

3. Experimenteller Aufbau und Probenpräparation

Die experimentellen Grundlagen für Wachstums- und PAC-Untersuchungen in der UHV¹-Kammer ASPIC² am CERN/Genf wurden schon von [Seeger 93], [Granzer 96], [Pötzger 98], [Pötzger 01] und [Weber 01] ausführlich beschrieben.

Die wichtigsten Punkte werden hier nochmals wiedergegeben.

Die Proben werden wie folgt präpariert:

1. Die verwendeten Ni (oder Pd) -Einkristalle haben einen Durchmesser von 10 mm und eine Dicke von etwa 1,5mm. Die Kristalloberflächen werden von Seiten des Herstellers in der gewünschten Orientierung geschnitten und poliert. Die weitere Präparation erfolgt in der UHV-Kammer ASPIC.
2. Die Proben werden durch Ar-Ätzen (Sputtern) und Tempern (Annealing) gereinigt. Diese Methode wird in der Oberflächenphysik standardmäßig angewendet.
3. Abhängig vom geplanten Experiment werden Pd-Schichten auf die Ni-Oberfläche oder Ni-Schichten auf Pd-Oberfläche aufgebracht.
4. Die radioaktiven Sonden, welche vom Massenseparator ISOLDE³ bereitgestellt werden, werden sanft auf die Oberfläche aufgebracht.
5. Durch Tempern der Probe (kontrollierte Diffusion) oder durch zusätzliches Abscheiden von Pd oder auch Ni auf der Ni(111)-Oberfläche werden verschiedene Sondenplätze präpariert.

¹ Ultra-Hoch-Vakuum mit einem Basisdruck von 5×10^{-11} mbar

² Apparatus for Surface Physics and Interfaces at CERN

³ Isotope Mass Separator Online Device

Abb. 3_1 zeigt die Aufsicht der *ASPIC*-Kammer.

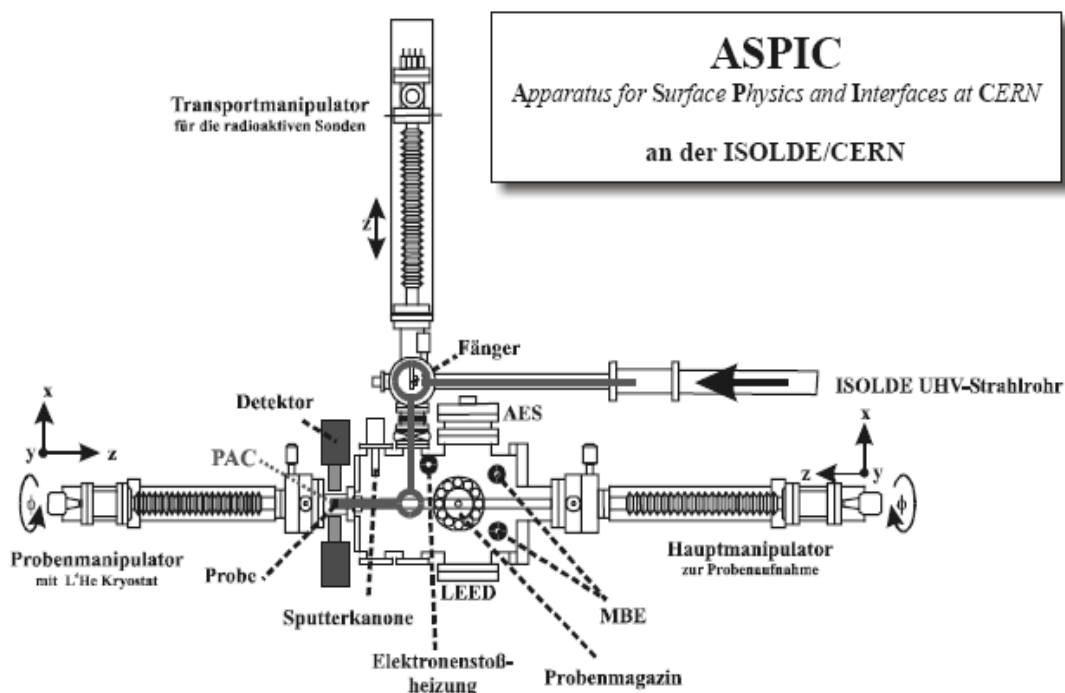


Abb. 3_1: Schematische Darstellung der *ASPIC*-Kammer mit *ISOLDE* UHV-Strahlrohr. Die einzelnen Elemente der Kammer sowie deren Funktion sind im Text erläutert. Zusätzlich dargestellt ist der „Pfad“ (graue Linie) von der Implantation über beide Überdampfpositionen (graue Kreise) zur Messposition der Probe.

ASPIC besteht zum einen aus einer Hauptkammer mit Präparationsteil und zum anderen aus einer Nebenkammer mit Strahlrohranschluss zur *ISOLDE*. Alle Positionen in der Hauptkammer sind für die auf dem Hauptmanipulator befindlichen Proben erreichbar. Der Hauptmanipulator verfügt mit einer Genauigkeit von $\Delta x = \pm 0.5 \text{ mm}$, $\Delta y = \pm 0.5 \text{ mm}$ und $\Delta z = \pm 1 \text{ mm}$ über einen Hub in den drei Koordinatenrichtungen sowie über eine Achsrotation von $360^\circ \pm 0.5^\circ$ über vier Freiheitsgrade der Bewegung. An der Vorderseite der Hauptkammer befindet sich ein Glaszylinder, in den die Probe für die *PAC*-Messungen eingebracht wird.

