für eine exakte Berechnung der Temperatur muss der Widerstand der elektrischen Zuleitungen mit berücksichtigt werden. Da sich diese beim Glühen kaum erwärmen, darf er als konstant betrachtet werden.

Parallel zur Widerstandsmessung wurde die Temperatur mit einem Pyrometer bestimmt. Hierfür muss der Strahlungsemissionskoeffizient $\varepsilon(T)$ des glühenden Materials bekannt sein, welcher selbst von der Temperatur abhängt. Im Bereich $2000 \text{ K} \leq T$

≤ 3000 K kann für Wolfram ein Emissionskoeffizient $\varepsilon \approx 0,3$ angenommen werden [31]. Die gemessene Temperatur mit dem Pyrometer weicht etwa um 100 K von der Messung mithilfe des spezifischen Widerstandes ab, so dass die relative Abweichung

$$\frac{\Delta T}{T} = \frac{100 \text{ K}}{2600 \text{ K}} \approx 0,04$$

nur wenige Prozent beträgt.

Um die homogene Temperaturverteilung der weiß glühenden Moderatorfolie zu überprüfen, wurde sie durch eine stark lichtabsorbierende, aluminiumbeschichtete Folie optisch betrachtet. Hierbei konnte eine gleichmäßige Helligkeitsverteilung über die gesamte Moderatorfläche bestätigt werden.

3.5 Strahlführung

Der Transport der vom Moderator emittierten, niederenergetischen Positronen auf die zu untersuchende Probe erfolgt sowohl mit elektrostatischen als auch mit magnetischen Komponenten. Diese werden im Folgenden in der Reihenfolge beschrieben, in welcher sie der Strahl durchläuft.

3.5.1 Beschleunigung der moderierten Positronen

Da die moderierten Positronen die Wolframfolie praktisch senkrecht zur Oberfläche verlassen, bewegen sie sich nach ihrer Emission bereits in Strahlrichtung. Obwohl sich eine Extraktion aus dem Moderatorbereich demnach erübrigt, werden die Positronen nach ihrer Emission einem elektrischen Feld ausgesetzt, welches sie auf die gewünschte Energie beschleunigt. Das entsprechende Linsensystem wurde so konzipiert, dass der elektrische Feldvektor vorwiegend in axialer Richtung verläuft. Andernfalls würden die Positronen bei ihrer Beschleunigung eine Kraftkomponente senkrecht zur Strahlrichtung erfahren, welche eine Vergrößerung der transversalen Impulskomponente und somit der Strahldivergenz zur Folge hätte.

Abb. 3.4 zeigt eine Berechnung des verwendeten Rohrlinsen-Systems mit dem Programm *SIMION*¹⁰ [32]. Hierbei wurden die Moderatorfolie samt Halterung auf ein

¹⁰ Das Programm *SIMION* erlaubt die Berechnung des elektrostatischen Feldes einer rotations- oder planar-symmetrischen Ladungsverteilung. Gleichzeitig können die Trajektorien geladener Teilchen in solchen Feldern simuliert werden. Daneben besteht die Möglichkeit, *einfache* Magnetfelder zu berücksichtigen. Hierfür muss die Ladungsverteilung eines elektrostatischen „Analogons“ angegeben werden, dessen elektrischer Feldverlauf dem des gewünschten Magnetfelds entspricht. So wird z. B. das homogene Magnetfeld im Innern eines Solenoids durch einen „magnetischen Plattenkondensator“ beschrieben.

positives elektrisches Potential von 30 V und die beiden nachfolgenden Rohrabschnitte auf 21 V und 10,5 V gesetzt. Der letzte Rohrabschnitt ist leitend mit dem nachfolgenden Strahlrohr verbunden und befindet sich auf Erdpotential. Die Illustration des elektrischen Feldes wurde so gewählt, dass sich zwei benachbarte Äquipotentialflächen jeweils um eine feste Spannung von 1,5 V unterscheiden. Es ist zu erkennen, dass der räumliche Abstand der Äquipotentialflächen ungefähr gleich bleibt, was einer konstanten Feldstärke entspricht. Da die Äquipotentialflächen weitgehend eben verlaufen, wirkt das elektrische Feld vorwiegend in axialer Richtung. Lediglich am Ende des auslaufenden Beschleunigungsfeldes ist eine Abweichung festzustellen. Allerdings ist dort die Beschleunigung fast abgeschlossen, weshalb dieser Bereich schnell durchlaufen wird und sein Einfluss entsprechend gering ist. Wie sich zeigt, besitzt die ebene Moderatorhalterung am Anfang des Feldes einen „glättenden“ Einfluss auf die benachbarten Äquipotentialflächen.

Bei der Berechnung der Teilchenbahnen wurde eine Startenergie von 2,9 eV angenommen, was der Energie der Positronen unmittelbar nach Verlassen des Moderators entspricht. Als Startwinkel wurde 10° zur Flächennormalen angegeben, womit eine geringe Abweichung von der senkrechten Emission berücksichtigt werden soll. Da sich der Moderator und das elektrische Linsensystem bereits im magnetischen Transportfeld befinden, wurde für die Trajektorienberechnung ein axiales Magnetfeld von 2,5 mT miteinbezogen.

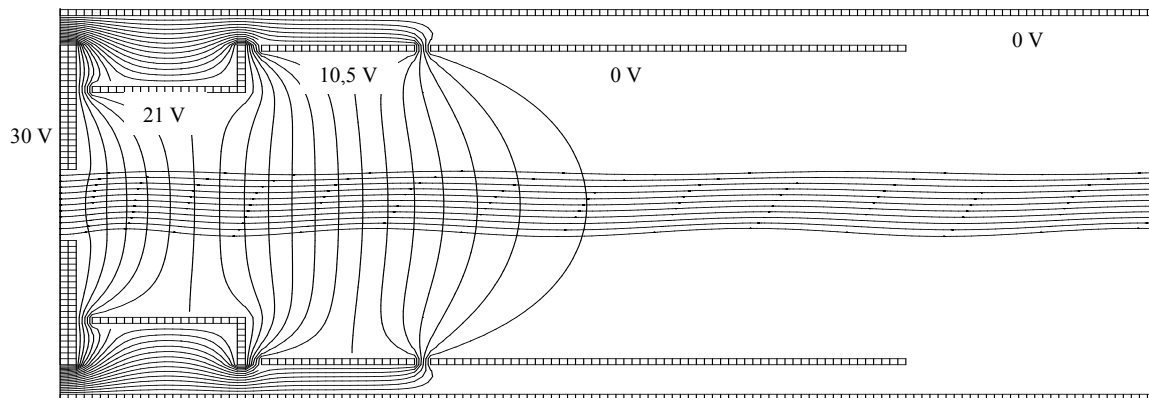


Abb. 3.4: Simulation der elektrischen Beschleunigung der aus dem Moderator emittierten Positronen. Es wurde eine Startenergie von 2,9 eV und ein Startwinkel von 10° angenommen. Der Strahldurchmesser beträgt etwa 1 cm. Die elektrischen Potentiale sind so gewählt, dass das elektrische Feld vorwiegend in axialer Richtung wirkt. Das magnetische Transportfeld (2,5 mT) wurde in der Simulation berücksichtigt und verursacht die ersichtliche Gyrationbewegung.

3.5.2 Magnetischer Strahltransport

Magnetfeld im Bereich des Moderators

Das Strahlsystem wurde so konzipiert, dass die Emission der Positronen aus dem Moderator und ihre nachfolgende Beschleunigung bereits im homogenen Magnetfeld erfolgt. Hierdurch wird vermieden, dass der Strahl in das magnetische Transportfeld eingekoppelt werden muss, welches am Anfang einer Solenoidspule allmählich ansteigt. Wegen $p_{\perp}^2 \propto B$ würde sich dabei der transversale Impuls der Positronen vergrößern, was zu einer nachhaltigen Verschlechterung der Strahleigenschaften führen würde. Um den Strahl ohne Qualitätsverlust ins Magnetfeld einzukoppeln müsste dieses am Spulenanfang *abrupt* beginnen, was nur mit einem aufwendigen Magnetfeldabschluss erreicht werden könnte. Ein solcher Feldabschluss wurde zum Auskoppeln des Strahls am Ende der Solenoidspule verwendet und wird in Abschnitt 3.5.3 genauer beschrieben.

Der Positronenmoderator ist an einer Vakuum-Schiebedurchführung aufgehängt, so dass er während des Glühvorgangs nach oben gezogen werden kann. Um speziell im Bereich der Moderatorfolie ein hohes Vakuum zu gewährleisten, ist unterhalb des Moderators ein Vakuumpumpstand angeflanscht. Weitere Flansche werden für elektrische Durchführungen und ein Sichtfenster benötigt. Wegen der Flanschanschlüsse konnte im Bereich des Moderators keine durchgehende Solenoidspule angebracht werden. Um dennoch ein homogenes Magnetfeld zu erzeugen, wurde der umliegende Rezipient mit einer Helmholtz-Spulenordnung versehen (Abb. 3.5a).

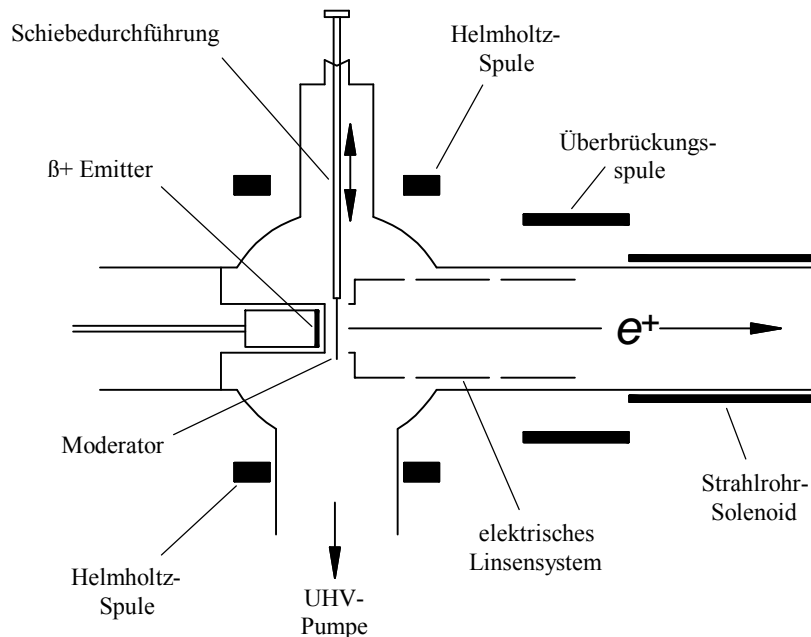


Abb. 3.5a: Spulenordnung im Bereich des Positronenmoderators (siehe Text).

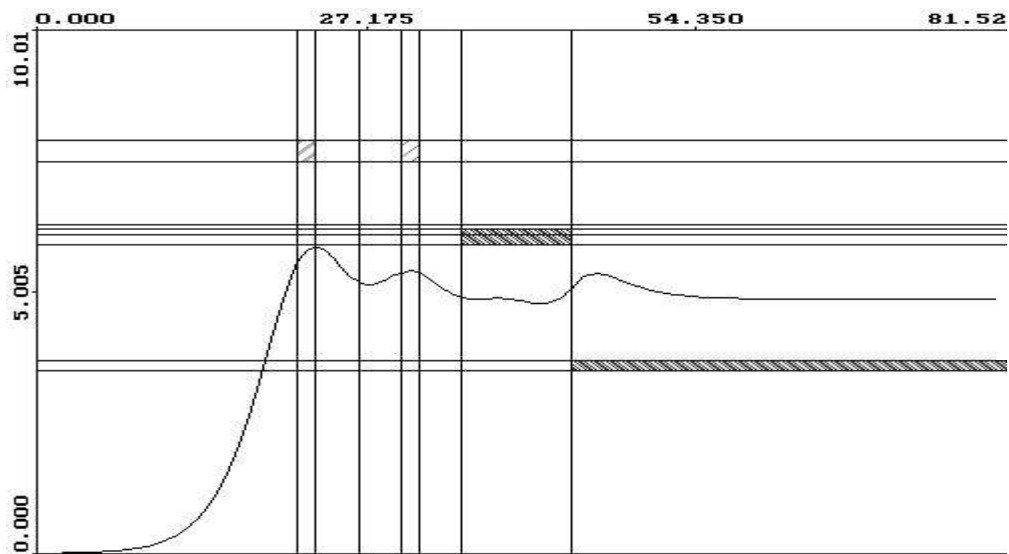
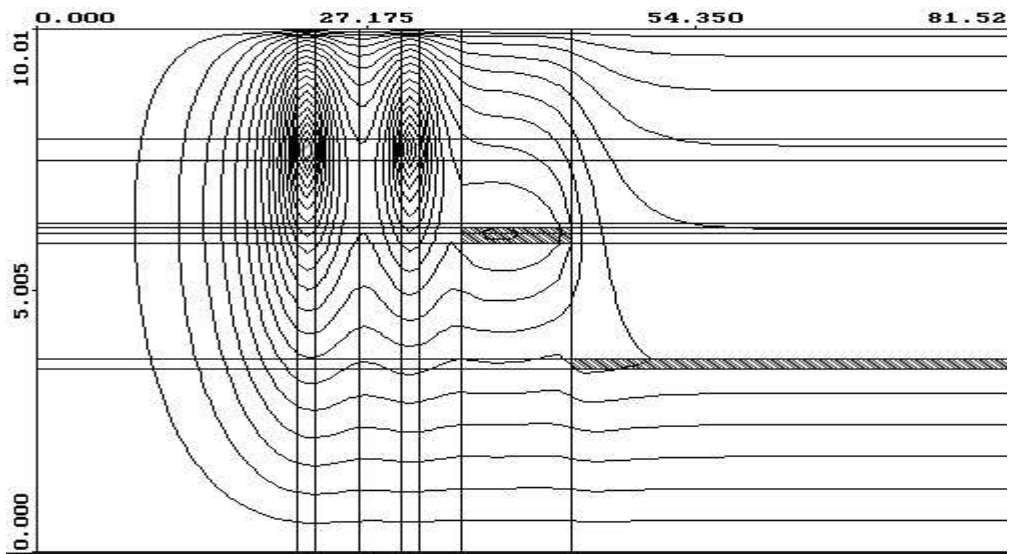


Abb. 3.5b: Berechnung des magnetischen Feldlinienverlaufs (oben) und der axialen Magnetfeldstärke (unten) im Bereich des Moderators. Die Koordinaten beschreiben die räumliche Ausdehnung in cm. Beide Bilder sind in horizontaler Richtung gestaucht und jeweils rotationssymmetrisch zur unteren Bildkante. Die schraffierten Flächen stellen den Querschnitt der verschiedenen Spulen dar (vgl. Abb. 3.5a). Die Moderatorfolie befindet sich jeweils mittig zwischen den Helmholtz-Spulenringen ($z \approx 27$) auf der Spulenachse.

Abb. 3.5b zeigt die Berechnung des entsprechenden Magnetfelds mit dem Programm *MLD*¹¹ [33]. Die schraffierten Flächen stellen den Querschnitt der rotationssymmetrischen Spulen dar, wobei die Symmetrieachse der unteren Bildkante entspricht. Mittig zwischen den beiden Helmholtz-Spulenringen befindet sich auf der Achse die Moderatorfolie (nicht eingezeichnet), von welcher die Positronen nach rechts emittiert werden. Im rechten Bildabschnitt ist der Anfang des Strahlrohr-Solenoids zu erkennen. Aus konstruktiven Gründen konnte er nicht bis zur Helmholtz-Spule herangeführt werden, weshalb der Bereich dazwischen von einer weiteren kurzen Spule überbrückt wird. Diese kann auch als Verlängerung des Solenoids mit vergrößertem Durchmesser aufgefasst werden. Weil sich das Feld der Helmholtzspule mit dem des angrenzenden Solenoids überlagert, wurden ihre beiden Hälften unterschiedlich stark bewickelt: die Windungszahl des linken Rings zu der des rechten verhalten sich wie 4:3, wodurch die „asymmetrische Umgebung“ ausgeglichen wird. Die Koordinaten auf der horizontalen und vertikalen Achse beschreiben die räumliche Ausdehnung in Zentimetern, wobei die vertikale Koordinate dem Radius entspricht. Es ist zu beachten, dass die unterschiedliche Skalierung der beiden Achsen zu einer Stauchung in horizontaler Richtung führt. Das obere Teilbild zeigt den Verlauf der magnetischen Feldlinien, welche im Bereich der Spulenachse fast geradlinig verlaufen. Im unteren Teilbild ist in vertikaler Richtung die Magnetfeldstärke auf der Spulenachse aufgetragen. Sie beträgt im gesamten Transportfeld etwa 2,5 mT. Obwohl das Feld von verschiedenen Spulen erzeugt wird, konnte eine relative Schwankung von $\Delta B/B < 10\%$ eingehalten werden.

Die Konstanz der auf der Spulenachse berechneten Magnetfeldstärke wurde experimentell mit einer Hall-Sonde überprüft. Dabei konnte die Rechnung im Rahmen der Messgenauigkeit bestätigt werden.

Die jeweils 15 mm breiten Ringe der Helmholtzspule wurden mit drei bzw. vier Lagen lackisoliertem Kupferdraht (\varnothing 1 mm) bewickelt. Beide Spulenringe sind in Reihe geschaltet und werden vom selben Strom durchflossen. Die 90 mm lange Überbrückungsspule zum Strahlrohr wurde aus demselben Kupferdraht wie die Helmholtzspule gewickelt. Die Werte sämtlicher Transportfeld-Spulenströme können aus Tabelle A.2 im Anhang entnommen werden.

Magnetische Führung durchs Strahlrohr

Nachdem die Positronen den Bereich der Helmholtzspule verlassen haben, gelangen sie in das bewickelte Strahlrohr, durch welches sie zur Analyseeinheit geführt werden. Hierbei durchlaufen sie zuerst ein 50 cm langes, geradliniges Rohrstück und anschließend zwei gebogene Rohrabschnitte. Die erste Kurve verläuft in horizontaler Richtung durch einen gekrümmten Bleischacht, welcher zur Abschirmung der hochenergetischen γ -Strahlung des Positronenemitters dient. Die zweite, vertikale Kurve sorgt dafür, dass

¹¹ Mit dem Programm *MLD* (Magnetic lens design) kann der magnetische Feldlinienverlauf einer beliebigen rotationssymmetrischen Spulenordnung sowie die magnetische Feldstärke auf der Rotationsachse berechnet werden. Daneben berücksichtigt *MLD* auch rotationssymmetrisch angeordnete, ferromagnetische Materialien und berechnet den Grad der magnetischen Sättigung.

das Strahlrohr im richtigen Winkel auf die Analysechamber trifft und dort angeflanscht werden kann. Die gebogenen Rohrabschnitte wirken außerdem als Geschwindigkeitsfilter, denn nur *vollständig* moderierte Positronen können dem gekrümmten Solenoidfeld adiabatisch folgen. Diese Eigenschaft ist für das durchgeführte Auger-Experiment von großer Bedeutung, weil dabei die Probe ausschließlich mit niederenergetischen Positronen bestrahlt werden soll.

Beide Kurven besitzen einen Krümmungsradius von 70 cm. Der Sektorwinkel beträgt bei der horizontalen Kurve 54° und bei der vertikalen Kurve 35° . Für das gesamte Strahlrohr wurde lackisolierter Kupferdraht von 2 mm Durchmesser verwendet, der in zwei Lagen um das Vakuumrohr gewickelt wurde. Zwischen dem geraden Rohrstück und der horizontalen Kurve befindet sich ein Vakuumschieber, was eine Unterbrechung des Solenoids erfordert. Um das Magnetfeld im wicklungsfreien Bereich zu überbrücken, wurden die Flanschanschlüsse des Schiebers mit speziellen Ringspulen versehen. Ein kleiner Pumpanschluss zwischen den beiden gebogenen Rohrabschnitten wurde auf dieselbe Weise überbrückt. Die Messung des Magnetfelds ergab, dass die Schwankung der Feldstärke $\Delta B/B$ in den wicklungsfreien Bereichen nur einige Prozent beträgt.

