



Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

NACHRICHTEN



Jahrgang 32 • 4/2000

Aus dem Inhalt:
Synchrotronstrahlung für Forschung und Entwicklung

**Im Inhaltsverzeichnis verwendete
Abkürzungen:**

ANKA	Angströmquelle Karlsruhe GmbH
IFP	Institut für Festkörperphysik
IK	Institut für Kernphysik
IMT	Institut für Mikrostrukturtechnik
ITC	Institut für Technische Chemie
FGS	Forschungsgruppe Synchrotronstrahlung

Herausgeber:
Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640 · D-76021 Karlsruhe
Telefon-Nr. (07247) 82-0

Redaktion:
Dr. Klaus Körting

Redaktionsbeirat:
Prof. Dr. Johannes Blümer
Dr. Wolfgang Breitung
Prof. Dr. Eckhard Dinjus
Dr. Jürgen Gspann
Dr. Joachim Hoffmann
Dr. Heiko Kleykamp
Dr. Rolf Krieg
Prof. Dr. Ulrich Schurath (Vorsitzender)
Dr. Karl-Friedrich Weibezahn

Grafik und Satz:
Stolz Grafisches Atelier · Karlsruhe

Layout:
Tassilo Schnitzer

Druck:
Karl Elser GmbH · Mühlacker

Nachdruck mit Genehmigung des For-
schungszentrums Karlsruhe GmbH unter
Nennung der Gesellschaft und des Autors
gestattet. Beleg erbeten.

Die NACHRICHTEN können kostenlos
über die Zentralbibliothek des For-
schungszentrums bezogen werden.

Printed in the Federal Republic of
Germany

Gedruckt auf chlorfrei gebleichtem Papier



Titelbild:
Mit der Synchrotronstrahlungsquelle
ANKA steht im Forschungszentrum
Karlsruhe ein neues Großgerät für
Forschung und Entwicklung zur Verfü-
gung. Die Quelle wird von der ANKA
Angströmquelle Karlsruhe GmbH, ei-
ner Tochter des Forschungszentrums
Karlsruhe GmbH, betrieben.

Inhalt / Contents

■ Vorgeschichte und Konzept der Karlsruher Synchrotronstrahlungsquelle 257 History and Design of the Karlsruhe Synchrotron Radiation Source ANKA

V. Saile, IMT

The first proposal for constructing a synchrotron radiation source at Forschungszentrum Karlsruhe dates back to 1986. Nevertheless, it took an additional 14 years until the state-of-the-art ANKA facility could commence with operation in year 2000. ANKA will provide radiation for two main areas, fabrication of micro-components and for analytical applications. The goals of the ANKA concept are in applying synchrotron radiation to issues relevant for industrial companies, in involving programs and units of Forschungszentrum, and in operating a facility for the research community.

■ ANKA GmbH – Neue Wege mit Synchrotronstrahlung 261 ANKA GmbH – New Horizons with Synchrotron Radiation

R. Czolk, ANKA Angströmquelle Karlsruhe GmbH

ANKA Angströmquelle Karlsruhe GmbH is a newly established company, founded by Forschungszentrum Karlsruhe GmbH and the state Baden-Württemberg. The company operates an electron storage ring (synchrotron), which produces high-brightness X-rays for characterizing materials and fabricating microstructures. A modular service is offered by ANKA GmbH: Space at the ANKA facility for installation and operation of customer-owned laboratories, use of equipment and laboratories already installed and owned by ANKA GmbH, analyses of samples and patterning of microstructures by experts of ANKA GmbH.

■ Entwurf und Aufbau des Speicherringes ANKA 264 Design and Erection of the Storage Ring ANKA

D. Einfeld, FGS

The storage ring ANKA has been designed to meet the requirements of its main users: the LIGA technique and the analytical applications. According to this ANKA has to provide photons with an energy of up to 30 keV with a medium emittance (50 to 90 nm · rad), but with a high photon flux which corresponds to a stored beam of 400 mA. The nominal energy of ANKA is 2.5 GeV with a magnetic flux in the bendings of 1,5 T. To reach the emittance a classical DBA-structure over an angle of 45 degree has been used. ANKA has a circumference of 110.4 m with 4 long straight sections (5.6 m long) for the accommodation of future insertion devices and 4 short straight section (2.2 m) for the r. f. as well as the injection system. The injector is a 500 MeV booster synchrotron with a 53 MeV racetrack microtron as a pre-injector.

■ Der Injektor der Speicherringanlage ANKA

272

The Injector of the Storage Ring ANKA

D. Einfeld, M. Pont, FGS

The injector of the ANKA storage ring should create a beam of electrons and accelerate them to 500 MeV ready to be injected into the storage ring. This is accomplished with a combination of a microtron and a booster synchrotron, which we call the injector system of ANKA. The microtron delivers a pulse of 1 μ sec length with a current of 10 mA. The energy of the electrons when leaving the microtron is 53 MeV. The injection transfer line transports this beam to the booster synchrotron where the electron beam is accelerated to 500 MeV. At 500 MeV another transfer line, the so called extraction transfer line transports the beam to the storage ring. The repetition rate is 1 Hz.

■ Das Hochfrequenzsystem von ANKA

279

The RF-System of ANKA

F. Pérez, FGS

The function of the RF system of the synchrotron light source ANKA is first to accelerate the electrons up to the nominal energy, 2.5 GeV; and second, to replace the energy loss by the electrons due to the emission of the synchrotron radiation, maintaining the electrons for several hours at the nominal energy [2]. The RF system for the ANKA storage ring has two plants, each plant consists of one 250 kW transmitter at 500 MHz feeding two cavities, with all the peripherals. In the following, the high voltage power supply, the klystron, the waveguide system and the cavities, as well as the low level electronics needed for the control and operation of the system are described.

■ Das Vakuumsystem für ANKA

285

The ANKA Vacuum System

D. Einfeld, E. Huttel, FGS

The vacuum in an electron storage ring must be in the order of 2×10^{-9} mbar in order to achieve a beam electron lifetime in excess of 10 h. Due to the absorption of synchrotron radiation by the wall material a high gas load is desorbed in the vacuum system. At ANKA more than 100 ion getter pumps with a total pumping speed of 2000 l/s have been installed. The power of the synchrotron radiation (250 kW for a stored beam current of 400 mA and an energy of 2.5 GeV) is dissipated by specially designed cooled absorbers.

■ Das Magnetsystem von ANKA

290

The Magnetic Lattice for ANKA

M. Pont, FGS

To produce synchrotron radiation a beam of radial accelerated charged particles is needed. At ANKA the charged particles are electrons and they are accelerated using a magnetic field according to the Lorentz force. Because the electron beam is not punctual and the magnetic fields differ from ideal, other magnetic elements are required to keep the beam from spreading out and getting lost. This is done at ANKA with 40 quadrupolar magnets to focus the electron beam, 16 sextupolar magnets to correct for chromatic effects and 40 small dipolar magnets to steer the electron orbit.

■ Die gepulsten Magnete bei ANKA

298

The Pulsed Magnets for the Electron Storage Ring ANKA

D. Einfeld, E. Huttel, M. Pont, FGS

For the injection and extraction of an e-beam from a transfer line into a storage ring pulsed magnets are used. By means of Kicker magnets the stored beam is deflected to the outer side of the vacuum chamber at the position of the Septum magnet. This magnet deflects the injecting beam parallel to the bumped stored beam. Both beams are then deflected by further Kicker magnets to the center of the vacuum chamber. The power for both magnets is pulsed, in order to influence the beam only during the time of injection or extraction, respectively.

■ Das Kontrollsystem für den Beschleuniger von ANKA

302

The Control System for the Accelerator of ANKA

H. Schieler, IK

The control system of the accelerator is based on client and server PC's running under Windows NT and the LonWorks field bus with intelligent nodes and standard I/O modules to connect the individual devices directly to the server PC's. These server PC's communicate via CORBA with client PC's in the control room. All operator control is performed through Java applets/applications. At the moment, the present version of the control system will be optimized while using it for the commissioning of the accelerator of ANKA, which consists of the 53 MeV microtron, the 500 MeV booster synchrotron and the 2.5 GeV storage ring.

■ **Strahlrohre und Messplätze an ANKA – Spektrum der verfügbaren Anwendungsmöglichkeiten**

308

Beamlines and Experimental Stations at ANKA – Range of Applications

G. Buth, K. Cerff, S. Doyle, K. Hesch, Y.-L. Mathis, W. Mexner, R. Simon, R. Steininger, FGS;
M. Hagelstein, ANKA GmbH; H. O. Moser, Singapore Synchrotron Light Source (Singapur)

ANKA has been equipped from the start with a number of beamlines and experimental stations to cover a broad range of commercial and scientific applications. There are three beamlines for LIGA (X-ray lithography, deep and ultra-deep X-ray lithography), beamlines for X-ray absorption spectroscopy, X-ray diffraction and X-ray fluorescence (with an additional experimental station for X-ray topography), a beamline for protein crystallography and one for infrared spectroscopy and infrared spectromicroscopy. Further, there is a surface diffraction beamline owned by the Max-Planck-Gesellschaft and dedicated to scientific use.

■ **Röntgentiefenlithographie an ANKA**

333

Deep X-Ray Lithography at ANKA

J. Mohr, S. Achenbach, M. Börner, F.J. Pantenburg, V. Saile, IMT

The ANKA storage ring at FZK will be used for research and fabrication of microstructures by deep X-ray lithography. Three beamlines have been build up for this purpose. They are equipped with grazing incidence mirrors which are adopted in the cut-off energy to achieve optimized irradiation conditions in terms of minimization of heat load and high energy photons. The direct access to this equipment together with the availability of all additional process steps of the LIGA technology on the campus facilitates the application of the LIGA technology for industrial fabrication.

■ **Kristallstrukturbestimmung mit phasenempfindlicher Röntgenbeugung**

341

Cristal Structure Determination by Phase Sensitive X-Ray Diffraction

K. Hümmer, Institut für Kristallographie der Universität Karlsruhe (TH);
E. Weckert, Hasylab am DESY Hamburg

In a three-beam case, where simultaneously two Bragg reflexions are excited, their intensities were influenced by interference effects. The intensity changes depend on a structure invariant tripletphase-relationship of the phases of the structure factors involved. A special scan method is used to measure these changes. The triplet phase is exploited from the three-beam profile. The experimentally deduced phases were used to solve complex crystal structures which cannot be tackled by other known methods.

■ Elektronenspektroskopie mit Synchrotronstrahlung

349

Electron Spectroscopy with Synchrotron Radiation

E. Pellegrin, IFP

A brief overview is given on today's most powerful and widely used synchrotron-based electron spectroscopy techniques. Emphasis is put on new methods like, e. g., soft X-ray magnetic circular dichroism (SXMCD) as a novel probe for the element-specific magnetic properties of a solid, as well as on spectroscopies with state-of-the-art lateral resolution. Several examples are presented in order to illustrate recent accomplishments in synchrotron radiation spectroscopies.

■ Röntgenbeugung an Materialien in reduzierten Dimensionen

359

X-Ray Diffraction from Materials in Reduced Dimensions

A. Stierle, A. Steinhäuser, W. Donner, H. Reichert, H. Dosch, Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart

The availability of synchrotron radiation in the sub-nm wavelength regime has revolutionized the structural characterization of surfaces and interfaces in the last decade. Because of the high flux of modern synchrotron sources the diffraction signal from one atomic layer can be recorded with very good statistics. In our article we will present recent surface X-ray diffraction work on binary alloy surfaces under different conditions. We will focus on the influence of surfaces and interfaces and the dimensionality of the system on order / disorder phase transitions, that can be followed in-situ using X-rays. Finally, results on the initial stages of the oxidation of binary alloys will be discussed, that gives rise to the overgrowth of very well ordered, crystalline oxide layers.

■ Umweltstudien mit mikrofokussierter Synchrotronstrahlung

364

Environmental Studies with Microfocused Synchrotron Radiation

J. Göttlicher¹, R.B. Neder², R. Nüesch¹, A. Scheinost³, P. Stemmermann¹, P.G. Weidler¹
¹) ITC; ²) Institut für Mineralogie, Universität Würzburg; ³) Institut für Terrestrische Ökologie, ETH Zürich, Schweiz

Industrial processes result in pollution of soil, water, atmosphere, and biosphere. The fate of the pollutants depends on their local chemical environment which may vary within a few μm . Microfocused X-ray absorption spectroscopy and X-ray diffraction are ideally suited to identify the chemical forms of pollutants at high spatial resolution. The information gained by these methods can then be used for improved risk assessments and remediation strategies. Such advanced analytical methods require the installation of a synchrotron environmental laboratory.

■ Ausblick und Visionen für ANKA

378

Future Perspectives and Visions for ANKA

V. Saile, IMT;
D. Einfeld, K. Hesch, R. Rossmanith, R. Steininger, FGS;
H. O. Moser, Singapore Synchrotron Light Source (Singapur)

Initially, ANKA has been equipped with 8 beamlines, which is by far less than the overall potential of the facility. As a result, several proposals for additional installations have been proposed. Among these, the most demanding are focusing on insertion devices like a superconducting miniundulator. Such an undulator is planned for producing X-rays for a dedicated Synchrotron Environmental Laboratory at ANKA. Furthermore, this concept based on superconductivity provides an enormous potential for other medium-energy synchrotron light sources. Other examples for new ideas include an insertion device for low-cost-high-throughput micro-fabrication.

Vorgeschichte und Konzept der Karlsruher Synchrotronstrahlungsquelle

V. Saile, IMT

Vorgeschichte

Anfang der 80iger Jahre wurden am damaligen Institut für Kernverfahrenstechnik (IKVT) Trenndüsen zur Trennung von Uranisotopen entwickelt. Die technische Herausforderung bei dieser Technologie bestand darin, feine Strukturen mit lateralen Dimensionen im Mikrometerbereich bei gleichzeitig großen Tiefen bis zu einem Millimeter herzustellen. Um diese Anforderungen erfüllen zu können, wurde eine neue Strukturierungstechnik auf der Basis von Lithographie mit hochenergetischer Röntgenstrahlung entwickelt, die heute unter dem Namen LIGA-Technik bekannt ist [1]. Geeignete Strahlung für diese Anwendung wird ausschließlich von modernen Teilchenbeschleunigern als Synchrotronstrahlung emittiert. Da schnell erkannt wurde, welches großes Potential die LIGA-Technik für die Herstellung von Mikrostrukturen hat, beschäftigte sich bereits Mitte der 80iger Jahre eine Arbeitsgruppe auf Anregung des IKVT Leiters, Prof. Dr. E. W. Becker, mit Plänen für den Bau einer Synchrotronstrahlungsquelle am Kernforschungszentrum [2]. Das Konzept für diese Maschine mit dem Namen KSSQ (Karlsruhe, Supraleitung, Synchrotronstrahlungsquelle) beruhte auf einer konsequenten Anwendung von supraleitenden Ablenkmagneten mit dem Ziel, bei einer für die LIGA-Technik optimierten Spektralverteilung sowohl die Teilchenenergie als auch den Platzbedarf für die Maschine zu minimieren. Das Ergebnis der Studie war ein sehr kompakter Speicherring (s. Abb.1) mit 27 m Umfang, 4 supraleitenden 90°-

Ablenkmagneten und einer Elektronenenergie von 1,44 GeV. Dieses innovative Konzept wurde zwar noch einige Zeit weiterverfolgt, eine Realisierung kam jedoch nicht zustande.

Von KSSQ zu ANKA

In der ersten Hälfte der 90iger Jahre wurden am Forschungszentrum Planungen für eine eigene Synchrotronstrahlungsquelle erneut aufgenommen. Diesmal wurden allerdings breitere Anwendungsbereiche ins Auge gefasst, bei denen zwar die Röntgentiefenlithographie immer noch eine wichtige Rolle spielen sollte, aber auch analytischen Anwendungen der Synchrotronstrahlung und Grundlagenforschung zum Zuge kommen sollten. Dieses Konzept hatte wichtige technische Konsequenzen: So musste Platz für eine größere Anzahl von Strahlführungssystemen vorhanden sein, die Eigenschaften des

Elektronenstrahls, die über Strahldimension und Divergenz definiert werden, mussten erheblich verbessert werden, um die Anlage auch für Anwendungen in der Analytik und Grundlagenforschung konkurrenzfähig zu gestalten, und in den Ring mussten mehrere gerade Driftstrecken für die Installation spezieller Synchrotronstrahlungsquellen, der sogenannten Insertion Devices oder Wiggler bzw. Undulatoren, integriert werden. Das Ergebnis ausführlicher Studien war ein Speicherring konventioneller Technologie mit normalleitenden Magneten, mit 110 m Umfang, einer mittleren Teilchenenergie (2,5 GeV) und einem hohen gespeicherten Elektronenstrom von 400 mA. Das Projekt sollte insgesamt einschließlich der Strahlführungssysteme mit Experimentier- bzw. Belichtungsstationen sowie des Gebäudes nicht mehr als 70 Millionen DM kosten. Im Sommer 1995 mündeten diese Überlegun-

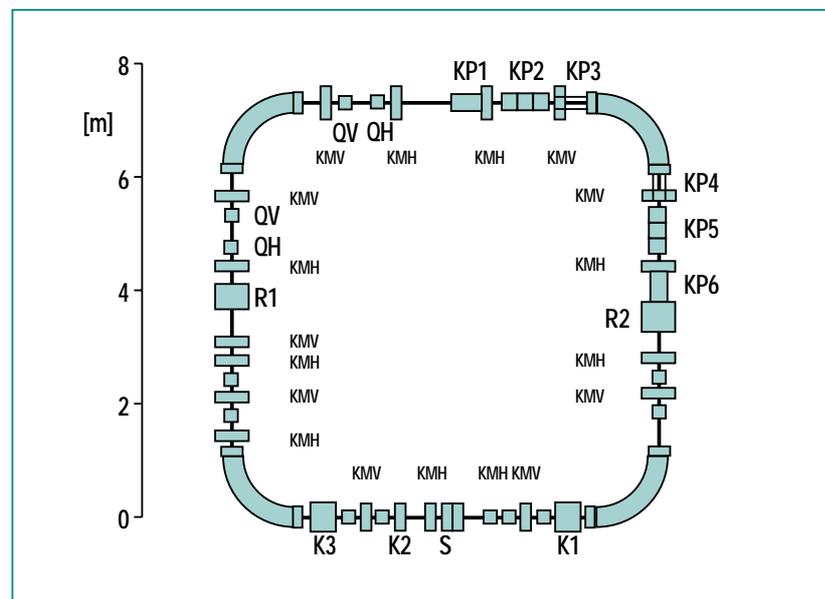


Abb.1: Anordnung der Komponenten für den KSSQ-Speicherring mit supraleitenden Ablenkmagneten.

gen in einen Vorschlag zum Bau einer Synchrotronstrahlungsquelle im Forschungszentrum [3]. Im März 1996 befürworteten die Bundesregierung und das Land Baden-Württemberg die Errichtung von ANKA, der Ängströmquelle Karlsruhe. Eine spezielle Errichtungsgruppe (PEA, Projekt Errichtung ANKA) nahm die Arbeiten unverzüglich auf und konnte bereits im Jahr 2000 mit dem Probetrieb den Aufbau der Vorbeschleuniger und des Speicherrings erfolgreich abschließen.

Nutzung von ANKA

Bereits der Titel des ANKA-Antrags aus dem Jahre 1995 "Vorschlag zum Bau einer Synchrotronstrahlungsquelle (ANKA) im Forschungszentrum Karlsruhe zur Förderung der industriellen

Umsetzung von Mikrofertigungs- und Analytikverfahren" weist auf die Zielsetzung des Projektes hin, erstmals eine solche Synchrotronstrahlungsquelle in großem Umfang für Anwendungen in der Industrie einzusetzen. Um dies zu erleichtern, wurde auf Anregung der Geldgeber Bund und Land im November 1998 ein wirtschaftlicher Geschäftsbetrieb, die ANKA GmbH, mit den Gesellschaftern Forschungszentrum Karlsruhe und Land Baden-Württemberg gegründet. Nach der Fertigstellung der ANKA-Anlage durch das Forschungszentrum wird sie 2001 komplett der ANKA GmbH übergeben. Die ANKA GmbH wird die Anlage besitzen, sie betreiben und durch Dienstleistungen für Kunden aus Industrie, dem Forschungszentrum und anderen wissenschaftlichen Einrichtungen die Betriebskosten

erwirtschaften. Mit diesem neuartigen Konzept stellt ANKA nicht nur ein Großgerät dar, das verschiedene technische und wissenschaftliche Aktivitäten des Forschungszentrums miteinander verknüpft, sondern auch ein Service-Zentrum für Industrie und Wissenschaft insbesondere aus dem süddeutschen Raum.

Die ANKA-Anlage mit einer Grundausstattung von acht Strahlrohren ist auf Abb. 2 dargestellt. Ein neuntes Strahlrohr wird vom Max-Planck-Institut für Metallforschung in Stuttgart errichtet, das dafür einen Standplatz von der ANKA GmbH gemietet hat. Die Anwendungen lassen sich grob in zwei Bereiche einteilen:

- Die Strukturierung von Polymeren mit Röntgentiefenlithographie. Hierfür wird es an

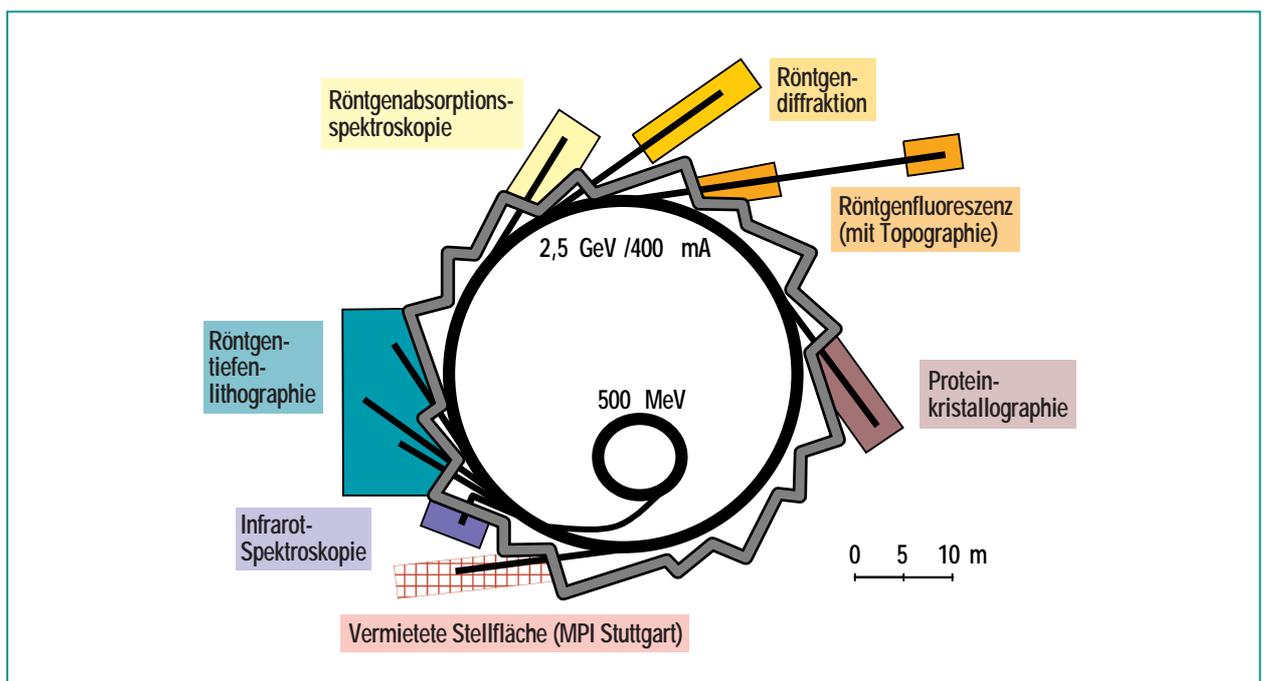


Abb. 2: Schematische Darstellung des 2,5 GeV ANKA-Speicherrings mit 500 MeV Injektor und Messplätzen.

ANKA drei Strahlrohre unterschiedlicher Charakteristik geben. Die Bestrahlungseinrichtungen sind in einem Reinraum untergebracht und werden zur Fertigung von Mikrokomponenten eingesetzt.

- Vier weitere Strahlrohre mit Messplätzen dienen der (zerstörungsfreien) Untersuchung und Charakterisierung unterschiedlichster Materialien mit Röntgenstrahlung. Typische Fragestellungen gelten der chemischen Zusammensetzung oder der Anordnung von Atomen in Kristallen und Pulvern. Diese analytischen Verfahren mit Synchrotronstrahlung sind außerordentlich leistungsstark und weit verbreitet. Sie können z.B. eingesetzt werden zur Untersuchung von Kontaminationen der Oberflächen von Wafern für die Halbleiterfertigung, zur Bestimmung der Molekülstruktur von Proteinen

oder Viren, oder der Atomanordnung in Legierungen. Die Anwendungsmöglichkeiten sind nahezu unbegrenzt und es wird die Aufgabe der ANKA GmbH sein, dieses Potenzial auch Industriefirmen zu eröffnen. Schließlich wird bei ANKA auch noch ein völlig anderer Spektralbereich, das Infrarot, genutzt. Ein spezielles Stahlrohr liefert Infrarotlicht für die Charakterisierung von Proben mit einem Interferometer oder einem Infrarotmikroskop.

ANKA bietet nicht nur zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten mit den bereits vorhandenen Anlagen, sondern kann bei Bedarf noch erheblich erweitert werden. Bisher ist etwa ein Drittel der Kapazität an Strahlrohren installiert. Weitere Anlagen zur Lösung spezieller Fragestellungen oder zur Verfolgung neuer Ideen können ohne weiteres realisiert werden,

vorausgesetzt, die finanziellen und personellen Ressourcen stehen zur Verfügung.

Mit der bevorstehenden Inbetriebnahme der ANKA-Anlage wächst auch das Interesse innerhalb des Forschungszentrums an einer Beteiligung und Nutzung. Mehrere Projekte sind bereits finanziert oder stehen kurz vor der Bewilligung, wie z.B. ein neuer Experimentierplatz zur Untersuchung der elektronischen Struktur von Festkörpern und Oberflächen (WERA) oder ein Synchrotron-Umwelt-Labor (SUL). Die enge Verflechtung von ANKA-Anwendungen mit den Programmen des Forschungszentrums ist auf Abb. 3 dargestellt. Dieses Bild macht sehr deutlich, wie das Großgerät ANKA bisher getrennte Programme und Organisationseinheiten "unter ein Dach" bringt und damit eine bedeutsame Integrationswirkung für das Forschungszentrum haben wird.