In die Strahlrohrschleuse der Nebenkammer kann eine Metallfolie (der Fänger) für die Akkumulation der radioaktiven Isotope geklappt werden. Die Nebenkammer besitzt weiterhin einen Transportmanipulator, auf welchem sich heizbare Molybdän(Mo)-Folien für den Transport der aufgefundenen Radioaktivität befinden. Der Transportmanipulator kann mit einer Genauigkeit von $\pm 0.5 \text{ mm}$ unter der Probenoberfläche positioniert werden. Der Abstand zwischen Transportblech und Probenoberfläche beträgt bei der Aktivierung derselben durch Widerstandsheizten etwa 0.5 mm . Die Motorsteuerung der Manipulatoren erfolgt per Rechner. Das Vakuum (*UHV*) wird über ein Pumpsystem bestehend aus einer **Turbomolekularpumpe**

(*TMP*), einer Ionengerätspumpe (*IGP*), einer Titansublimationspumpe (*TSP*) und einer Kryopumpe hergestellt. Die gesamte UHV-Kammer *ASPIC* wird vor dem Experiment für etwa 48 h bei 200 - 250°C ausgeheizt, um die den Innenwänden adsorbierten Verunreinigungen wie H_2O , N_2 und organische Substanzen abpumpen zu können. Die Filamente der eingebauten Präparations- und Analysegeräte werden nach dem Ausheizen entgast.

3.1. Präparation der Einkristalloberflächen

Alle verwendeten Proben sind Einkristalle, welche vom Hersteller nach der Züchtung grob gereinigt wurden. Die metallischen Kristalle sind ~ (1-2) mm dicke Scheiben, die von einem einkristallinen Stab mit entsprechender Orientierung und etwa 10 – 12 mm Durchmesser abgesägt werden. Die Kristalloberfläche wird mit Schleifpapier und einem Gleitmittel aus Ethanol und Ammoniak mikroskopisch glattpoliert. Im letzten und feinsten Schleifprozess wird eine Samtscheibe und Al_2O_3 (1 μ m) als Poliermittel verwendet. Im Anschluss daran werden die Kristalle bei einem Vakuum von etwa 10^{-1} mbar in einer Wasserstoffatmosphäre einige Stunden geheizt.

Zum Zweck der besseren Befestigungsmöglichkeit weisen die Einkristalle eine Hütchenform auf. Sie werden auf einem Probenträger aus Molybdän(Mo) durch einen Edelstahlring und Edelstahlschrauben festgehalten (**Abb. 3.1_1**).

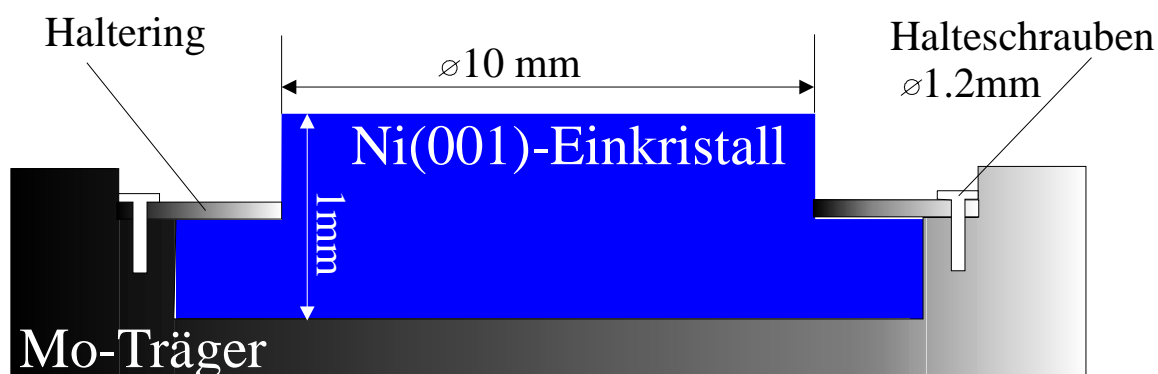


Abb. 3.1_1: Schematische Darstellung des verwendeten Einkristalls mit Probenträger (Querschnitt).

Die Probenpräparation besteht aus mehreren Argon-Ätz- und Temperzyklen. Dabei wird die Reinheit bei wohlgeordneter Struktur an der Kristalloberfläche sukzessive erhöht. Der Erfolg des jeweiligen Vorganges wird durch das dafür spezifische Analyseverfahren kontrolliert.

3.1.1 Argon-Ätzen¹

Eine vakuumtechnisch unbehandelte Probe weist an der Oberfläche eine Verschmutzung durch adsorbierte Gase und Verunreinigungen wie Schwefel und Phosphor auf. Zunächst wird diese Restkontamination durch *Ar*-Ätzen (Sputtern) beseitigt. Die Probe befindet sich hierzu in einem Abstand von etwa *50 mm* vor der *Ar*-Kanone und ist um etwa 30° zur Strahlrichtung geneigt (Abb. 3.1.1_1). Die Beschleunigungsspannung der Ar^+ -Ionen wird, je nach Verschmutzungsgrad, zwischen *0.8* und *1.8 kV* eingestellt. Der Strom beträgt etwa *1,2 μ A*. (Die Energie kann zwischen *0.5* und *5.0 keV* variiert werden. Der Strom kann zwischen *1* und *200 μ A* eingestellt werden) Während des Ätzvorgangs steigt der Basisdruck in der *ASPIC*-Hauptkammer auf etwa 1×10^{-6} mbar.