Der Einfluss der Krümmungsdrift und des magnetischen Erdfelds wurde bereits in Abschnitt 1.2.3 erläutert. Sämtliche Teilstücke des Strahlrohrs wurden deshalb mit Kompensationsspulen versehen, die entsprechend Abb. 1.5 längs des Rohres verlegt wurden. Da jeder Rohrabschnitt vier Sattelspulen mit jeweils zwei Windungen besitzt, verlaufen entlang eines Rohrstücks 16 einzelne Leitungen. Die mit Teflon ummantelten Kupferlitzen wurden direkt an der Solenoidspule festgeklebt. Die einzelnen Kompensationsspulen werden mit Strömen im Bereich weniger Ampere betrieben, was magnetischen Korrekturfeldern der Größenordnung 0,1 mT entspricht. Die genauen Werte der Spulenströme befinden sich in Tabelle A.3 im Anhang.

3.5.3 Auskopplung der Positronen aus dem Magnetfeld

Am Ende des Strahlrohrs befindet sich ein spezieller Magnetfeldabschluss aus μ -Metall. Dieser verhindert, dass die Positronen beim Verlassen der Transportfeldspule adiabatisch den divergierenden Feldlinien folgen, was zu einer Aufweitung des Strahls führen würde. Der magnetische Abschluss bewirkt, dass die Feldlinien bis zum Spulende zusammengehalten werden und senkrecht in den Abschluss einmünden. Dort werden sie abrupt nach außen gelenkt, wodurch die axiale Magnetfeldstärke sprunghaft auf Null abfällt. Aufgrund der plötzlichen Änderung der Magnetfeldrichtung wird die Bedingung für adiabatische Strahlführung verletzt, weshalb die Positronen nicht den abknickenden Feldlinien folgen, sondern ihre Richtung beibehalten.

Um die Feldlinien effektiv nach außen zu führen und gleichzeitig eine hohe Transmission des Magnetfeldabschlusses zu gewährleisten, wird die in Abb. 3.6 ersichtliche

Struktur aus μ -Metall verwendet¹². Ihre Geometrie gleicht einem Wagenrad von etwa 5 cm Durchmesser, wobei die Magnetfeldlinien senkrecht auf die Radebene treffen und durch die Speichen radial nach außen geführt werden. Da sowohl die Breite als auch die Höhe der einzelnen Lamellen linear mit dem Abstand zum Zentrum ansteigt, nimmt ihre Querschnittsfläche quadratisch nach außen zu. Dasselbe gilt für den magnetischen Fluss, der in den Lamellen transportiert werden muss, weshalb die magnetische Flussdichte konstant ist. Um mit den 36 Lamellen möglichst weit ins Zentrum vordringen zu können, unterscheiden sie sich abwechselnd in ihrer Länge. Die Breite einer Lamelle beträgt an der Spitze lediglich 0,2 mm. Die Herstellung der Struktur erfolgte durch CNC-unterstützte Funkenerosion eines „inversen“ μ -Metall-Kegels (Abb. 3.6). Dieser wurde vor der Bearbeitung gegläht, um mechanische Spannungen aus dem Material zu entfernen. Aufgrund der thermischen Einwirkung beim Erodieren kann sich die magnetische Permeabilität des μ -Metalls verschlechtern, weshalb die fertige Struktur vor ihrem Einbau ein zweites Mal gegläht wurde.

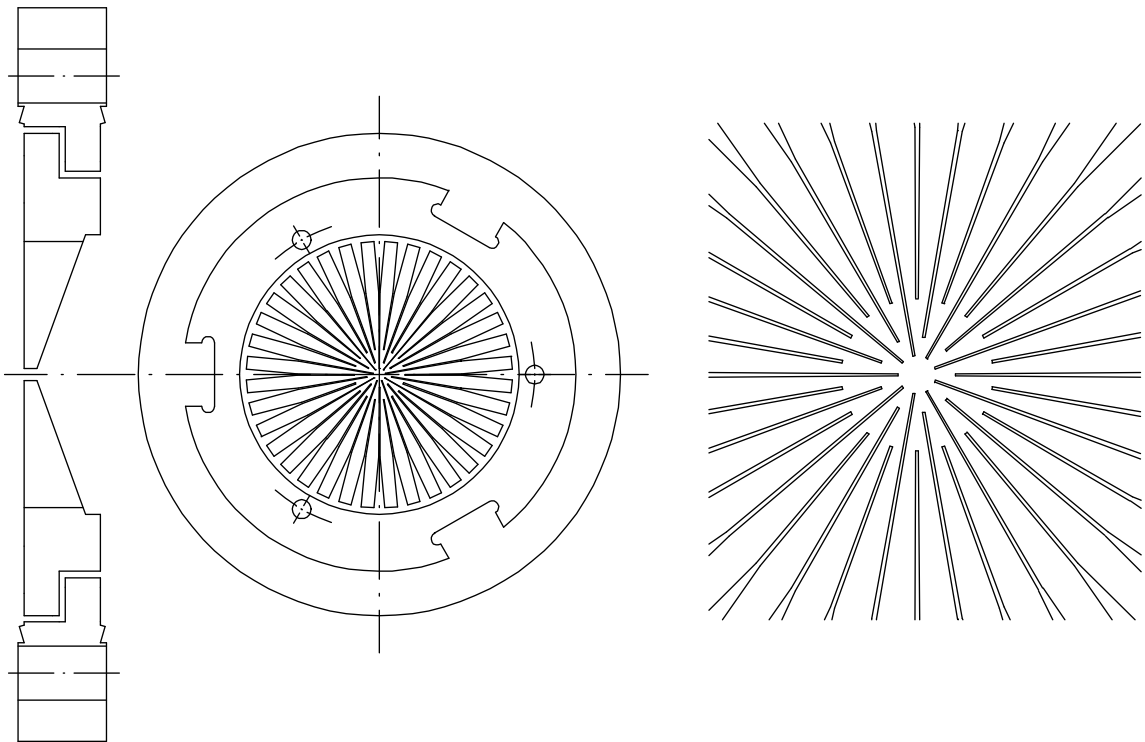


Abb. 3.6: Magnetischer Feldabschluss aus μ -Metall. Links: Schnitt durch den Feldabschluss mit dem umgebenden CF-Flansch aus μ -Metall. Der Positronenstrahl trifft von links auf das Schnittbild. Mitte: Draufsicht des Feldabschlusses (ohne CF-Flansch). Rechts: Vergrößerte Darstellung des Zentrums der Lamellenstruktur. Die Breite der Lamellen beträgt an der Spitze etwa 0,2 mm.

¹² Mit freundlicher Genehmigung von W. Stoeffl wurde die Geometrie in Anlehnung an einen Magnetfeldabschluss gestaltet, der am Lawrence Livermore National Laboratory (USA) entwickelt wurde [34].

In Abb. 3.7 ist der mit *MLD* berechnete Magnetfeldverlauf am Ende des Strahlrohrs dargestellt. Die untere Bildkante entspricht wieder der Rohrachse. Die eingetragenen Koordinaten beschreiben die räumliche Ausdehnung in Millimetern, wobei die vertikale Koordinate dem Radius entspricht. Weil die Symmetrievorgabe des Programms nur eine rotationssymmetrische Anordnung gestattet, wurde die Lamellenstruktur durch einen massiven Körper ersetzt. Seine Breite ist gegenüber der Lamellenstruktur reduziert, wodurch der Materialverlust beim Funkenerodieren und der damit erhöhte magnetische Widerstand berücksichtigt wird. An der äußeren Mantelfläche des Feldabschlusses ist ein 1 mm starker Kragen aus μ -Metall befestigt, welcher die Magnetfeldlinien über eine gewisse Strecke zum Spulenanfang zurückführt. Hierdurch wird weitgehend verhindert, dass die von links eintreffenden Feldlinien den Abschluss auf seiner rechten Seite wieder verlassen, was einem Durchgriff des Magnetfelds entspräche. Der Feldabschluss ist direkt am Eingang der Analysekammer in Form eines zweiseitigen CF-Flansches montiert. Unmittelbar vor dem Feldabschluss befindet sich ein flexibler Wellbalg, der das Anflanschen des Strahlrohrs vereinfacht. Aus konstruktiven Gründen vergrößert sich in diesem Bereich der Durchmesser der Solenoidspule.

Im unteren Teilbild von Abb. 3.7 ist der Verlauf der Magnetfeldstärke in der Nähe der Strahlrohrachse eingezeichnet. Trotz des 18 cm langen μ -Metall-Kragens tritt ein geringer Anteil der Feldlinien auf der Rückseite des Feldabschlusses aus, weshalb die berechnete Magnetfeldstärke nur annähernd auf Null sinkt. Eine experimentelle Überprüfung bei einem Transportfeld von 2,5 mT ergab, dass die Feldstärke einige Millimeter nach dem Magnetfeldabschluss weniger als 0,1 mT beträgt.

Zur Berechnung des globalen Magnetfelds kann die Lamellenstruktur durch einen massiven Körper ersetzt werden. Allerdings wird dabei nicht der lokale Feldlinienverlauf im Bereich der einzelnen Lamellen berücksichtigt. Im realen Magnetfeldabschluss können die Feldlinien vor ihrem Eintritt ins Material eine endliche Krümmung aufweisen, welche vom knickartigen Feldverlauf in Abb. 3.7 abweicht. Um dennoch die Positronen möglichst „nicht-adiabatisch“ aus dem Magnetfeld auszukoppeln, werden sie vor Erreichen des Feldabschlusses auf etwa 1 keV beschleunigt. Hierfür durchlaufen sie eine Beschleunigungsstufe, die unmittelbar vor dem Magnetfeldabschluss montiert ist. Da sich die Positronen zuvor im geerdeten Strahlrohr befinden, muss der Feldabschluss auf ein negatives Potential von ca. 1 kV gesetzt werden. Zur elektrischen Isolierung ist die Lamellenstruktur vom umgebenden CF-Flansch durch einen 1 mm breiten Spalt getrennt (Abb. 3.6). Seine verwinkelte Geometrie bewirkt eine Vergrößerung der beteiligten Grenzflächen, wodurch sich der magnetische Widerstand des Spaltes erheblich reduziert.

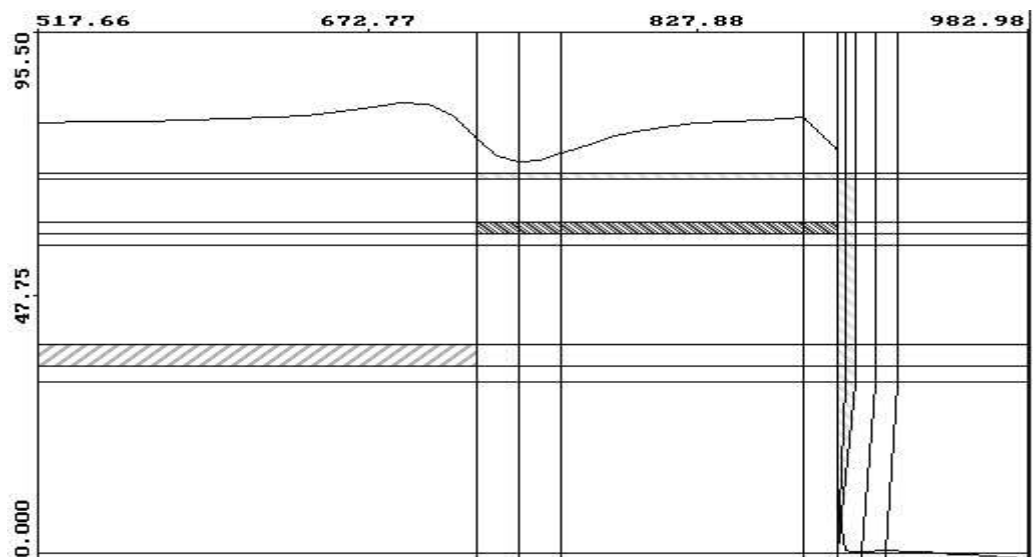
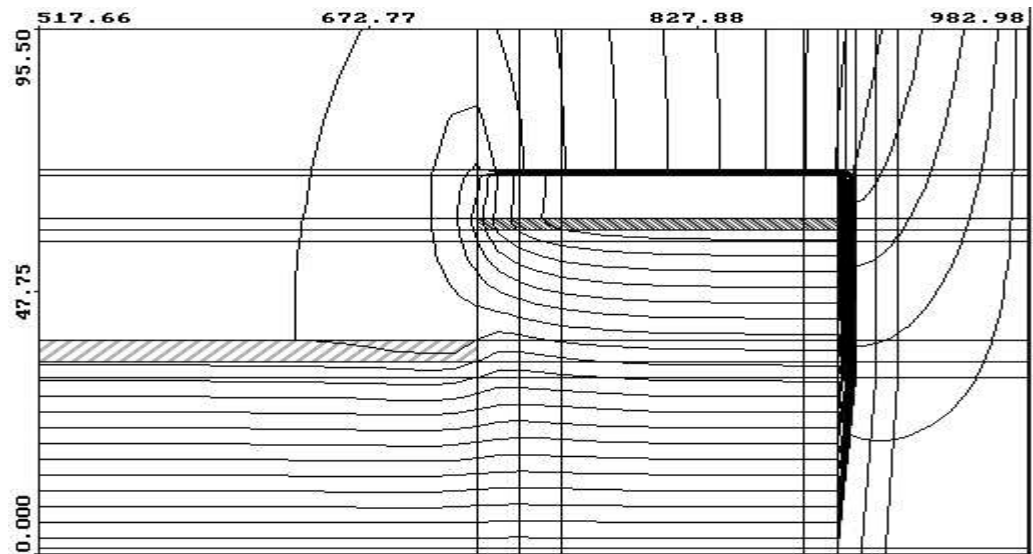


Abb. 3.7: Berechnung des magnetischen Feldlinienverlaufs (oben) und der axialen Magnetfeldstärke (unten) im Bereich des Magnetfeldabschlusses. Die Koordinaten beschreiben die räumliche Ausdehnung in mm. Beide Bilder sind in horizontaler Richtung gestaucht und rotationssymmetrisch zur unteren Bildkante. Die schraffierten Flächen stellen den Querschnitt der Solenoidspulen und des Feldabschlusses dar. Die Feldlinien treten von links in den Feldabschluss ein und werden größtenteils radial nach außen geleitet. Die axiale Feldstärke nimmt am Magnetfeldabschluss sprunghaft ab und sinkt annähernd auf Null.

3.5.4 Elektrische Strahlführung auf die Probe

Nachdem die Positronen das magnetische Transportfeld verlassen haben, werden sie elektrostatisch auf die zu untersuchende Probe geführt. Da sie zum Durchlaufen des magnetischen Feldabschlusses auf etwa 1 keV beschleunigt wurden, müssen sie vor Erreichen der Probe auf ihre ursprüngliche Energie (einige 10 eV) abgebremst werden.

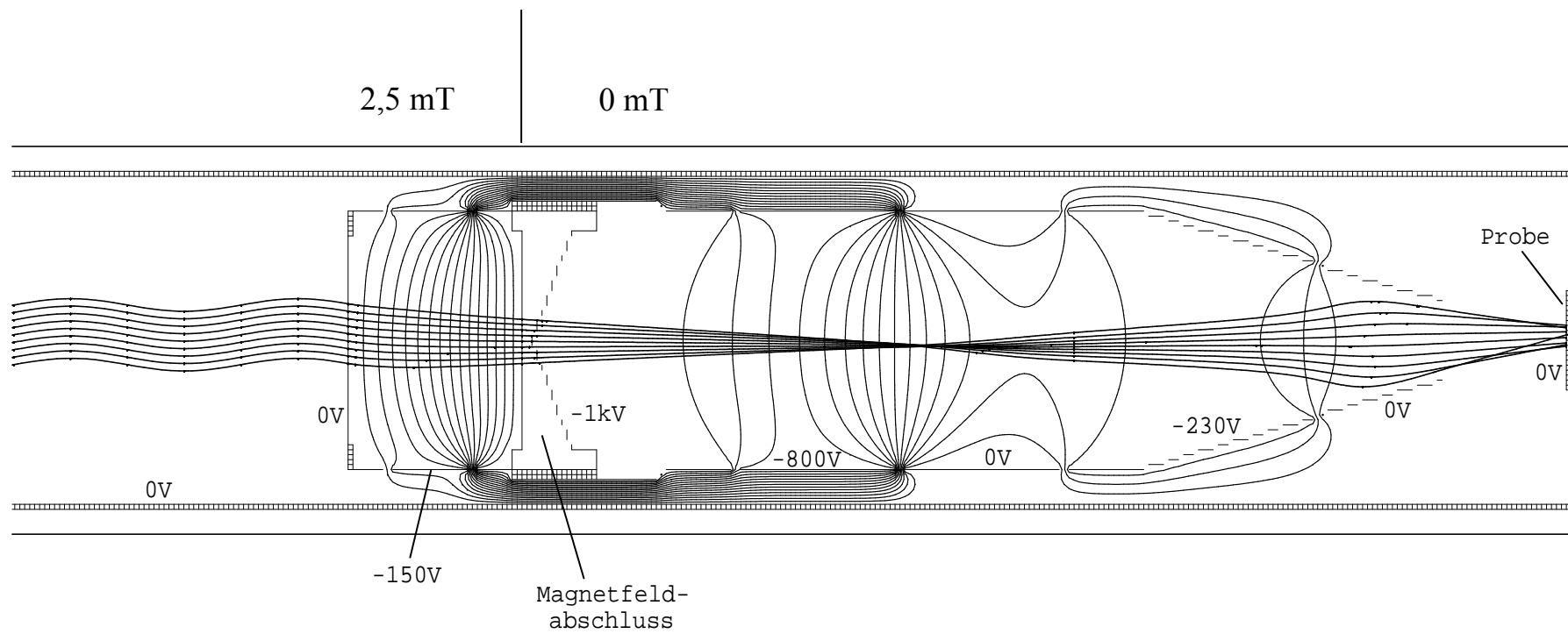
Der Entwurf des entsprechenden Linsensystems erfolgte mit dem Programm *SIMION* und ist in Abb. 3.8 dargestellt. Zur Beschleunigung vor dem Magnetfeldabschluss wird eine dreiteilige Rohrlinse verwendet, die aufgrund des im vorigen Abschnitt erwähnten Wellbalgs möglichst kurz gestaltet werden musste. Um dennoch ein homogenes elektrisches Feld zu erzeugen, sind ihre Enden mit elektrischen Drahtgittern (Maschenweite 1,25 mm, Transmission $\approx 95\%$) abgedeckt. An der Ausgangsseite der Linse wirkt im Grunde bereits der Magnetfeldabschluss als grobes elektrisches Gitter, welches durch das zusätzliche Drahtgitter lediglich „verfeinert“ wird. Der Eingang der Beschleunigungsstufe befindet sich auf Erdpotential, und ihr Ausgang ist leitend mit dem Magnetfeldabschluss verbunden. Das Potential des mittleren Rohrabschnitts kann frei gewählt werden und wurde so eingestellt, dass sich eine leicht fokussierende Wirkung ergibt. Hierdurch wird der Strahl in das Zentrum des Feldabschlusses gebündelt, welcher dort die höchste Transmission aufweist.

Die Länge des Linsensystems nach dem Magnetfeldabschluss entspricht ungefähr dem Radius der Analysekommer, so dass der letzte Rohrabschnitt etwa 25 mm vor der Probe mündet. Aus Platzgründen ist der vordere Linsenteil kegelförmig, da der benachbarte Eingang des Elektronenanalysators ebenfalls direkt vor der Probe mündet. Um die aus der Probe emittierten Elektronen auf ihrem Weg zum Analysator nicht zu beeinflussen, liegt der letzte Abschnitt der Fokussierlinse auf Erdpotential. Hierdurch wird ein elektrisches Feld zur Probe und zum Analysatoreingang vermieden, welche sich ebenfalls auf Erdpotential befinden¹³. Wegen der kleinen Öffnung des letzten Rohrabschnitts (\varnothing 16 mm) wird das Feld im Innern der Fokussierlinse weitgehend nach außen abgeschirmt, was einen feldfreien Raum über der Probe unterstützt. Aus demselben Grund ist das gesamte Linsensystem von einem geerdeten Faraday-Käfig umgeben, aus dem nur die vorderste Linse herausragt. Seine netzartige Struktur verhindert, dass die in Abschnitt 3.2 beschriebenen „Lüftungsbohrungen“ in der Wandung des Linsensystems abgedeckt werden, so dass das Vakuum im Linseninnenraum nicht beeinträchtigt wird.