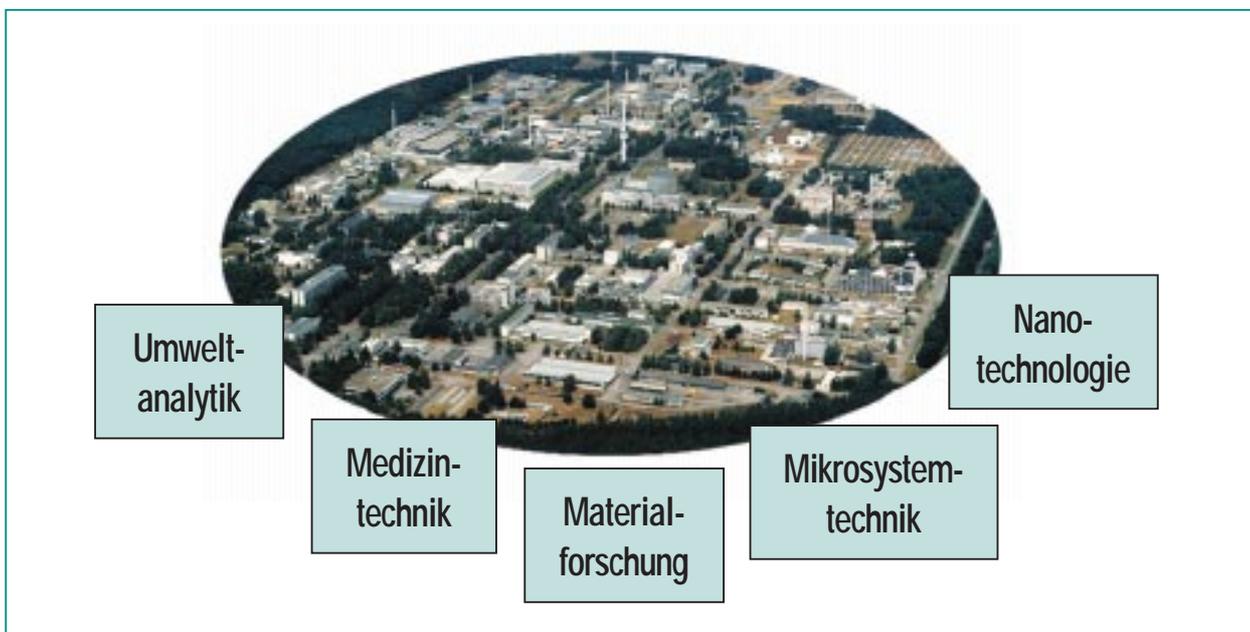


Abb. 3: Verflechtung von ANKA-Anwendungen mit Programmen des Forschungszentrums.

Zusammenfassung

Der erste Vorschlag zu einer Synchrotronstrahlungsquelle am Forschungszentrum stammt aus dem Jahr 1986. Es hat dennoch weitere 14 Jahre gedauert, bis die hochmoderne ANKA-Anlage im Jahr 2000 den Betrieb aufneh-

men konnte. ANKA wird für zwei weite Bereiche, die Fertigung von Mikrokomponenten sowie für analytische Verfahren mit Synchrotronstrahlung, zur Verfügung stehen. Die Ziele des ANKA-Konzeptes sind es, Synchrotronstrahlung auf Fragestellungen aus der Industrie anzuwenden, Program-

me und Organisationseinheiten des Forschungszentrums einzubinden sowie ein Großgerät für die Forscher aus Universitäten und anderen Einrichtungen zur Verfügung zu stellen.

Literatur

[1] E.W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, D. Münchmeyer, *Microelectronics Engineering* (1986), 53-56.

[2] D. Einfeld, O.F. Hagena, G. Saxon, G. Stange, *KFK-Bericht 3976, Kernforschungszentrum Karlsruhe*, September 1985.

[3] H.O. Moser, D. Einfeld, R. Steininger, *Vorschlag zum Bau einer Synchrotronstrahlungsquelle (ANKA) im Forschungszentrum Karlsruhe zur Förderung der industriellen Umsetzung von Mikrofertigungs- und Analytikverfahren*, Forschungszentrum Karlsruhe, 12. Juni 1995

ANKA GmbH – Neue Wege mit Synchrotronstrahlung

R. Czolk, ANKA Angströmquelle Karlsruhe GmbH

Einleitung

Weltweit herrscht eine extrem große Nachfrage nach Nutzung von Synchrotronstrahlung und es steht nicht ausreichend Strahlzeit zur Verfügung. Der industrielle Einsatz von Synchrotronstrahlung ist bisher allerdings eher zurückhaltend. Wie lässt sich dieser vermeintliche Widerspruch erklären? Im wissenschaftlichen Bereich und dort insbesondere für Arbeiten auf dem Gebiet der Grundlagenforschung sind die besonderen Eigenschaften dieser Lichtquelle als Instrument für Experimente sehr geschätzt und etabliert. Dadurch ergibt sich hier eine große Nachfrage. Die Vergabe von sog. Strahlzeit erfolgt an den meisten Anlagen über ein in der Wissenschaft gewohntes Antragsverfahren (Einreichen von Projektvorschlägen, Begutachtung der Vorschläge durch eine Expertenkommission, Bewilligung der Projekte und Zuteilung von Strahlzeit). Dies führt mitunter zu sehr langen Wartezeiten. Darüber hinaus müssen die Ergebnisse der Experimente in der Regel veröffentlicht werden. Die Nutzung der Anlagen ohne Veröffentlichung ist meist nicht möglich oder – sofern erlaubt – außergewöhnlich teuer. Aus diesen Gründen resultiert eine verhaltene Nutzung der Industrie trotz potentiellen Bedarfs. An dieser Stelle sollte angesetzt werden als der Bau der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA in Karlsruhe vor vier Jahren durch das Forschungszentrum Karlsruhe und das Land Baden-Württemberg beschlossen wurde. Es waren mehrere Gründe dafür ausschlaggebend. Zum einen können die For-



Abb. 1: Die ANKA GmbH will als wirtschaftlicher Geschäftsbetrieb die industrielle Nutzung von Synchrotronstrahlung vorantreiben.

schungs- und Entwicklungsarbeiten des Zentrums, die anwendungsorientiert ausgerichtet und auf den Einsatz von Synchrotronstrahlung angewiesen sind (z.B. Weiterentwicklung des röntgentiefenlithographischen Verfahrens (LIGA) im Programm Mikrosystemtechnik), durch den schnellen Zugriff auf eine solche Anlage effizienter durchgeführt werden. Des weiteren werden viele klein- und mittelständische Unternehmen in Hochtechnologiebranchen, von denen es gerade in Baden-Württemberg eine Vielzahl gibt, von einer solchen industriell betriebenen Anlage in unmittelbarer Nachbarschaft profitieren. Zu guter Letzt gaben bereits damals Firmen bekannt, dass sie eine nach den Bedürfnissen des industriellen Einsatzes ausgerichtete Synchrotronstrahlungsquelle nutzen werden. Damit war der Grundstein für die Betreibergesellschaft ANKA Angströmquelle Karlsruhe GmbH gelegt.

Zielsetzung und Organisation der ANKA GmbH

Ziel der ANKA GmbH ist ein wirtschaftliches Dienstleistungsangebot, das gerade auch klein- und mittelständischen Firmen den Einsatz von Synchrotronstrahlung für deren innovativen Produktentwicklungen ermöglicht. Auf den routinemäßigen Einsatz des „Superlights“ bei industriellen Produktionsprozessen ist die junge ANKA GmbH bestens vorbereitet. Neben einem kundenorientierten Angebot, auf das im folgenden näher eingegangen wird, ist das Unternehmen flexibel und marktorientiert organisiert.

Angebot und Geschäftsfelder der ANKA GmbH

Das Angebot der ANKA GmbH versucht die oben beschriebenen Hemmnisse, die bisher einen

breiteren, industriellen Einsatz der Synchrotronstrahlung verhindern, abzubauen. Da die ANKA GmbH im Gegensatz zu anderen Anbietern von Synchrotronstrahlung keine gemeinnützige Einrichtung ist, gelten die gängigen Kunden-Lieferanten-Beziehungen: Nutzung von Strahlzeit wird nicht über ein Antragswesen sondern wie in der Industrie üblich über Auftragsvergabe geregelt. Nach Klärung der Anforderungen erhält der Kunde ein Angebot und hat nach Beauftragung im Rahmen der vereinbarten Konditionen Zugriff auf die Synchrotronstrahlungsquelle. Das Angebot der ANKA GmbH setzt sich im Wesentlichen aus den drei folgenden Bausteinen zusammen:

- Aktuell stehen an der ANKA-Anlage acht unterschiedliche Fertigungs- und Messstationen zur Verfügung. Diese können von Kunden in Eigenregie genutzt werden. Nach einer technischen Einführung werden die Fertigungs- oder Analysenaufgaben von kundeneigenen Fachleuten selbst durchgeführt.
- Für Spezialanwendungen, die Synchrotronstrahlung benötigen und für die derzeit keine Strahlrohre aufgebaut sind, können Kunden eigene Messstationen an der ANKA-Maschine mit beratender Betreuung der Experten vor Ort aufbauen und betreiben. Die AN-

KA GmbH stellt in diesem Fall die Synchrotronstrahlung sowie die für den Betrieb der Messstation notwendige Infrastruktur zur Verfügung. Der Aufbau und Betrieb erfolgt durch den Kunden selbst.

- Sollten eigene Mitarbeiter des Kunden keine Erfahrung haben mit Verfahren und Methoden, die auf Synchrotronstrahlung beruhen, so steht für die Klärung der kundenspezifischen Fragestellungen ein Expertenteam der ANKA GmbH im Sinne eines Rund-um-Service bereit. Angefangen von der Beratung bei der Wahl der geeigneten Methodik über die Durchführung der notwendigen Arbeiten bis zur Ausarbeitung und Interpretation der Ergebnisse betreuen die ANKA-Fachleute den Kunden umfassend.

Die derzeit vorhandenen Fertigungs- und Messeinrichtungen zielen zum einen auf den Einsatz der Synchrotronstrahlung zur Herstellung von miniaturisierten Bauteilen und zum zweiten auf die Verwendung der Synchrotronstrahlung bei röntgenanalytischen Methoden zur zerstörungsfreien Prüfung unterschiedlichster Materialien und Werkstoffe. Bei der Materialcharakterisierung werden verschiedenste Stoffe (z.B. Pulver, Beschichtungen, Katalysatorwerkstoffe, Proteine) mit röntgenanalytischen Methoden untersucht. Durch den Einsatz von Synchrotronstrahlung bei diesen Methoden können aufgrund der besonderen Eigenschaften des „ANKA-Lichts“ sehr kleine Probenvolumina analy-



Abb. 2: Das kundenorientierte Dienstleistungsangebot der ANKA GmbH ermöglicht innovative Produktentwicklungen durch Mikrofertigung und zerstörungsfreie Materialprüfung.

siert, Oberflächeneffekte mit extremer Flächenauflösung gemessen oder geringste Spuren von Stoffen in der Probe nachgewiesen werden. Diese Informationen sind für vielfältige Fragestellungen wichtig und reichen von der Untersuchung chemischer Prozesse, die während der Katalyse oder Korrosion stattfinden über die Strukturanalyse von amorphem Material wie z.B. Glas bis hin zur umweltrelevanten Spurenanalytik. Ein zweiter Aspekt der Nutzung der besonderen Eigenschaften der Synchrotronstrahlung ist die Fertigung von Mikrobauteilen. Dabei kommt ein lithographisches Verfahren (LIGA = Röntgentiefenlithographie, Galvanik, Abformung) zum Einsatz, das dem bei der Herstellung von Mikroprozessoren ähnelt. An

Stelle des konventionellen Lichts wird Röntgenlicht benutzt, um filigrane Strukturen von einer Maske in eine Urform zu übertragen. Auf diese Weise können Bauteile mit winzigen Detailstrukturen vielfältig werden. Durch diese sogenannte Röntgentiefenlithographie lassen sich mechanische Komponenten mit höchster Präzision erzeugen. Diese kommen beispielsweise als Mikrolinsen oder Mikrospiegel in der Telekommunikation bei glasfaseroptischen Modulen zum Einsatz oder sie können als feinmechanische Bauteile wie Zahnräder in Minigetrieben Verwendung finden. Auch Diagnosegeräte für medizinische oder chemische Anwendungen beinhalten inzwischen schon feinste Strukturelemente, die auf diesem Wege gefertigt werden.

Zusammenfassung

Die Ansiedlung der ANKA GmbH in Karlsruhe stellt einen Standortvorteil für die Industrie in Baden-Württemberg dar. Das Angebot ermöglicht den Industriekunden ihre Produkte zu verbessern, innovative Ideen zu realisieren und sich an Zukunftstechnologien wie der Mikrosystemtechnik oder Biotechnologie zu beteiligen. Dies wird insbesondere durch die enge Verbindung zum Forschungszentrum mit seiner wissenschaftlichen Kompetenz auf den Gebieten Mikrosystemtechnik, Nanotechnologie, Materialforschung und Medizintechnik gewährleistet.

Weitere Informationen zum Angebot der ANKA GmbH sind unter folgender Adresse erhältlich:

ANKA Angströmquelle Karlsruhe GmbH

**Hermann-von-Helmholtz-Platz 1
D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen**

**Telefon: 07247 82 6288
Telefax: 07247 82 6287**

**Email: info@anka-online.com
Internet: www.anka-online.com**

Entwurf und Aufbau des Speicherringes ANKA

D. Einfeld, FGS

Entwurf des Speicherringes ANKA

Anforderungen der Nutzer

Der Entwurf des Speicherringes ANKA ist durch die Anforderungen der Nutzer bestimmt. Bei ANKA sind dies die Anforderungen der Mikrofertigung und der Analytik. Die Mikrofertigung führt am Speicherring ANKA den Fertigungsabschnitt der Belichtung der Wafer durch und hierfür benötigt sie ein homogen ausgeleuchtetes Feld von Photonen mit einer Wellenlänge von 0,1 nm. Dies entspricht einer Photonenenergie von 12,4 keV. Die Anforderungen der Analytik sind gegeben durch die Elemente, die in den verschiedensten Verbindungen untersucht werden sollen. Hierbei wird die Photonenenergie herangezogen, die benötigt wird, um ein Elektron der K-Schale zu befreien (K_{α} -Strahlung). Bei Silber und Cadmium beträgt diese

Energie zum Beispiel 22,17 bzw. 23,17 keV. Entgegengesetzt dazu werden im Umweltbereich Photonen im Infrarotbereich benötigt. Die Synchrotronstrahlungsquelle ANKA muss somit Photonen im Energiebereich von einigen meV bis etwa 25 keV bereitstellen.

Elektronen, die mit relativistischer Geschwindigkeit in einem Magnetfeld abgelenkt werden, emittieren die sogenannte Synchrotronstrahlung. Diese besitzt ein kontinuierliches Spektrum vom Infrarot bis zum Röntgenbereich und der vertikale Öffnungswinkel dieser Strahlung ist sehr klein und entspricht dem des Lasers.

Für den Experimentator mit der Synchrotronstrahlung ist wichtig, wie groß die Zahl der Photonen pro Zeiteinheit ($\dot{N}_{\Delta\lambda}$) und Auflösung (0,1 % BW) am Experimentierort ist. Diese berechnen sich

nach der Schwinger-Theorie [2] zu:

$$\dot{N}_{\Delta\lambda} = 2,458 \cdot 10^{13} \frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot 0,1\% \text{BW} \cdot \text{mrad} \Theta} (E/\text{GeV}) \cdot (I/A) \cdot (\Theta/\text{mrad}) \cdot G_1(\epsilon/\epsilon_0) \quad (1)$$

$\dot{N}_{\Delta\lambda}$ ist die Zahl der Photonen, die pro Sekunde und 0,1 % Bandbreite in den horizontalen Öffnungswinkel von $\Theta = 1$ mrad emittiert werden. E ist die Energie der Elektronen in GeV, I ist der zirkulierende Elektronenstrom in A, Θ ist der horizontale Öffnungswinkel in mrad und $G_1(\epsilon/\epsilon_0)$ beschreibt die spektrale Abhängigkeit der Strahlung. Dies ist eine normierte Funktion, die durch die kritische Photonenenergie ϵ_c gegeben ist. In Abb. 1 ist der Photonfluss $\dot{N}_{\Delta\lambda}$ für verschiedene Energien am Beispiel des Speicherringes ANKA dargestellt. Jeweils angegeben sind die kritische Photonenenergie ϵ_c , die per Definition das Spektrum so aufteilte, dass oberhalb und unterhalb von ihr die gleiche Strahlungsleistung emittiert wird. Die Photonenenergie, bei der der höchste Photonfluss emittiert wird, liegt in etwa bei $\epsilon_{\text{max}} = 0,8 \epsilon_c$. Der Photonfluss nimmt oberhalb von ϵ_c stark ab und als Daumenregel kann angenommen werden, dass eine Synchrotronstrahlungsanlage bis zu Photonenenergien von 3 bis 4 mal ϵ_c genutzt werden kann. Die kritische Photonenenergie bei ANKA muss somit bei einer Energie von 2,5 GeV um 6,2 keV liegen.

Die Abhängigkeit der kritischen Photonenenergie von den Ma-

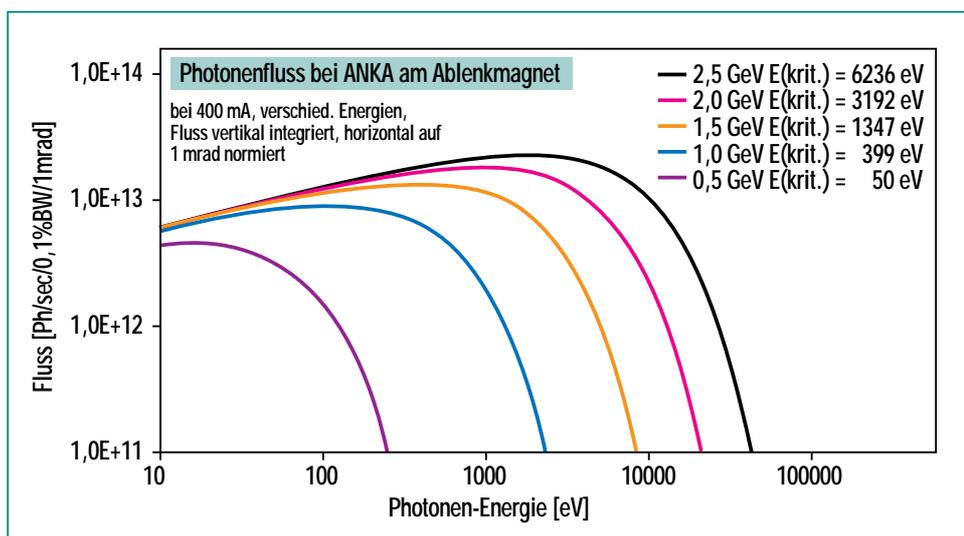


Abb. 1: Photonfluss der Synchrotronstrahlung eines 400-mA-Elektronenstromes abgelenkt im Magneten des Speicherringes ANKA bei den Energien von 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 und 2,5 GeV. Die entsprechenden kritischen Photonenenergien sind angegeben.

schienenparametern wie Energie (E) und magnetischer Flussdichte (B) im Ablenkmagneten ist gegeben durch:

$$\epsilon_c = 0,605 \text{ keV} \cdot (E/\text{GeV})^2 \cdot (B/\text{T}) \quad (2)$$

Um ein möglichst großes ϵ_c zu bekommen, wird die magnetische Flussdichte möglichst groß gewählt. Aufgrund des Betriebes der bereits vorhandenen Anlagen [3] liegt die maximale Flussdichte bei 1,4 bis 1,6 Tesla; für ANKA wurde ein Wert von $B_0 = 1,5 \text{ T}$ festgelegt. Somit ergibt sich für ANKA eine Endenergie von 2,5 GeV zur Erreichung einer kritischen Photonenenergie von 6,23 keV.

Brillanz der Synchrotronstrahlung

Für die analytische Nutzung von ANKA kommt zusätzlich noch die Forderung hinzu, dass die Brillanz der Strahlung möglichst groß sein sollte. Die Brillanz ist ein auf den Strahlquerschnitt und die Strahldivergenz bezogener Photonenfluss:

$$BI = \frac{\dot{N}_{\Delta\lambda}}{4 \cdot \pi^2 \Sigma_x \Sigma_y \cdot \Sigma'_x \Sigma'_y} \quad (3)$$

Σ_x, Σ_y sind die Standardabweichungen der Querschnitte des Elektronenstrahles und Σ'_x, Σ'_y sind die der Divergenz. Der Faktor $4\pi^2$ in Gleichung (3) ist dadurch gegeben, daß die RMS-Werte der entsprechenden Größen verwendet werden.

Die Strahlquerschnitte und die Divergenzen des Elektronenstrahles werden durch die Maschinenfunktionen (Beta- (β_x, β_y) und Disper-

sionsfunktion (η_x)) im Ring beschrieben:

$$\Sigma_x = \sqrt{\epsilon_x \beta_x + \sigma_\epsilon^2 \eta_x^2} \quad \text{und} \quad \Sigma_y = \sqrt{\epsilon_y \beta_y} \quad (4)$$

$$\Sigma'_x = \sqrt{\epsilon_x \cdot \gamma_x + \sigma_\epsilon^2 \eta_x'^2} \quad \text{und} \quad \Sigma'_y = \sqrt{\epsilon_y \gamma_y} \quad (5)$$

In den Gleichungen (4) und (5) werden folgende Abkürzungen verwendet:

$$\gamma_{x,y} = \frac{1 + \alpha_{x,y}^2}{\beta_{x,y}}, \quad \alpha_{x,y} = -\frac{1}{2} \beta'_{x,y} \quad \text{und} \quad \epsilon_y = \frac{\kappa \cdot \epsilon_x}{1 + \kappa} \quad (6)$$

Wichtig zur Beschreibung des Strahlverhaltens in dem Be-

schleuniger ist die sogenannte H-Funktion:

$$H = \gamma_x \eta_x^2 + 2\alpha_x \eta_x \eta'_x + \beta_x \eta_x'^2 \quad (7)$$

Die Emittanz ϵ_x des Elektronenstrahles (siehe Gleichung 4 und 5) ist gegeben durch die Integration der H-Funktion über die Ablenkmagnete. Alle Gleichungen (4, 5, 6 und 7), die das Verhalten im Speicherring beschreiben, sind durch die Beta- (β_x) und die Dispersionsfunktion (η_x) gegeben. Die Betafunktion beschreibt die Einhüllende aller Betatronschwingungen in der Maschine [4] und die Dispersionsfunktion die Verschiebungen der Betatronschwingungen bei Energieänderungen ($\sigma_E = \Delta E/E$) des Strahles. Die Maschinenfunktionen von ANKA sind in Abb. 2 dargestellt. Eine Dispersionsfunktion tritt nur

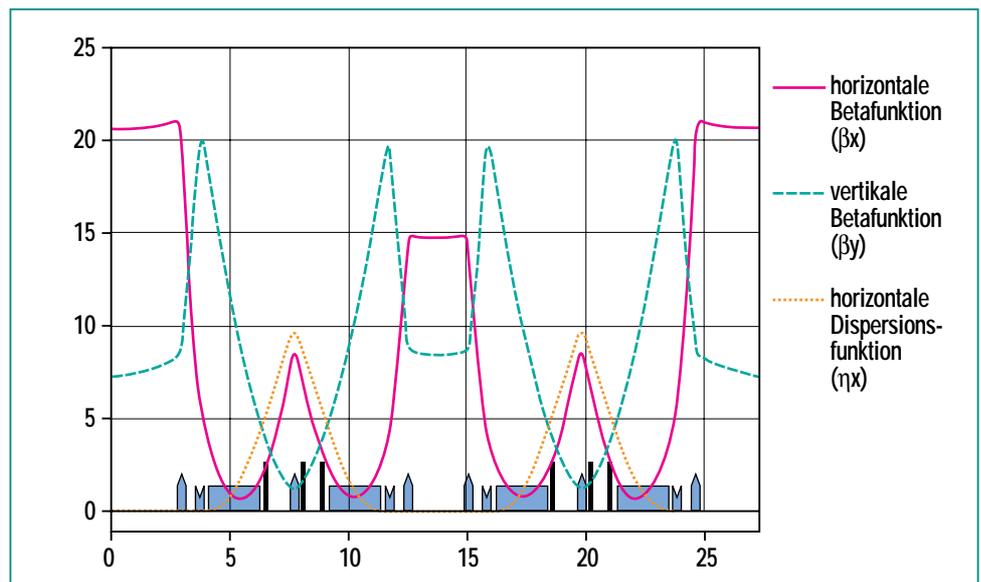


Abb. 2: Die Maschinenfunktionen (Betafunktion β_x, β_y) und Dispersionsfunktion (ϵ_x) in der Einheitszelle des Speicherringes ANKA. Die auf der Abzisse dargestellten Symbole charakterisieren die Magnete. Die dicken Striche sollen die Sextupole darstellen. Deutlich ist die klassische DBA-Struktur zu erkennen, bei der in den langen geraden Strecken, d. h. außerhalb der Ablenkmagnete, die Dispersionsfunktion null ist.

in der Richtung auf, in der der Strahl abgelenkt wird. Bei ANKA ist es die horizontale Richtung.

Die Forderung nach einer hohen Brillanz (siehe Gleichung 3) wird dann erfüllt, wenn die Querschnitte und die Divergenzen des Elektronenstrahles möglichst klein sind. Dies bedeutet aber aufgrund der Gleichungen [4] bis [7], dass die H-Funktion des Speicherringes möglichst klein sein sollte. Ein Minimum der H-Funktion wird erreicht, wenn in den Ablenkmagneten sowohl die Beta- als auch die Dispersionsfunktion ein Minimum durchlaufen und hier ganz bestimmte Werte annehmen. Abweichungen hiervon führen zu größeren H-Werten und somit größeren Emittanzen. Weiterhin gilt in erster Näherung, dass die Emittanz proportional zur dritten Potenz des Ablenkwinkels (α^3) der Ablenkmagnete und zum Quadrat der Energie (E^2) ansteigt.

Wiggler und Undulatoren

Eine hohe Brillanz kann andererseits auch dadurch erzeugt werden, dass man den Photonenfluss $\dot{N}_{\Delta\lambda}$ in Gleichung 3 erhöht. Dies geschieht dadurch, dass spezielle Ablenkmagnete (wie Wiggler [5]) gebaut werden, in denen der Elektronenstrahl mehrere Male (entsprechend der vorhandenen Pole (N_p)) abgelenkt wird. Der Elektronenstrahl durchläuft in dem Wiggler eine Bahn, die einer Sinusschwingung entspricht. Der Photonenfluss und somit auch die Brillanz bei einem Wiggler sind proportional der Anzahl der Pole N_p . Mit den Wigglern ist es möglich, die Brillanz

um den Faktor 10 bis 40 zu erhöhen und zwar entsprechend der Länge des Wigglers.