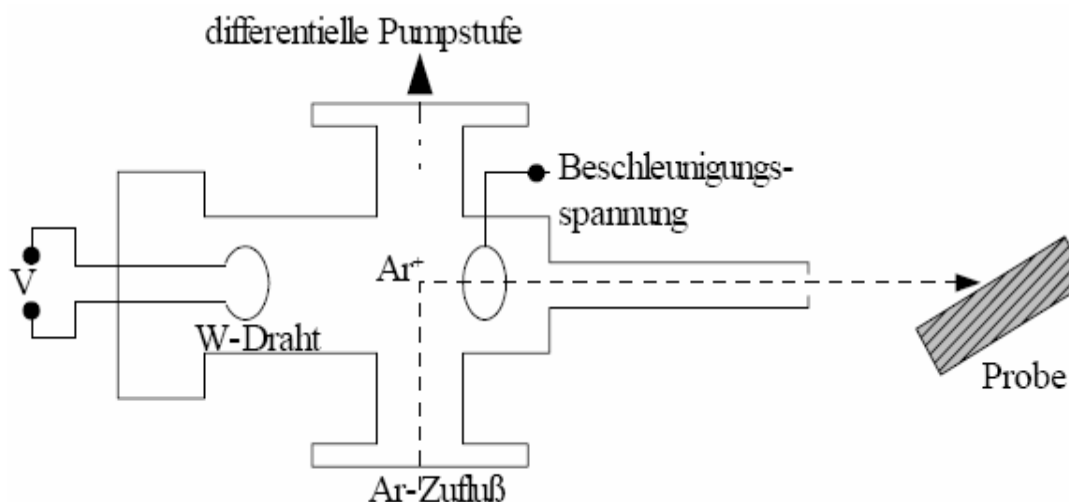


Abb. 3.1.1_1: Schematische Darstellung einer *Ar*-Sputterkanone

Ein hoher Reinheitsgrad des Argongases verringert die Implantationswahrscheinlichkeit von Fremdatomen durch den Beschuss der Oberfläche. Um die IGP vor Argon zu schützen, wird während des Sputterns die IGP vom Rest der UHV-Kammer durch ein Ganzmetallventil getrennt. Nach dem Sputtern ist die Kristalloberfläche chemisch zwar wesentlich reiner, aber die Kristallstruktur der Oberfläche ist durch den Beschuss auf atomarer Skala stark zerstört. Um eine wohlgeordnete Struktur zu erhalten, wird der Kristall nach dem Sputtern getempert.

¹ auch als Sputtern bezeichnet

3.1.2 Tempern¹

Durch 30 - 60 minütiges Ätzen kann die Ni-Oberfläche weitestgehend von Verunreinigungen befreit werden. Anschließendes Tempern der Probe im *UHV* bei 700 K bis 1300 K für 30 bis 60 Minuten heilt die durch das Ätzen aufgeraute Oberfläche wieder aus. Das Anlassen erfolgt auf einer Elektronenstrahlheizung. Abb. 3.1.2_1 zeigt eine schematische Darstellung der Elektronenstrahlheizung: Ein Wolframdraht wird durch Anlegen einer Heizspannung zur Emission von Elektronen angeregt. An den Heizdraht und das Edelstahlgehäuse wird eine Hochspannung von bis zu -3 kV angelegt, um die Elektronen auf die geerdete Probe zu lenken. Die kinetische Energie der Elektronen wird beim Aufprall auf den Probenhalter zum großen Teil in Wärme umgewandelt, was den Kristall gleichmäßig erwärmt. Über die Hochspannung und Filamentstrom wird die Temperatur variiert und durch ein Pyrometer kontrolliert.

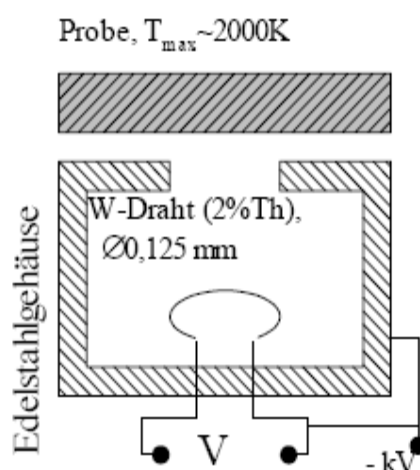


Abb. 3.1.2_1: Elektronenstrahlheizung

Laut Voigt [Voigt 90] ist das Absondern von Fremdatomen aus dem Volumen an die Oberfläche ein unerwünschter Nebeneffekt des Temperns. Die Segregation erfolgt für verschiedene Elemente bei verschiedenen Temperaturen. Schwefel diffundiert ab etwa 750 K, Phosphor ab ~ 700 K und Kohlenstoff ab ~ 400K zur Oberfläche. Die damit verbundene Verunreinigung der Oberfläche muss durch weiteres Ar-Ätzen wieder entfernt werden.

Kohlenstoff verdampft vollständig bei $T > 700^\circ \text{C}$, die Phosphor-Konzentration beträgt danach nicht mehr als 0,8 % an der Oberfläche. Die Herkunft Schwefels ist nicht eindeutig, wahrscheinlich kommt Schwefel ($T > 850^\circ \text{C}$) nicht durch Segregation sondern von einer anderen Quelle auf die Oberfläche. Wenn zwischen den Experimenten die Kammer nicht

¹ auch als Annealing oder Anlassen bezeichnet

belüftet wird und Vakuum herrscht, kann man nach zwei Monaten noch keinen Schwefel nachweisen. Es wurde Folgendes festgestellt: Wenn ein vorher präparierter Ni - Einkristall bei der Aufheizung eines anderen Ni-Einkristalls bis zu 1000°C auf dem Manipulator (etwa 20 cm vor der Elektronenstrahlheizung) belassen wird und dabei selber eine Temperatur von 50° C hatte, zeigt die AES¹ auf seiner Oberfläche ca. 6% Schwefel an. Es ist daher anzunehmen, dass Schwefel von heißen metallischen Teilen (z.B.: Elektronenstrahlheizung) innerhalb der Kammer übertragen wird.

Die Parameter für die erfolgreiche Präparation der Einkristalle sind in Tab. 3.1.2_1 dargestellt.

Einkristall	Sputtern			„Annealing“	
	Energie	Strom	Zeit	Temperatur	Zeit
Pd	1300 eV	12 μ A	30 min	740° C	30 min
Ni	1200 eV	11,5 μA	30 min	820° C	30 min
Ag	1700 eV	18 μ A	30 min	700° C	30 min

Tab. 3.1.2_1: Parameter für Sputtern und Ausheilen, welche sich als optimal zeigten.