Bei der Simulation der Trajektorien in Abb. 3.8 wurde ein konstantes Magnetfeld von 2,5 mT berücksichtigt, das am Magnetfeldabschluss abrupt auf Null sinkt. In den Teilchenbahnen ist deutlich die Projektion der Gyrationsspirale vor Erreichen der Beschleunigungsstufe zu erkennen. Als Startenergie wurden 30 eV angenommen, was gleichzeitig der Energie der Positronen beim Auftreffen auf die Probe entspricht. Mit einem Startwinkel von 8° und einem anfänglichen Strahldurchmesser von 14 mm wird

¹³ Beim Auger-Experiment stellte sich heraus, dass sich ein negatives Potential an der Probe (≈ -10 V) günstig auf den Nachweis der emittierten Elektronen auswirkt, was in Abschnitt 4.2.1 erläutert wird.

Abb. 3.8: Simulation der elektrischen Strahlführung auf die Probe



selbst ungünstigen Startbedingungen Rechnung getragen. Um die Vorgabe zu realisieren, den Strahl auf die gewünschte Energie abzubremesen und gleichzeitig auf die Probe zu fokussieren, wurde sie in den zweiten Fokus des Strahlengangs gelegt.

Der vorletzte Rohrabschnitt des Linsensystems wurde der Länge nach in vier Segmente von jeweils 90° geschlitzt, die elektrisch gegeneinander isoliert sind. Diese Anordnung entspricht im Wesentlichen zwei gekreuzten Plattenkondensatoren. Durch Anlegen geeigneter Querspannungen kann ein zur Strahlrichtung transversales Ablenkkfeld erzeugt werden, welches sich mit dem rotationssymmetrischen Fokussierfeld überlagert. Die vier Segmente befinden sich dabei auf den Potentialen

$$U_1 = U_0 + \Delta U_x, \quad U_3 = U_0 - \Delta U_x, \quad U_2 = U_0 + \Delta U_y, \quad U_4 = U_0 - \Delta U_y.$$

Hierbei ist U_0 das gemittelte Potential des geschlitzten Rohres, welches lediglich zur Fokussierung des Strahls beiträgt. Die Segmente mit den Potentialen U_1 und U_3 bzw. mit U_2 und U_4 liegen sich jeweils gegenüber. Auf diese Weise ist es möglich, den Strahl in beliebiger Richtung über die Probenfläche zu justieren. Abb. 3.9 zeigt einen möglichen Verlauf des elektrischen Feldes \vec{E}_\perp senkrecht zur Strahlachse.

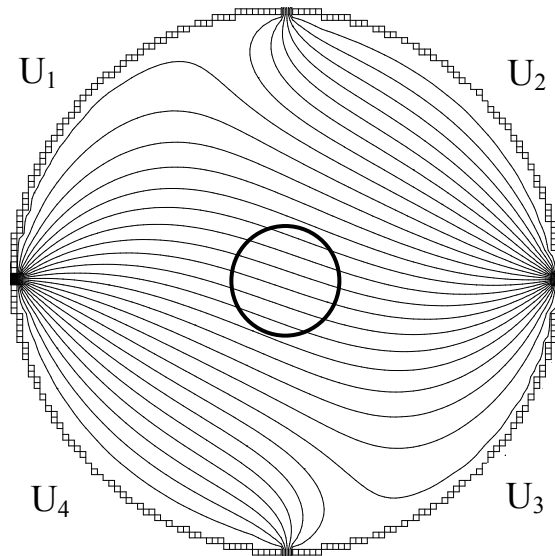


Abb. 3.9: Möglicher Verlauf des elektrischen Feldes senkrecht zur Strahlachse im geschlitzten Rohrabschnitt. Der elektrische Feldvektor verläuft senkrecht zu den Äquipotentiallinien von links unten nach rechts oben. In der Mitte des Rohres ist der Strahlquerschnitt (angenommener Durchmesser 1 cm) eingezeichnet.

3.6 Probenhandhabung

3.6.1 Probenpräparation

Zum Test der Auger-Anlage und der Durchführung erster PAES-Messungen wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit eine polykristalline Kupferprobe verwendet.

Um der gewalzten Kupferfolie (Reinheit 99,999 %) ein grobkörniges Gefüge zu verleihen und Gitterfehler auszuheilen, wurde sie vor ihrem Einbau zwei Stunden lang oberhalb der Rekristallisations-Temperatur [35] gegläht. Hierfür wurde ein externer Ofen verwendet, in dem die Folie unter Hochvakuum ($p < 10^{-6}$ mbar) auf 900° C erhitzt wurde. Um Verunreinigungen zu beseitigen, die beim Glühen an die Oberfläche diffundieren, wurde die Probe anschließend 30 Sekunden in 2-molarer Salpetersäure angeätzt [36] und danach mit destilliertem Wasser gespült. Eine optische Betrachtung ergab, dass die Größe der einzelnen Kristallite mindestens 0,1 mm beträgt. Dieser Wert ist groß gegenüber der typischen Diffusionslänge der Positronen (einige 100 nm).

Zur in-situ-Probenreinigung steht eine Argonkanone mit einem maximalen Strahlstrom von 20 μ A zur Verfügung. Der Durchmesser des Ar^{+} -Strahls auf der Probe kann zwischen 3 mm und 20 mm variiert werden. Um sicherzustellen, dass die gesamte Probe im Strahl liegt, wurde der größtmögliche Durchmesser eingestellt. Als günstiger Kompromiss zwischen einer effektiven Probenreinigung und der möglichen Schädigung der Oberfläche haben sich Ar^{+} -Energien im Bereich zwischen 600 eV und 1 keV bei einer Reinigungsdauer von etwa 15 Minuten erwiesen. Als Arbeitsgas wird Argon der Reinheit 99,998 % verwendet. Während des Betriebs der Argonkanone herrscht innerhalb der Analysekanne ein Partialdruck von ca. 10^{-6} mbar.

Die Probenhalterung wurde so konzipiert, dass die Probe durch Anlegen einer elektrischen Heizspannung im Stromdurchgang gegläht werden kann. Dadurch ist es möglich, die beim Argon-Beschuss erzeugten Oberflächendefekte auszuheilen, implantiertes Argon auszugasen und restliche Adsorbate abzdampfen.

3.6.2 Probenhalterung

Die aus Kupfer gefertigte Probenhalterung besteht aus zwei elektrisch isolierten Hälften, die von der 25 μm starken Kupferprobe überbrückt werden. Beim Anlegen einer Heizspannung fließt durch die Probe ein Strom, wodurch sie in-situ gegläht werden kann. Die beiden Hälften der Probenhalterung wurden auf einer Basisplatte aus MACOR[®] fixiert. Der Spalt zwischen den Halterungshälften verläuft nicht geradlinig, sondern besitzt eine verwinkelte Geometrie (Abb. 3.10). Hierdurch wird vermieden, dass beim Glühen der Kupferfolie verdampftes Probenmaterial auf der Keramikplatte sublimiert, wodurch eine leitende Verbindung erzeugt würde. Die 20 x 25 mm² große Kupferfolie wird mit vier kleinen Montageschrauben an den beiden Stegen der Probenhalterung fixiert. Um zu verhindern, dass die glühende Folie aufgrund thermischer Ausdehnung den Boden der Halterung berührt, beträgt die Höhe der Stege jeweils 4 mm.

Die gesamte Probenaufhängung ist so konzipiert, dass zum Messsignal ausschließlich Elektronen aus der Probe beitragen können. Sämtliche Teile der Halterung werden selbst bei schlechter Strahljustage von der Probe abgeschattet. Die in Abb. 3.11 ersichtliche Verbindungsstange zur Achse des Probenmanipulators befindet sich 50 mm unterhalb der Probe und ist damit so weit vom Analysatoreingang entfernt, dass ein möglicher Beitrag zum Messsignal verschwindend klein wäre. Um elektrische Aufladungseffekte zu vermeiden, wurde insbesondere bei der Dimensionierung des Keramiksockels beachtet, dass er völlig von der Probe abgeschattet wird. Die räumliche Orientierung der Probenhalterung wurde so gewählt, dass das Lot zur Probenfläche genau der Winkelhalbierenden zwischen Positronenstrahl und Analysatorachse entspricht.

Zur exakten Positionierung der Probe im Zentrum der Analysechamber dient ein dreiachsiger Präzisionsmanipulator. Dieser ermöglicht eine Translation der Probe in alle Richtungen sowie eine Drehung um die Manipulatorachse, wodurch die Probe wahlweise zum Positronenstrahl oder zur Argonkanone ausgerichtet werden kann. Auf der Achse des Manipulators befindet sich in 80 mm Entfernung zur Probe zusätzlich ein kleiner Fluoreszenzschirm, welcher bei klassischen Auger-Messungen zur genauen Justage des Elektronenstrahls dient.

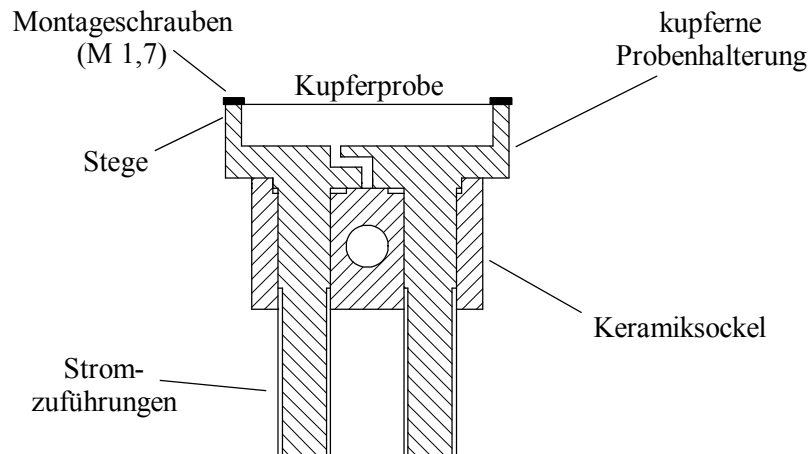


Abb. 3.10: Schnitt durch die Probenhalterung. Beide Halterungshälften sind durch einen 1 mm breiten Spalt elektrisch getrennt, so dass die Probe durch Anlegen einer Heizspannung in-situ gegläht werden kann.

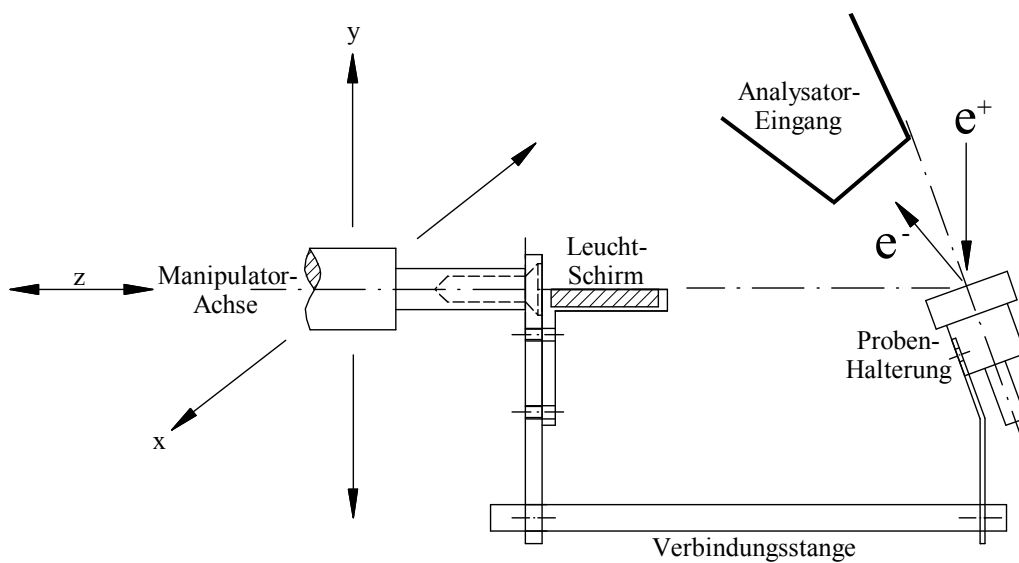


Abb. 3.11: Aufhängung der Probenhalterung am Präzisionsmanipulator. Die Aufhängung wurde so gestaltet, dass nur Elektronen von der Probe zum Analysator gelangen. Am Manipulator ist zusätzlich ein Fluoreszenzschirm befestigt, der bei konventioneller AES zur Justage des Elektronenstrahls dient.

3.7 Elektronen-Energieanalysator

Zur Messung der aus der Probe emittierten Elektronen steht ein hemisphärischer Energieanalysator zur Verfügung, dessen Eingang 30 mm vor der Probe im Zentrum der Analysekommer mündet. Abb. 3.12 zeigt den schematischen Aufbau des Analysators. Elektronen, die in den Analysatoreingang gelangen, werden durch ein etwa 20 cm langes System elektrischer Linsen zur eigentlichen Analysestrecke geführt. Diese verläuft in Form einer Kreisbahn (Radius 100 mm, Sektorwinkel 150°) im elektrischen Feld eines Kugelkondensators, welcher außerhalb der Analysekommer in einem eigenen Rezipienten untergebracht ist. Am Ende der Analysestrecke befindet sich ein Channeltron-Detektor, in dem die einzelnen Elektronen durch Sekundärelektronen-Vervielfachung zu messbaren Impulsen verstärkt werden. Durch die Variation der Feldstärke zwischen den Hemisphären des Kugelkondensators kann vorgegeben werden, Elektronen welcher Energie das Channeltron erreichen. Am Anfang und am Ende der Analysestrecke befinden sich Schlitze variabler Breite, mit denen die tolerierte Abweichung der tatsächlichen Elektronenbahn von der „Sollkurve“ und somit die Breite des akzeptierten Energiefensters mechanisch eingestellt werden kann. Die größte Schlitzweite (4 mm) entspricht einer Energieauflösung von etwa 4 eV, wogegen bei der kleinsten Schlitzweite (0,5 mm) die höchste Auflösung von 0,1 eV erreicht wird. Der gesamte Analysator ist von einem μ -Metall-Schild umgeben, der zur Abschirmung magnetischer Störfelder dient. Der vom Analysator maximal akzeptierte Eintrittswinkel der Elektronen beträgt ungefähr 3° zur Achse des Linsensystems, was einem Eintrittskegel mit dem Öffnungswinkel 6° entspricht. Das Channeltron am Ende der Analysestrecke besitzt eine Quanteneffizienz von etwa 80 %. Die Steuerung des Analysators sowie die Datenauslese erfolgt PC-unterstützt mithilfe einer speziellen Software.

Durch die Linsenoptik des Analysators wird ein begrenzter Bereich der Probe auf den Eingangsschlitz der Analysestrecke abgebildet, wobei die Vergrößerungen 1:1 und 1:3 zur Verfügung stehen. Im 1:1 -Modus entspricht das detektierte Probenareal ungefähr dem Eingangsschlitz; im 1:3 -Modus ist es um einen Faktor drei kleiner. Um maximale Zählraten zu erreichen, wurde im Rahmen dieser Arbeit ausschließlich im 1:1 -Modus gemessen.

Die Einstellung der akzeptierten Elektronenenergie kann auf zwei verschiedene Weisen erfolgen. Im CRR-Modus (constant retard ratio) wird die Hemisphärenspannung variiert, und die Elektronen werden beim Durchlaufen des Linsensystems auf einen konstanten Bruchteil ihrer ursprünglichen Energie abgebremst. Im CAE-Modus (constant analyser energy) wird die Spannung zwischen den Hemisphären konstant gehalten, und die Vorgabe der akzeptierten Elektronenenergie erfolgt durch Variation der Beschleunigungsspannung des Linsensystems. Im CAE-Modus ist die *absolute* Energieauflösung ΔE unabhängig von der detektierten Elektronenenergie, wogegen

die Transmission des Analysators mit steigender Energie abnimmt¹⁴. Der CRR-Modus weist eine konstante Transmission der Elektronen auf, aber das vom Analysator akzeptierte Energiefenster wird mit zunehmender Energie immer breiter.

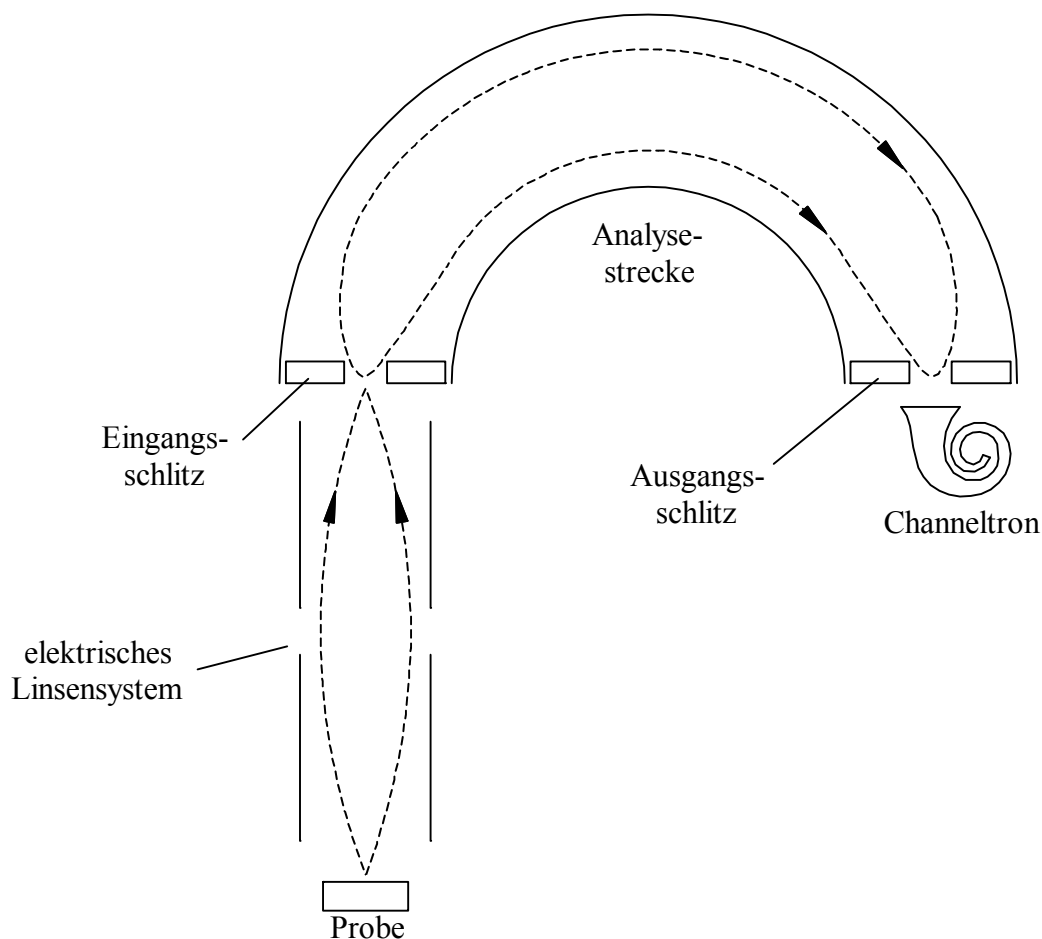


Abb. 3.12: Schematischer Aufbau des Elektronen-Energieanalysators. Die von der Probe emittierten Elektronen werden durch ein elektrisches Linsensystem zur Analysestrecke geleitet. Nach Durchlaufen der Analysestrecke werden sie im Channeltron zu messbaren Spannungsimpulsen verstärkt.

¹⁴ Die Elektronen durchlaufen im CAE-Modus die Analysestrecke mit einer konstanten „Pass-Energie“, welche innerhalb vorgegebener Grenzen eingestellt werden kann und die Breite des Energiefensters mitbestimmt. Die resultierende Breite kann mit der Formel $\Delta E \approx (E_{pass} \cdot b) / (2R)$ berechnet werden [37], wobei b die gewählte Schlitzweite und R den Bahnradius der Analysestrecke beschreiben.

Kapitel 4

Messungen

4.1 Messung des Positronenstrahls

Der Positronenstrahl wurde an verschiedenen Stellen des Strahlsystems überprüft, um die Feldeinstellungen für jeden Abschnitt einzeln zu optimieren und den Strahl sukzessive durch die Apparatur zu „fädeln“.