Wird die Amplitude der Elektronenbahn in dem Wiggler sehr klein, so kommt es zu Interferenzeffekten der Synchrotronstrahlung und man spricht von den Undulatoren [5]. Hierdurch wird die Intensität und damit die Brillanz um mehrere Zehnerpotenzen erhöht.

Die modernsten Synchrotronstrahlungsquellen sind dadurch gekennzeichnet, dass sie 1. eine kleine Emittanz und 2. lange gerade Strecken zum Einbau von Wigglern und Undulatoren haben. Wiggler und Undulatoren werden gemeinsam auch als Insertion Devices bezeichnet. Entsprechend der Anzahl M der Insertion Devices bzw. der langen geraden Strecken wird der Speicherring M -mal periodisch aufgebaut. Der Bereich innerhalb einer Periode wird als Einheitszelle des Speicherringes bezeichnet. Insgesamt folgt aus diesen Betrachtungen, dass zur Erreichung einer hohen Brillanz viele kleine Ablenkmagnete und viele lange gerade Strecken zum Einbau von Insertion Devices benötigt werden, d. h. je größer die Brillanz, um so größer wird der Umfang der Maschine sein. Entsprechend steigen mit der gewünschten Brillanz auch die Kosten der Anlage. Aufgrund des begrenzten Finanzrahmens musste für ANKA ein Kompromiss gefunden werden. Dieser sieht so aus, dass die Maschine den Spektralbereich bis zu 25 keV abzudecken ($E = 2,5$ GeV) und einen hohen Photonenfluss zu liefern hat ($I = 400$ mA). Für die Brillanz werden mittlere

Werte gefordert und zwar entsprechend einem Umfang der Maschine von 110 m. Mit diesem Umfang sollten Emittanzen von 50 bis 100 nm · rad erzeugt werden können. Die Hauptparameter des Speicherringes ANKA sind in Tab. 1 zusammengestellt.

Konzept des Speicherringes ANKA

Zur Erzeugung von Emittanzen von 50 bis 100 nm · rad bei einer Energie von 2,5 GeV werden Magnete mit einer Ablenkung von 22,5 Grad benötigt. Ein optimaler Verlauf der Maschinenfunktion (siehe Abb. 2) ergibt sich, wenn zwischen 2 Ablenkmagneten ein in horizontaler Richtung fokussierender Quadrupol (Q_3) plaziert wird. Hiermit ist es möglich, in den anliegenden geraden Strecken die Dispersionsfunktion zu null zu machen, d. h. Elektronen mit unterschiedlicher Energie durchlaufen hier dieselbe Bahn. Durch den Einbau von Quadrupoldoublets Q_1 und Q_2 auf beiden Seiten der Ablenkmagnete ergibt sich die klassische „Double-Bend-Achromat (DBA)“-Struktur, die beim Aufbau von vielen Synchrotronstrahlungsquellen verwendet wurde [3]. Die Einheitszelle vom Speicherring ANKA ist schematisch in Abb. 3 dargestellt; sie erstreckt sich über einen Winkel von 90 Grad. Zur Optimierung des Umfanges werden bei ANKA in den Speicherring zwei unterschiedlich lange gerade Strecken eingebaut. Die „kurzen“, um gerade die benötigten Komponenten wie Hochfrequenzresonatoren und Injektionssystem unterzubringen, und die „langen“, die für den späteren Einbau von Undula-

toren und Wiggler vorgesehen sind. Wegen der unterschiedlichen Längen der geraden Stücke sind die Quadrupoldoublets in der Einheitszelle mechanisch identisch aufgebaut, jedoch werden sie mit unterschiedlichen Strömen betrieben und somit befinden sich in der Einheitszelle die Doublets Q_1/Q_2 und Q_4/Q_5 .

Aufbau der Speicherringanlage

Aufbau der Speicherringanlage

Der Aufbau der Speicherringanlage ANKA ist in Abb. 4 wiedergegeben. Die eigentliche Speicherringhalle hat eine Fläche von 60 x 60 m. Im Norden befindet sich ein Anbau, der die Räumlichkeiten für den Betrieb der Anlage und die Zuführung der Medien enthält. Die Speicherringhalle wird durch die Strahlenschutzmauer in zwei Bereiche aufgeteilt; den inneren Bereich, in dem die Synchrotronstrahlung erzeugt und den äußeren Bereich, in dem die Synchrotronstrahlung genutzt wird.

Die Elektronen werden im Mikrotron erzeugt und in diesem auf eine Energie von 53 MeV beschleunigt. Im Booster-Synchrotron passiert der 2. Beschleunigungsprozess und zwar auf eine Energie von 500 MeV. Der Strom im Booster-Synchrotron beträgt im Mittel 5 bis 8 mA. Entsprechend den Umfängen vom Booster-Synchrotron und Speicherring reduziert sich dieser Strom im Speicherring um den Faktor 7. Vom Booster-Synchrotron werden solange Elektronen in den Speicherring injiziert,

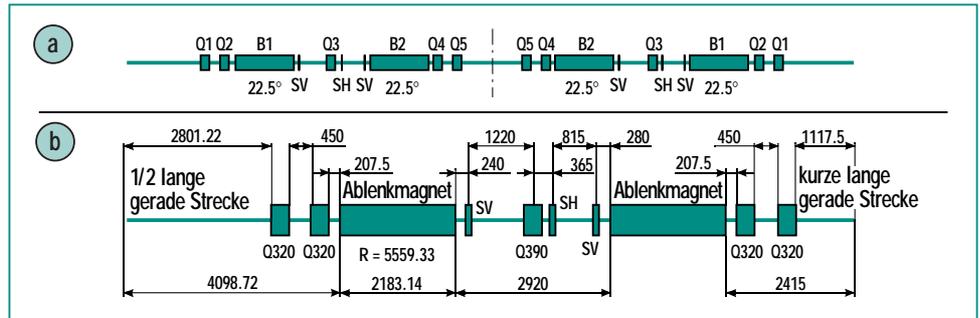


Abb. 3: Schematischer Aufbau des Speicherrings ANKA durch Darstellung der Einheitszelle (a), die einen Winkel von 90 Grad umspannt. Im unteren Bild (b) sind die Positionen der Magnete und ihre Abmaße in einer halben Einheitszelle dargestellt.

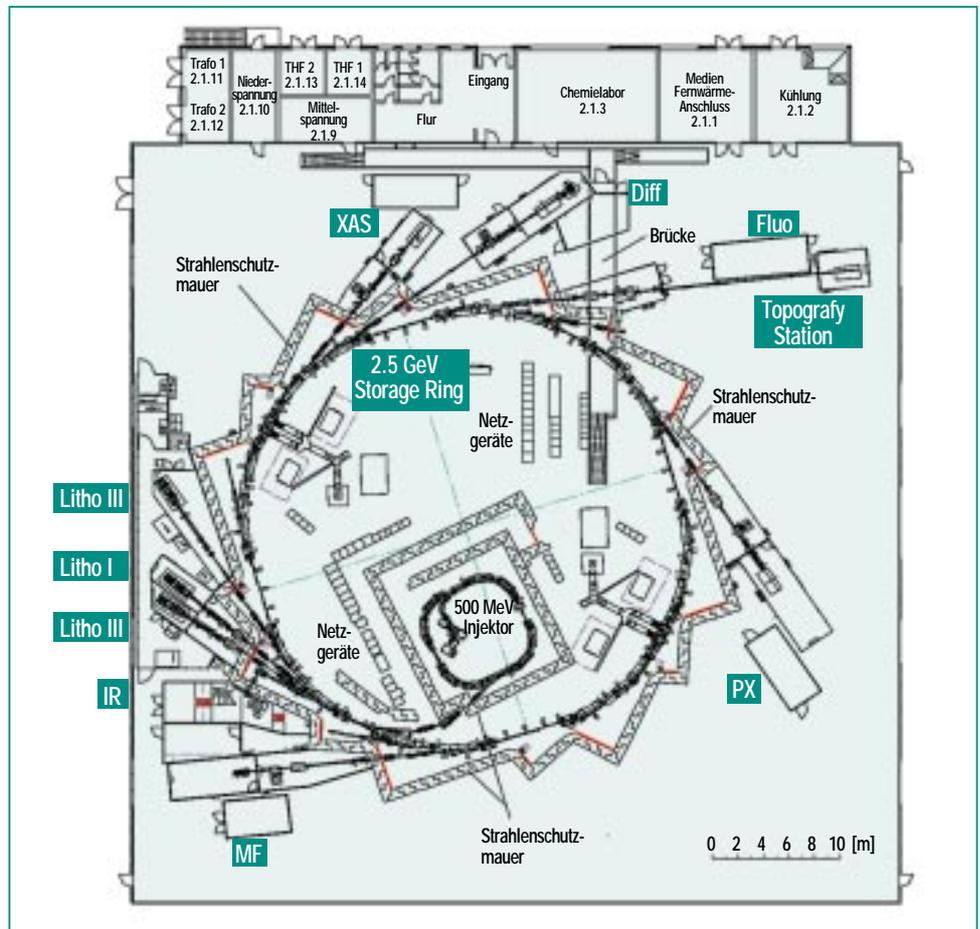


Abb. 4: Aufbau der Speicherringanlage ANKA mit der Speicherringhalle und dem Nordanbau. In der Speicherringhalle befindet sich die Beschleunigeranlage mit Injektor und Speicherring sowie die verschiedenen Experimentier-einrichtungen für die Analytik und Mikrostrukturtechnik. Der Nordanbau umfasst im wesentlichen die Räume für die Medienversorgung und den Betrieb der Maschine.

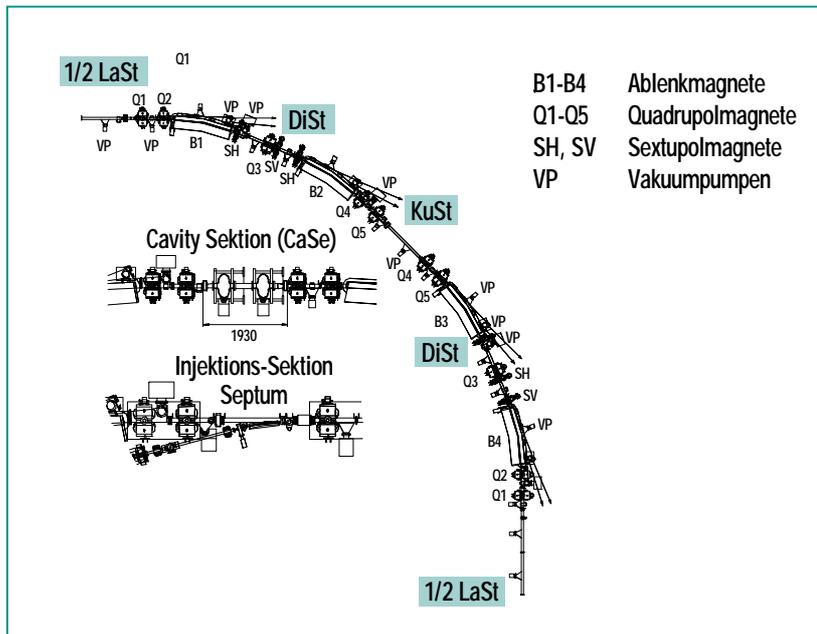


Abb. 5: Aufbau der Einheitszelle des Speicherringes ANKA mit der dispersiven Strecke DiSt, bestehend aus den Ablenkmagneten B_1/B_2 sowie B_3/B_4 , und den Quadrupoldoublets Q_1/Q_2 sowie Q_3/Q_4 . Am Anfang und Ende der Einheitszelle befinden sich die langen geraden Strecken und in der Mitte die kurze gerade Strecke zur Unterbringung der Injektion und der Hochfrequenzresonatoren. Dargestellt sind auch die Positionen der Vakuumpumpen V_p .

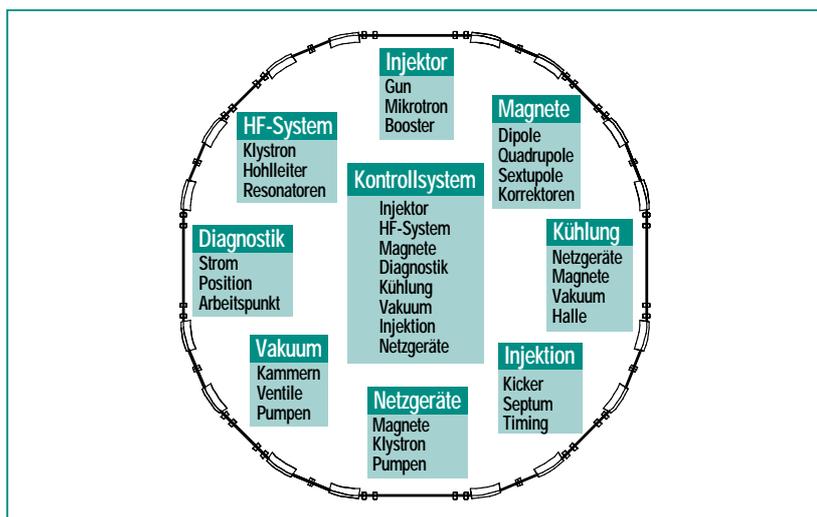


Abb. 6: Darstellung der Hauptkomponenten des Speicherringes ANKA mit den dazugehörigen Subsystemen. Die Hauptkomponenten des Speicherringes sind Injektor, HF-System, Magnete, Vakuumsystem, Injektion, Netzgeräte, Kühlung und Kontrollsystem.

bis insgesamt ein Strom von 200 bis 400 mA im Speicherring akkumuliert wurde. Danach wird die Energie der Elektronen im Speicherring im 3. Beschleunigungsprozess von 500 MeV auf 2,5 GeV erhöht.

An den Vakuorkammern in den Ablenkmagneten sind spezielle Auslasssysteme eingebaut, um die Experimentierstationen über die Optikhütte und das Frontend an das Vakuumsystem des Speicherringes anzufanschen.

Aufbau des Speicherringes

Der reale magnetische Aufbau der Einheitszelle des Speicherringes ANKA ist in Abb. 5 dargestellt, hierbei symbolisieren die Pfeile die anzuflanschen Strahlrohre für die Experimente. Von den 4 kurzen geraden Strecken (KuSt) werden 2 benutzt zum Einbau von jeweils 2 Hochfrequenzresonatoren (Cavities) und dem Injektionssystem. Die Zusammenstellung der Hauptkomponenten mit den entsprechenden Subsystemen ist in Abb. 6 dargestellt. Im folgenden sollen diese Komponenten näher beschrieben werden. Die entsprechenden Subsysteme sind jeweils mit angegeben. Über das Kontrollsystem hat man Zugriff auf alle Komponenten und ihre Subsysteme.

Ablenkmagnete

Bei ANKA werden insgesamt 16 Ablenkmagnete mit einem Ablenkradius von 5,56 m und einem Ablenkwinkel von $22,5^\circ$ benötigt. Zur Erreichung der Funktionsfähigkeit des Speicherringes müssen die Ablenkmagnete spezielle Anforderungen an die Ho-

mogenität des Magnetfeldes erfüllen, so darf sich das Magnetfeld in horizontaler Richtung über einen Bereich von ± 25 mm nicht mehr als $\Delta B/B = 5 \cdot 10^{-4}$ und das Integral des Magnetfeldes in Längsrichtung nicht mehr als $\Delta I/I = 1 \cdot 10^{-3}$ verändern. Zur Erzeugung einer magnetischen Flussdichte von 1,5 T wird der Magnet mit einer Erregung aus 80 Windungen und einem Strom von 687 A betrieben. Die Verlustleistung bei einem Ablenkmagneten beträgt 17 kW. Diese wird über einen Kühlkreislauf abgeführt.

Quadrupole

Die Quadrupole dienen zur Fokussierung des im Speicherring ANKA umlaufenden Elektronenstrahls und haben eine Wirkung auf den Elektronenstrahl wie Linsen in der Optik auf den Lichtstrahl. Anders als in der Optik fokussiert der Quadrupol in einer Richtung und defokussiert in der anderen. Bei ANKA gibt es zwei Typen von Quadrupolen, die sich jedoch nur in der magnetischen Länge unterscheiden (390 und 320 mm). Die Quadrupole werden mit einem maximalen Gradienten von 18,9 bzw. 19,8 T/m betrieben, zu dessen Erzeugung bei 30 Windungen pro Pol ein Strom von 325 bzw. 384 A benötigt wird.

Sextupole

Die im Speicherring umlaufenden Elektronen haben nicht alle exakt die gleiche Energie; sie werden somit in den Quadrupolen unterschiedlich stark fokussiert. Dies wird durch die Chromatizität beschrieben. Zur Kompensation der Chromatizität werden Sextupole benötigt. Insgesamt werden bei ANKA zwei Typen von Sextupolen eingesetzt, einer zur Kompen-

sation der Chromatizität in horizontaler und der andere in vertikaler Richtung (siehe SH und SV in Abb. 5).

Korrekturmagnete

Sowohl die Ablenkmagnete als auch die Quadrupole haben gewisse Abweichungen von ihren Spezifikationen, die zu einer ungewünschten Strahlablage im Speicherring führen. Jegliche Abweichungen von der idealen Bahn des Elektronenstrahles sind von den Experimentatoren unerwünscht wegen der Abbildung des Elektronenstrahles auf den Eingangsspalt des Monochromators. Zur Korrektur dieser Ablagen werden die Korrekturmagnete benötigt. Diese Magnete müssen bei ANKA einen Kick von maximal 0,8 mrad erzeugen. Insgesamt werden 32 horizontal- und 16 vertikalwirkende Korrekturmagnete benötigt.

Vakuumsystem

Zur Speicherung des Elektronenstrahls und zur Erreichung einer ausreichenden Lebensdauer des Strahles müssen die Elektronen in einem Ultra-Hochvakuum umlaufen. Zur Erzeugung einer Lebensdauer von 17 Stunden bei einer Energie von 2,5 GeV muss der Druck geringer als 10^{-9} mbar sein. Dieses Ultra-Hochvakuum wird in einer speziellen Vakuumkammer, gefertigt aus Edelstahl, mit einer Anzahl von Vakuumpumpen erzeugt. Das Vakuumsystem bei ANKA besteht aus den 16 Dipolkammern und diversen geraden Sektionen für die geraden Strecken im Ring.

Netzgeräte

Zum Betrieb der verschiedenen Magnete werden hochpräzise

Netzgeräte benötigt. Es sind Gleichstromnetzgeräte mit einer Genauigkeit von besser als 10^{-4} . Insgesamt werden 1 Netzgerät zum Betrieb der Ablenkmagnete, 5 zum Betrieb der Quadrupole, 2 zum Betrieb der Sextupole und 48 für die Korrekturmagnete benötigt. Weiterhin werden 400-kW-Netzgeräte zum Betrieb des Klystrons und Hochspannungsnetzgeräte zum Betrieb der Vakuumpumpen benötigt.

Hochfrequenzsystem

Die im Speicherring mit relativistischer Geschwindigkeit umlaufenden Elektronen werden in den Ablenkmagneten radial beschleunigt und emittieren hierdurch die sogenannte Synchrotronstrahlung. Der hierfür auftretende Energieverlust muss den Elektronen permanent nachgeliefert werden. Dies wird in den Hohlraumresonatoren (Cavities) durchgeführt. Insgesamt werden bei ANKA 4 Cavities installiert und zwar in Zweier-Gruppen. Zwei Cavities werden über ein gemeinsames Hohlleitersystem von einem 250 kW-Klystron betrieben. In einem Cavity können bis zu 500 kV erzeugt werden, d. h. insgesamt steht bei ANKA eine Beschleunigungsspannung von 2,0 MV zur Verfügung.

Diagnostik

Mit den Diagnostikelementen wie Strom-, Knopfmonitor, Stripline, Scraper und Synchrotronlichtmonitor werden die charakteristischen Daten des Elektronenstrahles (wie z. B. Strom, Position, Arbeitspunkt, Querschnitt, Beta- und Dispersionsfunktion) im Speicherring gemessen und überwacht. Insbesondere muss die Strahlposition konstant gehalten

Parameter	Einheit	h-Optik	f-Optik
Umfang	m	110,4	
Hochfrequenz	MHz	500	
Harmonischenzahl	184		
Injektionsenergie der Teilchen	MeV	500	
Endenergie der Teilchen	GeV	2,5	
Umlaufender Strom	mA	400	
Relative Energieabweichung		$0,91 \cdot 10^{-3}$	
Horizontale Emittanz	μmrad	0,075	0,089
Horizontaler Arbeitspunkt		7,15	6,85
Vertikaler Arbeitspunkt		3,15	3,25
Horizontale Betafunktion	m	0,56 – 21,38	0,75 – 21,38
Vertikale Betafunktion	m	1,3 – 18,76	1,2 – 18,45
Horizontale Dispersion	m	0,969	
Momentum Compaction Factor		$0,8 \cdot 10^{-2}$	
Horizontale Dämpfungszeit	ms	0,029	
Vertikale Dämpfungszeit	ms	0,03	
Longitudinale Dämpfungszeit	ms	0,015	

Dipolmagnete		
Anzahl		16
Ablenkwinkel	°	22,5
Gap (good field region)	mm	40
Polbreite (good field region)	mm	100
Feldstärke	T	1,5
Ablenkradius	m	5,5593

Quadrupolmagnete		Typ 390	Typ 320
Anzahl		8	32
Magnetische Länge	mm	390	320
Gradient	T/m	18,9	19,8
Windungen pro Pol		30	26
Aperturradius	mm	35	
Polbreite	mm	60,0 – 88,0	

Sextupolmagnete		Typ SH	Typ SV
Anzahl		8	16
Magnetische Länge	mm	145	
Differentieller Gradient	T/m ²	734	619
Windungen pro Pol		20	18
Aperturradius	mm	37,5	
Polbreite	mm	80	

Tab. 1: Parameter des ANKA-Speicherringes

ten werden. Von den Nutzern wird diesbezüglich gefordert, dass über einen längeren Zeitraum die Strahlposition über 1/10 des Strahlquerschnitts konstant bleibt (bei ANKA sind dies etwa 15 bis 30 μm).

Kontrollsystem

Die Steuerung der gesamten Beschleunigeranlage geschieht durch das Kontrollsystem. Dieses besteht aus Rechnern im Kontrollraum (Schaltwarte), den dezentralen Rechnern an den verschiedenen Komponenten und dem Netzwerk, das alle Rechner miteinander verbindet. Mit dem Kontrollsystem muss es auch möglich sein, Zugriff auf alle Funktionen der verschiedensten Elemente des Speicherringes zu haben und diese grafisch darzustellen.

Aufbau des Injektors

Zur Erzeugung der gewünschten Synchrotronstrahlung müssen die Elektronen eine Energie von 2,5 GeV erreichen. Im Speicherring selbst werden die Elektronen von 0,5 GeV auf 2,5 GeV beschleunigt. Die Energie der Elektronen in einem Beschleuniger ist bestimmt durch das Umlaufintegral über die magnetische Flussdichte. 16 Ablenkmagnete mit einer Flussdichte von 1,5 T entsprechen 2,5 GeV. Die Beschleunigung von 0,5 GeV auf 2,5 GeV wird dadurch erreicht, dass die Flussdichte in den Ablenkmagneten von 0,3 T auf 1,5 T erhöht wird. Parallel zur Zunahme des Magnetfeldes in den Ablenkmagneten müssen natürlich auch die Felder in den Quadrupolen, Sextupolen und Korrekturmagneten erhöht werden.

Die Beschleunigung der Elektronen auf eine Energie von 0,5 GeV bzw. 500 MeV geschieht in dem Injektor, der im Inneren des Speicherringes angebracht ist. Der Injektor besteht aus den Komponenten Elektronenkanone, 50-MeV-Racetrack-Mikrotron, Injektionsweg in das Booster-Synchrotron, Booster-Synchrotron und Extraktionsweg vom Booster-Synchrotron zum Speicherring. In der Elektronenkanone werden Elektronen mit einer Energie von 70 keV erzeugt und in dem Linac des Racetrack-Microtrons auf 5,3 MeV beschleunigt. In dem Racetrack-Mikrotron durchlaufen die Elektronen 10 mal den Linac und werden auf insgesamt 53 MeV beschleunigt. Von hier gelangen die Elektronen über den Transferweg und das Injektionssystem in das Booster-Synchrotron, in dem die Elektronen in 350 ms auf eine Energie von 500 MeV beschleunigt werden. Über schnelle Extraktionskicker gelangen die Elektronen in den Extraktions-Transferweg, von dem sie dann in den Speicherring eingeschossen werden. Die Transferwege sind statisch auf die entsprechenden Energien eingestellt. Elektronenkanone,

Mikrotron und Booster arbeiten mit einer Frequenz von 1 Hz, d. h. in jeder Sekunde wird in den Speicherring ein Elektronenpuls mit einer Länge von ca. 50 ns und einem Strom von 5 mA eingeschossen. Der Umfang im Speicherring beträgt 110,4 m entsprechend einer Umlaufzeit von 368 ns. Entsprechend diesen Umlaufzeiten verringert sich ein vom Booster-Synchrotron eingeschossener 5-mA-Strahl zu 0,67 mA im Speicherring.

Zusammenfassung

Die Hauptanwendungsgebiete der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA werden die Belichtung der Wafer für die Ligatechnik und analytische Untersuchungen in Wissenschaft und Technik sein. Hierfür wird ein Photonenpektrum bis zu 30 keV zur Verfügung gestellt bei Emittanzen von 50 bis 100 nm · rad. Mit einem zirkulierenden Strom von 400 mA soll ein hoher Photonenfluss zur Verfügung gestellt werden. Der Speicherring ANKA ist ein Beschleuniger mit einer Energie von 2,5 GeV und einem Umfang von 110,4 m. Die Magnetoptik für ANKA ist eine DBA-Struktur, die oft

bei Synchrotronstrahlungsquellen verwendet wird. ANKA hat insgesamt 16 Ablenkmagnete, 4 lange gerade Strecken für einen weiteren Ausbau mit „Insertion Devices“ und 4 kleine gerade Strecken für die Unterbringung der Hochfrequenzcavities und des Injektionssystems. Der Injektor von ANKA ist ein 500-MeV-Booster-Synchrotron mit einem 53-MeV-Racetrack-Mikrotron als Vorbeschleuniger. Die Wiederholfrequenz des Injektors beträgt 1 Hz. Zur Zeit werden bei ANKA 9 Strahlrohre bzw. Experimentierstationen aufgebaut: Liga I, II und III, Absorption, Diffraktion, Fluoreszenz plus Topographie, Infrarot und ein Strahlrohr für die Max-Planck-Gesellschaft. Alle diese Strahlrohre nutzen die Synchrotronstrahlung von den Ablenkmagneten.