Dabei ist anzumerken, dass die Sputter- Parameter Strom und Zeit miteinander korreliert sind (weniger Strom bedeutet mehr Zeit). Pd- und Ag-Einkristalle sind weiche Materialien und für eine gute Struktur ist eine Ausheiltemperatur von mindestens 800° C nötig. Es können Energie- und Strom-Zeit-Parameter (Parameter für das Sputtern) größer gewählt werden. Andererseits braucht man für eine gute Struktur eines Ni-Einkristalls eine Temperatur von ~ 820° C, welche in der Nähe der Schwefel-Diffusions-Temperatur (~ 850° C) liegt. Also kann durch größere Energien- und andere Strom-Zeit- Parameter das Sputtern von Ni nicht besser optimiert werden.

3.2. LEED/AES

Der Erfolg des Sputterns wurde durch Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) kontrolliert, das Tempern mit Hilfe der LEED²-Aufnahmen.

¹ Auger-Elektronen-Spektroskopie

² Low Energy Electron Diffraction

3.2.1. Auger-Elektronen-Spektroskopie AES

Zur Kontrolle der chemischen Reinheit der Probenoberfläche wird die Probe auf dem Manipulatorkopf vor das AES - Gerät positioniert [Henzler 94, Seite 283]. Durch den Beschuss der Probenoberfläche mit Elektronen der Energie 3 keV werden tiefliegende stark gebundene Elektronen der Atome des Festkörpers angeregt. Nach der Anregung werden neben Röntgenstrahlung dann auch elementspezifische, so genannte Auger-Elektronen, emittiert. Typische Energien von Auger-Elektronen liegen im Bereich zwischen 50 und 1500 eV. Die mittlere freie Weglänge dieser Elektronen im Kristall liegt im Bereich von 5 bis 50 Å. Die Abbremsung der Elektronen im Kristall ist die Ursache dafür, dass AES ein oberflächenempfindliches Verfahren ist. Die starke inelastische Streuung, welche die Elektronen in diesem Energiebereich erfahren, sorgt dafür, dass nur Auger-Elektronen aus den oberste Atomlagen eines Festkörpers die Chance haben, aus dem Festkörper emittiert und im Spektrum gemessen zu werden. Mit AES lassen sich elementspezifische Konzentrationen von etwa 2-3 % einer Monolage bestimmen. Das Prinzip der Anregung des durch Primärelektronen erzeugten angeregten Zustandes ist in Abb. 3.2.1_1 dargestellt.

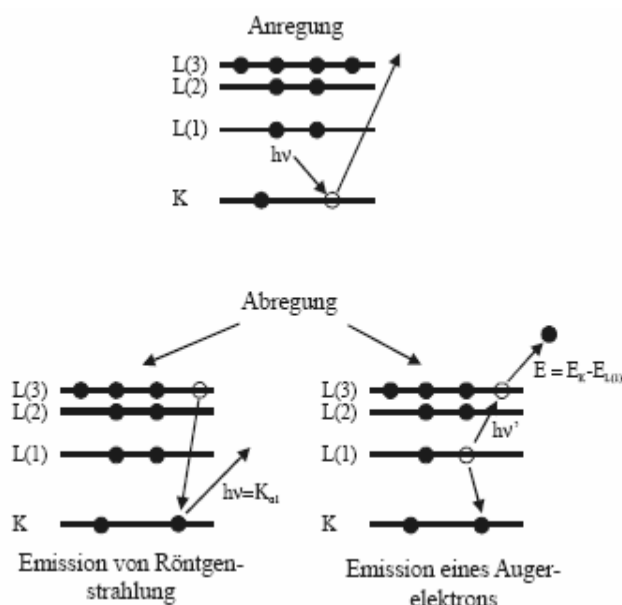


Abb. 3.2.1_1: Prinzip der Röntgen- und Auger-Elektronen-Emission nach Erzeugung eines Lochs in der K-Schale

Das durch Primärelektronen erzeugte Loch in der K-Schale kann zur Emission einer Röntgenlinie führen (Abb. 3.2.1_1 links), wobei die Energie des Quants der Differenz der Energieniveaus des vorher emittierten Elektrons und des zur Abregung beitragenden Elektrons entspricht. Bei leichten Elementen gibt es neben den Röntgenquanten eine hohe

Wahrscheinlichkeit strahlungsloser Übergänge. Dieser Effekt wird auch als innerer Photoeffekt bezeichnet. Hierbei bewirkt ein nachstrichendes Außenelektron, dass ein weiteres