4.1.1 Messung nach dem geraden Strahlrohr

Messung mit ^{22}Na

Die erste Messung des Positronenstrahls erfolgte nach dem geraden Strahlrohrabschnitt unter Verwendung der ^{22}Na -Quelle. Hierzu wurde der Vakuumschieber zwischen dem geraden Rohrstück und der angrenzenden Kurve geschlossen und die Intensität der Annihilationsstrahlung bestimmt, die beim Auftreffen der Positronen am Schieber entsteht. Zum Nachweis der γ -Strahlung wurden zwei NaJ-Detektoren (3" x 3") verwendet, die koinzident ausgelesen wurden (Abb. 4.1). Auf diese Weise konnten die γ -Quanten aus dem β^+ -Emitter unterdrückt werden, welche nur durch „zufällige Koinzidenz“ zeitgleich in beide Detektoren treffen.

Zur Kalibrierung der obigen Anordnung wurde eine ^{22}Na -Eichquelle (Aktivität 375 kBq) verwendet, die vorübergehend am Auftreffpunkt des Strahls fixiert wurde. Die Messung der Eichquelle erfolgte bei abgeschaltetem Positronenstrahl und ergab eine Zählrate von 3626 ± 7 detektierten γ -Quanten pro Sekunde¹⁵. Damit ergibt sich aufgrund des Raumwinkels und der Nachweiswahrscheinlichkeit der Detektoren die gemeinsame Effizienz:

$$\eta_{\text{Det}} = \frac{3626 \text{ s}^{-1}}{0,9 \cdot 375 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}} \approx 1,07 \cdot 10^{-2} .$$

Der Faktor 0,9 im Nenner berücksichtigt die Positronenausbeute der ^{22}Na -Eichquelle.

¹⁵ In der gemessenen Zählrate sind auch die Compton-gestreuten Annihilationsquanten des γ -Spektrums enthalten.

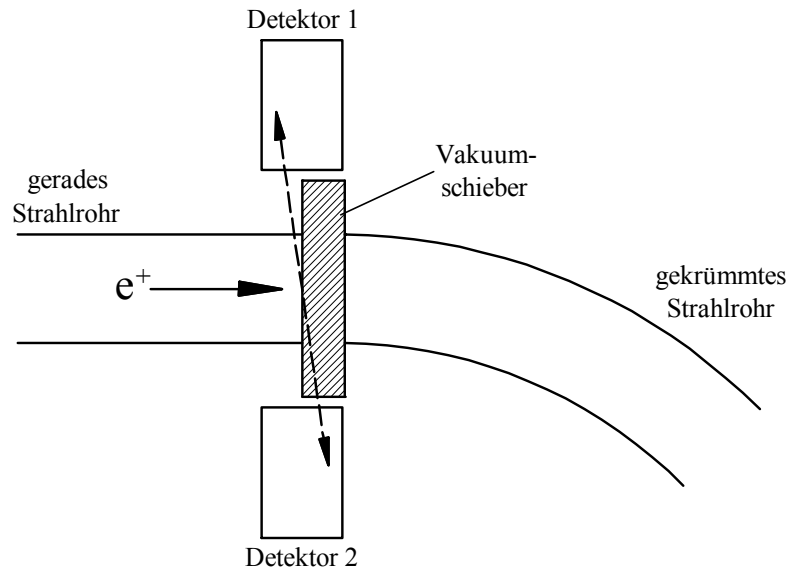


Abb. 4.1: Messung der Strahlintensität am Ende des geraden Strahlrohrs. Die Annihilationsquanten (gestrichelt eingezeichnet) wurden koinzident mit zwei NaJ-Detektoren nachgewiesen. Der Abstand der Detektoren zur Strahlachse beträgt 7,5 cm.

Um die Intensität der vollständig moderierten Positronen zu ermitteln, wurde an der Beschleunigungsstufe beim Moderator vorübergehend ein repulsives Potential von 10 V angelegt. Dieses kann nur von schnellen Positronen mit entsprechend hoher Energie überwunden werden, weshalb die Intensitätsminderung beim Anlegen der Bremsspannung genau dem Anteil der langsamen Positronen entspricht. Abb. 4.2 zeigt die Spektren der gemessenen Annihilationsstrahlung. Die obere Kurve wurde bei einer Beschleunigungsspannung von 30 V aufgenommen, was ungefähr der Energie der langsamen Positronen beim Auftreffen auf den Schieber entspricht. Bei der Messung des unteren γ -Spektrums wurde eine Bremsspannung von 10 V angelegt. Beide Messungen erfolgten bei einem magnetischen Transportfeld von 2,5 mT und einer optimierten Einstellung der magnetischen Korrekturfeldspulen. Die Messzeit der Spektren betrug jeweils 30 Minuten. Die Zählrate der oberen Kurve entspricht 2510 ± 2 pro Sekunde und die der unteren Kurve 2301 ± 2 pro Sekunde¹⁵. Demnach beträgt die Intensität der vollständig moderierten Positronen

$$I_{mod} = \frac{(2510 \pm 2) - (2301 \pm 2)}{\eta_{Det}} s^{-1} = \frac{209 \pm 3}{1,07 \cdot 10^{-2}} s^{-1} = (19533 \pm 280) s^{-1} \approx 2 \cdot 10^4 s^{-1} .$$

Da die relative Zählratenabnahme beim Anlegen der Gegenspannung lediglich 8 % beträgt, besteht der Strahl vor dem Durchlaufen der Krümmung offensichtlich zum größten Teil aus schnellen und epithermischen Positronen.

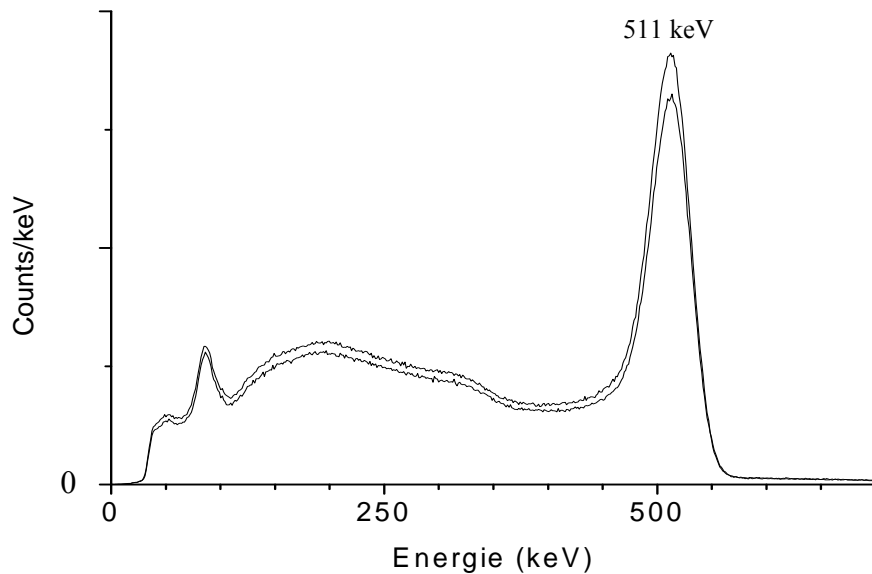


Abb. 4.2: γ -Spektren der vom Vakuumschieber emittierten Annihilationsstrahlung. Das obere Spektrum wurde bei einer Beschleunigungsspannung und das untere bei einer Bremsspannung an der Moderatorfolie gemessen (siehe Text).

Abschätzung der Moderationseffizienz

Mit obiger Intensitätsmessung kann die Effizienz des Positronenmoderators abgeschätzt werden: Unter Berücksichtigung der Positronenausbeute von 90 % ist die Produktionsrate I_0 der in der ^{22}Na -Quelle (Aktivität 5 mCi) erzeugten Positronen

$$I_0 = 0,9 \cdot 3,7 \cdot 10^7 \frac{\text{s}^{-1}}{\text{mCi}} \cdot 5 \text{ mCi} = 1,67 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1} .$$

Die aus der Quelle isotrop emittierten Positronen bestrahlen die 3 mm entfernte Moderatorfolie mit einem Raumwinkel von $\Omega \approx 25 \%$. Auf ihrem Weg von der gekapselten Quelle zum Moderator müssen sie zwei Titanfolien durchdringen, die zusammen eine Transmission von $t = 75 \%$ aufweisen. Nur ein geringer Anteil der in den Moderator implantierten Positronen thermalisiert vollständig und wird danach an seiner Rückseite ins Vakuum emittiert. Dieser Anteil wird als Moderationseffizienz ε bezeichnet. Unter Berücksichtigung der dargestellten Verlustfaktoren beträgt die Intensität der moderierten Positronen somit

$$I_{\text{mod}} = I_0 \cdot \Omega \cdot t \cdot \varepsilon .$$

Wird für I_{mod} die gemessene Intensität eingesetzt, so ergibt sich insgesamt eine Moderationseffizienz

$$\varepsilon = \frac{I_{\text{mod}}}{\Omega \cdot t \cdot I_0} = \frac{2 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}}{0,25 \cdot 0,75 \cdot 1,67 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}} = 6,4 \cdot 10^{-4} .$$

Die Moderationseffizienz liegt damit im oberen Bereich für metallische Transmissionsmoderatoren. In der Abschätzung wurde nicht berücksichtigt, dass ein Teil der langsamen Positronen am Schieber reflektiert wird und deshalb nicht zum Messsignal beiträgt. Außerdem wurde die Selbstabsorption von Positronen im ^{22}Na vernachlässigt. Beide Aspekte bewirken, dass die tatsächliche Moderationseffizienz noch höher ist.

Messung mit ^{64}Cu

Die Messung der Strahlintensität wurde auch mit dem Positronenemitter ^{64}Cu durchgeführt. Hierzu wurde die kommerzielle ^{22}Na -Quelle durch ein aktiviertes Kupferplättchen ersetzt, das durch Neutronenbestrahlung am Forschungsreaktor München FRM hergestellt wurde. Die Messung des Positronenstrahls fand etwa sechs Stunden nach Bestrahlungsende statt, so dass die Aktivität von anfänglich 500 mCi auf 360 mCi gesunken war ($T_{1/2} = 12,7$ h). Unter Berücksichtigung der Positronenausbeute von ^{64}Cu (19 %) betrug die Produktionsrate der im Kupferplättchen erzeugten Positronen zum Zeitpunkt der Messung ungefähr $2,5 \cdot 10^9 \text{ s}^{-1}$.

Die Bestimmung der Strahlintensität erfolgte analog zur oben beschriebenen Messung durch zeitweiliges Anlegen einer Bremsspannung. Die Differenz der gemessenen Zählraten ergab eine Intensität von ungefähr $1,5 \cdot 10^5$ langsamen Positronen pro Sekunde. Obwohl die Produktionsrate der im ^{64}Cu erzeugten Positronen 15 mal höher ist als in der ^{22}Na -Quelle, unterscheiden sich die Strahlintensitäten nur um den Faktor 7,5. Dies kann durch einen unterschiedlichen Raumwinkel beim Positroneneintritt in die Moderatorfolie erklärt werden, denn das aktivierte Kupferplättchen hat einen Durchmesser von 10 mm und befindet sich 1 mm weiter vom Moderator entfernt als die erheblich kleinere ^{22}Na -Quelle ($\varnothing 3,7$ mm).

4.1.2 Messung nach dem gekrümmten Strahlrohr

Im weiteren Vorgehen wurde der Positronenstrahl am Ende des gekrümmten Strahlrohrs *vor* seinem Austritt aus dem Magnetfeld untersucht. Weil der Forschungsreaktor München FRM zum Zeitpunkt dieser Messung bereits abgeschaltet war, musste auf die Herstellung des β^+ -Emitters ^{64}Cu verzichtet werden. Alle weiteren Messungen wurden ausschließlich mit der schwächeren ^{22}Na -Quelle durchgeführt.

Messung des Strahlprofils

Das Strahlprofil wurde mit einem ortsauflösenden Micro-Channel-Plate-Detektor (MCP) vermessen, der anstelle des Magnetfeldabschlusses direkt am Strahlrohrende angeflanscht war¹⁶. Der Fluoreszenzschirm am Ausgang der MCP wurde mit einer CCD-Kamera optisch ausgelesen. Um zu verhindern, dass sich der Strahl (bei demon-

¹⁶ Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine 2-Platten-MCP in Chevron-Anordnung mit einem Durchmesser von 40 mm und einem Verstärkungsfaktor von 10^7 verwendet.

tiertem Magnetfeldabschluss) bereits im auslaufenden Solenoidfeld befindet, wurde über die MCP eine zusätzliche Spule geschoben¹⁷. Hierdurch wurde das magnetische Transportfeld über die MCP hinweg verlängert, so dass die ortsauflösende Messung den Strahl im konstanten Magnetfeld repräsentiert.

Abb. 4.3 zeigt eine Aufnahme des Strahlquerschnitts bei einer Positronenenergie von 30 eV und einem Transportfeld von 2,5 mT. Rechts im Bild ist das Strahlprofil entlang der eingezeichneten Schnittlinie aufgetragen. Seine Halbwertsbreite beträgt ca. 6 mm. Die magnetischen Korrekturfelder wurden so eingestellt, dass der Strahl im Zentrum der kreisförmigen MCP auftrifft und dabei einen gleichmäßigen Querschnitt sowie einen möglichst kleinen Durchmesser aufweist. Die optimierten Korrekturfeldeinstellungen für verschiedene Strahlenergien und Transportfeldstärken sind in Tabelle A.3 im Anhang zusammengestellt.

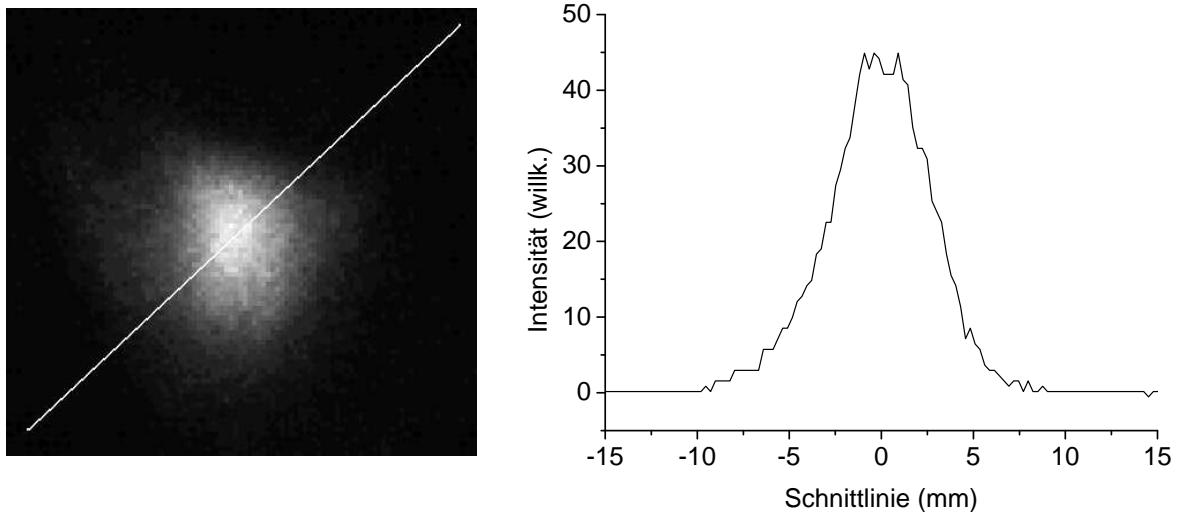


Abb. 4.3: Aufnahme des Strahlquerschnitts mit einem ortsauflösenden MCP-Detektor und Strahlprofil entlang der eingezeichneten Schnittlinie.

Messung der Strahlintensität

Die Messung der Strahlintensität erfolgte über den Nachweis der Annihilationsstrahlung, die beim Auftreffen der Positronen auf die MCP-Fläche entsteht. Hierzu wurde die CCD-Kamera von der MCP entfernt und statt dessen ein NaJ-Detektor (3" x 3") bündig an ihrer Rückseite befestigt (Abb. 4.4). Auf eine Koinzidenzanordnung entsprechend Abb. 4.1 wurde verzichtet, da die γ -Strahlung aus dem β^+ -Emitter

¹⁷ Im Gegensatz zu Dynoden-Photo-Multipliern werden MCPs von Magnetfeldern praktisch nicht beeinflusst, da der Durchmesser der einzelnen Mikrokanäle viel kleiner als der Gyrationradius der erzeugten Sekundärelektronen ist.

praktisch vollständig in der Bleiummantelung des gekrümmten Strahlrohrs absorbiert wird und daher nur γ -Quanten aus der MCP in den Detektor gelangen. Durch die Einzeldetektor-Anordnung konnte ein wesentlich größerer Raumwinkel ausgenutzt werden als in Abb. 4.1.

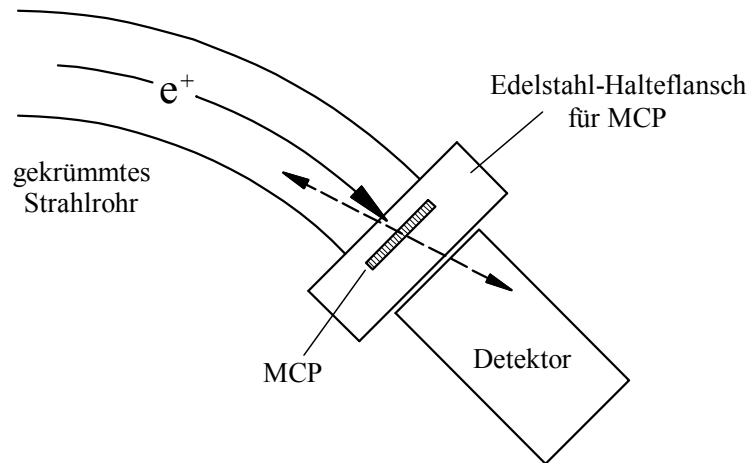


Abb. 4.4: Messung der Strahlintensität am Ende des gekrümmten Strahlrohrs. Die in der MCP erzeugten Annihilationsquanten wurden in Einzeldetektor-Anordnung nachgewiesen.

Vor seiner Montage wurde der Detektor mit der ^{22}Na -Eichquelle kalibriert, welche dabei mittig vor seiner Stirnfläche in einer Distanz positioniert wurde, die dem späteren Abstand des Detektors zur Eintrittsfläche der MCP entsprach. Bei der Messung der Eichquelle wurden ausschließlich γ -Quanten erfasst, die in den Raumwinkel des Detektors fliegen, wogegen die vom Strahl erzeugten Annihilationsquanten auch durch Compton-Streuung im MCP-Halteflansch zum Detektor gelangen können. Um dennoch einen Vergleich der Zählraten zu ermöglichen, wurde bei der Auswertung der γ -Spektren nur der Photo-Peak berücksichtigt, und die tieferliegenden, Compton-gestreuten Ereignisse nicht mit einbezogen. Das betrachtete Energiefenster (ROI) wurde in einen Bereich von $511 \text{ keV} \pm 10 \%$ gelegt, was in etwa der Breite des Photo-Peaks entsprach. Die Messung der Eichquelle ergab eine Zählrate von $31295 \pm 10 \text{ s}^{-1}$ (Messzeit 300 s). Für die Messanordnung folgt entsprechend der oben beschriebenen Formel die Effizienz:

$$\eta_{\text{Det}} = \frac{31295 \text{ s}^{-1}}{0,9 \cdot 375 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}} \approx 9,27 \cdot 10^{-2} .$$

Die Messung des Positronenstrahls erfolgte zunächst bei einer Energie von 30 eV und einem Transportfeld von 2,5 mT. Die Ströme der Korrekturfeldspulen entsprachen den optimierten Einstellungen aus der Messung des Strahlprofils. Analog zu Abschnitt 4.1.1 wurde an der Beschleunigungsstufe beim Moderator zuerst ein attraktives und dann ein

repulsives Potential angelegt. Die gemessenen Spektren sind in Abb. 4.5 dargestellt, wobei die obere Kurve einer Beschleunigungsspannung von 30 V und die untere einer Bremspannung von 10 V entspricht.