Literatur

- [1] Kwang-Je Kim, *Characteristics of synchrotron radiation, AIP conference proceedings 184, 1989*
- [2] J. Schwinger, *On the Classical Radiation of Accelerated Electrons, Phys. Rev. 75, 1912 (1949)*
- [3] J. Murphy, *Data Book of Synchrotron Light Sources, NSLS/BNL, BNL 42333, Version 4*
- [4] H. Wiedemann, *Particle Accelerator Physics, Springer-Verlag, ISBN 3-540-56550-7*
- [5] R. Walker, *Insertion Devices: Undulators and Wigglers, CAS-CERN ACCELERATOR SCHOOL, CERN 98-04, 3. August 1998*

Der Injektor der Speicherringanlage ANKA

D. Einfeld, M. Pont, FGS

Einleitung

Im Speicherring von ANKA soll zur Erzeugung der gewünschten Synchrotronstrahlung ein 400-mA-Elektronenstrahl bei einer Energie von 2.5 GeV gespeichert werden und seine Lebensdauer sollte mehrere Stunden betragen [1]. Diese Parameter werden in mehreren Stufen erreicht. Die vor dem eigentlichen Speicherring liegenden Stufen werden zusammenfassend als „Injektor“ bezeichnet. Der Injektor liefert Elektronenpulse von 500 MeV und 4 bis 8 mA an den Speicherring, in

dem dann eine Stromakkumulation und die Beschleunigung auf die genannte Endenergie von 2.5 GeV erfolgt [2]. Der Injektor selbst besteht wiederum aus zwei Stufen, dem Vorbeschleuniger, mit dem 53 MeV erreicht werden, und einem sogenannten Booster-Synchrotron. Zwischen den einzelnen Beschleunigungsstufen wird der Elektronenstrahl über Transferwegen geführt, auf denen die Strahlparameter geeignet an die nächste Stufe angepasst werden. Abb. 1 zeigt ein schematischer Aufbau des Injektors.

Im folgenden sollen die Komponenten des Injektors näher beschrieben werden.

Der Vorbeschleuniger des Injektors

Die Elektronenkanone und das Mikrotron bilden als eine Einheit den sogenannten Vorbeschleuniger des Injektors. Die Elektronenkanone erzeugt durch Aufheizen der Kathode den Elektronenstrahl mit einer Impulsdauer von 5 μ s. Die Elektronenkanone ist auf-

gebaut aus einer sphärischen „Pierce Gun“ mit einer BaO-Kathode. In der Elektronenkanone werden die Elektronen auf 70 keV beschleunigt. Von der Elektronenkanone gelangt der Strahl über den ersten Transferweg in das Mikrotron. Der Transferweg beinhaltet im wesentlichen einen fokussierenden Quadrupol und mehrere Solenoidspulen zum Fokussieren des Strahles.

Ein Mikrotron [3] (siehe Abb. 2) besteht im allgemeinen aus einem Hochfrequenz – Resonator zur Beschleunigung und einem Magneten zur Ablenkung des Strahles. Der Elektronenstrahl wird durch den Magnet so abgelenkt, dass er mehrmals durch die Beschleunigungsstruktur (Resonator) durchläuft.

Besitzt der Magnet eine homogene magnetische Flussdichte, so durchläuft der Elektronenstrahl eine Kreisbahn mit dem Radius:

$$\rho \text{ [m]} = \frac{3.3356 E \text{ [GeV]}}{B \text{ [T]}}$$

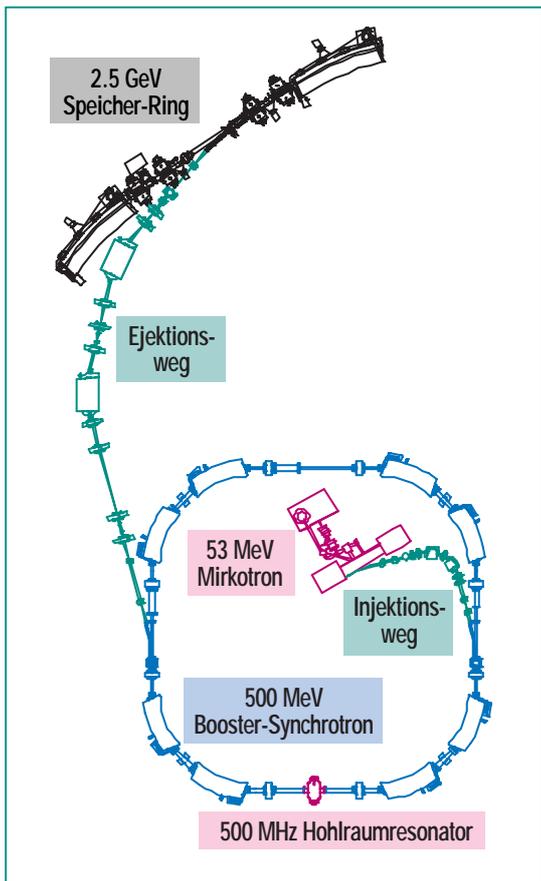


Abb. 1: Schematischer Aufbau des ANKA-Injektors, eingezeichnet sind das Mikrotron, der Injektionsweg, das Booster-Synchrotron und der Ejektionsweg.

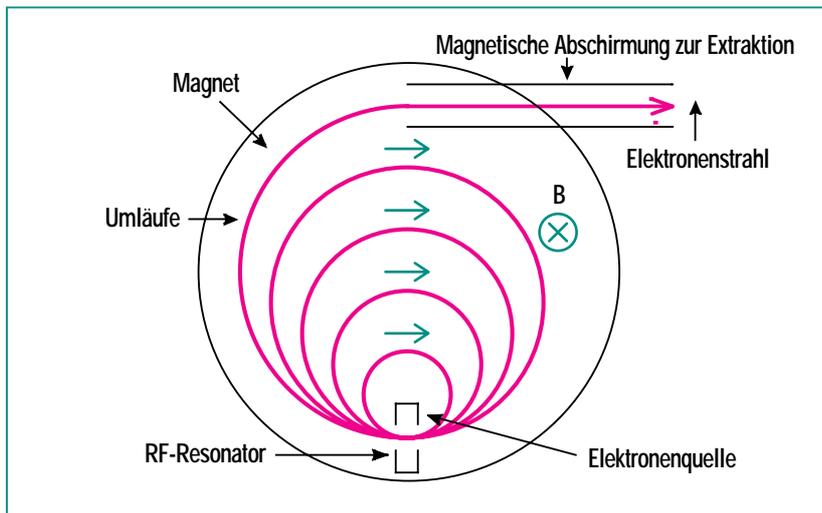


Abb. 2: Typisches Mikrotron

Entsprechend dieser Formeln bestimmt die Größe des Magneten die Endenergie des Elektronenstrahls. Um die Endenergie zu vergrößern, wird bei dem Race-track-Mikrotron der Resonator durch einen kurzen Linearbeschleuniger ersetzt und der Magnet wird in zwei 180° Magnete aufgeteilt. Eine solche Anordnung wird bei ANKA genutzt [4] (siehe Abb. 3). Der Linearbeschleuniger ist vom Los-Alamos-Typ (seitengekoppelt) und beschleunigt mit stehenden Wellen. Er lässt somit eine Beschleunigung in beiden Richtungen zu.

Nach dem ersten Durchgang durch den Linearbeschleuniger beträgt die Energie der Elektronen 5,3 MeV und die Elektronengeschwindigkeit ist nur 0,5% kleiner als die Lichtgeschwindigkeit. Die Richtung des Elektronenstrahls wird nach dem ersten Durchlauf mit Hilfe von zwei kleinen Dipolmagneten und einem der beiden Hauptdipole umgekehrt und der Strahl wird in den Linearbeschleuniger zurückgeschickt. Nach dem zweiten Durchlauf im Linearbeschleuniger beträgt die Energie des Strahles 10,6 MeV und die Elektronengeschwindigkeit ist fast gleich der Lichtgeschwindigkeit. Der Radius im folgenden Dipol ist nun so groß, dass der Elektronenstrahl den Linac rückwärts passieren kann. Nun durchläuft der Elektronenstrahl mehrmals den Linac und die Dipolmagneten und zwar bis er seine Endenergie von 53 MeV erreicht hat. Im Mikrotron sind kleine horizontale und vertikale Korrekturmagnete eingebaut, um die Strahlposition und

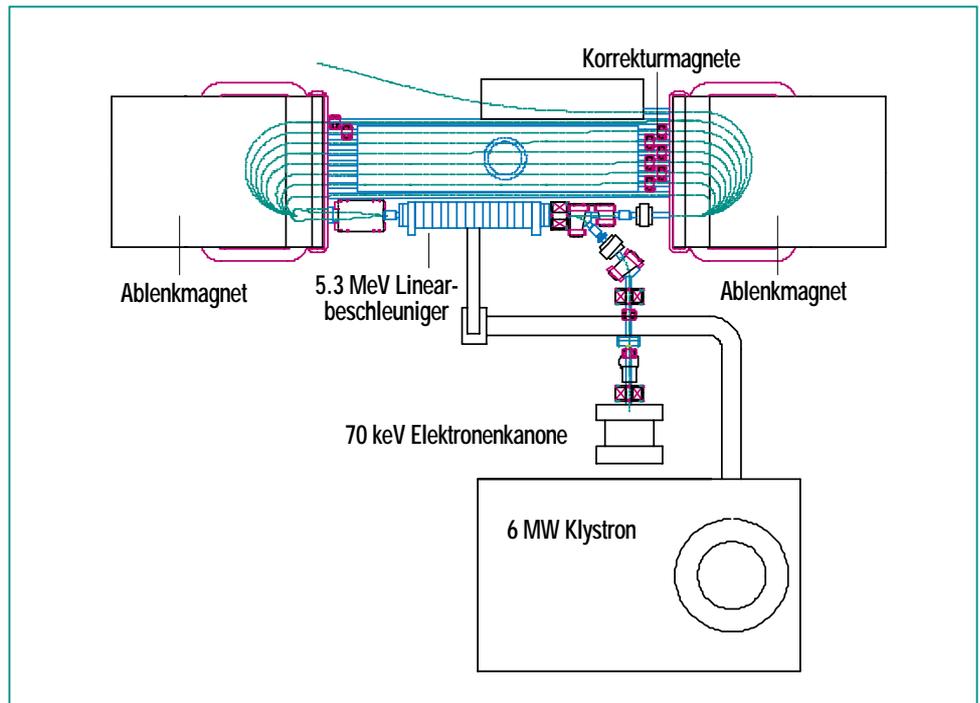


Abb. 3: Schematischer Aufbau des ANKA-Vorbeschleunigers, eingezeichnet sind die Elektronenkanone, das Klystron und das Race-track-Mikrotron.

-richtung in den Umläufen von 1 bis 9 korrigieren zu können. Nach zehn Durchläufen des Linearbeschleunigers und neun Umläufen im Mikrotron wird bei einer Energie von 53 MeV der Elektronen-

strahl mit Hilfe eines 15°-Dipolmagneten in den Transferweg vom Mikrotron zum Booster eingelenkt. Die Hauptparameter des Mikrotrons sind in Tab. 1 zusammengefasst.

Parameter	Einheit	
Injektionsenergie	keV	70
Anzahl der Linac-Durchläufe		10
Energiegewinn pro Umlauf	MeV	5,3
Elektronen-Endenergie	MeV	53
Frequenz der Hochfrequenz	GHz	3
Impulsstrom	mA	10
Impulsdauer	µs	0,5 – 1,6
Wiederholungsrate	Hz	1 – 10
Energie-Unschärfe		< 0,3 %
Emittanz (hor./vert.)	mm mrad	≤ 0,2

Tab. 1: Hauptparameter des Race-track-Mikrotrons.

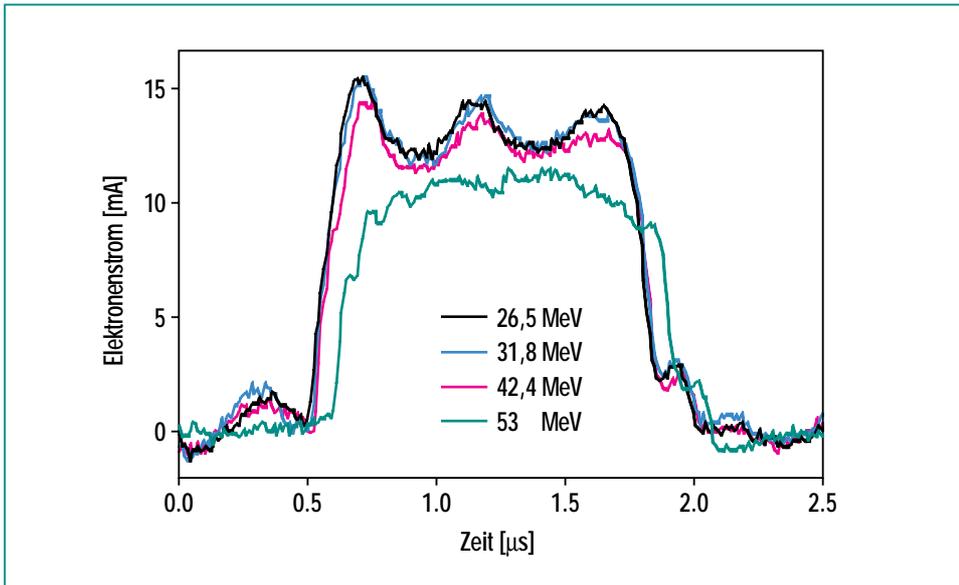


Abb. 4: Signale von den Strommonitoren in den verschiedenen Umläufen vom Mikrotron

Die Beschleunigung im Mikrotron ist nur dann möglich, wenn bezüglich der Hochfrequenzphase im Linearbeschleuniger folgende Bedingungen eingehalten werden:

1. Die Weglänge zwischen dem ersten und zweiten Durchgang durch den Linac muss ein Vielfaches der Wellenlänge ($\lambda_{HF} = 10 \text{ cm}$) im HF-System sein: ($\Delta L_0 = m \lambda_{HF}$).
2. Die Weglänge des ersten Umlaufes in dem Mikrotron muss ebenfalls ein Vielfaches von λ_{HF} sein ($\Delta L_1 = \mu \lambda_{HF}$).
3. Der Wegunterschied zwischen den verschiedenen Umläufen muss ebenfalls ein Vielfaches von λ_{HF} sein ($\Delta L = \omega \lambda_{HF}$).

Die Zahlen m , μ und ω werden als Arbeitspunkt des Mikrotrons bezeichnet. Diese werden durch eine sehr genaue Positionierung

der beiden 180-Grad-Dipolmagnete und des Linacs zwischen diesen Magneten erreicht. Weiterhin muss die magnetische Flussdichte B_0 in den Dipolmagneten ganz bestimmte Werte annehmen, damit die Bedingung 3. erfüllt wird.

Die Hochfrequenz-Leistung zum Betrieb des Linearbeschleunigers wird von einem 6-MW-Klystron über ein gepulstes Hochspannungsnetzwerk erzeugt (Modulator). Die Modulatorenenergie wird in einem Impulsformer-Netzwerk gespeichert und über einen

1:10-Transformator entladen. Die Hochfrequenzleistung wird zum Linearbeschleuniger über einen Wellenleiter transportiert, der mit Schwefelhexafluorid (SF-6) gefüllt ist.

Mittels Geräten zur Strahldiagnostik wird die Stromstärke, die Position und der Strahlquerschnitt des Elektronenstrahls im Mikrotron bestimmt. Neun Stromtransformatoren messen die Stromstärke von Umlauf zu Umlauf. In den ersten Umläufen sind drei Fluoreszenz-Monitore installiert und in den Umläufen von 5 bis 10 kann über das Synchrotronlicht die Lage des Elektronenstrahls beobachtet werden. Abb. 4 zeigt die entsprechenden Signale von den Strommonitoren in den verschiedenen Umläufen. Aus der Abbildung kann man entnehmen, dass die Verluste des Elektronenstrahls von Umlauf zu Umlauf relativ gering sind [5].

Der aus dem Mikrotron ausgeleitete Strahl ist maximal 1.6 μs lang und hat einen maximalen Strom von 16 mA. Im Normalbetrieb ist der Puls 1 μs lang bei einem Spitzenstrom von 8 bis 10 mA. Die Parameter des ausgeleiteten Elektronenstrahls sind in Tab. 2 zusammengefasst.

Parameter	Einheit	Spezifikation	Erreicht bei Inbetriebnahme
Strom	mA	15	16
Impulsdauer	μs	1.0	1.6
Energie	MeV	53	53
Wiederholungsrate	Hz	10	6

Tab. 2: Eigenschaften des vom Vorbeschleuniger ausgeleiteten Elektronenstrahls

Transferweg zwischen Mikrotron und Booster (Injektionsweg)

Aus geometrischen Gründen ist es nicht möglich, das Mikrotron unmittelbar am Booster-Synchrotron zu positionieren. Somit wird zwischen den beiden Beschleunigern ein Transferweg angebracht. Dieser Transferweg hat auch die Aufgabe, die Maschinenfunktionen des Mikrotrons an die des Booster-Synchrotrons anzupassen. Dies geschieht, wie in Abb. 5 dargestellt, über 2 Dipolmagneten und 5 Quadrupolen.

Das Booster Synchrotron

Das Prinzip der Beschleunigung ist im Booster-Synchrotron gleich

dem im Speicherring, daher ist das Booster-Synchrotron aus den gleichen Hauptkomponenten aufgebaut wie der Speicherring. Der schematische Aufbau des Booster-Synchrotrons ist in Abb. 5 dargestellt. Die Aufgabe des Booster-Synchrotrons ist es, die Energie der Elektronen von dessen Injektionsenergie (53 MeV) auf die Injektionsenergie des Speicherrings (500 MeV) zu beschleunigen. Das Booster-Synchrotron (siehe Abb. 5) besteht aus acht 45°-Rechteck-Dipolmagneten, dazwischen gibt es vier kurze und vier lange gerade Strecken, d. h. das Booster-Synchrotron hat eine 4-fache Symmetrie. Die horizontale Fokussierung des Strahls erfolgt durch Quadrupole in den langen Abschnitten, während die vertikale Fokussierung durch die

sogenannte Kantenfokussierung der Dipolmagneten erfolgt. Im Gegensatz zum Speicherring gibt es im Booster-Synchrotron keine Sextupole für die Bekämpfung der sogenannten Head-Tail-Instabilitäten, da die Ströme zu klein sind. Die Hauptparameter des Booster-Synchrotrons sind in Tab. 3 zusammengestellt.

Parameter	Einheit	
Endenergie	MeV	500
Maximales Dipolfeld	T	1,0
Umfang	m	26,4
Umlaufzeit	ns	88
Horizontaler Arbeitspunkt		1,776
Vertikaler Arbeitspunkt		1,173
Horizontale Chromatizität		-0,29
Vertikale Chromatizität		-2,69
Vertikale Akzeptanz	mm mrad	17
Energie-Akzeptanz	%	1,1
Momentum Compaction Factor		0,27
Horizontale Emittanz	mm mrad	0,15
Wiederholungsfrequenz	Hz	1
Umlaufstrom	mA	> 15
Extrahierter Strom	mA	> 7,5
Impulsdauer des abgelenkten Strahles	ns	≤ 56
HF-Frequenz	MHz	500

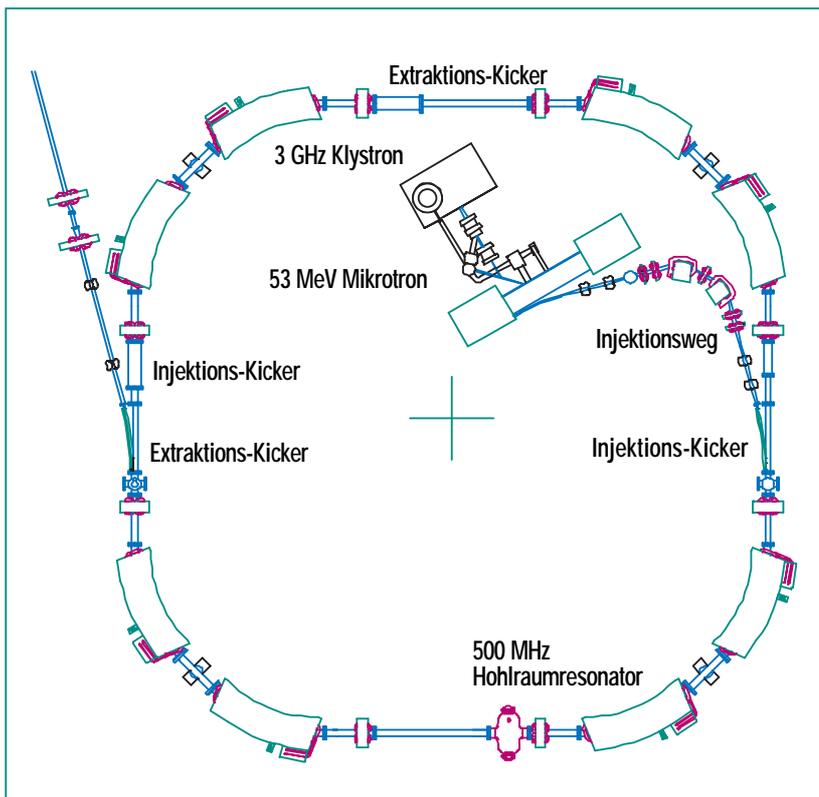


Abb. 5: Schematischer Aufbau des ANKA-Booster-Synchrotrons.

Tab. 3: Hauptparameter des Booster-Synchrotrons bei der Endenergie von 500 MeV.

Die Beschleunigung des Elektronenstrahles geschieht durch einen 500 MHz Hohlraumresonator.

Der Elektronenstrahl wird in folgenden Schritten auf 500 MeV beschleunigt:

1. Ein Elektronenstrahl mit einer Energie von 53 MeV wird vom Mikrotron erzeugt
2. Der Strahl wird im Booster-Synchrotron über mehrere Umläufe gespeichert und es können Strahlströme bis zu 30 mA erreicht werden.
3. Der Elektronenstrahl wird von 53 bis zu 500 MeV innerhalb von ca. 400 ms unter Erhöhung der Magnetfelder in den Dipolmagneten und Quadrupolen beschleunigt.
4. Der Elektronenstrahl wird aus dem Booster innerhalb eines Umlaufs ausgelenkt.

Dieser Vorgang wiederholt sich mit einer Frequenz von 1 Hz.

Während der Inbetriebnahme des Booster-Synchrotrons wurde beobachtet, dass beachtliche Strahlverluste während der ersten 50 Millisekunden nach der Injektion auftreten und zwar selbst dann, wenn die HF-Spannung so weit als möglich zurückgenommen wurde, um eine große Energieunschärfe bei der Anpassung der 3-GHz-Struktur aus dem Mikrotron an die 500-MHz-Struktur des Boosters zu vermeiden. Im Fach-Jargon spricht man von „beam-loading“. Das Problem wurde durch die Installation einer schnellen Rückkopplungsschleife im HF-System gelöst, die die Rückwirkung des Strahls auf die Hochfrequenzspannung [6] reduziert. In Abb. 6 ist das zeitliche Verhalten des Elektronenstromes bei ein- und ausgeschalteter Rückkopplungsschleife dargestellt.

Zur Beschleunigung der Elektronen im Booster-Synchrotron und

somit zur Erhöhung der Energie werden die Flussdichten in den Magneten vergrößert. Dies geschieht durch das „Hochfahren“ der entsprechenden Netzgeräte mit einer Wiederholrate von 1 Hz. Bei diesem Prozess entnehmen die Elektronen aufgrund der „Phasenfokussierung“ aus dem 500-MHz-HF-Resonator gerade die Energie, um auf einem konstanten Radius in den Dipolmagneten umzulaufen (wobei der Verlauf des Hochfahrens frei gewählt werden kann). Die vertikalen Korrekturspulen werden dagegen mit einem konstanten Strom betrieben.

Der 500-MHz-HF-Resonator wird mit einem 200-W-Transistorverstärker betrieben und erzeugt eine Beschleunigungsspannung von maximal 30 kV [7]. Die Stärke des im Booster-Synchrotron während der Beschleunigung gespeicherten Stroms ist in Abb. 7 dargestellt. Aus der Abbildung ist leicht zu entnehmen, dass die Stromverluste oberhalb von 200 MeV (circa 200 ms) sehr gering sind [8].

Nach Erreichen der Endenergie von 500 MeV wird der Elektronenstrahl im Booster-Synchrotron während eines einzigen Umlaufs mit Hilfe eines schnellen Kickers, eines gepulsten Septums und von „Bumpen“ (Zusatzwindungen in vier Dipolmagneten) in den Ejektionsweg ausgelenkt. Die Bumper verschieben die Bahn des Strahles im Booster während der letzten 40 ms vor dem Erreichen der Endenergie in Richtung Ejektionsseptum und der schnelle Kicker verschiebt die Bahn so, dass die Elektronen

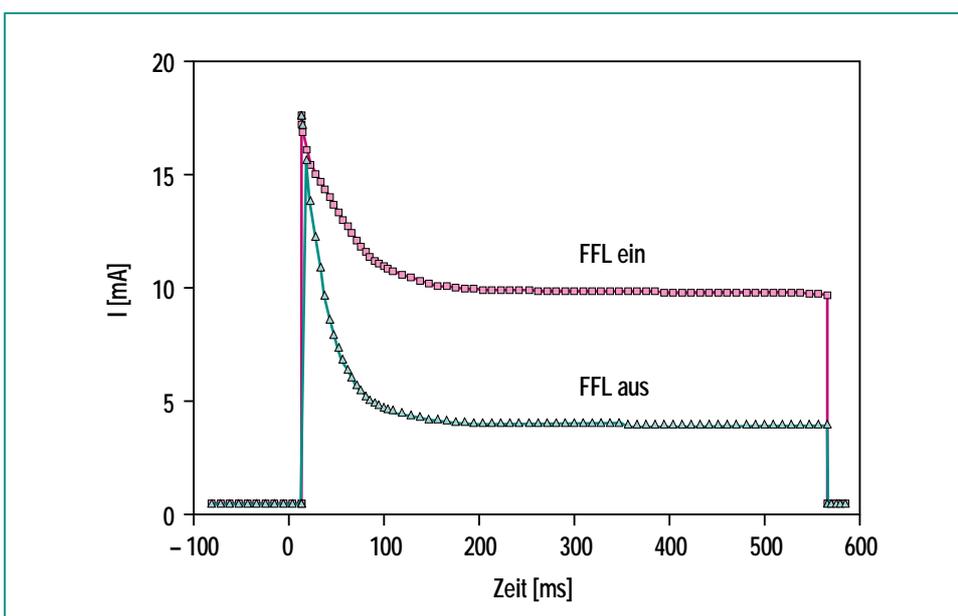


Abb. 6: Zeitliches Verhalten des Elektronenstromes bei ein- und ausgeschalteter Rückkopplungsschleife dargestellt.

durch das Septum in den Ejektionskanal gelangen. Bei der ersten Inbetriebnahme wurde die Bahn des Strahls durch das Streufeld des Septummagnet so gestört, dass Strahlverluste während der Auslenkung des Strahls auftraten. Nach verbesserter Abschirmung des Septumfeldes und der Installation von einer horizontalen Korrekturspulen, deren Stärke mit der Energie hochgefahren wird, und mit denen man die Bahn bei hoher Energie korrigieren kann, kann man fast 100 % des Strahls auslenken. Kicker und Korrekturspulen können dabei in einem weiten Bereich ohne Strahlverluste verändert werden.