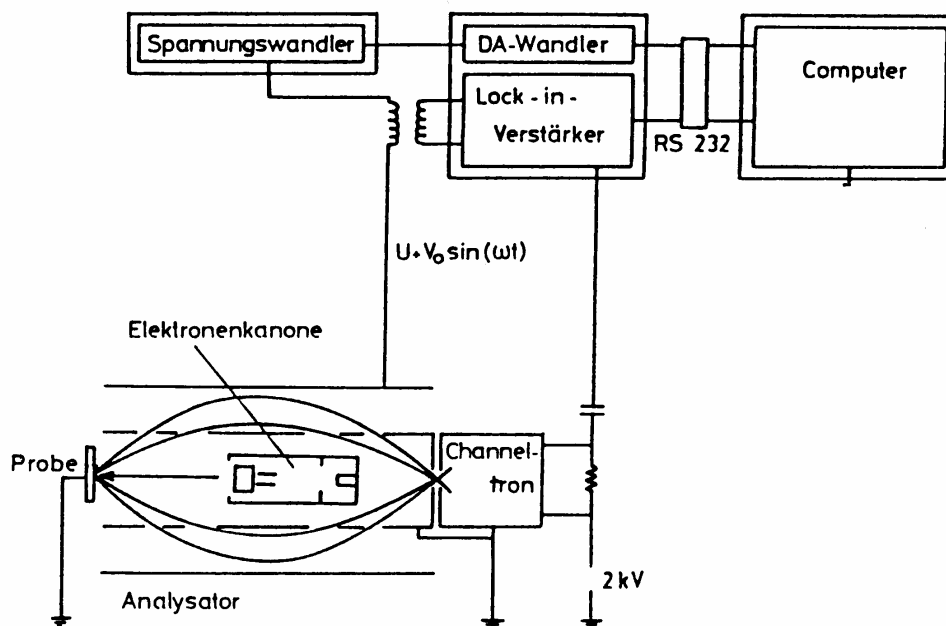


Abb. 3.2.1_2: Schematische Darstellung eines Augerelektronenspektrometers. Die senkrecht zur Probenoberfläche emittierten Augerelektronen treten in den „Cylindrical Mirror Analysator“ - CMA ein, wo sie von einem elektrischen Feld nach ihrer Energie selektiert und in ein Channeltron (Sekundär-Elektronen-Vervielfältiger) fokussiert werden. Die Lock-In-Technik wird verwendet, da der Anteil der Augerelektronen an der Gesamtsekundärelektronenzahl sehr gering ist.

Elektron emittiert wird. Das abgespaltene Elektron erhält die Differenz der beteiligten Übergangsenergien als kinetische Energie übertragen und kann als Auger-Elektron elementspezifisch detektiert werden. Die Energieanalyse erfolgt typischerweise in einem zylinderförmigen Analysator, welcher ein radiales elektrostatisches Feld erzeugt (CMA).

In der Mitte des CMA befindet sich die Kanone für die Primärelektronen. Sie schießt die Elektronen auf die Probenoberfläche, welche gleichzeitig alle Auger-Elektronen erzeugen, die analysiert werden. Die in Gegenrichtung emittierten Auger-Elektronen werden bei Eintritt in das radiale Feld nach Energien selektiert und auf einen Punkt fokussiert. Der Fokus befindet sich in einem Sekundär-Elektronen-Vervielfältiger (Channeltron). Der am Channeltron erzeugte Strom ist proportional zur Zahl der bei entsprechender Energie registrierten Elektronen. Da nur etwa 0.01 % der an der Probe gestreuten Elektronen Auger-Elektronen sind, wird das relativ kleine Ausgangssignal auf einen Lock-In-Verstärker gegeben (siehe Abb. 3.2.1_2). Die Analysatorspannung U , die die Energien der Sekundärelektronen selektiert, wird mit einer kleinen sinusförmigen Wechselspannung überlagert, die

phasengleich zum Ausgangssignal des Channeltrons ist. In dieser Konfiguration wird am Ausgang des Lock-In-Verstärkers ein Spektrum der Ableitung der Elektronenzahl nach der Energie als Funktion der Energie aufgenommen.

3.2.2. Strukturbestimmung durch LEED-Analyse

Die strukturellen Eigenschaften der Oberfläche werden mittels Low Energy Electron Diffraction (**LEED**) kontrolliert [Henzler 94, Seiten 124-178].

Die LEED-Analysetechnik ist ein sehr sensitives Verfahren zur Strukturuntersuchung von Oberflächen. Da es sich hier um ein Beugungsverfahren handelt, können nur gitterperiodische Strukturen untersucht werden. Dies ist zwar ein gewisser Nachteil gegenüber Abbildungsverfahren wie STM oder RTM, das Ergebnis der Untersuchung wird dafür aber sofort mit Einschalten des Elektronenstrahls erhalten, während die oben erwähnten direkten Abbildungsverfahren einen sehr großen experimentellen Aufwand, der in Großexperimentierhallen wie der ISOLDE nicht geleistet werden kann, sowie einen zeitlichen Aufwand erfordern. Beugungsverfahren wie LEED, RHEED und MEED sind immer Darstellungen der Oberflächenstruktur im Impuls- oder reziproken Raum.

Einen typischen Aufbau einer LEED - Messapparatur zeigt Abb. 3.2.2_1.

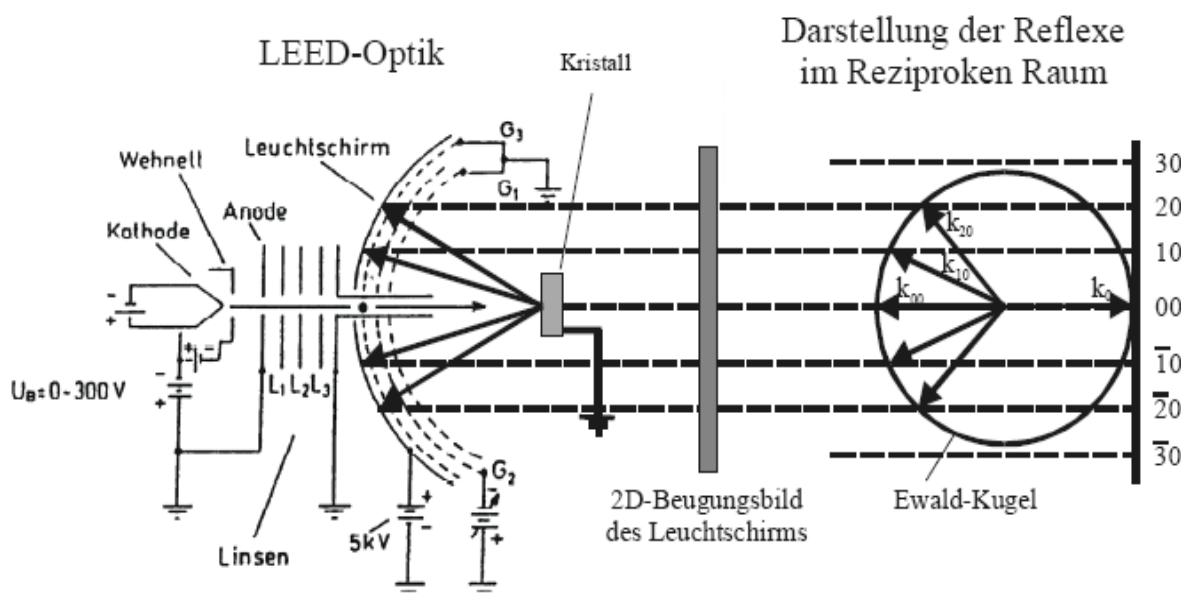


Abb. 3.2.2_1: „Two-Grids-Revers-View-LEED-Optics“ (links) und Darstellung der Reflexe im Reziproken-Raum (rechts).