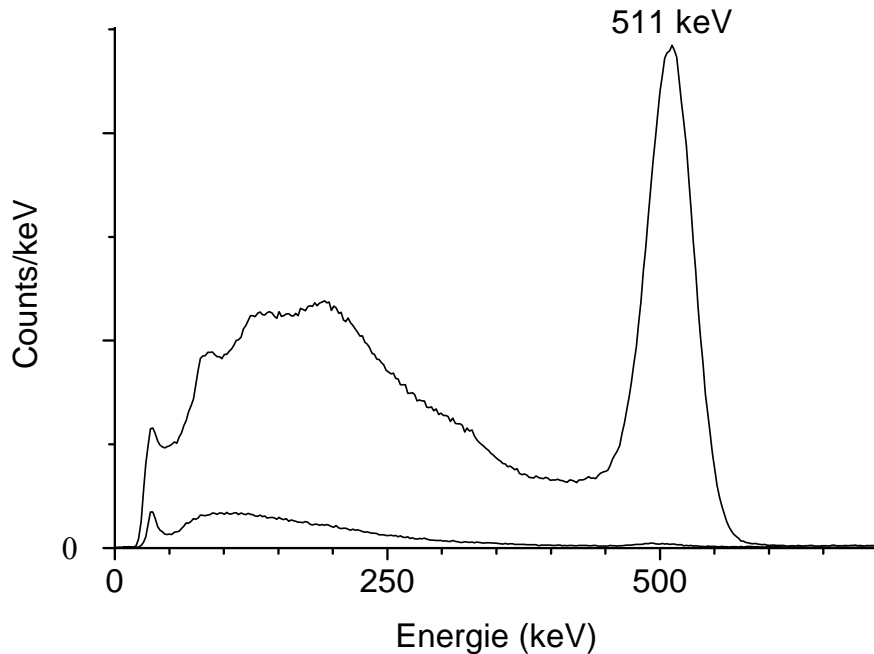


Abb. 4.5: γ -Spektren der an der MCP gemessenen Annihilationsstrahlung. Das obere Spektrum wurde bei einer Beschleunigungsspannung und das untere bei einer Bremspannung an der Moderatorfolie aufgenommen. ROI: $511 \text{ keV} \pm 10 \%$.

Die Auswertung beider Spektren ergab eine Zählrate von 1928 ± 3 bzw. von 18 ± 0 pro Sekunde (Messzeit jeweils 300s), was einer Intensität an langsamen Positronen von

$$I_{mod} = \frac{(1812 \pm 3) - (18 \pm 0)}{\eta_{Det}} s^{-1} = \frac{1794 \pm 3}{9,27 \cdot 10^{-2}} s^{-1} = (19353 \pm 32) s^{-1} \approx 2 \cdot 10^4 s^{-1}$$

entspricht. Dieser Wert stimmt mit der Messung aus Abschnitt 4.1.1 überein. Die relative Zählratenabnahme beim Anlegen der Gegenspannung beträgt damit über 99 %. Hierdurch wird bestätigt, dass das gebogene Strahlrohr als Geschwindigkeitsfilter wirkt, welcher die schnellen und epithermischen Positronen vom Strahl aussondert und fast ausschließlich langsame Positronen passieren lässt.

Die Messung der Strahlintensität wurde bei sämtlichen Energie- und Transportfeldeinstellungen aus Tabelle A.3 wiederholt. Die jeweiligen Zählraten wichen dabei nur unwesentlich vom oben angegebenen Wert ab.

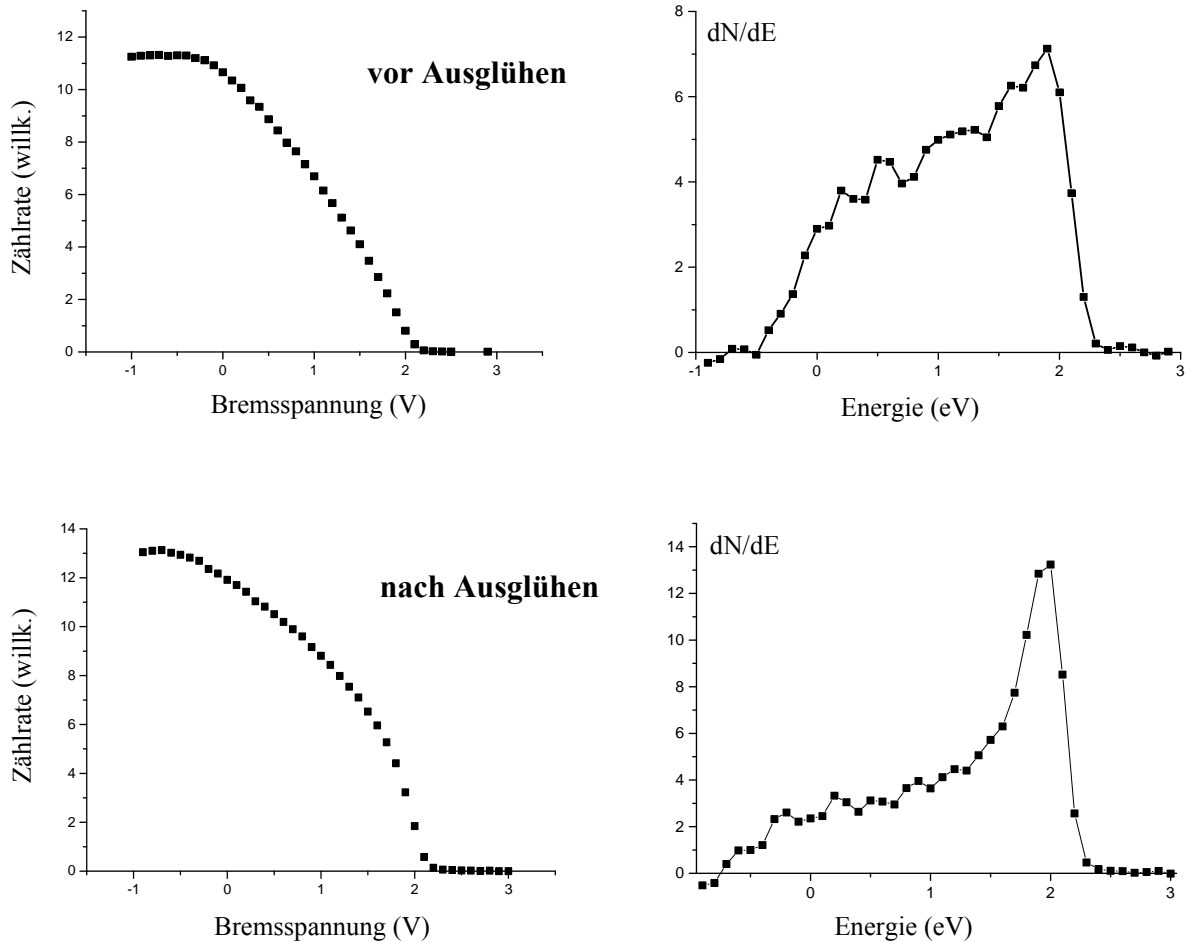


Abb. 4.6: Messung der Energieschärfe der moderierten Positronen (siehe Text). Die differenzierten Zählratenkurven (rechts) beschreiben die Energieverteilung der aus dem Moderator emittierten Positronen. Da die elektrische Kontaktspannung zwischen Moderatorfolie und Beschleunigungslinse die Messung beeinflusst, sind alle Spektren um ca. 0,5 V nach links verschoben.

Messung der Energieschärfe

In Abschnitt 1.1.2 wurde beschrieben, dass die thermalisierten Positronen den Moderator mit einer kinetischen Energie verlassen, die seiner negativen Austrittsarbeit entspricht. Bei ihrer Emission können sie allerdings an Adsorbaten auf der Moderatoroberfläche gestreut werden und dadurch einen Energieverlust erleiden. Um die Energieschärfe der emittierten Positronen experimentell zu überprüfen, wurde an der Beschleunigungslinse beim Moderator eine stufenweise veränderte Bremsspannung angelegt. Die Zählrate am NaJ-Detektor spiegelt dabei die Anzahl der Positronen wider, deren Austrittsenergie größer ist als die angelegte Potentialbarriere. Durch Differenzieren der gemessenen Zählratenkurve $N(U_{Brems})$ erhält man die in Abb. 4.6 dargestellte Energieverteilung der emittierten Positronen. Die obere Messung erfolgte

nach mehreren Wochen Standzeit des Moderators im Strahlsystem, wogegen die untere Messung unmittelbar nach erneutem in-situ-Glühen durchgeführt wurde. Beim „Auffrischen“ der Moderatorfolie verschärft sich die Energieverteilung der Positronen signifikant, weil die Wahrscheinlichkeit der inelastischen Streuung an Adsorbaten abnimmt.

Unter Mitwirkung des Verfassers wurden entsprechende Messungen an Platin, Nickel und Tantal als Positronenmoderator durchgeführt, um eine mögliche Verwendung in der Positronenquelle am FRM-II beurteilen zu können [38].

4.1.3 Messung nach der Fokussierlinse

Vor dem endgültigen Anschluss des Strahlrohrs an die Analysekommer wurde die Auskopplung der Positronen aus dem Magnetfeld und ihre elektrische Fokussierung auf die Probe überprüft. Hierfür wurde am Magnetfeldabschluss ein gerades Rohrstück angeflanscht, in welches die elektrische Fokussierlinse hineinragte (Abb. 4.7). Am Ende des Rohrstücks wurde wieder die MCP montiert, an der wahlweise die CCD-Kamera oder der NaJ-Detektor befestigt waren. Die Länge des Rohrstücks wurde so bemessen, dass der Abstand der Fokussierlinse zur MCP genau der späteren Entfernung zur Probe in der Analysekommer entsprach. Um den Einfluss äußerer Störfelder auszuschließen, wurde das Rohrstück mit einer magnetischen Abschirmung aus μ -Metall versehen.

Messung des Strahlprofils

Die Messung des Strahlprofils erfolgte bei den Positronenenergien 10 eV und 30 eV und einem magnetischen Transportfeld von wahlweise 2,5 mT oder 5 mT. Abb. 4.8 zeigt eine Aufnahme des Strahlquerschnitts bei 30 eV und 2,5 mT. Die Halbwertsbreite des Strahlprofils entlang der eingezeichneten Schnittlinie beträgt etwa 5 mm. Die magnetischen Korrekturfelder mussten nur geringfügig gegenüber den in Abschnitt 4.1.2 optimierten Einstellungen nachjustiert werden.

Die elektrischen Potentiale der Fokussierlinse wurden entsprechend der Simulation in Abb. 3.8 eingestellt. Eine Abweichung von den berechneten Werten führte fast immer zu einer Verschlechterung der gemessenen Strahlqualität, wodurch sich die Richtigkeit der Simulation bestätigt. Lediglich das Potential der mittleren Beschleunigungslinse vor dem Magnetfeldabschluss wurde verändert, was eine leichte Verbesserung der Strahlqualität zur Folge hatte.

Die optimierten Einstellungen der Korrekturfeldspulen und der Fokussierlinse sind in Tabelle A.4 im Anhang zusammengestellt. Die ortsauflösende Messung des Positronenstrahls bei einer Energie von 10 eV führte zu einem ähnlichen Ergebnis wie in Abb. 4.8.

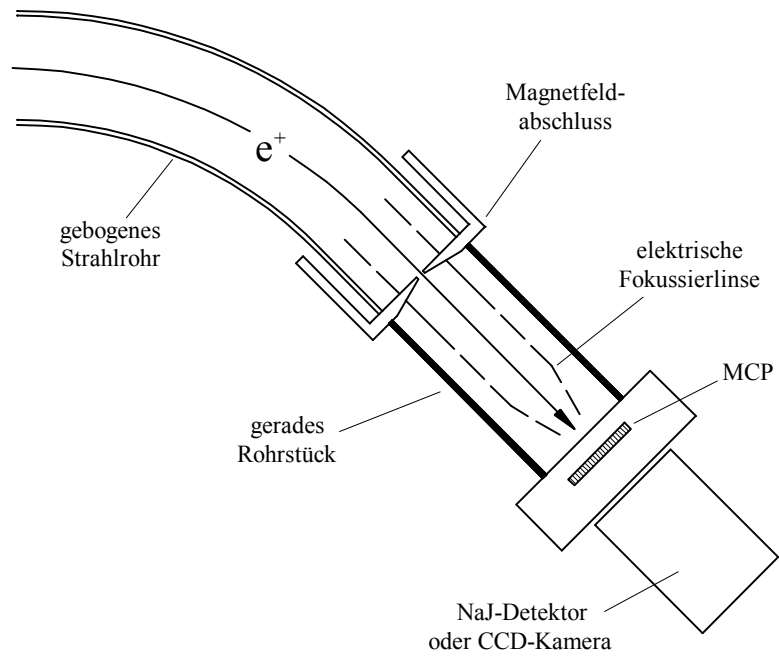


Abb. 4.7: Vorübergehende Montage eines geraden Rohrstücks nach dem Magnetfeldabschluss. Der Abstand zwischen Fokussierlinse und MCP entspricht der Entfernung zur Probe in der Analysekammer.

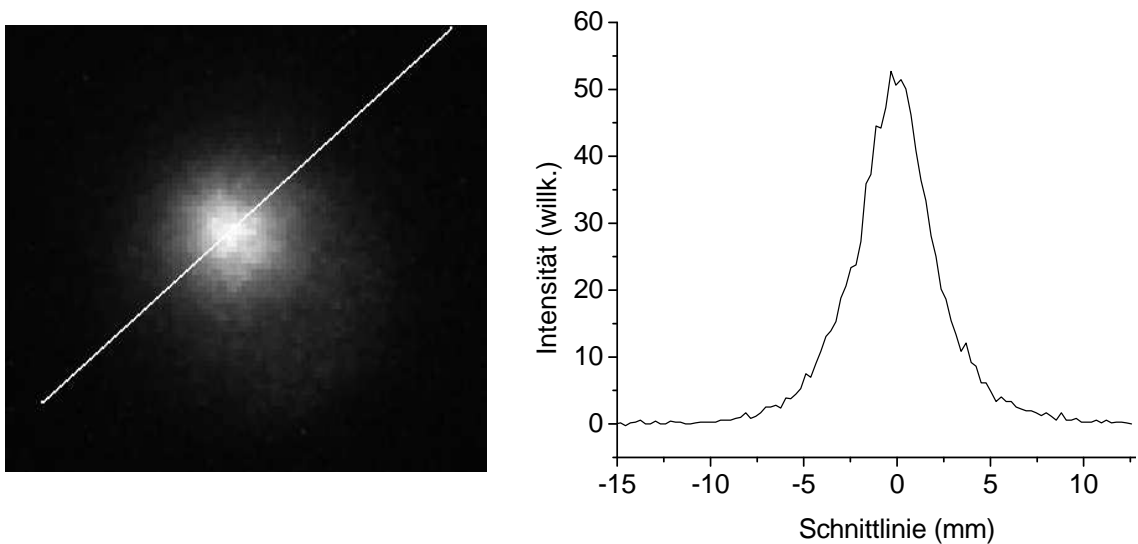


Abb. 4.8: Strahlquerschnitt und Strahlprofil nach Durchlaufen des magnetischen Feldabschlusses und der elektrischen Fokussierlinse.

Messung der Strahlintensität

Die Strahlintensität wurde analog zu Abschnitt 4.1.2 durch den Nachweis der Annihilationsstrahlung gemessen, die beim Auftreffen des Strahls auf die MCP entsteht. Dabei wurde eine Intensität langsamer Positronen von etwa $1,1 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}$ ermittelt¹⁸, woraus sich folgende gemeinsame Transmission für den Magnetfeldabschluss und die Fokussierlinse ergibt:

$$T = \frac{I_2}{I_1} \approx \frac{1,1 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}}{1,9 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1} \cdot 0,8} = 0,72 \quad .$$

I_1 und I_2 beschreiben die Strahlintensitäten *vor* dem Magnetfeldabschluss bzw. *nach* der Fokussierlinse, wobei für I_1 der Wert aus Abschnitt 4.1.2 eingesetzt wurde. Da die Messung von I_2 etwa 10 Monate später stattfand als die von I_1 , muss die Aktivitätsabnahme der ²²Na-Positronenquelle mit dem Faktor 0,8 berücksichtigt werden.

Um den Positronenstrahl bei seiner Messung nicht zu beeinflussen, wurde bisher die Eintrittsfläche der MCP entsprechend dem Potential der Probe auf 0 V gelegt. Die Messung ergab, dass I_2 gesteigert werden kann, wenn sich die MCP auf einem attraktiven Potential ($\approx -500 \text{ V}$) befindet. Das dadurch erzeugte „Ziefeld“ sollte aufgrund der kleinen Öffnung am Ausgang der Fokussierlinse nur wenig in ihren Innenraum eingreifen. Die Intensitätssteigerung legt deshalb nahe, dass die Transmission der Linse vor allem durch den letzten, konischen Linsenabschnitt begrenzt wird. Die oben angegebene, gemeinsame Transmission erhöhte sich beim Anlegen der Ziehspannung auf $T = 0,82$. Unter der Annahme, dass *alle* Positronen aufgrund der Ziehspannung die Fokussierlinse verlassen, beschreibt dieser Wert die alleinige Transmission des Magnetfeldabschlusses.

¹⁸ Die Strahlintensität wurde bei den verschiedenen Energie- und Transportfeldeinstellungen aus Tabelle A.4 gemessen, wobei sich die jeweiligen Intensitätswerte nur geringfügig unterschieden.

4.1.4 Messung in der Analysekammer

Die Messung des Positronenstrahls in der Analysekammer erfolgte durch den Nachweis der Annihilationsstrahlung, die beim Auftreffen des Strahls auf die Probe entsteht. Hierfür wurde dauerhaft ein zusätzlicher Rohrstutzen installiert, der radial in die Analysekammer hineinragt und etwa 40 mm vor der Probe mündet. Innerhalb des Rohrstutzens befindet sich ein kleiner CsJ-Detektor (\varnothing 0,5" x 2"), der von einem ringförmigen Wolfram-Kollimator mit 10 mm Wandstärke umgeben ist. Der Kollimator bewirkt, dass nur Annihilationsquanten aus der Richtung der Probe zum Detektor gelangen, wogegen Strahlung aus anderen Richtungen weitgehend unterdrückt wird. Positronen, die an der Probe vorbeifliegen und an der Wandung der Analysekammer annihilieren, liefern praktisch keinen Beitrag zur gemessenen Strahlintensität. Dasselbe gilt für Positronen, die bereits im Magnetfeldabschluss zerstrahlen.

Messung der Strahlintensität

Zur Kalibrierung der Messanordnung wurde anstelle der Probe die ^{22}Na -Eichquelle in der Probenhalterung fixiert. Aus der gemessenen Zählrate wurde eine Effizienz $\eta_{\text{Det}} \approx 1,4 \cdot 10^{-3}$ ermittelt, welche sich aus dem erfassten Raumwinkel und der Nachweiswahrscheinlichkeit des CsJ-Detektors zusammensetzt. Unter Berücksichtigung von η_{Det} ergab die Messung des Positronenstrahls eine Annihilationsrate von ca. $8 \cdot 10^3$ Positronen pro Sekunde auf der Probe. Dieser Wert entspricht lediglich 70 % der in Abschnitt 4.1.3 ermittelten Strahlintensität. Wird anstatt der Probe der benachbarte Fluoreszenzschirm in den Positronenstrahl geschoben, so steigt die Annihilationsrate auf den erwarteten Wert ($\approx 1,1 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}$). Offensichtlich werden etwa 30 % der Positronen von der Probe reflektiert, was typisch für saubere Metalloberflächen ist [39].

Um sicherzustellen, dass die nachgewiesene Annihilationsstrahlung tatsächlich von der Probe stammt, wurde diese gänzlich aus dem Positronenstrahl herausgezogen. Die Positronen fliegen dann ungehindert weiter und zerstrahlen erst an der Wandung der Analysekammer. Die gemessene Zählrate sank dabei um mehr als 90 % gegenüber dem ursprünglichen Wert. Der verbleibende Untergrund kann durch die begrenzte Wirkung des Kollimators erklärt werden.