Abb. 8 zeigt den zeitlichen Verlauf des ausgelenkten Elektronenstroms gemessen mit einem Stromtransformator in dem Strahlrohr zwischen Booster und Speicherring. Die Umlaufzeit im Booster-Synchrotron beträgt 88 ns, die Dauer des Kickerpulses ist 20-30 ns. Der ausgelenkte Elektronenstrahl hat daher eine Zeitdauer von typischerweise etwa 50 ns.

Transferweg zwischen Booster und Speicherring (Ejektionsweg)

Der Transferweg (Ejektionsweg) zwischen Booster-Synchrotron und Speicherring hat die Aufgabe, die Elektronen von einem zum anderen Beschleuniger zu führen und die Maschinenfunktionen der beiden Beschleuniger anzupassen. Entsprechend Abb. 1 geschieht dies über 2 Ablenkmagnete und 9 Quadrupole.

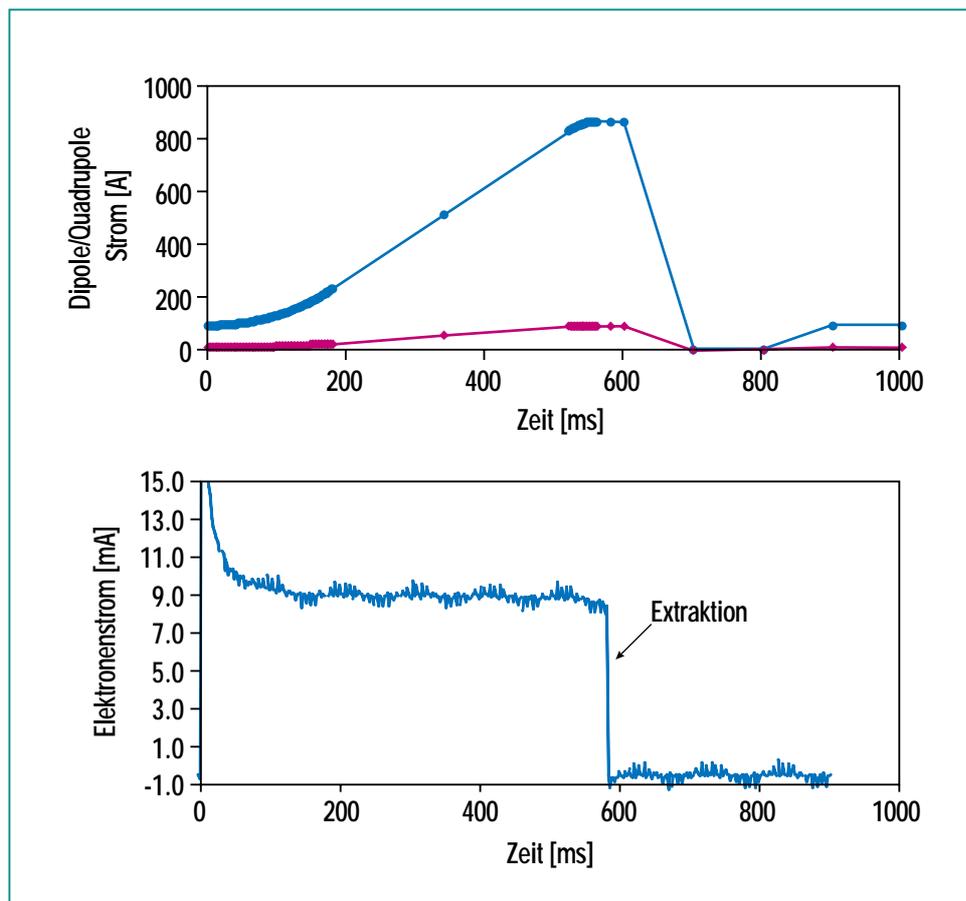


Abb. 7: Strom im Booster während der Beschleunigung sowie des Anstieges der Ströme im Dipol- und Quadrupol

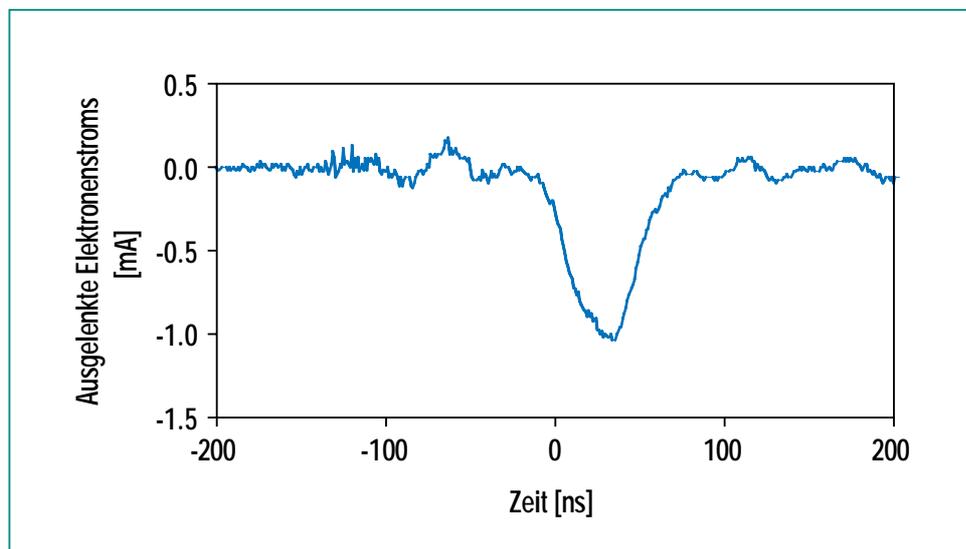


Abb. 8: Ausgelenkter Elektronenstrom gemessen mit einem Stromtransformator in den Ejektionsweg.

Zusammenfassung

Der Injektor für den Speicherring ANKA soll einen Elektronenstrahl erzeugen und die Elektronen auf 500 MeV beschleunigen, damit sie in den Speicherring injiziert werden können. Dies wird erreicht mit einer Kombination von einem Mikrotron und einem Booster-Synchrotron sowie den dazugehörigen Transferwegen. Insgesamt wird dieser Komplex

als Injektorsystem von ANKA bezeichnet.

Das Mikrotron liefert einen Puls von 1 μ s Länge und einem Strom von 10 mA. Die Energie des Elektronen ist beim Verlassen des Mikrotrons 53 MeV. Die Injektionsweg transportiert diesen Strahl zum Booster-Synchrotron, wo der Elektronenstrahl auf 500 MeV beschleunigt wird. Bei 500 MeV transportiert ein anderer Trans-

ferweg, der sogenannte Ejektionsweg, den Strahl zum Speicherring. Die Folgefrequenz ist 1 Hz.

In diesem Beitrag werden die verschiedenen Elemente des Injektors und ihre Funktionsweise beschrieben.

Literatur

- [1] H.O.Moser et al., *Particle Accelerator Conference, Dallas, 1995*
- [2] D.Einfeld, *diese Nachrichten*
- [3] H.Winick, *Synchrotron Radiation Sources, a primer, World Scientific, 1994*
- [4] H.Bach, D.Einfeld, N.Hertel, S.P.Moeller, B.R.Nielsen, F.Perez, L.Praestegaard, U.Ristau, R.Rossmannith, *European Particle Accelerator Conference, Stockholm 1998*
- [5] D.Einfeld, U.Ristau, R.Rossmannith, S.P.Moeller, N.Hertel, H.Bach, B.R.Nielsen, L.Praestegaard, *Particle Accelerator Conference, New York, 1999*
- [6] F.Perez, L.Praestegaard, S.P.Moeller, J.S.Nielsen, *European Particle Accelerator Conference, Wien 2000*
- [7] A.Fabris, C.Passotti, M.Svandrlík, D.Einfeld, F.Perez, S.Voigt, *European Particle Accelerator Conference, Stockholm 1998*
- [8] L.Praestegaard, H.Bach, D.Einfeld, N.Hertel, L.Kruse, S.P.Moeller, B.R.Nielsen, J.S.Nielsen, M.Pont, U.Ristau, *European Particle Accelerator Conference, Wien 2000*

Das Hochfrequenzsystem von ANKA

F. Pérez, FGS

Einführung

Die Synchrotronstrahlungsquelle ANKA ist ein Elektronenspeicherring, in dem Elektronen auf eine Energie von 2,5 GeV beschleunigt und bei dieser Energie für einige Stunden gespeichert werden können. Ziel ist es, Synchrotronstrahlung für die Nutzung in den Bereichen Mikrostrukturtechnik und Analytik zur Verfügung zu stellen. Synchrotronstrahlung wird von Elektronen tangential emittiert, wenn diese in den Dipolmagneten radial beschleunigt werden [1]. Die Aufgabe des Hochfrequenzfeldes ist es erstens, die Elektronen auf die nominelle Energie von 2.5 GeV zu beschleunigen, und zweitens, den Energieverlust der Elektronen durch die Emission von Synchrotronstrahlung auszugleichen, während die Elektronen für meh-

rere Stunden bei der nominellen Energie gespeichert werden [2].

Das Hochfrequenzsystem für den ANKA Speicherring umfasst zwei Anlagen, die mit einer Frequenz von 500 MHz arbeiten. Jede Anlage besteht aus einem 250-kW-Klystron, dem Wellenleitersystem, dem Zirkulator, zwei Wasserlasten, zwei Cavities, der Low-Level-Elektronik, dem Kontrollsystem und weiteren Peripheriegeräten (Abb. 1). Im folgenden werden diese Komponenten des HF-Systems beschrieben.

Das HF-System

Im Speicherring ANKA kann bei der Energie von 2,5 GeV ein Elektronenstrom von maximal 400 mA gespeichert werden. Unter diesen Bedingungen emittieren die Elektronen in den Ablenkmagneten Synchrotronstrahlung

mit einer Leistung von 265 kW [3]. Um diesen Energieverlust auszugleichen, sind im Speicherring ANKA vier Cavities installiert. In jeder Cavity wird ein Hochspannungs-Wechselfeld der Frequenz 500 MHz mit einer maximalen Amplitude von 600 kV erzeugt. Bei jedem Umlauf nehmen die Elektronen in den Cavities genau so viel Energie auf, wie sie durch die Emission von Synchrotronstrahlung verlieren.

Die Cavities sind aus hochleitendem Kupfer hergestellt, so dass in den Wänden Ströme fließen, die zu ohmschen Verlusten von 56 kW je Cavity führen. Um die zum Ausgleich der Strahlungsverluste von 265 kW notwendige Hochspannung konstant halten zu können, müssen diese ohmschen Verluste zusätzlich ausgeglichen werden.

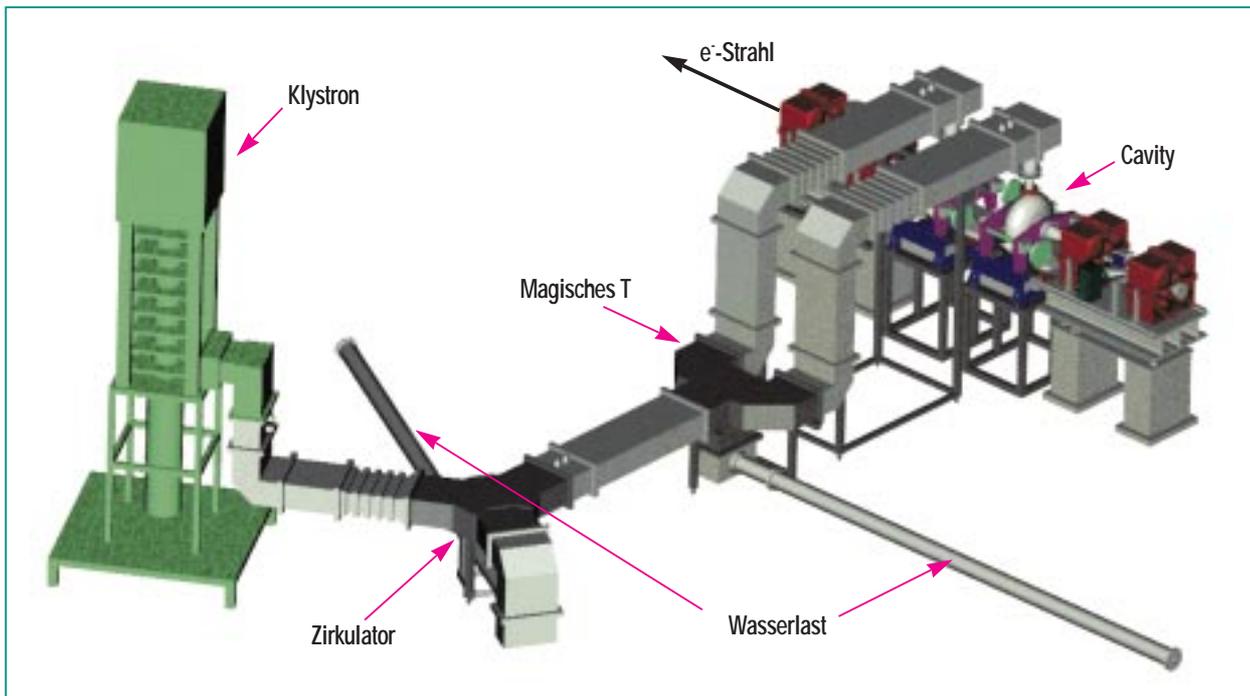


Abb. 1: 3D-Ansicht einer HF-Anlage.

Insgesamt wird somit eine HF-Leistung von etwa 500 kW (265 kW für die Strahlleistung und 225 kW für ohmsche Verluste in den Cavity-Wänden) bei einer Frequenz von 500 MHz benötigt. Dafür sind zwei HF-Anlagen mit je einem 250 kW-Klystron installiert, von denen jedes zwei Cavities speist. Abb. 1 zeigt eine 3D-Ansicht einer solchen Anlage, deren wichtigste Parameter in Tab. 1 zusammengefasst sind.

Cavities

Eine Cavity ist ein metallischer Hohlkörper, der als Resonator ausgebildet ist. Bei entsprechend resonanter Anregung schwingt in dem Hohlkörper ein elektromagnetisches Feld mit einer ganz bestimmten Frequenz, der sogenannten Eigenfrequenz, die durch die Geometrie des Hohlraumes bestimmt ist. Eine Cavity ist mit einem Mikrowellenherd vergleichbar, in dem Speisen durch Absorption von Mikrowellen erhitzt werden. Ähnlich werden die Elektronen durch HF-Absorption „erhitzt“, d.h. beschleunigt, wenn sie die Cavities durchqueren.

Anders als ein Mikrowellenherd haben die Cavities der Beschleuniger eine zylindrische Form und sind aus hochleitendem Kupfer hergestellt. Um den Elektronen auf ihrem Weg durch den Beschleuniger den Ein- und Austritt zu ermöglichen, weist die Cavity zwei axiale Öffnungen auf. Weitere Öffnungen dienen zur Einkopplung der Hochfrequenzleistung, als Durchführungen für Diagnostik Schleifen sowie zur Installation einer Vakuumpumpe.

Parameter	Einheit	Wert
Strahlenergie	GeV	2.5
Energieverlust pro Umlauf	keV	662
Strom (maximal)	mA	400
Synchrotron Strahlleistung	kW	265
Umlauffrequenz	MHz	2.72
HF-Frequenz	MHz	499.654
Anzahl des Cavities		4
Hochspannung pro Cavity	kV	600
Verlustleistung pro Cavity	kW	56
Gesamte Verlustleistung	kW	224
Anzahl der Klystrons Leistung pro Klystron	kW	2 250
Gesamte zur Verfügung stehende Leistung	kW	500
Gesamte benötigte Leistung	kW	489

Tab. 1: Hauptparameter des HF-Systems.

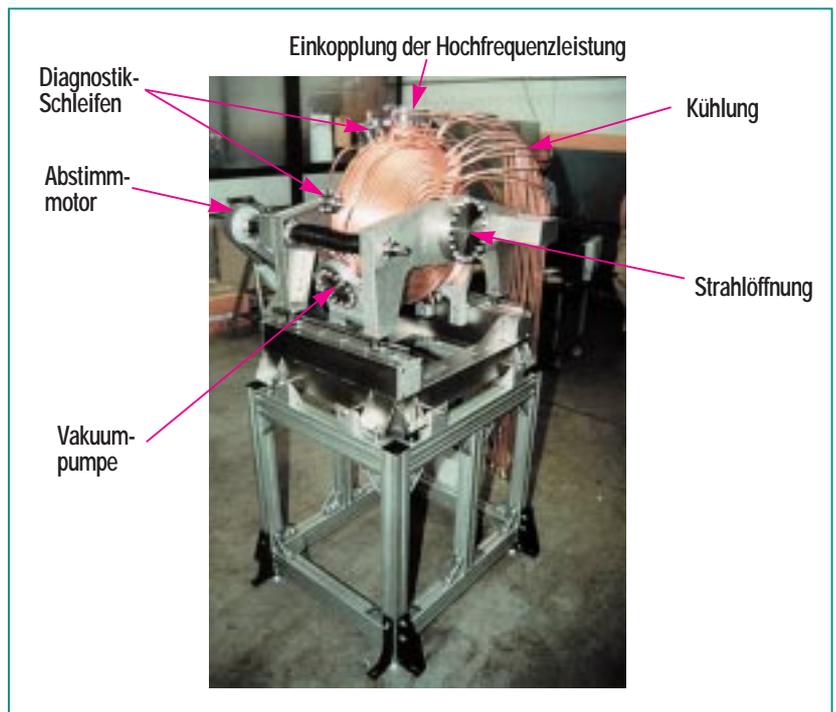


Abb 2.: ANKA Cavity.

In Abb. 2 ist eine Cavity von ANKA wiedergegeben. Die wichtigsten Parameter der Cavities sind in Tab. 2 zusammengefasst.

Bei ANKA werden 4 Cavities benötigt [4], um die Elektronen mit einer Spannung von insgesamt 2.4 MV je Umlauf zu beschleunigen. Die Cavities sind paarweise in den Sektoren 2 und 4 der Maschine angebracht

Entsprechend der Frequenz des HF-Systems weist der Elektronenstrahl eine 500-MHz-Struktur auf, d.h. die umlaufenden Elektronen sind zu Paketen („bunches“) gebündelt. Die Pakete (Ausdehnung etwa 10 mm, entsprechend etwa 1.5% der HF-Wellenlänge) haben einen räumlichen bzw. zeitlichen Abstand

von 0,6 m bzw. 2 ns voneinander. Für eine effektive Beschleunigung der Elektronenpakete müssen sie alle Cavities zur gleichen Hochspannungsphase passieren. Die Phasen der Cavities müssen daher entsprechend synchronisiert sein (siehe Abb. 3).

Die Phasenlage eines jeden Cavity-Paares ist durch ihren geometrischen Abstand festgelegt. Die Phase in den beiden diametral gegenüber liegenden Anlagen wird durch zwei ferngesteuerte Phasenschieber geregelt. Die Einstellung dieser Phasenschieber muss während des Beschleuniger Betriebes eingeregelt werden, da je nach Betriebsart der tatsächliche Orbit des Strahls geringfügig kürzer oder länger sein kann.

Parameter	Einheit	Wert
Resonanzfrequenz	MHz	499.654
Qualitätsfaktor		40000
Querimpedanz	MΩ	3.3
Maximal Kupplungskoeffizient		3.5

Tab. 2: Parameter des Cavities.

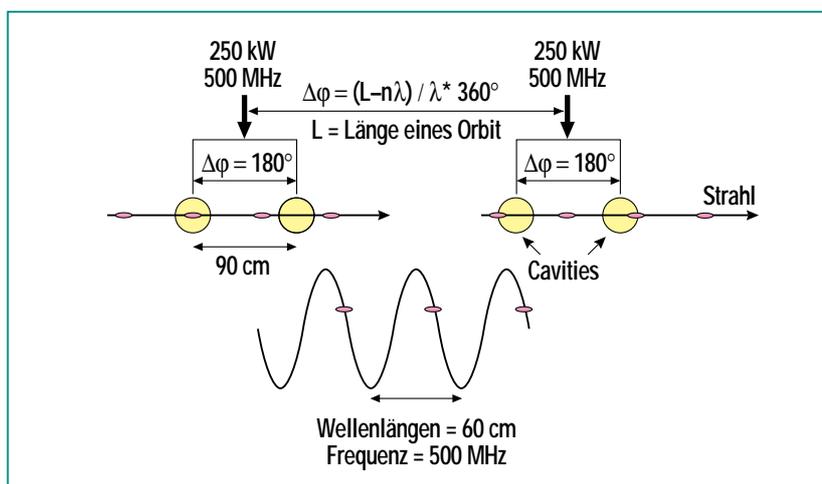


Abb 3.: Die Phase die Cavities muss abgestimmt sein.

Das Klystron

Die insgesamt benötigte Leistung von 500 kW wird mit zwei Klystrons erzeugt. Ein Klystron ist ein Hochspannungsverstärker, der ein HF-Signal ungefähr 10.000 mal verstärkt. Der Eingangssender muss deshalb mit ca. 25 W betrieben werden. Diese Leistung wird von einem Festkörperverstärker zur Verfügung gestellt, welcher wiederum von einem Signalgenerator mit genau 499,654 MHz angeregt wird.

Natürlich muss dem Klystron, wie jedem anderen Verstärker auch, Energie zugeführt werden. Das geschieht bei ANKA durch ein 52 kV / 9 A Gleichstrom Hochspannungsnetzgerät. Folglich wird in einem Klystron eine Gleichstromleistung von 400 kW (50 kV / 8 A) in eine 500 MHz Wechselfeldleistung von 250 kW umgewandelt. Die Effektivität des Klystrons beträgt somit ca. 60%. Die Spezifikationen des Klystrons und des Hochspannungsnetzgerätes sind in Tab. 3 und 4 zusammengestellt.

Abb. 4 zeigt den Aufbau des Klystrons und einige Bilder seiner Komponenten. Es besteht hauptsächlich aus einer Elektronenkanone, mit der ein Elektronenstrom erzeugt und mit den 52 kV des Netzgerätes beschleunigt wird, einer Eingangs-Cavity, in der Eingangssender dem Elektronenstrahl eine 500-MHz-Struktur aufprägt, drei Zwischen-Cavities, wo die Bündelung der Elektronen verstärkt wird, einer Ausgangs-Cavity, aus dem die Wechselfeldspannung ausgekuppelt wird (250 kW bei 500 MHz), und zum Schluss einem Kollektor, in dem

Parameter	Einheit	Wert
Betriebsfrequenz	MHz	499.654
HF Ausgangsleistung	kW	> 250
Verstärkung	dB	> 40
Effizienz	%	> 62.5

Tab. 3: Hauptparameter des Klystrons.

Parameter	Einheit	Wert
Spannung	kV	-20 to -52
Strom	A	9
Stabilität	%	± 0.5
Welle, Spitze zu Spitze	%	< 0.4

Tab. 4: Hauptparameter des Hochspannungsnetzgerätes.

die Elektronen gesammelt werden. An diesem Kollektor wird eine Leistung von 150 kW in Wärme umgesetzt. Auf der ganzen Länge des Klystrons (4 m) wird der Elektronenstrahl durch eine Magnetspule fokussiert.

Das Wellenleitersystem

Das Wellenleitersystem führt die aus dem Klystron über eine Schleife entnommene HF-Leistung zu den Cavities. Bei ANKA wurde ein spezielles Wellenleitersystem konstruiert, um zwei Cavities mit nur einem Klystron zu speisen (siehe Abb. 1).

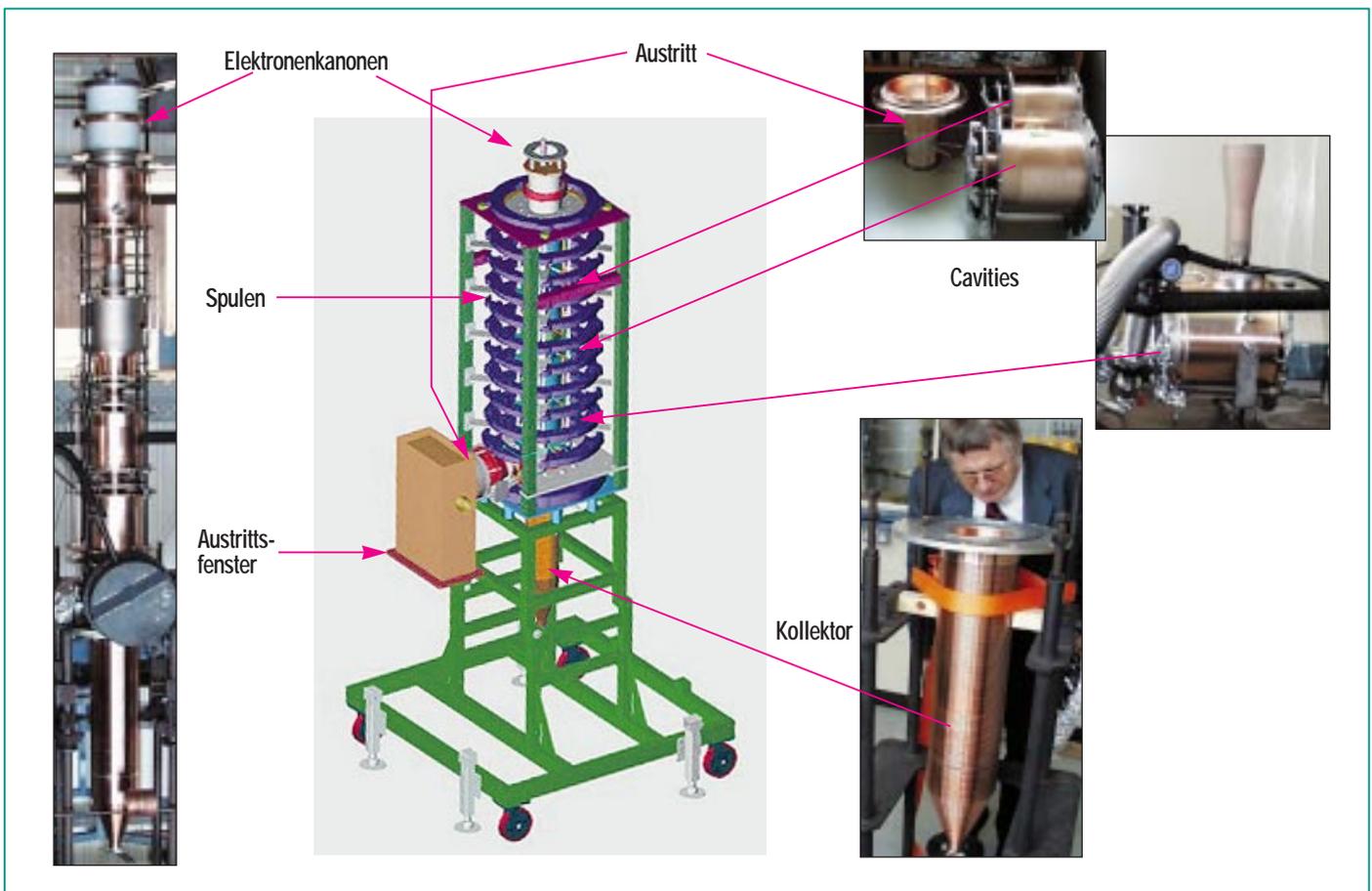


Abb. 4: Aufbau des Klystron und einige Bilder seiner Komponenten.