Bei diesem Verfahren wird ein Elektronenstrahl auf eine Probe beschleunigt, wo es zur Streuung am Atom kommt. Dabei wird das einfallende Elektron als ebene Welle mit dem

Wellenvektor k_0 angesehen und das Atom als punktförmiger Streuer. Die elastische Streuung kann als vom Atomplatz R_{ij} ausgesandte Kugelwelle beschrieben werden. Die Bedingung für konstruktive Interferenz aller von einer Atomebene ausgesandten Kugelwellen (Laue-Bedingung) kann graphisch als Schnittpunkt der k -Vektoren, die senkrecht auf den Gitterpunkten des 2D reziproken Gitters stehen, mit der Ewald-Kugel des einfallenden Elektrons dargestellt werden. Der Radius dieser Kugel beträgt k_0 , und nur die k -Vektoren, die diese Kugel schneiden, können im LEED sichtbar gemacht werden. Zwei wesentliche Informationen können LEED-Bilder erteilen: Zum einen geben sie Auskunft über die Oberflächenstruktur/-orientierung, zum anderen geben sie über die Schärfe der Beugungsreflexe auch über die Güte der Oberflächenkonstruktion Auskunft. Der Einfluss der Oberfläche auf die Schärfe der Reflexe kommt vor allem von der langreichweitigen Periodizität des Atomgitters und spiegelt unter anderem den Erfolg des Ausheilens wider. Kommt es zu Unterbrechungen der perfekten Periodizität an der Oberfläche, beispielsweise durch Fremdatome, Versetzungen oder Terrassen, wird die Laue-Bedingung nicht mehr streng erfüllt, und die Reflexe weiten sich auf, der diffuse Hintergrund nimmt zu. Verfügt man über ein SPA-LEED¹, kann die innere Struktur von Reflexen untersucht werden, was Aufschlüsse über mittlere Terrassenbreiten liefert.

Mittels eines „Diffuse-LEED“ kann man den strukturierten Hintergrund untersuchen und Informationen zu nichtperiodischen Anordnung von Adsorbaten erhalten. In ASPIC wird die zu untersuchende Probe mit dem Manipulator vor eine „Two-Grids-Reverse-View-LEED Optic“ gefahren (siehe Abb. 3.2.2_1).

Ein Elektronenstrahl mit einer variablen Energie zwischen 20 und ~ 1000 eV wird auf die Probe beschleunigt, wo es zur Beugungserscheinung am Kristallgitter kommt. Die gebeugten Elektronen laufen im feldfreien Raum zurück, bis sie auf das Gitter G_1 treffen. Die inelastischen Sekundärelektronen werden beim Durchlaufen einer Gegenspannung zwischen G_1 und dem Gitter G_2 herausgefiltert. Die verbleibenden Elektronen werden hinter G_2 über eine Spannung von 8 kV auf einen Fluoreszenzschirm beschleunigt, wo das von außerhalb der Kammer zu beobachtende Beugungsbild entsteht, das für eine spätere Auswertung mit einer CCD - Kammer aufgenommen und in einem Rechner gespeichert und bearbeitet wird. Wenn die Verunreinigung der Kristalloberfläche unter 5 % liegt und die LEED-Spots scharf sind, kann mit der weiteren Präparation vorangeschritten werden. Für die Messung der Hyperfeinwechselwirkungen von Adatomen würde jetzt die Kristalloberfläche nach erfolgter

¹ Spot Profile Analysis - LEED

Implantation der radioaktiven Sonden in der Nebenkammer mit den Sonden bedampft und die Messung gestartet werden.

3.3. MBE- Präparation dünner Filme

Die beiden MBE-Zellen (Molecular Beam Epitaxy) sind oberhalb der Manipulatorachse eingebaut und ermöglichen ein tiegelfreies Bedampfen der Probenoberfläche mit Ni und Pd. Die MBE-Zellen sind wassergekühlt und verfügen über einen internen Monitor für die Kontrolle der Aufdampfrate. Ihr Prinzip beruht auf Verdampfung eines Verdampfungsgutes durch Aufheizen. Der Heizdraht (Filament) wird hierfür mit einem Strom von 2,4 A versorgt. Mittels einer Hochspannung von 0,85 kV werden die vom Draht emittierten Elektronen auf das Verdampfungsgut beschleunigt.