Messung des Strahlprofils

Zur Messung des Strahlprofils wurde die Probe schrittweise in horizontaler oder vertikaler Richtung in den Positronenstrahl geschoben und dabei die Zunahme der Annihilationsrate protokolliert. Abb. 4.9 zeigt die gemessenen Zählratenkurven $N(x)$ und $N(y)$, wobei die entsprechende Ortskoordinate beschreibt, wie weit sich die Probe im Strahl befindet. Durch Differenzieren erhält man das Strahlprofil bezüglich der jeweiligen Translationsrichtung:

$$P(x) = \frac{d}{dx} N(x), \quad P(y) = \frac{d}{dy} N(y)$$

Die Richtungen (\vec{x}, \vec{y}) sind durch den Probenmanipulator vorgegeben und verlaufen senkrecht zueinander, aber *nicht* senkrecht zur Strahlrichtung. $P(x)$ und $P(y)$ entsprechen daher einer schrägen Projektion des Strahls und sind um den Faktor 1,3 bis 1,4 ausgedehnter als das tatsächliche Strahlprofil. Die Halbwertsbreite der gemessenen Profile beträgt 7 bis 8 mm.

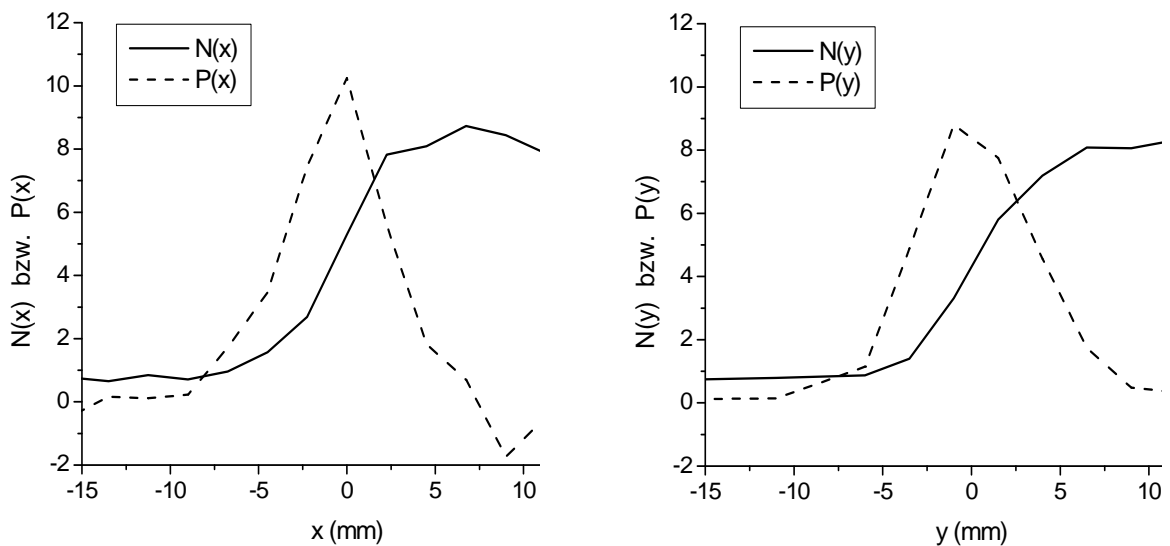


Abb. 4.9: Messung des Strahlprofils in der Analysekammer. Die Probe wurde schrittweise in den Positronenstrahl geschoben und dabei die Zunahme der Annihilationsrate gemessen (durchgezogene Kurven). Durch Differenzieren erhält man das Strahlprofil in der entsprechenden Translationsrichtung (gestrichelte Kurven).

4.2 Auger-Messungen

4.2.1 Allgemeines

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde klassisch angeregte und mit Positronen induzierte Auger-Spektroskopie an polykristallinem Kupfer durchgeführt. Der untersuchte Übergang $\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$ eignet sich speziell zur Auger-Spektroskopie mit Positronen, da er eine hohe Core-Annihilationswahrscheinlichkeit aufweist. Außerdem existieren hierzu entsprechende Vergleichsmessungen von A. WEISS et al. [40], was eine Beurteilung der durchgeführten Messungen erleichtert. Als elektrischer Leiter kann Kupfer problemlos im Stromdurchgang gegläht werden und birgt nicht die Gefahr der Aufladung im Elektronen- oder Positronenstrahl.

Die klassische Anregung mit Elektronen erfolgte bei einer Strahlenergie von 1 keV und Strömen der Größenordnung $0,1 \mu\text{A}$, was einer Strahlintensität von ungefähr $5 \cdot 10^{11} \text{ e}^-/\text{s}$ entspricht. Die Messzeit eines konventionellen Auger-Spektrums betrug typischerweise 15 Minuten, wogegen für die Messung eines PAES-Spektrums aufgrund der um sieben Größenordnungen geringeren Intensität des Positronenstrahls eine Messzeit von mehreren Tagen bis zu einigen Wochen benötigt wurde. Um während der Messzeit möglichst die Wiederbedeckung der gereinigten Probenoberfläche zu vermeiden, wurde in der Analysekammer ein Vakuum von einigen 10^{-11} mbar realisiert.

Zur konventionellen Auger-Spektroskopie, welche der Analyse der Probenoberfläche diente, wurde der Energieanalysator im CRR-Modus betrieben (vgl. Abschnitt 3.7). Dieser weist eine von der Energie der detektierten Elektronen unabhängige Transmission auf, so dass aus der Intensität der gemessenen Auger-Peaks auf die Konzentration der jeweiligen Elemente auf der Probenoberfläche geschlossen werden kann. Um maximale Zählraten bei den PAES-Messungen zu erreichen, wurde hierbei der Analysator im CAE-Modus (Pass-Energie 200 eV) betrieben, welcher allgemein eine höhere Transmission als der CRR-Modus besitzt. Aus demselben Grund war bei allen Auger-Messungen die größte Analysator-Schlitzweite (4 mm) eingestellt¹⁹, was zwar der geringsten Energieauflösung ($\approx 4 \text{ eV}$), dafür aber der maximalen Transmission des Analysators entspricht.

Um sicherzustellen, dass der Positronenstrahl das vom Analysator erfasste Probenareal beleuchtet, wurde er mithilfe der Ablenkeinheit über die Probe justiert. Als Anhaltspunkt wurde dabei die Zählrate der positroneninduzierten Sekundärelektronen maximiert, da eine Strahljustage mithilfe des viel schwächeren Auger-Signals nicht praktikabel ist. Eine maximale Zählrate an Sekundärelektronen ist zu verzeichnen, wenn sich alle Segmente der Ablenkeinheit auf demselben elektrischen Potential befinden.

¹⁹ Lediglich die konventionelle Auger-Messung der Substruktur des $\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$ -Peaks (Abb. 4.11) erfolgte bei einer Schlitzweite von 2 mm.

Die elektrische Strahlführung der Positronen auf die Probe wurde ursprünglich so konzipiert, dass sich diese im feldfreien Raum befindet und die Auger-Elektronen nicht auf ihrem Weg zum Analysator beeinflusst werden. Bei den PAES-Messungen stellte sich heraus, dass die Intensität des Auger-Signals signifikant gesteigert werden kann, wenn die Probe auf ein negatives Potential von etwa 10 V gelegt wird. Dies kann einerseits an einer verbesserten Fokussierung der Positronen liegen, welche zur negativen Probe hingezogen werden. Andererseits könnte das elektrische Feld die aus der polykristallinen Probe weitgehend isotrop emittierten Auger-Elektronen gezielt zum geerdeten Analysatoreingang führen. Wegen des negativen Probenpotentials werden die Positronen mit einer kinetischen Energie implantiert, die um 10 eV höher ist als am Ende der Fokussierlinse. Da die von der Probe emittierten Elektronen auf ihrem Weg zum Analysator ebenfalls um 10 eV beschleunigt werden, waren alle gemessenen Spektren um einen entsprechenden Energiebetrag nach rechts verschoben. In den nachfolgenden Darstellungen ist die Abszisse korrigiert, so dass die abgelesene Energie mit der kinetischen Energie der Elektronen beim Verlassen der Probe übereinstimmt.

4.2.2 Minimierung des Elektronenuntergrunds

Wie sich bei den PAES-Messungen zeigte, verursacht die an der Analysekommer angeflanschte Ionengetterpumpe einen Elektronenuntergrund im Spektrum, der vielfach höher ist als das Auger-Signal. Dieser beruht auf Sekundärelektronen, die bei der Absorption des ionisierten Restgases im Getter-Material ausgelöst werden. Die Titansublimationspumpe, das Massenspektrometer und die in der Analysekommer befindlichen Vakuum-Messröhren bewirken ebenfalls einen starken Elektronenuntergrund, welcher durch Glühemission hervorgerufen wird. Um den Untergrund im Spektrum zu minimieren, blieben bei den PAES-Messungen sämtliche „Elektronenquellen“ in der Analysekommer ausgeschaltet. Das geforderte Vakuum musste deshalb während der Messzeit ausschließlich mit der Turbo-Molekularpumpe aufrecht erhalten werden.

Die für Positronen attraktive Beschleunigungsspannung am Magnetfeldabschluss verhindert, dass Elektronen über das Strahlrohr in die Analysekommer gelangen. Mögliche Elektronenquellen im Strahlssystem haben daher keinen Einfluss auf den im Spektrum gemessenen Untergrund. Lediglich die durch γ -Strahlung erzeugten Compton- oder Photoelektronen wären im Stande, den 1 kV hohen Potentialwall am Magnetfeldabschluss zu überwinden. Ihre Energie ist aber so groß, dass sie entsprechend den epithermischen Positronen bereits im gekrümmten Strahlrohr ausgefiltert werden.

Selbst wenn der Positronenstrahl und alle in der Analysekommer befindlichen Elektronenquellen ausgeschaltet bleiben, ist am Energieanalysator ein geringer „Dunkelstrom“ zu verzeichnen, welcher aufgrund thermisch emittierter Elektronen im Channeltron entsteht und etwa 10^{-2} Ereignisse pro Sekunde beträgt.

4.2.3 Konventionelle und positroneninduzierte Auger-Spektren an Kupfer

Messung an einer optimal präparierten Probe

Zur Messung eines möglichst signifikanten Auger-Übergangs in einem PAES-Spektrum wurde die entsprechend Abschnitt 3.6.1 vorbehandelte Kupferprobe verwendet. Um ihre Oberfläche von restlichen Adsorbaten zu befreien, wurde die Probe kurz vor der PAES-Messungen im Ar^+ -Strahl gereinigt ($E_{\text{Ar}} = 1 \text{ keV}$) und anschließend einige Minuten bei 700° C in-situ geglüht, um die beim Argonbeschuss erzeugten Gitterdefekte an der Oberfläche auszuheilen. Abb. 4.10 zeigt die EAES-Spektren vor der Argonreinigung und nach dem in-situ-Glühen. Es ist deutlich zu erkennen, dass nach der Probenreinigung die Auger-Peaks der Adsorbate (S, Cl, C) verschwinden und gleichzeitig die Intensität der Kupfer-Peaks anwächst.

In einer weiteren EAES-Messung (Abb. 4.11) mit höherer Energieauflösung und verringerter Schrittweite wurde die Substruktur des $\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$ -Peaks untersucht, welche in der Aufspaltung des $3p$ -Niveaus in die Zustände $J = \frac{1}{2}$ und $J = \frac{3}{2}$ begründet ist. Der Abstand der im Peak ersichtlichen Maxima entspricht mit 2 eV genau dem Literaturwert [41].

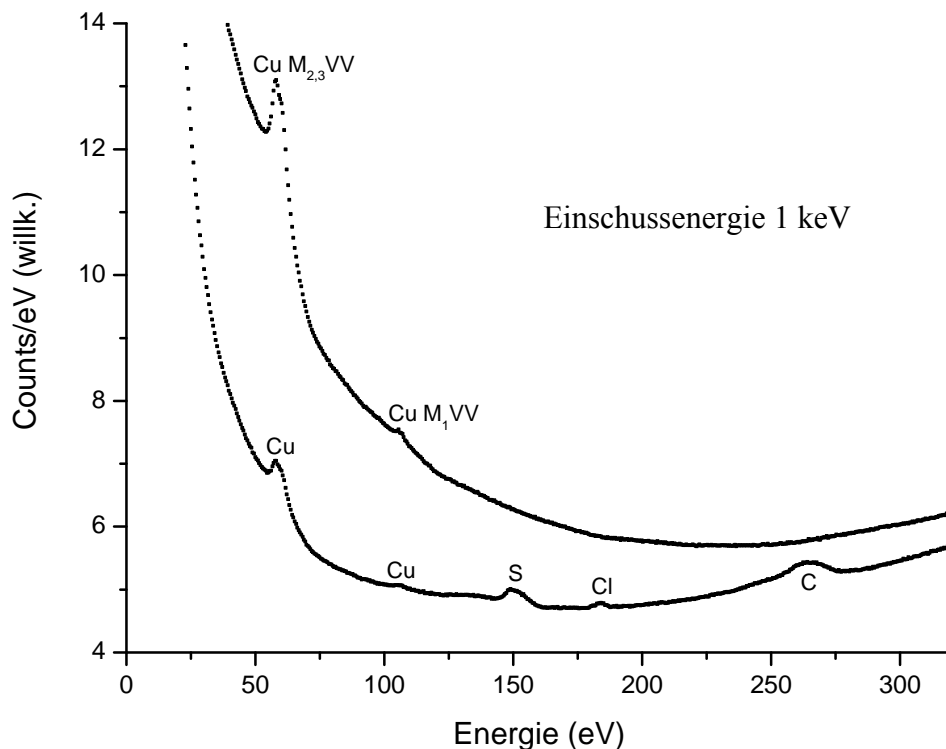


Abb. 4.10: Unten: EAES-Spektrum der ungereinigten Kupferprobe. Oben: EAES-Spektrum an derselben Probe nach Argonbeschuss und in-situ-Glühen. Durch die Reinigung verschwinden die Adsorbate und die Intensität der Kupfer-Peaks wächst.

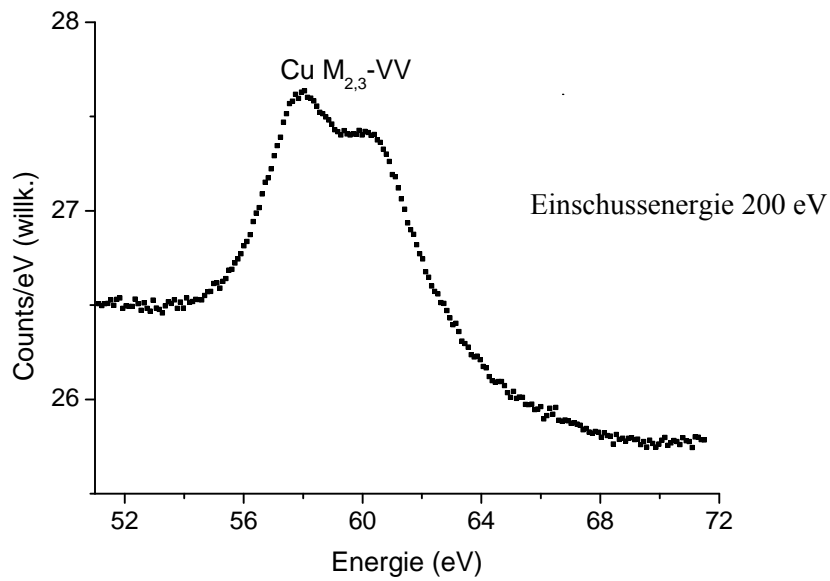


Abb. 4.11: EAES-Messung der Substruktur des $\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$ -Peaks. Der Abstand der beiden Maxima beträgt 2 eV.

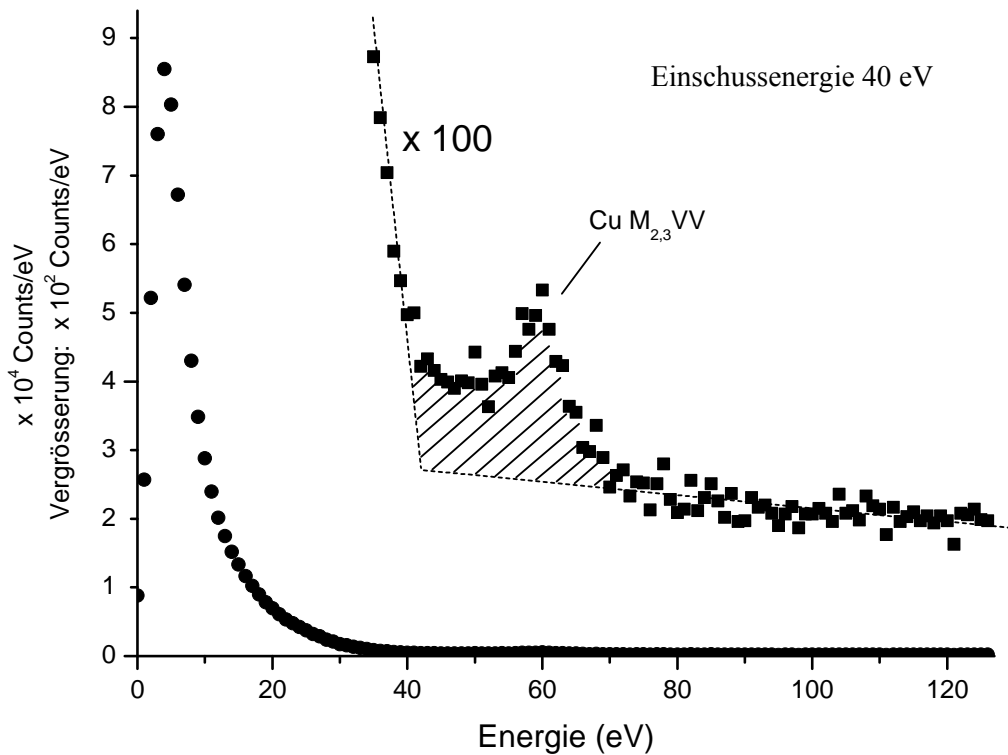


Abb. 4.12: PAES-Messung an der optimal präparierten Kupferprobe (Messzeit 20 d). In der 100-fachen Vergrößerung ist der $\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$ -Peak deutlich sichtbar. Die Bestimmung der Intensität des PAES-Signals erfolgte durch Auswertung der schraffierten Fläche.

Das Ergebnis der PAES-Messung ist in Abb. 4.12 dargestellt. Um eine ausreichende Statistik gegenüber der Schwankung des Untergrunds zu erhalten, erstreckte sich die Messung über einen Zeitraum von 20 Tagen. Auffallend ist, dass im Spektrum die durch Positronen erzeugten Sekundärelektronen dominieren. Ihre Energie reicht von Null bis zu 40 eV, was der Einschussenergie der implantierten Positronen entspricht. Erst in der hundertfachen Vergrößerung ist der $\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$ -Peak bei der Elektronenenergie 60 eV sichtbar, dessen Intensität um drei Größenordnungen kleiner ist als die der positroneninduzierten Sekundärelektronen. Wegen des Elektronenuntergrunds fällt die Zählrate bei Energien oberhalb des Auger-Peaks nicht auf Null ab. Der bei 105 eV liegende, wesentlich schwächere CuM_1VV -Peak konnte mittels PAES aufgrund der begrenzten Statistik nicht mehr aufgelöst werden.