Die Komponenten des Wellenleitersystems sind:

- Der Zirkulator, welcher verhindert, dass Leistung von den Cavities ins Klystron reflektiert wird.
- Das „magische T“, welches die HF-Leistung zu gleichen Teilen und mit gleicher Phase auf das Cavity-Paar verteilt.
- Zweiseitige Entkoppler, um die zugeführte und reflektierte Leistung zu überwachen. Hier von sind vier erforderlich, von denen eine nach dem Klystron, eine nach dem Zirkulator und zwei vor den Cavities installiert sind.
- Zwei Wasserlasten zur Absorption der reflektierten Leistung: Eine im dritten Arm des Zirkulators und die andere im vierten Arm des „magischen T“.
- Übergänge, Biegungen und gerade Leiterstrecken, welche die Komponenten des Wellenleitersystems miteinander verbinden.

Der Mittelpunktsabstand zwischen den beiden Cavities einer HF-Anlage beträgt 900 mm entsprechend 1,5 Wellenlängen des HF-Feldes. Deshalb wird die Leistungseingangs-Schleife an einer der beiden Cavities um 180° gedreht, damit es zu der richtigen Phasenbeziehung zwischen den Cavities kommt. Die Phasendifferenz zwischen den beiden Armen der „magischen T's“ von ANKA wurde zu weniger als 1° bestimmt.

Die Low-Level-Elektronik

Die Low-Level-Elektronik für das HF-System von ANKA besteht aus vier Frequenzregelungen (eine für jede Cavity), zwei Amplituden- und Phasenregelungen (eine für jede HF-Anlage), sowie weiterem Zubehör, um die beiden HF-Anlagen mit der Interlock-Elektronik abzustimmen. Diese Regelungsschleifen haben folgende Aufgaben:

- Amplitudenregelung, um die Spannung in den Cavities auf dem Sollwert zu halten.
- Phasenregelung, um die Phase in den Cavities konstant zu halten; sie regelt hauptsächlich den Phasensprung, der durch die Verstärker verursacht wird.
- Frequenzregelung, um die Cavities auf die Frequenz des Hauptoszillators (499,654 MHz) abzustimmen.

Beim Design der Low-Level-Elektronik wurden die verschiedenen Betriebsbedingungen von ANKA berücksichtigt, bei denen der Strahl mit einer Energie von 500 MeV injiziert und im Speicherring auf die Endenergie von 2.5 GeV gerammt wird: Die Amplitude und die Phase der Cavity-Spannungen muss während der verschiedenen Phasen des Maschinenbetriebs (Injektion, Ramping und Strahlspeicherung) konstant gehalten werden, und zwar unter Berücksichtigung der Tatsache, dass die gesamte Low-Level-Elektronik über den Strahl gekoppelt ist und sich daher wechselseitig beeinflusst.

Die Low-Level-Elektronik für das HF-System von ANKA, die wegen der einfacheren Wartung und Störungsbeseitigung nach dem Baukastensystem aufgebaut wurde, befindet sich in sechs Gestellen, d.h. in je drei Gestellen für die beiden Anlagen.

Interlock und Kontrolle

Um den sicheren Betrieb der HF-Anlagen sicherzustellen, sollte ein angemessenes Kontroll- und Interlocksystem implementiert werden [5]. Bei ANKA wurde für die Kontrolle und das langsame Interlock ein industrieller PLC Standard gewählt, und zwar das SPS-System von BOSCH. Dieses System kontrolliert die HF-Anlage von den Hochspannungsnetzgeräten bis zu den Interlock-Signalen der Cavities und schaltet die Anlage aus, wenn irgendein Fehler auftritt.

Das HF-System verfügt über drei Kontrollebenen: Die Maschinenkontrolle mit einer Reaktionszeit von 1 s, die Sender-Interlock-Kontrolle mit einer Reaktionszeit von 20 ms, und das schnelle Interlock mit einer Reaktionszeit von 10 µs.

Die erste Kontrollebene basiert auf Java für Windows NT und LonWorks, die zweite auf einem industriellen PLC-System, und die dritte wurde als Hardware-Elektronik realisiert. Die Maschinenkontrolle überwacht das gesamte HF-System, jedoch wird jede Anweisung, die der Sender erhält, vom PLC-System gefiltert, welches die Aktion abhängig vom Status des Interlocks ausführt oder nicht. Das schnelle Interlock läuft parallel und schaltet die Anlage unabhängig von den beiden

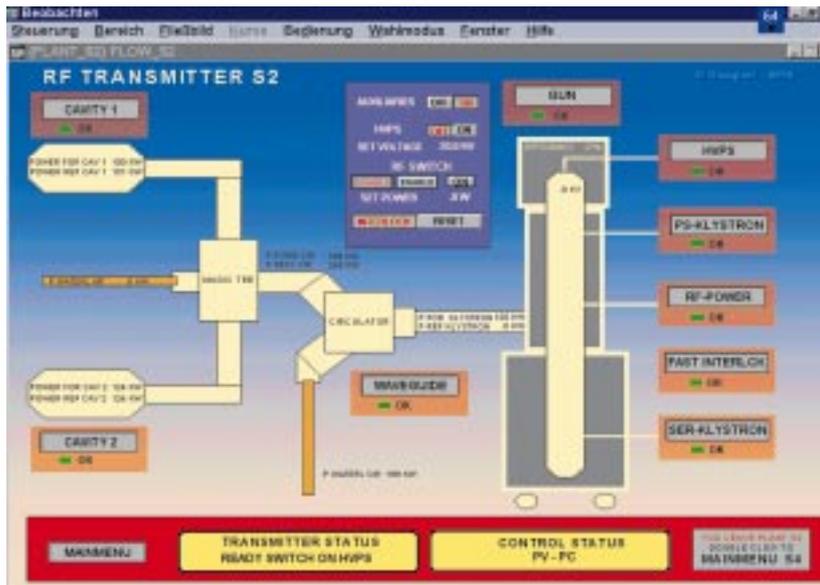


Abb. 5: Interface Panels für den Zugriff auf die Informationen des SPS-Systems.

anderen Kontrollsystemen ab, wenn ein Fehler auftritt.

Abb. 5 zeigt eines der Interface Panels für den Zugriff auf die Informationen des PLC-Systems. Die Konfiguration einer der HF-Anlagen ist schematisch dargestellt: Ein Klystron, das zwei Cavities durch das „magische T“ des Wellenleitersystems speist. Die HF-Energie in Durchlassrichtung und die reflektierte Energie an den verschiedenen Punkten, an denen sich die lenkenden Kuppelungen befinden, werden ebenfalls auf diesem Panel angezeigt.

Die Box oben in der Mitte des Interface Panels ermöglicht dem Operateur folgende Aktionen:

- Ein- und Ausschalten der Hilfsmittel, d.h. der kleineren Netzgeräte und anderer Peripherie-Komponenten.
- Ein- und Ausschalten des Hochspannungsnetzgerätes und Festlegung des Levels der Betriebsspannung.
- Ein- und Ausschalten des HF-Antriebs.
- Reset des Interlocks.

Die verschiedenen Interlock-Signale werden auf dem Panel in neun Boxen zusammengefasst, denen folgende Überwachungsfunktionen zugeordnet sind:

SER-KLYSTRON: Wasser- und Luftkühlungssignale.

GUN: Strom und Spannung der Elektronenkanone.

HVPS: Hochspannungs-Versorgungs-Interlock.

PS-KLYSTRON: Versorgung für die Spulen und die Vakuumpumpe.

RF-POWER: Interlock für den Überschuss an HF-Energie.

WAVEGUIDE: Kühlungs- und Bogen-Detektor-Signale des Wellenleiter-Systems.

CAVITY 1: Interlocks für Cavity 1.

CAVITY 2: Interlocks für Cavity 2.

FAST INTERLOCK: Schnelles Interlock.

Die Sicherheit von allen Komponenten des HF-Systems ist garantiert durch dieses Kontroll- und Interlock-System. Es ist ein störungsfreies System, das HF-System ist sicher bei Leistungsfehlern, bei Kurzschluss und auch bei Bedienungsfehlern.

Literatur

- [1] H.Wiedemann, "Particle Accelerator Physics", I & II. Springer-Verlag (1993 & 1995).
- [2] "CAS RF Engineering for Particle Accelerators", Vol 1 & 2, CERN 92-03 (1992)
- [3] D. Einfeld, F. Pérez, S. Voigt, A. Fabris, M. Svandrlík. EPAC 98, Stockholm, p.1820.
- [4] M. Boccai, A. Fabris, C. Pasotti, P. Pittana, M. Svandrlík, D. Einfeld, F. Pérez, S. Voigt. EPAC 98, Stockholm, p. 1817.
- [5] D. Einfeld, F. Pérez, S. Voigt, M. Humpert. PAC 99, New York, p. 806

Das Vakuumsystem für ANKA

D. Einfeld, E. Huttel, FGS

Allgemeine Anforderungen

Die Lebensdauer des Elektronenstrahls in einem Speicherring wird durch die Streuung der Elektronen am Restgas begrenzt. Um eine Lebensdauer von mehr als 10 Stunden zu erreichen, ist ein Vakuum im Bereich von 2×10^{-9} mbar notwendig. Drucke dieser Größenordnung lassen sich im allgemeinen mit der gängigen UHV-Technik problemlos erreichen. Bei einem Elektronen-Speicherring wird jedoch während des Betriebes durch die Einwirkung der Synchrotronstrahlung auf die Kammerwand eine erhebliche Gasmenge desorbiert. Dies geschieht, in dem die Synchrotronstrahlung Photoelektronen aus der Wand ablöst, die ihrerseits Gasionen ablösen. Weiterhin ist mit der Synchrotronstrahlung eine erhebliche thermische Leistung verbunden, die ebenfalls abgeführt werden muss.

Die durch die Synchrotronstrahlung von der Materialoberfläche desorbierte Gasmenge ist abhängig von der Zahl der absorbierten Photonen [1], die ihrerseits proportional zur Energie und Stromstärke der gespeicherten Elektronen ist. Der Proportionalitätsfaktor wird als Desorptionskoeffizient η bezeichnet. Er gibt die Zahl der Gasmoleküle an, die pro auf die Wand auftreffendes Photon desorbiert werden. Er ist abhängig vom Wandmaterial und der absorbierten Photonendosis. Desorptionskoeffizienten der für Speicherringe gebräuchlichen Wandmaterialien sind aus Messungen bekannt. Der Desorptionskoeffizient η hat für Edelstahl

und Kupfer zu Beginn der Einwirkung der Synchrotronstrahlung einen Wert von 0,01 und erreicht nach längerer Exposition Werte kleiner 10^{-6} . Aluminium hat zu Beginn der Exposition eine etwa 10 mal höhere Desorptionsrate als Edelstahl und Kupfer, die sich mit zunehmender Dosis aber an diese angleicht.

Der Druck ergibt sich aus der Desorptionsrate und der Saugleistung S der Vakuumpumpen aus folgender Formel:

$$p[\text{mbar}] = 30 \eta I[\text{A}] E[\text{GeV}] / S [\text{l/s}]$$

Für einen Elektronenstrom von $I = 0,4 \text{ A}$ mit einer Energie $E = 2,5 \text{ GeV}$ ergibt sich somit bei einer realistischen effektiven Saugleistung von $S = 10^4 \text{ l/s}$ und einem Desorptionskoeffizienten $\eta = 10^{-6}$ ein Druck von $3 \times 10^{-9} \text{ mbar}$. Die erwartete Entwicklung des Desorptionskoeffizienten und des Drucks als Funk-

tion der akkumulierten Dosis ist in Abb.1 dargestellt.

Um den gewünschten Druck zu erreichen, ist nicht so sehr die installierte Pumpleistung entscheidend, als vielmehr die Reduzierung der Gas-Desorptionsrate. Die Reinigung des Wandmaterials erfolgt am besten durch längere Einwirkung der Synchrotronstrahlung.

Material der Vakuunkammer

Als Material für Vakuunkammern von Speicherringen findet Aluminium, Edelstahl und Kupfer Verwendung. Der Vorteil von Aluminium liegt in der kostengünstigen Herstellung von langen Kammern durch Strangziehen, es ist hiermit prädestiniert für große Speicherringe mit einem Umfang von mehreren hundert Metern. Ein weiterer Vorteil ist seine gute Wärmeleitfähigkeit, die eine bessere Verteilung und Abführung

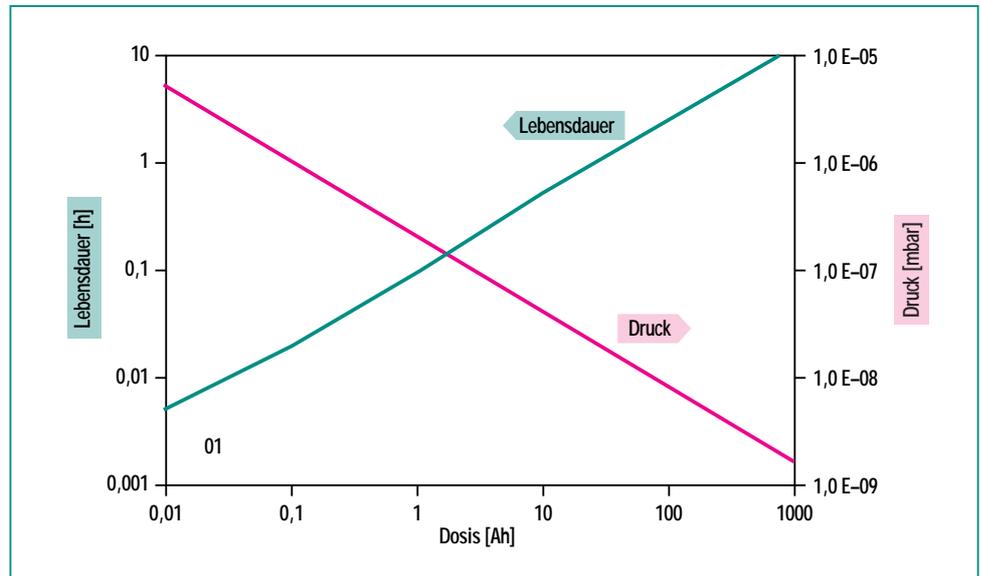


Abb. 1: Erwartetes Verhalten des Druckes und der Elektronenstrahl-Lebensdauer für ANKA.

der Synchrotron-Strahlungsleistung bewirkt, sowie die Möglichkeit des Ausheizens durch Beschicken der Kühlkanäle mit erhitztem Druckwasser. Ein Nachteil ist die bereits erwähnte hohe Desorptionsrate. Auch ist ein leckdichtes Verschweißen von Aluminium Kammern in UHV Technik nicht einfach zu bewerkstelligen. Für die Verbindungsflansche sind sowohl Aluminium mit Al-Dichtscheiben als auch Aluminium-Edelstahl-Übergänge mit Kupferdichtungen in Verwendung.

Kupfer vereint die Vorteile der guten Wärmeleitfähigkeit mit einer niedrigen Desorptionsrate und wäre somit als Material der Vakuumkammer besonders geeignet. Allerdings lässt sich Kupfer nur einsträngig strangziehen. Auch lässt sich das Anbringen der Kühlkanäle und die Verbindung zu Edelstahlflanschen zuverlässig nur mit aufwändiger Elektronenstrahl-Schweißung oder Vakuumlötung bewerkstelligen, was entsprechend hohe Kosten verursacht.

Edelstahl (304L, 318LN) ist das bevorzugte Standard-Material in der Vakuumtechnik. Der Desorptionskoeffizient ist niedrig. Vakuumkomponenten sind in großer Vielfalt am Markt erhältlich. Die Festigkeit des Materials ist wesentlich höher als die von Aluminium und Kupfer. Die Fertigungstechnik wird von vielen Herstellern beherrscht. Von Nachteil ist die schlechte Wärmeleitfähigkeit, die den Einbau spezieller Kupferabsorber erforderlich macht.

Die Vor- und Nachteile der verschiedenen Materialien wurden mit den Herstellern diskutiert. Die Entscheidung, die Vakuum-Kammer von ANKA aus Edelstahl fertigen zu lassen, wurde schließlich wegen der günstigeren Angebote und der größeren Erfahrung der Hersteller mit diesem Material getroffen.

Design der Vakuumkammer

Die Vakuumkammer ist im Bereich eines Ablenkmagneten in eine Kammer zur Führung des Elektronenstrahls und eine Vor-

kammer aufgeteilt, die durch einen Spalt getrennt sind. Die im Ablenkbereich des Magneten entstehende Synchrotronstrahlung tritt aus dem Bereich der Kammer für den Elektronenstrahl aus und wird von einem separaten Absorber in der Vorkammer abgefangen. An dieser Stelle ist daher eine entsprechend hohe Pumpleistung installiert, um die durch die Synchrotronstrahlung desorbierte Gaslast abzupumpen. Bei ANKA sind pro Ablenkmagnet zwei solcher Absorber in Verbindung mit 500 l/s und 300 l/s Ionengetterpumpen installiert, die insgesamt 90% der Strahlleistung abfangen. Die verbleibenden 10% werden im weiteren Verlauf in den geraden Vakuumkammern direkt auf der Kammerwand absorbiert, wobei 150 l/s Ionengetterpumpen im Abstand von ca. 1,5 m zum Abpumpen verwendet werden. Abb. 2 zeigt in Draufsicht eine Vakuumkammer im Bereich des Ablenkmagneten mit den Vorkammern, sowie die sich anschließende gerade Kammer. Der Bereich eines Ablenkmagneten ist auf der Fotografie in Abb. 3 zu sehen.

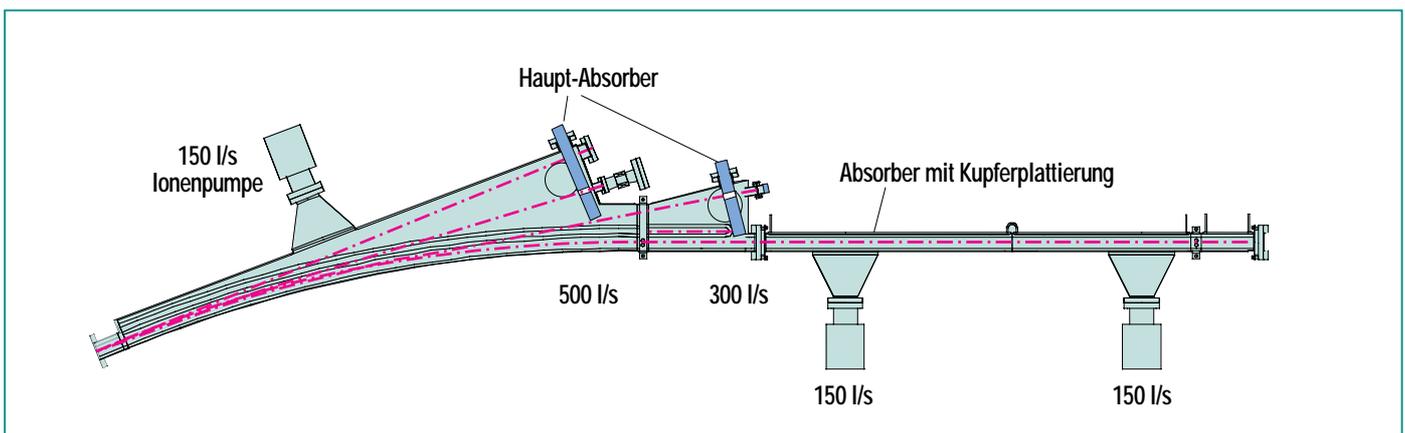


Abb. 2: Draufsicht auf die Vakuumkammer im Bereich des Ablenkmagneten, sowie auf die sich anschließende gerade Kammer.

Die Führungskammer für den Elektronenstrahl hat im gesamten Ring eine Höhe von 32 mm und eine Breite von 70 mm. Die großen Kammern im Bereich der Ablenkmagneten haben eine Länge von ca. 3 m, wobei die Breite an einem Ende auf bis zu 0,5 m zunimmt. Sie sind aus je einer oberen und unteren 3 mm dicken Platte gefertigt. Die Kammer für den Elektronenstrahl und die Vorkammer sind durch einen 15 mm hohen, 30 mm weiten Spalt getrennt, der durch Tiefziehen einer Rinne in die obere und untere Kammerhälfte erzeugt wurde. Wegen der großen Spannweite an dem einem Ende der Kammer sind hier Stützrippen an der Außenseite angebracht, um die Durchbiegung unter Vakuum auf $< 0,5$ mm zu reduzieren. Die Dimensionierung der Stützrippen erfolgte unter Verwendung eines Finite Elemente Programms ANSYS [2]. Alle Längsnähte wurden mit Elektronenstrahl verschweißt, alle anderen Nähte wurden ohne Füllmaterial WIG-verschweißt.

Zum Pumpen der Vakuumkammern werden bei ANKA kommerzielle Ionengetterpumpen eingesetzt. Ionengetterpumpen sind als Dioden und Trioden erhältlich. Dioden haben eine höhere Pumpleistung für die meisten Gase, Trioden haben dagegen den Vorteil, dass sie auch Edelgase pumpen. Da bei Synchrotron-Strahlungsquellen im wesentlichen nur mit dem Anfall von H_2 , CH_4 , CO und CO_2 zu rechnen ist, werden für ANKA Dioden verwendet. Die Verteilung der Pumpen und das zu erwartende Druckprofil wurden vorausgerechnet und optimiert. Abb. 4 zeigt die Anordnung der Pumpen im Bereich eines Quadranten von ANKA.



Abb. 3: Fotografie der Vakuumkammer im Bereich eines Ablenkmagneten.

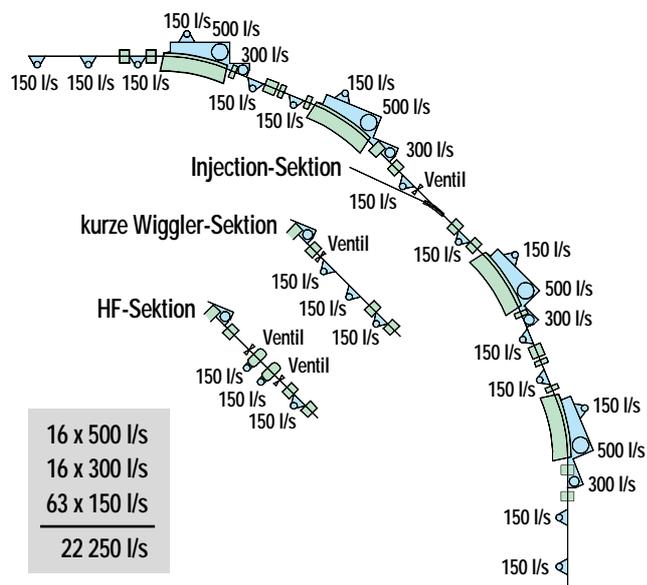


Abb. 4: Anordnung der Vakuumpumpen an einem Quadranten von ANKA.

Absorber

Die im Bereich der Ablenkmagneten abgestrahlte Synchrotronleistung ist gegeben durch

$$P[\text{W}] = 8,9 \times 10^4 (E [\text{GeV}])^4 I [\text{A}] / r[\text{m}]$$

Hierbei ist E die Energie des Elektronenstrahls, I dessen Stromstärke und r der Krümmungsradius der Bahn des Elektronenstrahls im Bereich der Ablenkmagnete. Für die Auslegung von ANKA ($E = 2,5 \text{ GeV}$, $I = 0,4 \text{ A}$, $r = 5,559 \text{ m}$) ergibt sich somit eine abzuführende Leistung von 250 kW. 90% dieser Leistung wird durch die 2×16 Absorber der Vakuumkammern im Bereich der Ablenkmagnete abgefangen. Pro Ablenkmagnet sind je zwei Absorber installiert. Hierdurch lässt sich die thermische Belastung besser zu verteilen (diese liegt bei 50 W/mm^2 im vorderen Teil des Absorbers, wo aus geometrischen Gründen die höchste Belastung auftritt. Weiterhin kann so eine hohe Pumpleistung effektiver installiert werden. Der Aufbau eines Absorbers ist in Abb. 5 wie-

dergegeben. Er besteht aus zwei gezahnten Kupferblöcken. Die Zahnung ermöglicht Ausdehnung und reduziert so thermische Spannungen bei Belastung. Die Kühlung erfolgt über Langlochbohrungen mit Innenrohr. Die Temperaturverteilung wurde ebenfalls mit dem Finite Elemente Programm (ANSYS) berechnet. Die auftretende Maximaltemperatur kann 260°C betragen. Mit den hierbei auftretenden Spannungen sollten dennoch bis zu 10^5 Zyklen möglich sein.

10% der Synchrotronstrahlung wird in der gekühlten Außenwand der gerade Vakuumkammern absorbiert. Die maximale Belastung liegt hier bei $2,5 \text{ W/mm}^2$ und reduziert sich mit dem Abstand vom Ablenkmagneten auf unter $0,5 \text{ W/mm}^2$. Thermische Berechnungen ergaben, dass die maximale Belastung für eine reine Edelstahlwandung zu hoch wäre. Die Kammer im ersten Abschnitt nach dem Ablenkmagneten wurde daher innen mit einer 3 mm starken Kupfer-Sprengplattierung versehen, die eine bessere Wärmeleitung und somit eine geringere Maximaltemperatur bewirkt.

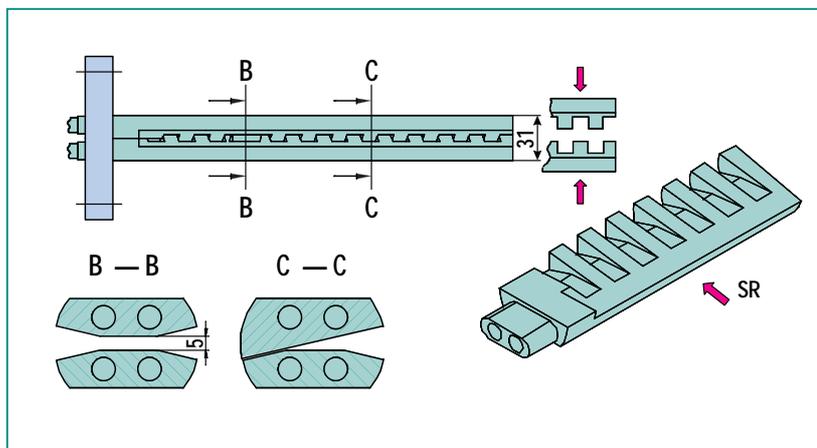


Abb. 5: Aufbau der Hauptabsorber für die Synchrotronstrahlung.