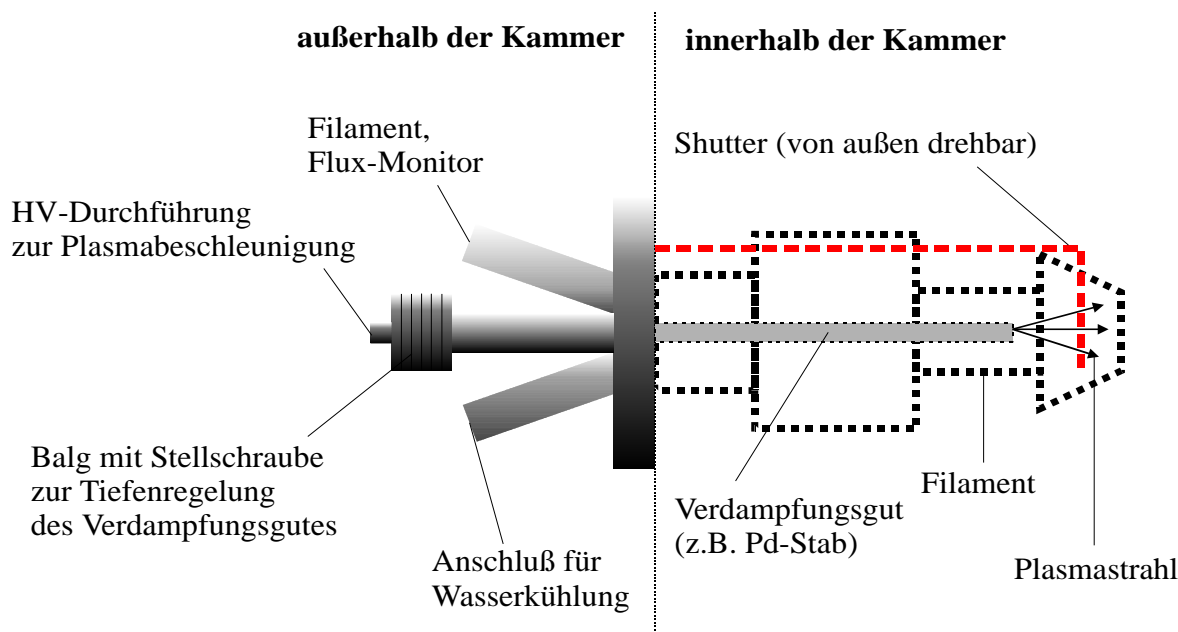


Abb. 3.3_1: Schematischer Aufbau einer MBE-Verdampferzelle auf UHV-Flansch CF35

Das Verdampfungsgut emittiert Atome, von denen ein geringer Teil (einige Prozent) ionisiert sind. Ihr Strom wird über einen Monitor gemessen. Pd wird beispielsweise mit einem Ionenstrom von 60 nA übergedampft. Über eine Blende (Engl.: Shutter) kann die Bedampfung unterbrochen werden (Abb. 3.3_1). Abb. 3.3_2 (links) zeigt eine **MBE** - Zelle in einer **MEED**¹-Anordnung. Durch Elektronenstrahlheizen wird die Spitze eines Pd-Stabes zum Schmelzen gebracht. Die verdampfenden Atome gelangen mit thermischer Geschwindigkeit

¹ Medium Energy Electron Diffraction

durch eine Düse auf die Probe. Der Prozess kann *in-situ* beobachtet werden [Reichelt 86]. Hierzu wird die Probe genau zwischen Auger-Spektrometer und **LEED** positioniert (Abb. 3.3_2, links).

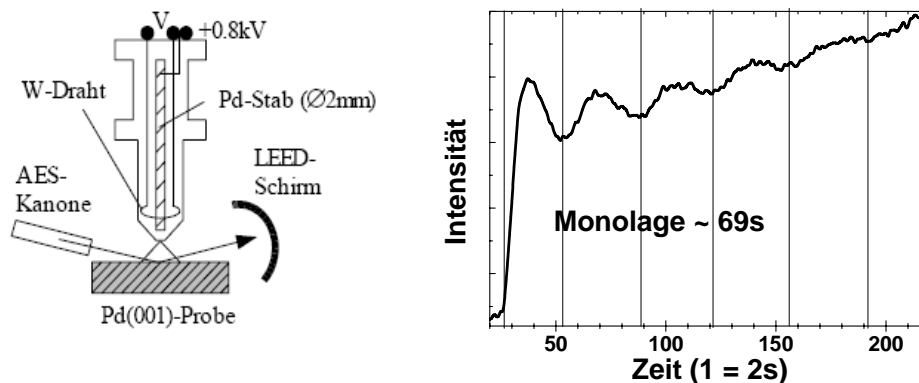


Abb. 3.3_2: Experimentieranordnung für MEED während der MBE von Pd auf Pd(001).

Der Elektronenstrahl aus der AES - Kanone streift die Probenoberfläche unter einem Winkel von $3-5^\circ$ und erzeugt auf dem LEED - Schirm einen spekulären Reflex. Die Intensität des spekulären Reflexes oszilliert bei Lage-für-Lage-Wachstum mit der Anzahl der aufgedampften Monolagen: Die Oberfläche erreicht bei einer Bedeckung von 0,5 Monolagen maximale Rauigkeit und minimiert ihre Reflexivität. Nach Abschluss einer Monolage ist die Rauigkeit minimal und die Reflexivität maximal. Auf diese Weise kann die Zeit für die Vollendung einer Monolage (hier etwa 60 s) bestimmt werden (rechter Teil von Abb. 3.3_2). Mit diesen Informationen kann die durch MEED beim Wachstum von Pd auf Pd(001) gewonnene Zeit, die zur Vollendung einer Monolage benötigt wird, bestimmt werden.

3.4. Aufbringen der radioaktiven Sonden und PAC-Messung

Auf die gereinigte Einkristalloberfläche werden die vom Massenseparator **ISOLDE** bereitgestellten radioaktiven Sonden aufgebracht. Sie werden durch Beschuss eines Targets mit einem gepulsten Protonenstrahl von 1 GeV Energie erzeugt, wobei die Pulslänge $2.4 \mu\text{s}$ und der durchschnittliche Strom 2,1 mA betragen [Kugler 92]. Die Massenauflösung des Separators beträgt $\Delta m/m=1/2400$. Die Bauweise der Targets ist für die Erzeugung der bestimmten Sonden optimiert.