Um die Intensität der Auger-Elektronen im $\text{M}_{2,3}\text{VV}$ -Peak zu bestimmen, wurde der Sekundärelektronen-Untergrund unterhalb 40 eV und der Elektronenuntergrund oberhalb der Implantationsenergie jeweils linear genähert²⁰ (Abb. 4.12). Die PC-unterstützte Auswertung der schraffierten Fläche ergibt eine Anzahl von $N_A = 3211$ Auger-Elektronen im Peak. Daraus folgt eine durchschnittliche Zählrate an detektierten Auger-Elektronen:

$$\bar{I} = \frac{N_A}{T_{ges}} = \frac{3211}{20 d} \approx 1,9 \cdot 10^{-3} s^{-1} .$$

Diese bezieht sich aber auf die *gesamte Messzeit des Spektrums* T_{ges} und hängt damit auch von den gewählten Grenzen E_1 und E_2 des Energiespektrums ab. Außerdem ist zu beachten, dass der Analysator nur Elektronen akzeptiert, deren Energie E_e der momentanen Lage des Energiefensters E_{Det} entspricht:

$$E_{Det} - \frac{1}{2} \Delta E \leq E_e \leq E_{Det} + \frac{1}{2} \Delta E \quad , \quad \Delta E = \text{Breite des Energiefensters}$$

Aus diesem Grund ist die effektive Messzeit T_{eff} um einen Faktor

$$\varepsilon = \frac{\Delta E}{E_2 - E_1}$$

verkürzt, der zum Ausdruck bringt, welcher Bruchteil der in den Analysator eintretenden Elektronen ins Energiefenster trifft. Mit dem hier gewählten Bereich des Spektrums von Null bis 135 eV und einer Breite des Energiefensters von 4 eV ergibt dieser Bruchteil

$$\varepsilon = \frac{4 eV}{135 eV} \approx 0,03 .$$

²⁰ Untersuchungen von WEISS et al. zeigen, dass PAES-Peaks eine starke Asymmetrie aufweisen, welche auf Auger-Elektronen beruht, die beim Verlassen der Probe einen Teil ihrer Energie verlieren und so zum niederenergetischen Ausläufer des Peaks beitragen (vgl. hierzu auch Abb. 2.2).

Die korrigierte Zählrate der im Analysator erfassten Auger-Elektronen beträgt somit:

$$I_A = \frac{N_A}{T_{eff}} = \frac{N_A}{T_{ges} \cdot \varepsilon} = \frac{\bar{I}}{\varepsilon} = \frac{1,9 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}}{0,03} \approx 6,3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$$

Dieser Wert hängt unter anderem vom Raumwinkel des Analysators ab und ist kleiner als die Intensität der aus der Probe emittierten Auger-Elektronen, welche in Abschnitt 5.2 erörtert wird.

Eine PAES-Messung bei geringerer Einschussenergie (20 eV) ist in Abb. 4.13 dargestellt. Das Spektrum verdeutlicht, dass der sprunghafte Anstieg der Zählrate ($E_e \leq 20$ eV) mit der Implantationsenergie der Positronen korreliert ist und auf positroneninduzierten Sekundärelektronen beruht.

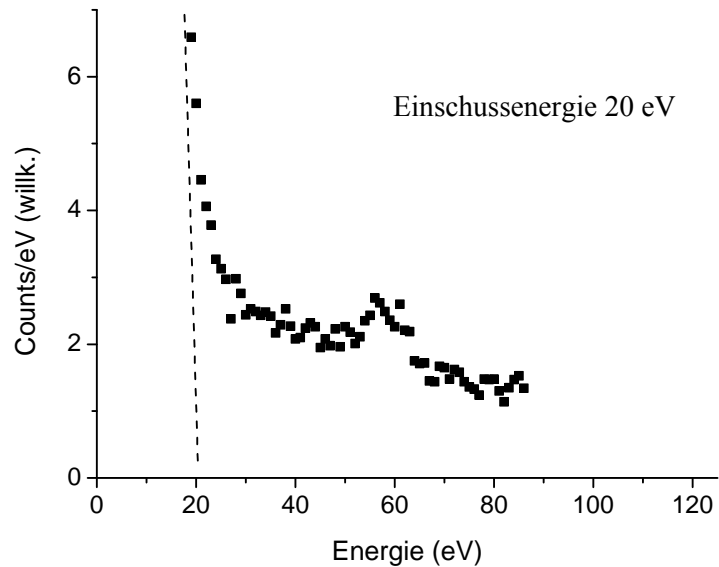


Abb. 4.13: PAES-Messung an der optimal präparierten Kupferprobe (Messzeit 10 d) mit geringerer Implantationsenergie (20 eV).

Messung an einer Probe mit mäßiger Defektkonzentration

Um einen möglichen Einfluss der beim Argonbeschuss erzeugten Gitterdefekte auf die Intensität des PAES-Signals zu untersuchen, wurde die bereits verwendete Probe erneut im Ar^+ -Strahl gereinigt ($E_{\text{Ar}} = 1 \text{ keV}$), *ohne* sie anschließend in-situ zu glühen. Die PAES-Messung erfolgte unter sonst identischen Parametern und erstreckte sich über einen Zeitraum von 4 Tagen. Im Rahmen der Messunsicherheit konnte hinsichtlich der Zählrate im Auger-Peak kein Unterschied zur in-situ geglühten Probe festgestellt werden.

Messung an einer Probe mit hoher Defektkonzentration

In einer weiteren PAES-Messung wurde anstatt der vorbehandelten Kupferprobe eine frisch gewalzte Folie mit entsprechend hochgradiger Versetzungsdichte und einem feinkörnigen, anisotropen Gefüge verwendet. Vor der Messung wurde die Folie im Ar^+ -Strahl gereinigt, aber *nicht* geglüht. Die Beurteilung der Probenoberfläche durch konventionelle Auger-Spektroskopie zeigte keinen Unterschied zum EAES-Spektrum der optimal präparierten, in-situ geglühten Probe. In Abb. 4.14 ist das PAES-Spektrum der gewalzten Folie im Vergleich zu einer weiteren Messung an der optimalen Probe dargestellt. Beide Messungen erfolgten unter identischen Bedingungen bei einer Implantationsenergie von 40 eV und erstreckten sich jeweils über 10 Tage. Ein Vergleich der Zählraten im Auger-Peak ergibt, dass das PAES-Signal der gewalzten Folie zwei- bis dreimal schwächer ist als das der rekristallisierten Probe.

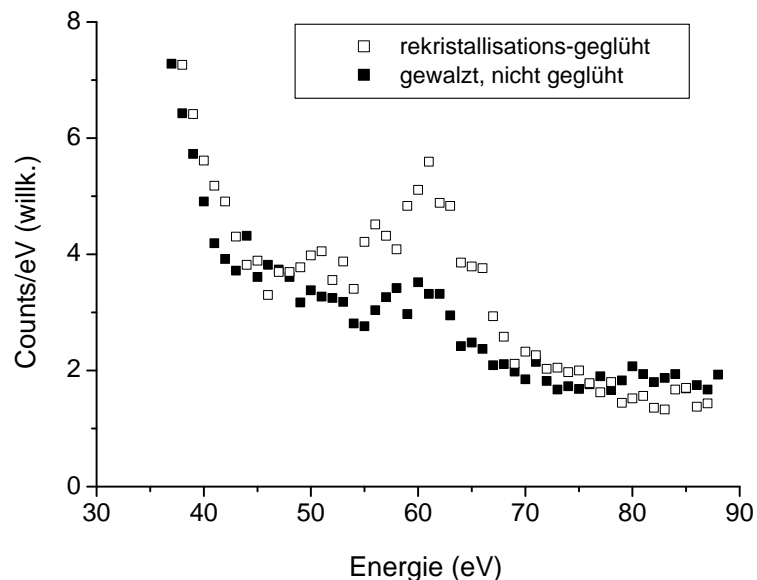


Abb. 4.14: PAES-Spektrum einer gewalzten, nicht geglühten Probe im Vergleich zum Spektrum einer geglühten Kupferprobe (Messzeit jeweils 10 Tage, Einschussenergie 40 eV).

Einfluss der Wiederbedeckung mit Adsorbaten

Um den Einfluss der Wiederbedeckung auf die Intensität des Kupfer-PAES-Signals zu untersuchen, wurde an der optimal präparierten Probe eine PAES-Messung über einen Zeitraum von 50 Tagen durchgeführt. Vor Beginn der Langzeitmessung wurde die Probe (einmalig) im Ar^+ -Strahl gereinigt und in-situ gegläht. Abb. 4.15 zeigt das Spektrum über die ersten 20 Tage, verglichen mit dem Spektrum, das innerhalb der letzten 20 Tage gemessen wurde. Die Intensität des Auger-Peaks in der zweiten Teilmessung beträgt etwa $\frac{2}{3}$ der Intensität im eingangs gemessenen Spektrum.

Die Reinheit der Probenoberfläche wurde zu Beginn und am Ende der 50 Tage durch konventionelle Auger-Spektroskopie überprüft (Abb. 4.16). Das untere Spektrum entspricht der späteren EAES-Messung und zeigt einen Auger-Peak bei $E_e \approx 270$ eV, was eine allmähliche Wiederbedeckung der Probe mit kohlenstoffhaltigen Adsorbaten darlegt.

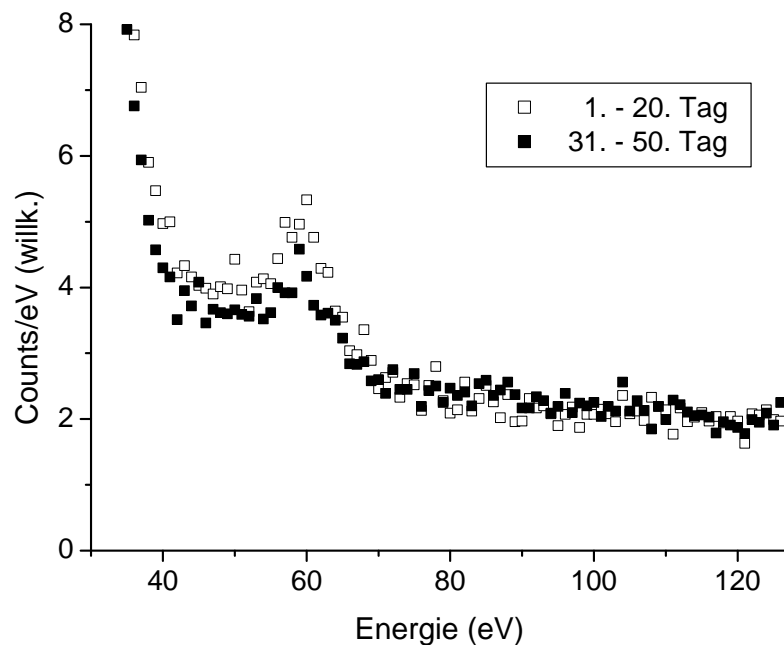


Abb. 4.15: Einfluss der Wiederbedeckung mit Adsorbaten auf die Intensität des PAES-Signals (Messzeit jeweils 20 Tage, Einschussenergie 40 eV).

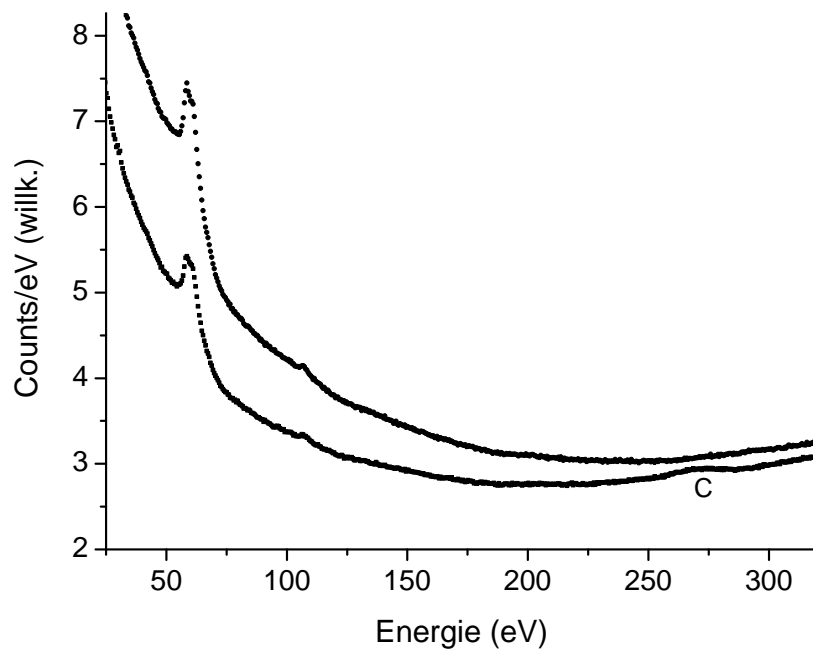


Abb. 4.16: Nachweis der Wiederbedeckung der Probe mit konventioneller AES. Das obere Spektrum wurde an der frisch gereinigten Probe gemessen; das untere nach einer Standzeit von 50 Tagen im UHV.

Kapitel 5

Diskussion der PAES-Messungen und Ausblick

5.1 Interpretation des Elektronenuntergrunds im Spektrum

In Abschnitt 4.2.2 wurde der vom Analysator verursachte Elektronenuntergrund beschrieben, welcher aufgrund thermisch emittierter Elektronen im Channeltron entsteht. Abb. 5.1 zeigt die PAES-Messung an der optimal präparierten Probe im Vergleich zur Untergrundmessung bei abgeschaltetem Positronenstrahl.

Bei Energien oberhalb des Auger-Peaks sinkt die Zählrate im PAES-Spektrum auf einen Wert, der fast *doppelt* so groß ist wie der vom Channeltron verursachte Untergrund. Der strahlbedingte Anteil im Untergrund wird offensichtlich durch Photo- oder Compton-Elektronen verursacht, die aufgrund von Annihilationsstrahlung aus der Probe oder im Innern des Analysators freigesetzt werden. Für Energien unterhalb der Implantationsenergie (40 eV) steigt der Elektronenuntergrund sprunghaft an, was auf Sekundärelektronen zurückzuführen ist, die bei der Implantation der Positronen aus der Probe ausgelöst werden.

Aufgrund der geringen Intensität des Positronenstrahls ist in den vorgestellten PAES-Spektren der relative Anteil des strahlunabhängigen Untergrunds vergleichsweise hoch. Dennoch konnte gezeigt werden, dass PAES über ein wesentlich besseres Signal-zu-Untergrund-Verhältnis verfügt als konventionell induzierte Auger-Spektroskopie.

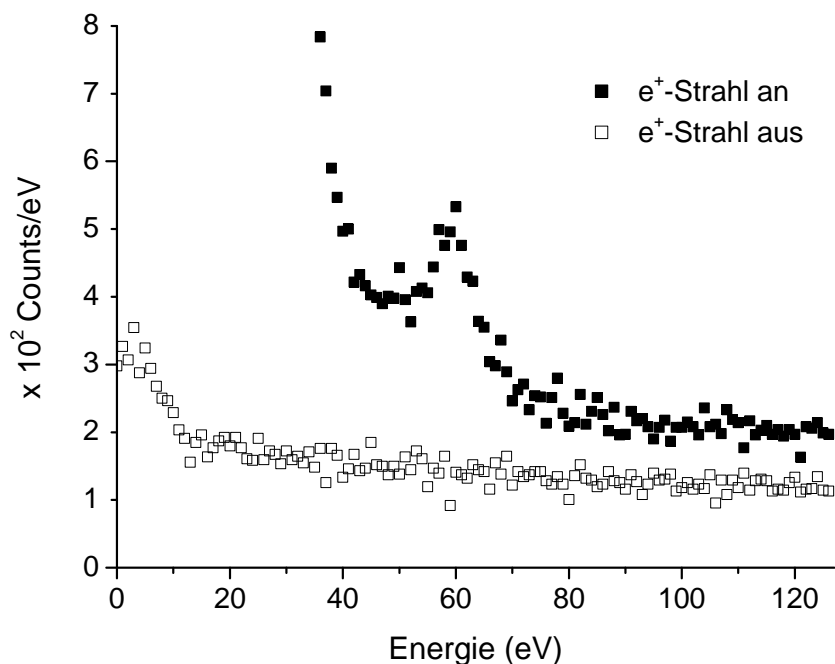


Abb. 5.1: PAES-Messung an der optimal präparierten Probe (Einschussenergie 40 eV) im Vergleich zur Untergrundmessung bei abgeschaltetem Positronenstrahl. Beide Messungen erstreckten sich über jeweils 20 Tage.

5.2 Intensität des Auger-Signals

Um die erwartete Intensität des PAES-Signals grob abzuschätzen, wurden folgende Verlustfaktoren in Betracht gezogen:

- *Reflexion der Positronen an der untersuchten Probe*

Entsprechend der Messung aus Abschnitt 4.1.4 werden etwa 30 % der eingestrahnten Positronen an der Kupferfolie reflektiert ($r \approx 0,3$), weshalb nur ein Anteil von 70 % zum PAES-Signal beiträgt.

- *Core-Annihilationswahrscheinlichkeit, Röntgenemission und Positronium*

Ein in die Probe implantiertes Positron zerstrahlt mit einer Wahrscheinlichkeit von $p_{\text{core}} \approx 6 \%$ [25] mit einem Kupfer-3p-Elektron, was Voraussetzung für den untersuchten Auger-Übergang ($\text{CuM}_{2,3}\text{VV}$) ist. Der Zerfall des angeregten Zustands erfolgt

nahezu strahlungsfrei, weshalb der zum Auger-Effekt konkurrierende Prozess der charakteristischen Röntgenemission vernachlässigt werden kann. Etwa 50 % der Positronen (p_{Ps}) bilden thermisch aktiviertes Positronium und liefern daher keinen Beitrag zum PAES-Signal [28].

- *Ausleuchtung des detektierten Probenareals*

Die Größe des detektierten Probenareals entspricht im 1:1 -Modus dem am Analysator eingestellten Eingangsschlitz ($4 \times 12 \text{ mm}^2$). Unter der Annahme, dass der kreisförmige Querschnitt des Positronenstrahls ($\varnothing \approx 6 \text{ mm}$) mittig im detektierten Probenareal liegt, wird eine vom Strahl beleuchtete Fläche der Größe $4 \times 6 \text{ mm}^2$ in den Analysator abgebildet. Dies entspricht einem Anteil $\delta \approx 85 \%$ vom gesamten Strahlquerschnitt.

- *Raumwinkel*

Der vom Analysator akzeptierte Eintrittswinkel der Elektronen hängt von der Einstellung des Analysator-Linsensystems ab und beträgt maximal 3° [42], was einem Eintrittskegel mit dem Öffnungswinkel 6° entspricht. Daraus ergibt sich für eine punktförmige, isotrope Elektronenquelle ein maximal erfasster Raumwinkel von $\Omega \approx 0,07 \%$.

- *Nachweiswahrscheinlichkeit des Channeltrons*

Nur ein gewisser Anteil der Auger-Elektronen, die das Channeltron erreichen, wird dort zu messbaren Stromimpulsen verstärkt. Für Elektronenenergien von 10 eV bis 200 eV wird eine Quanteneffizienz zwischen 20 % und 80 % angegeben [43]. Bei den PAES-Messungen wurde die Analysestrecke mit einer Pass-Energie von 200 eV durchlaufen, so dass $\eta_{Chan} \approx 80 \%$ angenommen werden kann.

Insgesamt beträgt die erwartete Intensität des Auger-Signals somit:

$$I_A = [(1-r) \cdot p_{core} \cdot (1-p_{Ps}) \cdot \delta \cdot \Omega \cdot \eta_{Chan}] \cdot I_{e^+} =$$

$$= 0,7 \cdot 6 \cdot 10^{-2} \cdot 0,5 \cdot 0,85 \cdot 7 \cdot 10^{-4} \cdot 0,8 \cdot 1,1 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1} \approx 0,1 \text{ s}^{-1} ,$$

wobei für I_{e^+} der Wert aus Abschnitt 4.1.4 eingesetzt wurde.

In obiger Abschätzung wurden weitere Verluste durch inelastische Streuung der Auger-Elektronen beim Verlassen der Probe nicht berücksichtigt. Die in Abschnitt 4.2.3 gemessene Intensität ($6,3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) stimmt gut mit dem erwarteten Wert überein, woraus geschlossen werden kann, dass der Positronenstrahl optimal auf das vom Analysator detektierte Probenareal trifft.

5.3 Einfluss von Gitterfehlern und Adsorbaten

5.3.1 Einfluss von Gitterfehlern

Die verminderte Intensität des PAES-Signals an einer Probe mit hoher Defektkonzentration wird folgendermaßen interpretiert:

Gitterdefekte wie Leerstellen oder Versetzungen weisen eine reduzierte Elektronendichte auf, die hauptsächlich durch die Abwesenheit der *Rumpfelektronen* des fehlenden Atoms zustande kommt. Im Gegensatz dazu unterscheidet sich die Dichte der quasifreien Valenz- und Leitungselektronen im Gitterfehler nur wenig von jener im ungestörten Kristall. Als Folge weisen Positronen, die in Gitterdefekten eingefangen werden, eine geringere Core-Annihilationswahrscheinlichkeit auf. Dies betrifft auch die Zerstrahlungsrate mit Kupfer-3p-Elektronen, was sich in einer Abnahme der Intensität des untersuchten Auger-Übergangs auswirkt.