Reinigung der Kammer

Die Kammern wurden beim Hersteller nach Fertigung im Ultraschallbad mit einem alkalischen Lösungsmittel gereinigt, mit entionisiertem Wasser gespült und getrocknet. Anschließend wurden die Kammern Vakuum gepumpt und bei 200°C ausgeheizt. Für die Abnahme wurde Leckdichtigkeit von $< 10^{-9} \text{ mbar l / s}$ und eine Abgasrate von $< 10^{-13} \text{ mbar l / (s cm}^2)$ gefordert.

Bei ANKA erfolgte die Montage der Pumpen, Absorber, Drucksensoren etc., danach erneutes Ausheizen, Lecksuchen, danach Belüften mit Stickstoff und Montage am Ring. Bei den meisten Speicherringen ist es üblich, die Kammern im Ring *in situ* auszuheizen. Aufgrund der Erfahrungen bei der Inbetriebnahme der Synchrotronstrahlungsquelle „ELETTRA“ [3] wurde dies bei ANKA aber nicht vorgesehen. Statt dessen wurde ganz auf die Reinigung durch die Synchrotronstrahlung selbst vertraut. Der Verzicht auf eine *in situ* Ausheizvorrichtung erlaubte geringere Polabstände der Ablenkmagneten und somit geringere Erregerströme, was die Betriebskosten entsprechend reduziert.

Eine weitere Möglichkeit der Vorbehandlung der Vakuumkammern ist die Reinigung durch Glimmentladung in Ar/O_2 oder He/O_2 , wie sie in Brookhaven und Daresbury angewandt wird. Die in Brookhaven durchgeführten Messungen mit Testkammern ergaben eine wesentlich niedrigere Desorptionsrate, der mittels Glimmentladung gereinigten Kammern, zu Beginn der Exposition,

die sich nach einer Dosis von 10^{23} Photonen/m² (entsprechend 0,1 Ah bei 2.5 GeV), an die nicht mittels Glimmentladung gereinigten Kammern angleicht [4]. Messungen am CERN ergaben keinen Vorteil für diese Reinigungsmethode [5]. Um dies weiter zu untersuchen, wurden für ANKA einige Kammern zusätzlich zu Testzwecken in Daresbury mittels Glimmentladung gereinigt. Der Vergleich mit den anderen Kammern erbrachte keinen Unterschied in der Desorptionsrate.

Ergebnisse bei Inbetriebnahme der Anlage

Der Speicherring ist in 4 Sektoren eingeteilt, die durch Schieberventile voneinander getrennt werden können. Jeder Sektor wurde nach der Montage mit vier Turbopum-

pen evakuiert. Nach ca. 24 h wurde ein Druck von 10^{-7} mbar erreicht. Nach Einschalten der Ionengetterpumpen wurde nach weiteren 24 h ein Druck von 10^{-8} mbar erreicht, bis sich nach einer Woche ein Enddruck von 2×10^{-9} mbar einstellte. Bei Inbetriebnahme des Speicherrings (I ca. 5 mA) stieg der Druck auf bis zu 10^{-7} mbar an. In der Folgezeit wurde der Strom im Speicherring soweit erhöht, dass sich ein Druck von maximal 5×10^{-8} mbar einstellte. Durch die Einwirkung der Synchrotronstrahlung erniedrigte sich die Abgasrate der Kammern immer weiter, so dass sich der Druck bei vergleichbarer Stromstärke entsprechend verringerte und die Lebensdauer des Elektronenstrahls entsprechend zunahm. Die Entscheidung auf ein *in situ* Ausheizsystem zu verzichten erwies sich somit als richtig.

Literatur

- [1] O. Gröbner, A.G. Mathewson, H. Störi, P. Strubin, R. Souchet, *Vacuum* 41 (1990) 1928
- [2] www.cadfem.de/software/ansys
- [3] J. Miertusova, F. Giacuzzo, 5. EPAC (1996) i2527
- [4] C.L. Foester, *Synchrotron Radiation News* 11 (1998) 20
- [5] A.G. Mathewson, E. Alge, O. Gröbner, R. Souchet, P. Strubin, *J. Vac. Sci. Tech. A* 5(1987)2512

Das Magnetsystem von ANKA

M. Pont, FGS

Einleitung

Magnete werden in allen ringförmigen Teilchenbeschleunigern eingesetzt. Sie führen den Elektronenstrahl entsprechend der Lorentzkraft auf einer kreisrunden Bahn und fokussieren den Strahl sowohl räumlich als auch hinsichtlich des Impulses oder der Energie.

Man unterscheidet vier Arten von Magneten: Dipolmagnete, Quadrupolmagnete, Sextupolmagnete und Korrekturmagnete. Die Grundlagen dieser Magnete werden im Folgenden beschrieben [1].

Dipolmagnete

Dipolmagnete sind die Grundform der Magnete. Wie der Name bereits sagt, verfügen diese Ma-

gnete über zwei Pole, die ein gleichmäßiges Magnetfeld in vertikaler Richtung quer zum Elektronenstrahl erzeugen. Die Teilchen werden so entlang eines Kreisbogens und, bei Vorhandensein mehrerer Dipolmagneten, auf einer kompletten Kreisbahn geführt.

Der Querschnitt eines typischen Dipolmagneten ist in Abb. 1 gezeigt. Der Teilchenstrahl befindet sich im Raum zwischen den von dem C-förmigen Joch gebildeten zwei Polen. Dieses besteht aus qualitativ hochwertigem magnetischen Stahl. Das erforderliche Magnetfeld wird durch den in den beiden Spulen um die Pole fließenden elektrischen Strom erzeugt. Die offene Struktur ist notwendig, damit sich die vom Elektronenstrahl erzeugte Synchro-

tronstrahlung radial nach außen hin ausbreiten kann.

Das von einem solchen Dipolmagneten erzeugte magnetische Feld lässt sich mit folgender Gleichung beschreiben:

$$B = \frac{\mu_0 2N I}{g} \quad (1)$$

Hierbei ist μ_0 die Permeabilität im Vakuum, N die Anzahl der Windungen pro Spule, I der Strom durch die Windungen, und g der Abstand zwischen den Polen (diese Größe wird auch oft als gap "g" bezeichnet).

Quadrupolmagnete

Der Quadrupolmagnet (s. Skizze in Abb. 2) dient der Fokussierung des Elektronenstrahls und damit der Begrenzung seiner physikali-

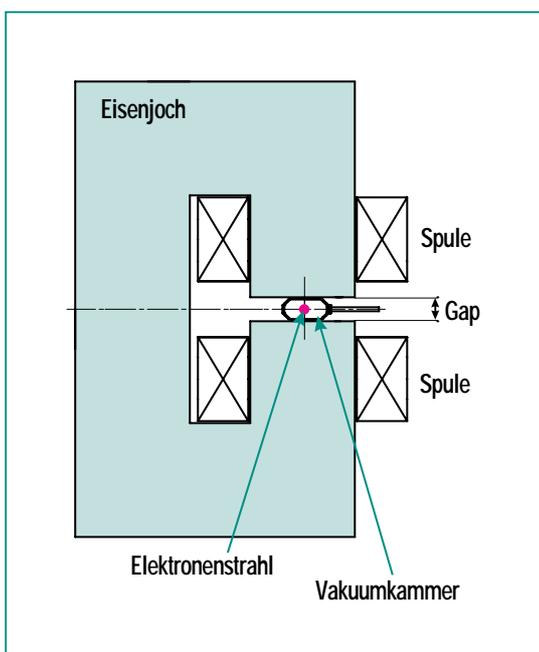


Abb. 1: Schematischer Aufbau eines Dipolmagneten. Eingezeichnet sind das Eisenjoch, die Spulen mit den Windungen, das „gap“ g , die Vakuunkammer und der Elektronenstrahl.

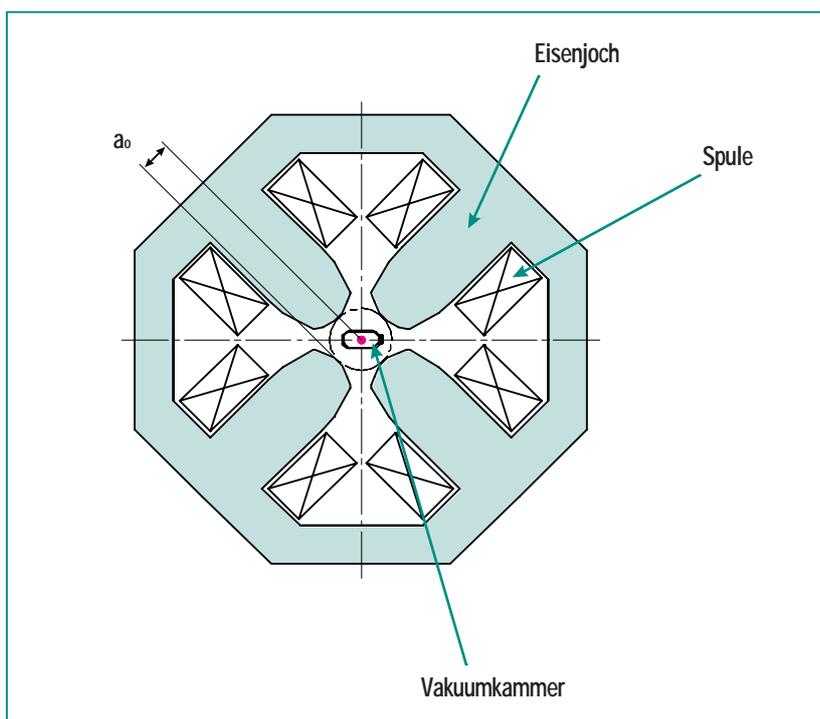


Abb. 2: Geometrischer Aufbau eines Quadrupolmagneten. Eingezeichnet sind das Eisenjoch, die Spulen mit den Windungen, der Polabstand „ a_0 “, die Vakuunkammer und der Elektronenstrahl.

schen Abmessungen sowohl in der horizontalen als auch in der vertikalen Ebene. Wie beim Dipolmagnet verläuft der Elektronenstrahl im Bereich zwischen den Polen. Ein Quadrupolmagnet besitzt vier Pole. Jeder Pol verfügt über eine entsprechende Erregerspule. Der von diesen Polen erzeugte magnetische Fluss hebt sich im Zentrum des Magneten vollständig auf, weshalb hier das Magnetfeld null ist. Ansonsten nimmt die magnetische Flussdichte in jeder Richtung linear mit dem sich vergrößernden Abstand vom Zentrum zu. Teilchen entlang der Mittelachse sind keinem magnetischen Feld und damit auch keiner Einwirkung des Quadrupolmagneten ausgesetzt. Vom Zentrum entfernt liegende Teilchen werden jedoch ähnlich der Brechung eines durch eine Linse verlaufenden Lichtstrahls in der Optik abgelenkt. Der Quadrupolmagnet ist daher ein Gradientenmagnet. Seine Stärke wird durch den Gradienten der magnetischen Flussdichte zwischen den Polen bestimmt. Der Gradient ist die den Quadrupol bestimmende Größe und er berechnet sich aus den technischen Daten des Quadrupols zu:

$$g \text{ [T/m]} = \frac{2\mu_0 N I}{a_0^2} \quad (2)$$

μ_0 , N und I haben dieselbe Bedeutung wie in Gleichung [1], a_0 ist der Abstand vom Mittelpunkt des Quadrupoles zu den Polen (siehe Abb. 2).

Aus physikalischen Gründen ist es nicht möglich mit einem Quadrupolfeld einen Elektronenstrahl sowohl in horizontaler als auch in vertikaler Richtung zu fokussieren. Ist der Magnet so ausgelegt,

dass er horizontal fokussiert, erfolgt eine Defokussierung in vertikaler Richtung und umgekehrt. Allerdings kann die richtige Kombination horizontal fokussierender und vertikal fokussierender Quadrupole an verschiedenen Positionen entlang des Beschleunigerumfangs eine Fokussierung des Elektronenstrahls in beiden Richtungen zur Folge haben. Es sind also mindestens zwei verschiedene Arten von Quadrupolmagneten erforderlich. In den meisten Synchrotronquellen werden allerdings viele verschiedene Arten von Quadrupolmagneten eingesetzt, um die erforderliche Elektronenstrahlform entlang des Beschleunigers zu erzeugen.

Sextupolmagnete

Die Fokussierung in den Quadrupolen hängt von der Energie der Elektronen ab, d. h. die Quadrupole haben sogenannte chromatische Effekte. Mit Hilfe von Sextupolmagneten wird die Änderung der Fokussierung mit dem Elektronenimpuls kontrolliert. Dieser Magnet ähnelt dem Quadrupolmagneten, verfügt allerdings über sechs statt vier Pole. Wie bei einem Quadrupolmagnet, ist im Zentrum ein magnetisches Feld von null vorhanden. Mit zunehmendem Abstand zum Zentrum ändert sich das Magnetfeld quadratisch dazu und somit wird der Sextupol durch den differentiellen Gradienten g' definiert. Dieser berechnet sich aus den technischen Daten zu:

$$g' = \frac{8 \cdot \mu_0 \cdot N \cdot I}{a_0^3} \quad (3)$$

μ_0 , N , I und a_0 haben dieselbe Bedeutung wie beim Quadrupol. In einem Beschleuniger müssen die

chromatischen Effekte in horizontaler und vertikaler Richtung kompensiert werden. Hierfür werden wiederum verschiedene Typen von Sextupolmagneten eingesetzt. In Abhängigkeit von ihrer Position im Beschleuniger variieren die Stärken und Polaritäten der Sextupole.

Korrekturmagnete

Korrekturmagnete werden auch als Steuermagnete bezeichnet. Gewöhnlich handelt es sich um kleine Dipolmagnete, mit deren Hilfe der Elektronenstrahl abgelenkt werden kann. Bei der Verwendung von vielen Korrekturmagneten und kleinen Ablenkungen (oft spricht man auch von "kicks") wird eine minimale Abweichung der tatsächlichen von der idealen Bahn im Beschleuniger erreicht.

Bei ANKA eingesetzte Magnete

Die im ANKA-Speicherring [2] verwendeten Magnete sind in Tab. 1 aufgeführt. Das Magnetensystem von ANKA besteht aus 16 Dipolmagneten, 40 Quadrupolmagneten, zwei Arten von Sextupolmagneten und zwei von Korrekturmagneten. Physikalisch werden zwei Typen von Quadrupolmagneten, nämlich Q320 und Q390, unterschieden. Sie unterscheiden sich in ihrer Länge und der Anzahl ihrer Wicklungen, was einen unterschiedlichen maximalen Magnetgradienten zur Folge hat. Beide Typen der Sextupolmagneten unterscheiden sich ebenfalls in der Anzahl ihrer Wicklungen.

Magnettyp	Bezeichnung	Anzahl	Maximale Stärke (B ₀ , g und g')
Dipolmagnet	BEN	16	1,5 T
Quadrupolmagnet	Q320	32	18,1 T/m
Quadrupolmagnet	Q390	8	17,9 T/m
Sextupolmagnet	SH	8	551 T/m ²
Sextupolmagnet	SV	16	482 T/m ²
Korrekturmagnet	CORRH	28	0,066 T
Korrekturmagnet	CORRV	16	0,060 T

Tab. 1: Bei ANKA eingesetzte Magnete.

Parameter	Einheit	Wert
Anzahl der Magnete		16
Nominales Magnetfeld	T	1,50
Effektive Magnetlänge	mm	2183,1
„gap“	mm	41
Jochlänge	mm	2130
Anzahl der Windungen pro Spule		40
Leiterquerschnitt	mm ²	15 x 15
Kühlkanaldurchmesser	mm	7
Anzahl der A-Windungen	A-Windungen	27500
Stromstärke	A	687,5
Verlustleistung	W	18800
Anzahl der Kreisläufe		4
Wasserdurchsatz	l/min	4,70

Tab. 2: Parameter der Dipolmagnete.

Parameter	Einheit	Q320	Q390
Anzahl der Magnete		32	8
Nominaler Feldgradient	T/m	18,10	17,85
Effektive Magnetlänge	mm	320	390
Nominaler integraler Gradient	T	5,79	6,96
Öffnungsradius	mm	35	35
Jochlänge	mm	285	355
Anzahl der Wicklungen pro Spule		26	30
Leiterquerschnitt	mm ²	10x10	10x10
Kühlkanaldurchmesser	mm	4	4
Anzahl der A-Windungen	A-Windungen	9412	9000
Stromstärke	A	362	300
Verlustleistung	W	2725	2367
Anzahl der Kühlkanäle		2	2
Wasserdurchsatz	l/min	1,2	1,1

Tab. 3: Parameter der Quadrupolmagnete.

Auslegung der Magnete

Da die Elektronen mehrere Stunden lang im Speicherring zirkulieren, muss die Magnetfeldqualität hohen Anforderungen genügen. So ist beispielsweise für den Dipolmagnet ein innerhalb von wenigen Zehntausendstel gleichmäßiges Magnetfeld im Bereich des umlaufenden Strahles erforderlich. Um die notwendige Feldqualität zu erzielen, die mit Hilfe von numerischen Simulationen bestimmt wird, bekommen die Magnetpole eine besondere Form. Mit Ausnahme einiger sehr einfacher Fälle gibt es keine analytische Lösungen für die Form der Magnetpole. Bei ANKA erfolgte die Auslegung der Magnetpole mit Hilfe des zweidimensionalen magnetostatischen Finite-Elemente-Programms POISSON [3].

Die Dipol-, Quadrupol- und Sextupolmagnete müssen gekühlt werden, um eine Überhitzung der Spulen zu verhindern. So wird zum Beispiel in den Dipolmagneten eine Leistung von 18,8 kW verbraucht (siehe Tab. 2). Als Kühlmittel wird demineralisiertes Wasser verwendet. Die Magnete wurden so ausgelegt, dass sie einem maximalen Temperaturunterschied von 15 Grad zwischen Wasserzulauf und Wasserablauf standhalten.

Auslegung der Dipolmagnete

Die Dipolmagnete (siehe Abb. 1) wurden für ein maximales magnetisches Feld von 1,5 T ausgelegt. Die Auslegungsparameter des Dipolmagneten sind in Tab. 2 zusammengestellt.

Auslegung der Quadrupolmagnete

Die Quadrupolmagnete wurden für einen maximalen Magnetfeldgradienten von 20 T/m entworfen. Die Auslegung erfolgte mit Hilfe des zweidimensionalen Codes POISSON. Das Joch besteht aus identischen Vierteln. Beide Quadrupoltypen verwenden den gleichen Querschnitt. Sie haben jedoch einen unterschiedlichen Energiestrom und Windungszahl. Die wichtigsten Parameter dieser Magnete sind in Tab. 3 zusammengefasst.

Auslegung der Sextupolmagnete

Die Sextupolmagnete wurden für einen maximalen magnetischen differentiellen Gradienten von 700 T/m² ausgelegt, obwohl sie bei sehr viel geringerer Stärke eingesetzt werden. Beide Sextupoltypen nutzen den gleichen Querschnitt, haben jedoch unterschiedliche Erregung und Windungszahl. Die Parameter dieser Magnete gehen aus Tab. 4 hervor.

Auslegung der Korrekturmagnete

Es wurden zwei Typen von Korrekturmagneten verwendet. Ein Typ erzeugt ein vertikales Magnetfeld, mit dessen Hilfe die Bahn in der horizontalen Ebene korrigiert wird. Der zweite Typ von Korrekturmagneten wirkt in vertikaler Richtung. Tab. 5 zeigt die wichtigsten Parameter der Korrekturmagnete. Die Stärke der Magnete ist so ausgelegt, um auf die Elektronenbahn bei 2,5 GeV einen Kick von 1 mrad zu übertragen.

Bau der Magnete

Die Magnete wurden aus lamelliertem Stahl gebaut. Die Dicke der Lamellen betrug 1 mm. Für die Herstellung des Dipoljoches wurden die einzelnen Lamellen übereinander angeordnet, gepresst und an den Ecken und Außenseiten zu einem starren Block miteinander verschweißt. Auch das Joch der Quadrupol- und Sextupolmagnete wurde entsprechend hergestellt. Zur Verbindung dieser Lamellen wurde dann allerdings ein Klebverfahren eingesetzt. Der für die Spulen verwendete elektrische

Leiter besteht aus Cu. Er ist hohl und kann daher mit Hilfe von Wasser gekühlt werden. Bei dem Ablenk magnet, Quadrupol und Sextupol führen die elektrischen Verlustleistungen zu einer Erwärmung der Spulen und somit hat der Cu-Leiter der Windungen einen Kühlkanal. Bei nominaler Last ergibt sich bei einer Druckdifferenz von 10 bar eine Temperaturerhöhung zwischen Eingang und Ausgang von 15° Celsius. Die Eingangstemperatur ist 19° Celsius. Die Magnete sind mit einem Wasserschalter und thermischen Schaltern ausgestattet. Auf diese

Parameter	Einheit	SH	SV
Anzahl der Magnete		8	16
Nominaler Feldgradient	T/m ²	551,10	481,7
Effektive Magnetlänge	mm	145	145
Nominaler integraler Gradient	T/m	79,9	69,8
Öffnungsradius	mm	37,5	37,5
Jochlänge	mm	120	120
Windungen pro Spule		20	18
Leiterquerschnitt	mm ²	7 x 7	7 x 7
Kühlkanaldurchmesser	mm	3	3
Anzahl der A-Windungen	A-Windungen	4000	3420
Stromstärke	A	200	190
Verlustleistung	W	1020	827
Anzahl der Kühlkanäle		2	2
Wasserdurchsatz	l/min	0,5	0,4

Tab. 4: Parameter der in ANKA eingesetzten Sextupolmagnete.

Parameter	Einheit	CORR H	CORR V
Anzahl der Magnete		28	16
Nominales Magnetfeld	T	0,066	0,060
Effektive Magnetlänge	mm	108	108
Jochlänge	mm	100	100
Anzahl der Spulen		1	2
Anzahl der Windungen pro Spule		2300	1890
Leiterquerschnitt	mm ²	1	1,96
Anzahl der A-Wicklungen	A-Wicklungen	2300	3780
Stromstärke	A	1	2
Verlustleistung	W	14,9	58,8

Tab. 5: Parameter der Korrekturmagnete.

Weise wird ein Brand der Spulen bei einem Ausfall der Kühlung vermieden. Die Korrekturmagnete bestehen aus Hartstahl anstelle von laminiertem Stahl. Sie werden außerdem nicht mit Wasser gekühlt, da ihre Verlustleistung sehr gering ist.

Magnetische Messungen

Wie bei der Auslegung der Magnete berichtet, müssen die Magnetfelder in dem Ablenkmagneten bestimmte Homogenitätskriterien erfüllen. Diese müssen experimentell bestimmt werden, um später über ein Modell das Verhalten des Elektronenstrahles beschreiben zu können. Die magnetischen Messungen an den Dipol-

magneten wurden mit Hilfe einer Hall-Sonde vorgenommen. Sie wurde mit einem NMR-System auf einen Wert von besser als $\pm 0,1$ T kalibriert. Sie wurde auf einer Bank montiert die es erlaubt, in drei Richtungen Bewegungen [4] durchzuführen und zwar mit einer Genauigkeit von 5 μm bei einer Auflösung von 1 μm .

Für die Charakterisierung der Quadrupol- und Sextupolmagnete wurde ein rotierendes Spulensystem verwendet [5]. Hierbei rotiert eine Spulenschleife um die Mittelachse des Magneten und es wird die induzierte Spannung als Funktion des Rotationswinkels ermittelt. Die Fourier-Analyse dieser Spannung gibt den integralen Gradient der Quadrupol- und

Sextupolmagnete sowie den Betrag der höheren Multipolfelder wieder. Das System verfügt über eine relative Genauigkeit von besser als $\pm 2 \cdot 10^{-4}$ für die wichtigste Harmonische im Verhältnis zur Hauptkomponente.

Prototypen

Für jeden Magnettyp wurde ein Prototyp gebaut, um die Daten zur elektrischen Versorgung, Kühlung und Feldhomogenität zu ermitteln. Die Prototypen der Quadrupol- und Sextupolmagnete wurden im März 1998 und die des Dipolmagneten im Juli 1998 geliefert. Die magnetische Vermessung der Magnete [6, 7] zeigt, dass deren Spezifikationen weitgehend erfüllt wurden. Die Magnete wurden daher mit nur geringfügigen Modifikationen gegenüber den Prototypen gebaut. Die wichtigsten Ergebnisse der Messungen, die für die Dipol-, Quadrupol- und Sextupolmagnete erzielt wurden, sollen im folgenden dargestellt werden.

Abb. 3 zeigt die für den Prototypen des Dipolmagneten ermittelte magnetische Flussdichte als Funktion des Erregerstroms. Am Anfang ist ein linearer Zusammenhang zwischen Energiestrom und magnetischer Flussdichte gegeben; bei höheren Erregerströmen tritt eine Sättigung auf. Das nominale Magnetfeld ($B_0 = 1,5$ T) wird bei einem Strom erreicht, der 7 % über dem für einen idealen Magneten erwarteten Wert liegt. Dies stimmt mit den Berechnungen nach POISSON überein.

Abb. 4 zeigt den typischen Feldverlauf in transversaler Richtung bei verschiedenen Stromstärken.

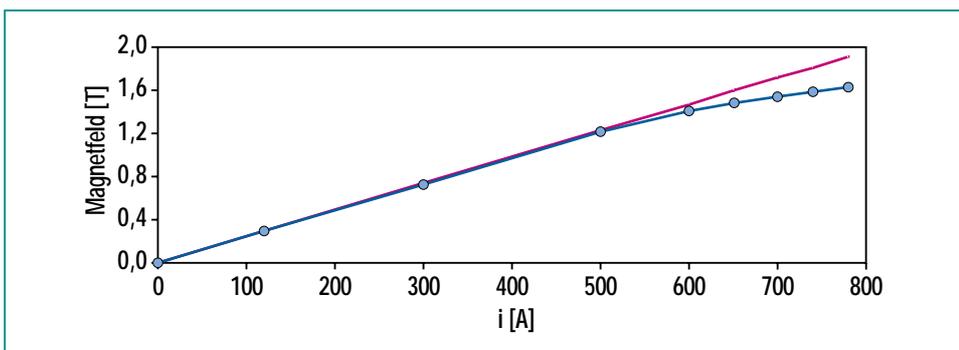


Abb. 3: Magnetfeld eines typischen Dipolmagneten als Funktion der Stromstärke. Die gerade Linie zeigt das Verhalten eines idealen Magneten. Die Linie mit den ausgefüllten Punkten zeigt die für den Magneten ermittelten Messwerte.