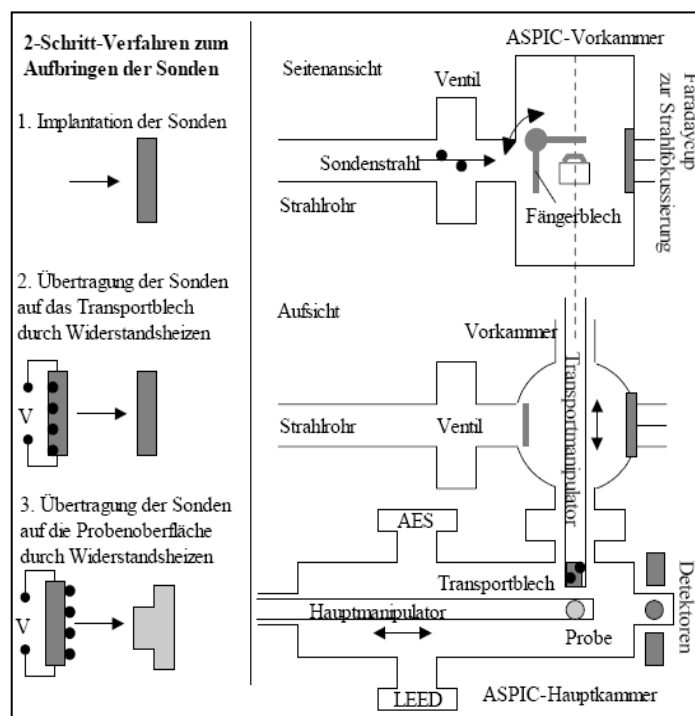


Abb. 3.4_1: Schematische Darstellung der Übertragung der Sonden auf die Probenoberfläche

Die Sondenisotope werden über eine vorgewählte Extraktionsspannung – im Bereich von 30 bis 60 kV- zunächst beschleunigt und danach durch Strahlrohre zu den Experimentierplätzen geführt. Die Strahloptik basiert auf elektrostatischen Linsen. Da in den Strahlrohren ein Basisdruck von 10^{-6} mbar herrscht, wurde eine fünfstufige differentielle Pumpstrecke von 3 m Länge vor der *ASPIC*-Kammer installiert, um den Druck p in der an das Strahlrohr angeschlossenen *ASPIC*-Vorkammer während der Implantation bei $p < 5 \times 10^{-10}$ mbar zu halten. Die radioaktiven Sonden werden zunächst in ein Fängerblech implantiert. Dieses wurde vorher durch mehrmaliges Tempern bei etwa 1600 K gereinigt (VH → TB). In einem Zwei-Schritt-Verfahren werden die Sonden dann auf die Oberfläche gebracht (TB → Einkristall, Abb. 3.4_1, links). Die vorgestellte *in-situ*-Methode zum Aufbringen der radioaktiven Sonden am Massenseparator *ISOLDE* führt gewöhnlich zu einer geringeren Verunreinigung der Probenoberfläche als gängige chemische Abscheidungsverfahren. Die Konzentration der radioaktiven Sonden auf dem Einkristall beträgt etwa 1 pro 1000 Oberflächenatomen. Die *PAC*-Messung selbst wird in einer 4-Detektor-Geometrie durchgeführt, wofür die Probe in einen Glaszylinder an der Stirnseite der *ASPIC*-Hauptkammer gefahren wird (Abb. 3.4_2).

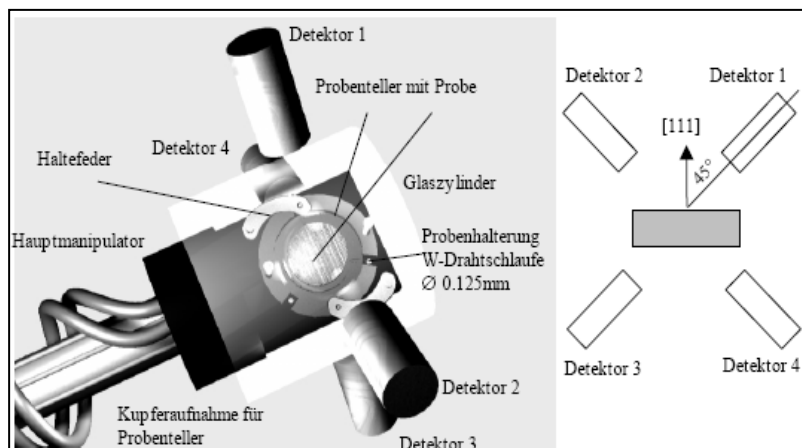


Abb. 3.4_1: Schematische Darstellung der Probe auf dem Hauptmanipulator in Messposition. Rechts ist als Beispiel die Lage des Ni(111)-Kristalls in der Detektorebene bei 45°-Standardgeometrie dargestellt.

Zur Aktivierung des Transportblech (**TB**) oder Aktivierung des **Einkristalls** ist eine „Flash-Evaporation“ (kurzes starkes Ausheizen des Fängerblechs (**VH**) oder Transportblechs) nötig, um Abgase zu evaporieren. Die Parameter für jeden der einzelnen Prozesse mit den verschiedenen radioaktiven Sondenatomen sind in Tab. 3.4_1 angeführt.

Sondeatomen	Flash VH			VH → TB			Flash TB			TB → Einkristall		
	Temperatur (max) [°C]	Strom [A]	Zeit [s]	Temperatur (max) [°C]	Strom [A]	Zeit [s]	Temperatur (max) [°C]	Strom [A]	Zeit [s]	Temperatur (max) [°C]	Strom [A]	Zeit [s]
^{111m} Cd	400	50	3	850	65	3	200	30	3	450	41	3
¹¹¹ In	460	55	3	1000	68	4	200	30	3	850	56	3
¹⁴⁷ Gd	700	60	2	1250	80	5	800	60	3	1200	70	3

Tab. 3.4_1: Heizungs-Parameter für Übertragung der Sonden auf die Probenoberfläche

In Tab. 3.4_1 sind die Arbeitsparameter gesammelt, um die Reproduzierbarkeit der Überdampfprozesse sicherzustellen und manuelle Bedienungsfehler auszuschließen. Sämtliche Bewegungen bzw. Überdampfschritte werden per Rechner gesteuert, der gesamte Überdampfprozess bis hin zum Start der Messung kann so in wenigen Minuten abgeschlossen werden.