5.3.2 Einfluss von Adsorbaten

Überraschenderweise zeigten die PAES-Messungen eine geringere Oberflächensensitivität als erwartet: Aus den konventionellen Auger-Spektren in Abb. 4.16 geht hervor, dass während der beschriebenen PAES-Langzeitmessung ($T_{\text{ges}} = 50$ d) eine merkliche Wiederbedeckung der anfangs gereinigten Probe erfolgte. Die daraus resultierende Abnahme des PAES-Signals (Abb. 4.15) beträgt etwa 30 %. Von A. WEISS et al. durchgeführte Messungen an *einkristallinem* Kupfer zeigten jedoch, dass z. B. eine Belegung mit 0,5 Monolayern Schwefel ausreicht, um das PAES-Signal von Kupfer fast vollständig zu unterdrücken [24]. Der scheinbare Widerspruch liegt vermutlich in der Zusammensetzung des Adsorbates oder in der Tatsache, dass die eigenen Messungen an einer polykristallinen Probe erfolgten, was eine inhomogene, „insel-artige“ Wiederbedeckung hervorrufen könnte.

Eine apparative Einrichtung zu einer gezielten Untersuchung der Oberflächensensitivität stand im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht zur Verfügung.

5.4 Ausblick

Zur systematischen Beschichtung der Probe soll die Analyseeinheit mit einer Effusionszelle versehen werden, die insbesondere das Auftragen metallischer Layer ermöglicht. Daneben soll ein Piezo-Schwingungsmesser installiert werden, welcher zur exakten Bestimmung der aufgetragenen Schichtdicke dient. Des Weiteren ist geplant, die Analysekapazität mit einer separat gepumpten Probeneinschleusung zu erweitern. Dies würde einen einfachen Austausch der Probe ohne gleichzeitiges Belüften der Analysekapazität ermöglichen.

Nach Abschluss der apparativen Umbauten sollen verschiedene Untersuchungen zur Oberflächenempfindlichkeit von PAES durchgeführt werden. Dabei soll zuerst die Kupferprobe mit unterschiedlichen Layern beschichtet und die Abnahme des Auger-Signals beurteilt werden. Anschließend sind PAES-Messungen an weiteren Probenmaterialien geplant.

Nach Inbetriebnahme des neuen Münchner Forschungsreaktors FRM-II soll die PAES-Anlage an die intensive Reaktor-Positronenquelle angeschlossen werden. Die erwartete Intensität am Ort der Probe beträgt bis zu 10^9 langsame Positronen pro Sekunde, was um fünf Größenordnungen höher ist als die derzeit verfügbare Strahlintensität. Demgemäß vergrößert sich die erwartete Intensität des Auger-Signals um einen Faktor 10^5 , wodurch sich typische Messzeiten auf wenige Minuten reduzieren. Dadurch würde einerseits eine ungewollte Wiederbedeckung der Probe während der Messung verhindert. Andererseits wäre es denkbar, dynamische Oberflächeneffekte zu studieren. Neben einer wesentlich besseren Statistik gestatten die hohen Zählraten auch Messungen bei höherer Energieauflösung, so dass eine Substruktur innerhalb der PAES-Peaks aufgelöst werden könnte. Außerdem wäre es möglich, erweiterte Messtechniken anzuwenden. Als Beispiel sei der koinzidente Nachweis des Auger-Elektrons mit dem zugehörigen Annihilationsquant genannt, wodurch sich der strahlbedingte Untergrund im PAES-Spektrum fast vollständig eliminieren ließe.

Anhang A

Tabelle A.1: Berechnete Werte der Core-Annihilationswahrscheinlichkeit in Prozent für verschiedene Elemente und Rumpfelektronen-Niveaus. Quelle: [25].

| Element | Niveau: 1s | 2s | 2p | 3s | 3p |
|--------------------|------------|-------|-------|------|-------|
| ${}^3\text{Li}$ | 5,42 | | | | |
| ${}^4\text{Be}$ | 4,37 | | | | |
| ${}^{11}\text{Na}$ | 0,049 | 2,11 | 6,86 | | |
| ${}^{12}\text{Mg}$ | 0,032 | 1,56 | 4,87 | | |
| ${}^{13}\text{Al}$ | 0,021 | 1,18 | 3,53 | | |
| ${}^{19}\text{K}$ | | 0,028 | 0,069 | 1,27 | 5,25 |
| ${}^{22}\text{Ti}$ | | 0,045 | 0,11 | 2,31 | 8,70 |
| ${}^{23}\text{V}$ | | 0,053 | 0,12 | 2,76 | 10,21 |
| ${}^{24}\text{Cr}$ | | 0,059 | 0,14 | 3,07 | 11,28 |
| ${}^{26}\text{Fe}$ | | 0,034 | 0,076 | 1,98 | 7,20 |
| ${}^{28}\text{Ni}$ | | 0,034 | 0,075 | 2,07 | 7,41 |
| ${}^{29}\text{Cu}$ | | 0,027 | 0,058 | 1,66 | 5,93 |
| ${}^{30}\text{Zn}$ | | 0,018 | 0,038 | 1,18 | 4,23 |

| Element | Niveau: 3s | 3p | 3d | 4s | 4p |
|--------------------|------------|-------|-------|------|------|
| ${}^{37}\text{Rb}$ | 0,021 | 0,072 | 0,17 | 1,05 | 5,31 |
| ${}^{40}\text{Zr}$ | 0,039 | 0,13 | 0,26 | 2,05 | 8,71 |
| ${}^{41}\text{Nb}$ | 0,042 | 0,14 | 0,26 | 2,18 | 9,07 |
| ${}^{42}\text{Mo}$ | 0,040 | 0,13 | 0,24 | 2,12 | 8,74 |
| ${}^{46}\text{Pd}$ | 0,026 | 0,080 | 0,13 | 1,51 | 6,07 |
| ${}^{47}\text{Ag}$ | 0,022 | 0,069 | 0,11 | 1,38 | 5,53 |
| ${}^{48}\text{Cd}$ | 0,015 | 0,047 | 0,073 | 1,01 | 4,06 |

Tabelle A.1 (Fortsetzung)

| Element | Niveau: 4s | 4p | 4d | 4f | 5s | 5p |
|------------------|------------|-------|-------|------|------|------|
| ⁵⁵ Cs | 0,020 | 0,078 | 0,26 | | 0,93 | 4,41 |
| ⁵⁸ Ce | 0,052 | 0,19 | 0,18 | | 1,48 | 5,60 |
| ⁶⁴ Gd | 0,039 | 0,14 | 0,39 | | 2,03 | 9,01 |
| ⁷³ Ta | 0,034 | 0,12 | 0,30 | 1,82 | 1,94 | 8,43 |
| ⁷⁴ W | 0,036 | 0,13 | 0,31 | 1,64 | 2,05 | 8,80 |
| ⁷⁸ Pt | 0,026 | 0,089 | 0,21 | 0,75 | 1,56 | 6,63 |
| ⁷⁹ Au | 0,021 | 0,071 | 0,16 | 0,56 | 1,32 | 5,58 |
| ⁸¹ Tl | 0,009 | 0,031 | 0,071 | 0,22 | 0,68 | 2,89 |
| ⁸² Pb | 0,005 | 0,018 | 0,039 | 0,12 | 0,40 | 1,72 |

Tabelle A.2: Ströme der magnetischen Transportfeldspulen bei einem Transportfeld von 2,5 mT.

| | |
|--|-------|
| Transportfeldspule des gesamten Strahlrohrs | 2,2 A |
| Helmholtzspule beim Moderator | 4,1 A |
| Überbrückungsspule zwischen Moderator und Strahlrohr | 1,6 A |
| Ringspulen beim Vakuumschieber am Ende des geraden Strahlrohrs | 2,4 A |
| Ringspulen beim Pumpanschluss zwischen den gekrümmten Strahlrohr-Abschnitten | 2,2 A |

Tabelle A.3: Ströme der magnetischen Korrekturfeldspulen in Ampere für verschiedene Strahlenergien²¹ und Transportfeldstärken.

Transportfeld 1,25 mT

| Spannung am Moderator (V): | 1 | 3 | 10 | 30 | 50 | 100 | 200 | 500 | 1000 |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| gerades Strahlrohr, Spule 1 | -2,8 | -2,8 | -3,2 | -3,4 | -3,8 | -4,2 | -4,4 | -4,2 | - |
| gerades Strahlrohr, Spule 2 | -1,5 | -1,5 | -1,5 | -1,6 | -2,1 | -2,2 | -2,3 | -1,3 | - |
| horizontale Kurve, Spule 1 | 2,7 | 2,7 | 2,7 | 2,8 | 2,8 | 2,9 | 3,5 | 4,5 | - |
| horizontale Kurve, Spule 2 | 1,7 | 1,7 | 1,7 | 1,7 | 1,8 | 2,0 | 2,2 | 1,0 | - |
| vertikale Kurve, Spule 1 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,5 | -2,0 | - |
| vertikale Kurve, Spule 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0,5 | 0,5 | 1,0 | 3,0 | - |

Transportfeld 2,5 mT

| Spannung am Moderator (V): | 1 | 3 | 10 | 30 | 50 | 100 | 200 | 500 | 1000 |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| gerades Strahlrohr, Spule 1 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -4,0 | -4,0 | -4,0 |
| gerades Strahlrohr, Spule 2 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 |
| horizontale Kurve, Spule 1 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 4,0 | 4,5 | 7,0 |
| horizontale Kurve, Spule 2 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,1 | 3,5 |
| vertikale Kurve, Spule 1 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,5 | -1,5 | -2,0 |
| vertikale Kurve, Spule 2 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 1,0 | 1,0 | 3,5 |

Transportfeld 5 mT

| Spannung am Moderator (V): | 1 | 3 | 10 | 30 | 50 | 100 | 200 | 500 | 1000 |
|-----------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| gerades Strahlrohr, Spule 1 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -3,5 | -4,0 | -4,0 |
| gerades Strahlrohr, Spule 2 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 | -3,0 |
| horizontale Kurve, Spule 1 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 3,5 | 4,5 | 6,0 | 7,0 |
| horizontale Kurve, Spule 2 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 |
| vertikale Kurve, Spule 1 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,0 | -1,5 | -1,5 |
| vertikale Kurve, Spule 2 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 2,0 | 2,0 |

²¹ In der Tabelle ist die Beschleunigungsspannung am Moderator angegeben. Die Strahlenergie ist um etwa 3 eV größer, was der Austrittsarbeit der Positronen aus dem Moderator entspricht.

Tabelle A.4: Optimierte Einstellungen der Korrekturfeldspulen und der elektrischen Fokussierlinse. Die einzelnen Elektroden der Fokussierlinse (E1 bis E7) sind in der Reihenfolge bezeichnet, in der sie der Strahl durchläuft (vgl. Abb. 3.8). E1, E5 und E7 liegen immer auf 0 V.

| Strahlenergie magnetisches Transportfeld | 10 eV 2,5 mT | 10 eV 5 mT | 30 eV 2,5 mT |
|---|-----------------|---------------|-----------------|
| gerades Strahlrohr, Spule 1 | -3,4 A | -3,5 A | -3,6 A |
| gerades Strahlrohr, Spule 2 | -1,0 A | -2,0 A | -1,8 A |
| horizontale Kurve, Spule 1 | 2,1 A | 2,5 A | 2,5 A |
| horizontale Kurve, Spule 2 | 2,0 A | 2,5 A | 2,2 A |
| vertikale Kurve, Spule 1 | -1,8 A | -1,2 A | -1,8 A |
| vertikale Kurve, Spule 2 | -1,8 A | -1,1 A | -1,0 A |
| E2 | 0 V | -150 V | 0 V |
| E3 | -1000 V | -1000 V | -1000 V |
| E4 | -800 V | -800 V | -800 V |
| E6 | -130 V | -160 V | -230 V |

Literaturverzeichnis

- [1] A. Weiss, R. Mayer, M. Jibaly, C. Lei, D. Mehl and K. G. Lynn; *Phys. Rev. Lett.* 61 (1988) 2245
- [2] M. Springer, G. Kögel, B. Straßer, W. Triftshäuser and K. Schreckenbach; *Intense Positron Source at the Munich Research Reactor*; *Mat. Sci. For.* 255 (1997) 695
- [3] M. Springer; *Optimierung einer neutroneninduzierten Positronenquelle am QR-Neutronenleiter des FRM*; Dissertation, TU-München (1998)
- [4] B. Straßer, M. Springer, C. Hugenschmidt and K. Schreckenbach; *Test Facility for a Neutron induced Positron Source*; *Appl. Surf. Sci.* 149 (1999) 61
- [5] B. Straßer, C. Hugenschmidt and K. Schreckenbach; *Set-Up of a Slow Positron Beam for Auger Spectroscopy*; *Mat. Sci. For.* 363-365 (2001) 686
- [6] P. A. M. Dirac; *Proc. Roy. Soc. A* 126 (1930) 360
- [7] C. D. Anderson; *Phys. Rev.* 43 (1933) 491
- [8] P. J. Schultz and K. G. Lynn; *Interaction of positron beams with surfaces, thin films, and interfaces*; *Rev. Mod. Phys.* 60 (1988) 701
- [9] K. Siegbahn; *Alpha-, Beta- and Gamma-Ray Spectroscopy*; North-Holland Publishing Company (1965)
- [10] W. Heitler; *The Quantum Theory of Radiations*; 3rd Edition, Oxford University Press (1954)
- [11] H. Bucka; Kap. 7 in *Lehrbuch der Experimentalphysik*, Bergmann Schaefer; Band IV/2, de Gruyter Berlin New York (1981) 1100
- [12] R. Howell et al.; *Appl. Surf. Sci.* 7 (1997) 196
- [13] L. A. Artsimowitsch, R. S. Sagdejew; *Plasmaphysik für Physiker*; Teubner Stuttgart (1983)
- [14] B. Krusche and K. Schreckenbach; *Intense positron sources by pair creation with neutron capture γ -rays*; *Nucl. Instr. Meth. A* 295 (1990) 155

- [15] C. Hugenschmidt, G. Kögel, K. Schreckenbach, P. Sperr, B. Straßer and W. Triftshäuser; *Intense Positron Source at the Munich Research Reactor FRM-II*; Mat. Sci. For. 363-365 (2001) 425
- [16] C. Hugenschmidt, G. Kögel, R. Repper, K. Schreckenbach, P. Sperr, B. Straßer and W. Triftshäuser; *Monoenergetic Positron Beam at the Reactor Based Positron Source at FRM-II*; Nucl. Instr. Meth. B 192, 1-2 (2002) 97
- [17] G. Kögel; *Positron Microscopy*; Mat. Sci. For. 363-365 (2001) 409
- [18] P. Auger; *Sur les rayons β secondaires produits dans un gaz par des rayons X*; C. R. Acad. Sci. Paris 177 (1923) 169
- [19] Thomas A. Carlson; *Photoelectron and Auger Spectroscopy*; Plenum press New York and London (1975)
- [20] D. Chattarji; *The Theory of Auger Transitions*; Academic Press London New York San Francisco (1976)
- [21] C. C. Chang; *Auger Electron Spectroscopy*; Surface Science 25 (1971) 53
- [22] R. M. Nieminen and M. J. Puska; Phys. Rev. Lett. 50 (1983) 281
- [23] R. M. Nieminen and K. O. Jensen; Phys. Rev. B 38 (1988) 5764
- [24] D. Mehl, A. R. Koymen, K. O. Jensen, F. Gotwald and A. Weiss; Phys. Rev. B 41 (1990) 799
- [25] K. O. Jensen and A. Weiss; Phys. Rev. B 41 (1990) 3928
- [26] A. Weiss and P. G. Coleman; Chapt. 5 in *Positron Beams and their applications*, P. G. Coleman (Ed.); World Scientific (2000) 160
- [27] A. P. Mills; Phys. Rev. Lett. 41 (1978) 1828
- [28] R. Mayer, A. Schwab and A. Weiss; *Temperature dependence of low-energy positron-induced Auger-electron emission*; Phys. Rev. B 42 (1990) 1881
- [29] D. Briggs and M. P. Seah; *Practical Surface Analysis*; 2nd Edition, Wiley Chichester UK, Vol. 1 (1990)
- [30] R. Paulin and W. Brandt; Proceedings of the 5th International Conference on Positron Annihilation, Academic Press (1979) 601
- [31] David R. Lide (Ed.); *Handbook of Chemistry and Physics*; 77th Edition, CRC Press (1996) 10-261
- [32] *SIMION Version 7.0w*; Idaho National Engineering and Environmental Laboratory (1999)

- [33] B. Lencová and G. Wisselink; *MLD Version 3.20*; Delft Particle Optics Foundation (1990)
- [34] W. Stoeffl, P. Asoka-Kumar and R. Howell; *Appl. Surf. Sci.* 149 (1999) 1
- [35] P. Ehrhart, P. Jung, H. Schultz, H. Ullmaier; *Atomic Defects in Metals*; Landolt-Börnstein New Series III/25, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1991) 231
- [36] G. Petzow; *Metallographisches Ätzen*; 5. Aufl., Verlag Gebr. Borntraeger Berlin Stuttgart (1988)
- [37] C. E. Kuyatt and J. A. Simpson; *Rev. Sci. Inst.* 38 (1967) 103
- [38] C. Hugenschmidt, B. Straßer and K. Schreckenbach; *Investigation of Positron Work Function and Moderation Efficiency of Ni, Ta, Pt and W (100)*; *Appl. Surf. Sci.* 194 (2002) 283
- [39] A. Kauffmann, P. Sperr, G. Kögel and W. Triftshäuser; *Preparation of Intense Positron Sources for Beam Applications*; *Mat. Sci. For.* 255-257 (1997) 680
- [40] A. Weiss, D. Mehl, A. R. Koymen, K. H. Lee and C. Lei; *Vac. Sci. Technol.* A8 (1990) 2517
- [41] P. W. Palmberg, G. E. Riach, R. E. Weber, N. C. MacDonald; *Handbook of Auger Electron Spectroscopy*; Physical Electronics Industries (1972)
- [42] S. L. Lunt, Thermo-VG Senior Development Scientist; *Persönliche Mitteilung* (2002)
- [43] M. P. Seah; *J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena* 50 (1990) 137

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die mich bei der Arbeit unterstützt und zu deren Gelingen beigetragen haben.

Meinem Doktorvater Prof. Dr. Klaus Schreckenbach danke ich für die fachliche und persönliche Betreuung der gesamten Arbeit. Seine große experimentelle Erfahrung war beim Aufbau der Apparatur und bei den Messungen sehr hilfreich.

Mein freundschaftlicher und kollegialer Dank gilt Herrn Dr. Christoph Hugenschmidt. Durch viele anregende Diskussionen, sein stetes Interesse und eine Vielzahl wertvoller Ratschläge hat er sehr zur Realisierung dieser Arbeit beigetragen.

Herrn Prof. Dr. Werner Triftshäuser, Herrn Dr. Gottfried Kögel und Herrn Dr. Peter Sperr von der Universität der Bundeswehr München danke ich für ihre kompetente Hilfe und für die Möglichkeit, immer um Rat zu fragen.

Herrn Reinhard Repper danke ich für seine freundschaftliche und tatkräftige Unterstützung bei verschiedenen konstruktiven Problemen.

Für die gewissenhafte und schnelle Anfertigung aller benötigten Teile danke ich stellvertretend Herrn Christian Herzog und allen weiteren Mitarbeitern der Werkstatt des FRM.

Herrn Dr. Burkhard Schillinger danke ich für die Auswertung der ortsauflösenden Messungen des Positronenstrahls.

Für die gute Zusammenarbeit möchte ich der Belegschaft des FRM-Strahlenschutzes sowie Herrn Dr. Henkelmann, Herrn Stöwer und Herrn Niestroj vom Institut für Radiochemie danken.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Christian Plonka, Herrn Christian Müller, Herrn Dr. Torsten Soldner, Herrn Dr. Albert Fleischmann und bei allen weiteren Mitarbeitern des „Flachbaus“ für die kollegiale Zusammenarbeit und das freundschaftliche Arbeitsklima.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke ich für die finanzielle Förderung des Projekts (Schr451/2-1).