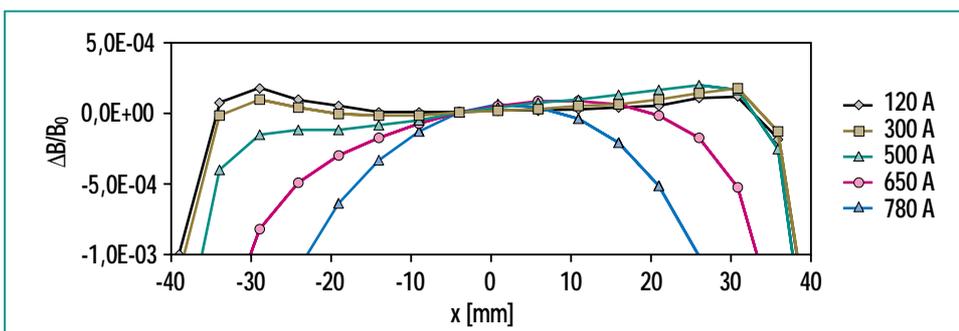


Abb. 4: Transversalfeld eines typischen Dipolmagneten bei verschiedenen Erregerströmen.

Die Feldhomogenität wurde hier als relative Differenz zwischen dem Magnetfeld $B(x)$ und dem Magnetfeld im geometrischen Zentrum des Magneten $B(x = 0)$ berechnet:

$$\frac{B(x) - B(x = 0)}{B(x = 0)} \quad (4)$$

Hier bezeichnet x die transversale Richtung auf der Ebene der Bahn. Bei kleinen Erregerströmen ergibt sich ein symmetrischer Feldverlauf. Mit steigendem Erregerstrom tritt eine Quadrupolkomponente auf.

Tab. 6 zeigt den integralen Gradienten für die beiden Typen der Quadrupolmagnete. Die Werte sind in guter Übereinstimmung mit den theoretischen Betrachtungen.

Der Sextupolmagnet vom Typ SH benötigt einen nominalen integralen Gradienten von 79,9 T/m. Dieser wird bei einer Stromstärke von 200 A erreicht. Andererseits benötigt der Sextupolmagnet vom Typ SV einen integralen Gradienten von 69,8 T/m, der bei einer Stromstärke von 190 A erreicht wird. Die Differenz vom Idealwert beträgt für beide Magnete etwa 1 %.

Die Messungen zum Elektrischen- und Kühlverhalten zeigten eine gute Übereinstimmung mit den Entwurfsberechnungen. Was die mechanischen Toleranzen betrifft, so wurden die Auslegungstoleranzen für die Dipolmagnete nicht vollständig erreicht, da die Abweichung des Gaps zwischen den Polen größer als erforderlich war. Bei der späteren Serienproduktion wurde diesem Aspekt große Aufmerksamkeit ge-

Stromstärke [A]	gL [T] für Q320	gL [T] für Q390
100	1,72	2,41
200	3,41	4,77
300	5,04	6,97
400	6,09	8,09

Tab. 6: Integraler Gradient der Quadrupolmagnete Q320 und Q390.

schenkt. Der Quadrupolmagnet vom Typ Q390 und die beiden Sextupolmagnete Sv und SH lagen innerhalb der festgelegten Toleranzen, allerdings war die Streuung der Polabstände für den Typ Q320 zu groß. Dies wurde auf einen Defekt des Stapelgeräts zurückgeführt. Ein zweiter Prototyp des Q320, der sich innerhalb der festgelegten Toleranzen befand, wurde dann Mitte Juni 1998 geliefert.

Serienproduktion der Magnete

Nach Abnahme der Prototypen wurde die Serienproduktion freigegeben. Die Produktion wurde streng überwacht. Bereits im Werk wurden vom ANKA-Personal Tests durchgeführt, um sicherzustellen, dass die Magnete auch die festgelegten Toleranzen einhalten.

Im Dezember 1998 befanden sich bereits alle Quadrupol- und Sextupolmagnete bei ANKA. Der letzte Dipolmagnet traf im Mai 1999 ein. Die Korrekturmagnete wurden im Juli 1999 geliefert.

Sofort nach ihrem Eintreffen wurden die Magnete elektrischen, magnetischen und mechanischen Messungen unterworfen, um de-

ren Übereinstimmung mit den Spezifikationen zu überprüfen.

Was die mechanischen Toleranzen betrifft, so wurden die Auslegungstoleranzen bei den Dipolmagneten nicht vollständig erreicht. Die Abweichung des Gaps zwischen den Polen war größer als erforderlich. Außerdem lag die Länge der Magnete nicht im Toleranzbereich. Simulationen des Strahlverhaltens innerhalb des Magnetfeldes dieser Dipole zeigten allerdings, dass die Fehler durch den Einbau von Nebewiderständen in ausgewählte Magnete korrigiert werden könnte. Die Quadrupol- und Sextupolmagnete lagen innerhalb der festgelegten Toleranzbereiche.

Messungen der Serienmagnete [7]

Bei der Messung der in der Serienproduktion hergestellten Magnete ist von Bedeutung, wie weit die technischen Daten der verschiedenen Magnete voneinander abweichen. Absolute Genauigkeit ist dabei weniger wichtig als die Minimierung der Unterschiede zwischen den Magneten. Deshalb soll im vorliegenden Abschnitt ausschließlich auf die relative Abweichung zwischen den wichtigsten Parametern (Magnetfeld, Magnetgradient) bei den

verschiedenen Magneten eingegangen werden.

Dipolmagnete

Abb. 5 zeigt die relative Differenz des mittleren integralen Feldes bei den Dipolmagneten:

$$\frac{B(x) - B(x=0)}{B(x=0)} \quad (4)$$

für alle Magnete bei nominaler Stromstärke. Die relative Differenz beträgt maximal $\pm 2 \cdot 10^{-3}$. Dies entspricht einer Abweichung von der vorgesehenen Ablenkung von $\pm 0,8$ mrad. Hierdurch werden Abweichungen des Elektronenstrahles vom Sollorbit durchgeführt. Diese werden jedoch mit den Korrekturmagneten weitgehend kompensiert.

Quadrupolmagnete

Abb. 6 zeigt die relative Differenz zwischen dem gemessenen integralen Gradienten und dem mittleren integralen Gradienten. Für die 32 Quadrupole vom Typ Q320 bleibt die Abweichung $\Delta g/g$ unter $\pm 5 \cdot 10^{-3}$. Diese 32 Quadrupole werden entsprechend der Magnetoptik weiter in vier Gruppen mit jeweils acht Magneten unter-

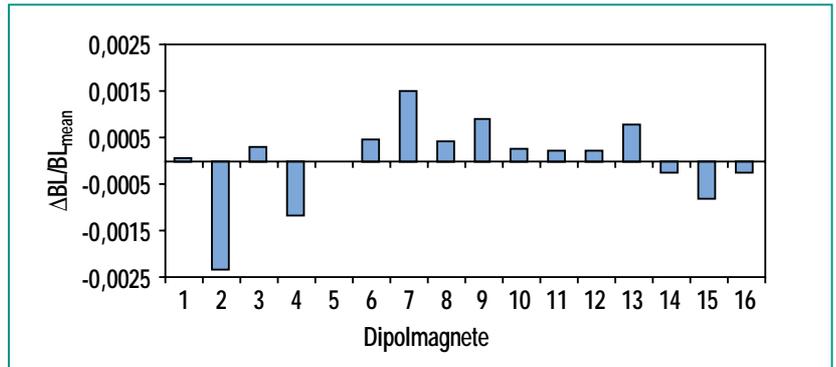


Abb. 5: Relative Abweichung vom mittleren Feldintegral für Dipolmagneten bei 650 A.

teilt. Abschließend liegt somit die relative Differenz zum Mittelwert für diese drei Gruppen unter $1 \cdot 10^{-3}$. Lediglich für eine Untergruppe der Magnete steigt der Wert auf $\pm 3 \cdot 10^{-3}$, was aber immer noch der Spezifikation entspricht. Für die Quadrupole ergibt sich eine relative Abweichung des gemessenen integralen Gradienten von unter $\pm 4 \cdot 10^{-3}$.

Sextupolmagnete

Abb. 7 zeigt die relative Abweichung von der mittleren integralen Sextupolkomponente für die Sextupolmagnete vom Typ SV bei 200 A. Ähnliche Ergebnisse wurden für SH beobachtet.

Korrekturmagnete

Nicht für alle Korrekturmagnete wurden Messungen durchgeführt. Für eine Auswahl von Magneten wurden ähnliche Messungen wie bei Dipolmagneten vorgenommen. Die Ergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung mit den Entwurfsdaten.

Einbau der Magnete in den Speicherring

Im März 1999 wurde mit dem Einbau der Magnete in den Speicherring begonnen. Abb. 8 zeigt ein Foto während dieser Maßnahme. Die Magnete wurden dann verkabelt und der Anschluss der Kühl-

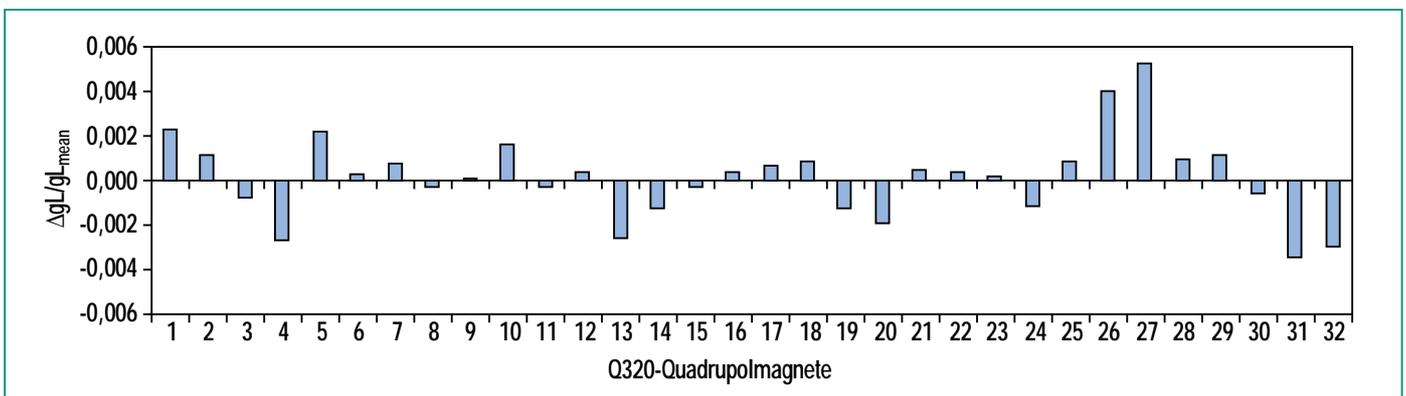


Abb. 6: Relative Abweichung vom mittleren integralen Gradienten für die Q320-Quadrupolmagnete bei 350 A Nominalstromstärke.

wasserversorgung wurde durchgeführt. Im Dezember 1999 waren alle Magnete in Betrieb.

Zusammenfassung

Zur Herstellung von Synchrotronstrahlung ist ein Strahl radial beschleunigter geladener Teilchen erforderlich, die mit relativistischer Geschwindigkeit auf einer Kreisbahn umlaufen. In ANKA handelt es sich bei diesen geladenen Teilchen um Elektronen, die mit Hilfe eines Magnetfelds entsprechend der Lorentzkraft abgelenkt werden. Die Ablenk- bzw. Dipolmagnete in einem Beschleuniger haben die Aufgabe, die Elektronen um exakt 360 Grad abzulenken, damit sie nach einem Umlauf wieder an den Ausgangspunkt zurückkommen. Da der Elektronenstrahl nicht punktförmig ist und die magnetischen Felder von den idealen Feldern abweichen, werden weitere magnetische Elemente benötigt, um den Strahl einzugrenzen und Verluste zu vermeiden. In ANKA werden zur Fokussierung des Elektronenstrahls 40 Quadrupolmagnete eingesetzt. Weitere 16 Sextupolmagnete dienen zur Korrektur hinsichtlich chromatischer Effekte der Quadrupole. 40 kleine Dipolmagnete (Korrekturmagnete) werden benötigt, um kleine Fehler in den Ablenkmagneten bzw. Fehlaufstellungen der Quadrupole zu korrigieren.

Im vorliegenden Beitrag sollen zunächst die erforderlichen Parameter der verschiedenen magnetischen Elemente, die bei ANKA eingesetzt werden, beschrieben werden. Im Weiteren wird dann auf deren Bau und Qualitätskontrolle eingegangen.

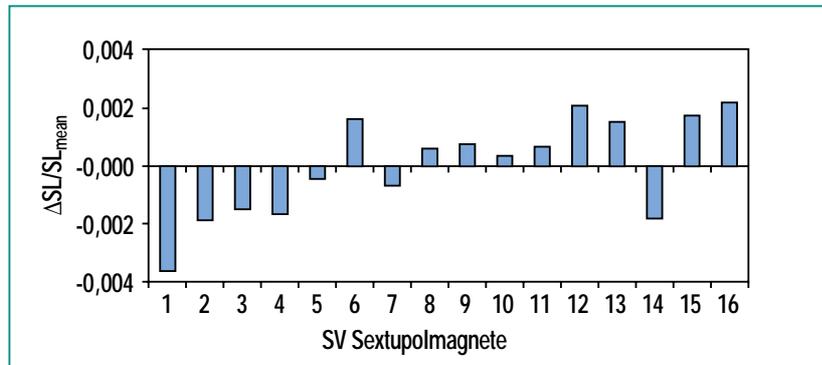


Abb. 7: Relative Abweichung von der mittleren integralen Sextupolkomponente.



Abb. 8: Einbau der Magnete in den Speicherring.

Literatur

- [1] H. Winick (ed.), *Synchrotron Radiation Sources, a primer*, World Scientific 1994
- [2] D.Einfeld et al., *European Particle Accelerator Conference 1996, Sitges (Spanien)*, S. 2179
- [3] *POISSON, User Manual LA-UR-96-1834*, Los Alamos 1996
- [4] *LLS measuring bench*, persönliche Mitteilung
- [5] *Danfysik Model 692 User Manual, Danfysik A/S, (DK)*
- [6] M.Pont, D.Einfeld, A.Krüssel, *Magnet prototypes for ANKA, European Particle Accelerator Conference 1998, Stockholm*
- [7] M.Pont, D.Einfeld, A.Krüssel, *Magnetic measurements of the ANKA storage ring magnets, Particle Accelerator Conference 1999, New York*

Die gepulsten Magnete bei ANKA

D. Einfeld, E. Huttel, M. Pont, FGS

Grundlagen

Für das Einfädeln eines Elektronenstrahls aus einer Transportlinie in einen Speicherring, so wie das Ausfädeln aus einem Ring in eine Transferlinie, sind schnelle

(gepulste) Magnete notwendig, die nur für eine Zeit, vergleichbar mit der Umlaufzeit der Elektronen im Ring, eingeschaltet sind. Zum Füllen des Speicherring wird bei ANKA ein Elektronen-Puls von etwa 0.05 μsec Länge und 5 mA

Amplitude aus dem Booster in den Speicherring eingeschossen. Der einlaufende Strahl wird über einen speziellen Magneten (Septum) parallel zum gespeicherten Strahl gebracht. Dieser Magnet ist so gebaut, dass sein Feld nur den einlaufenden, nicht aber den gespeicherten Strahl beeinflusst. Der bereits gespeicherte Strahl wird, wie in Abb. 1 schematisch dargestellt, zum Zeitpunkt der Injektion, über schnelle Magnete (Kicker) zum Rand der Vakuumkammer, nahe zum einlaufenden Strahl, gelenkt. Einlaufender Strahl und gespeicherter Strahl werden dann über zwei weitere schnelle Magnete zur Mitte der Vakuumkammer geführt. Das Feld der Kicker-Magnete muß beim weiteren Durchgang am Injektionsort soweit abgeklungen sein, dass die Einengung im Bereich des Septums nicht getroffen wird. Der injizierte Strahl führt zunächst noch transversale Schwingungen um den gespeicherten Strahl aus, die dann durch Abstrahlung von Synchrotronstrahlung gedämpft werden. Er wird somit in den gespeicherten Strahl integriert.

Das Ausfädeln eines Elektronenstrahls aus einem Ring in eine Transportlinie geschieht ebenfalls über einen schnellen Kicker und einem Septummagneten. Der gespeicherte Strahl wird über einen schnellen Kicker in Richtung des Septums abgelenkt. Elektronen, die während des Feldanstiegs den Kicker passieren, erhalten keine ausreichende Ablenkung und treffen auf die Vakuumkammer, wie in Abb. 2 dargestellt. Um die Verluste zu minimieren, muss der Extraktions-

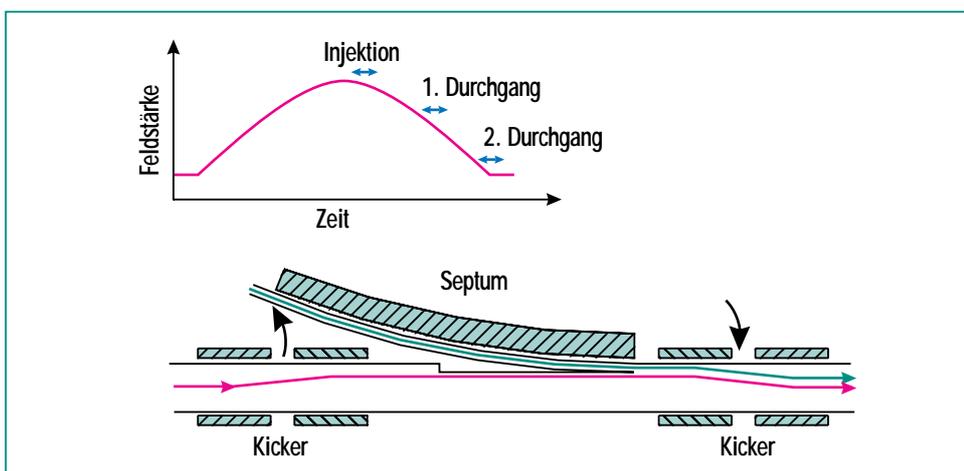


Abb. 1: Oberer Teil: Zeitlicher Verlauf des Kickerimpulses. Während der Injektion hat die Kickerstärke ihr Maximum. Beim weiteren Durchgang des Strahls muss diese soweit abgefallen sein, dass die Vakuumkammer nicht getroffen wird. Unterer Teil: Schematische Darstellung des Injektionsvorgangs: Der gespeicherte Strahl (rot) wird über Kicker in Richtung des Septums gelenkt, aus dem der injizierte Strahl (grün) eintritt. Weitere Kicker bringen beide Strahlen zur Mitte der Vakuumkammer.

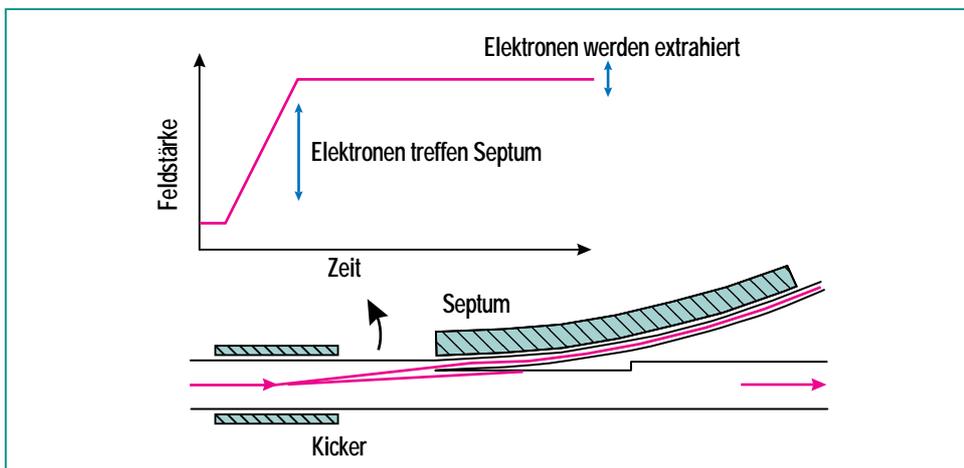


Abb. 2: Schematische Darstellung der Extraktion aus einem Speicherring. Der Elektronenstrahl wird über einen Kicker mit besonders schnellem Anstieg in Richtung Septum gelenkt. Elektronen, die den Kicker, während des Einschaltens durchlaufen, sehen nicht genügend Feld und gehen verloren (gebogene Linie).

Kicker daher einen sehr schnellen Anstieg haben (kleiner als die Umlaufzeit im Speicherring) und während einer Umlaufzeit mit konstanter Stärke anliegen.

Elektrische Schaltung

Elektrotechnisch sind die Kicker zur Injektion und Septummagnete wie ein Schwingkreis mit Induktivität und Kapazität ausgelegt. Ein Kondensator (C) wird über ein Netzgerät aufgeladen und über die Spule (L) des Kickers, bzw. Septums entladen. Die erforderliche Ladespannung (U_L) ist durch die folgenden Gleichung gegeben:

$$U_L = \pi L I_M / \tau$$

$$C = (\tau / \pi)^2 / L$$

Der resultierende Stromimpuls hat die Form einer halben Sinuswelle mit der Länge (τ). Für den Extraktionskicker lässt sich diese Schaltung nicht verwenden, da hier ein schneller Impulsanstieg mit einem sich anschließenden flachen Bereich benötigt wird. Hierzu wird ein Kabel über ein Netzgerät aufgeladen. Über einen Schalter wird dann das Kabel über die Induktivität des Extraktions-Kickers und einen an das Kabel angepassten Widerstand entladen. Beim Schalten bricht die Spannung am Schalter auf die Hälfte zusammen. Eine Spannungswelle läuft vom Schalter zum anderen Ende des Kabels, wird dort reflektiert und über den Widerstand vollständig entladen. Ladespannung (U_L), Anstiegszeit (τ), und Pulsdauer (t) werden durch die folgenden Gleichungen beschrieben (L' und C' sind die

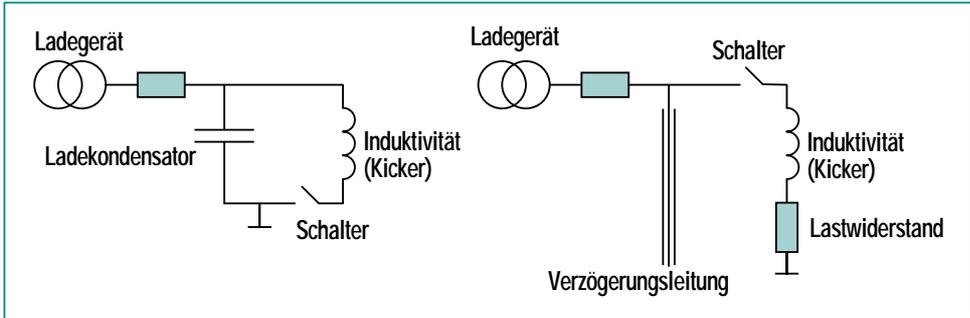


Abb. 3: Schematische Darstellung der Schaltungen für Injektions- und Extraktionskicker. Der Impuls des Injektionskickers hat die Form eines halben Sinus (siehe Abb. 1), der des Extraktionskickers eine gerundete Rechteckform (siehe Abb. 2).

spezifischen Induktivitäten und Kapazitäten des Kabels per Meter).

$$U_L = 2 R I_M$$

$$\tau = L / R$$

$$t = l (L' C')^{1/2}$$

Die Schaltkreise für beide Injektions- und Extraktionskicker sind in Abb. 3 dargestellt. Als Schalter werden für Injektionskicker und Septum Halbleiter (IGBT) verwendet. Für den Extraktionskicker muss wegen der hohen Spannung von 20 kV ein Tyratron (eine gasgefüllte Röhre) verwendet werden.

Kicker

Die für die Injektion und Extraktion benötigten Feldstärken der Kicker hängen von der Anordnung der Quadrupole und Dipole im Speicherring, sowie von der Energie der Elektronen und der Position der Kicker im Ring ab. Auf deren Berechnung soll hier nicht eingegangen werden. Feldstärke, Stromstärken und Spannungen sind für Kicker und Septum in Tab. 1 wiedergegeben. Um die benötigte Spannungen möglichst niedrig zu halten, muss die Induktivität klein sein. Das Magnetfeld wird daher mit nur einer Stromschleife erzeugt. Stromlei-

Parameter	Einheiten	Extraktions-Kicker	Injektions-Kicker	Injektions-Septum
B Feld	T	0.002	0.025	0.8
Strom	A	160	1000	8000
Ladespannung	V	20000	1600	210
Polabstand	mm	26	46	11
Bogenlänge	m	0.4	0.2	0.523
Ablenkwinkel	mrad	2	2	262
Pulslänge	µsec	0.1	3	200

Tab. 1: Parameter der gepulsten Magnete bei ANKA

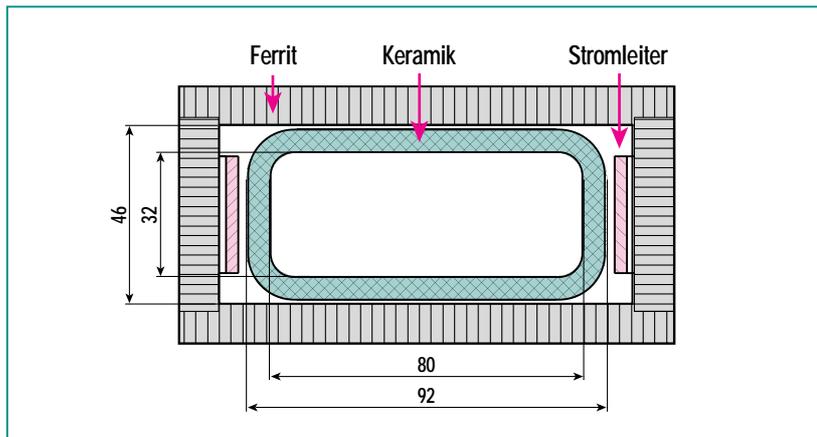


Abb. 4: Querschnitt durch einen Injektionskicker des Speicherrings von ANKA. Die Vakuumkammer ist aus Keramik, um Wirbelströme durch den schnellen Kickerimpuls zu vermeiden. Aus dem gleichen Grund wird für das Joch Ferrit verwendet. Das Magnetfeld wird mit nur einem Leiter erzeugt, um die Induktivität klein zu halten.

ter und Joch befinden sich außerhalb der Vakuumkammer. Das Joch zur Führung des Magnetfeldes ist als Fenster um Spule und Vakuumkammer herumgeführt. Abb. 4 zeigt den Querschnitt eines Injektionskickers von ANKA.

Das Joch ist aus Ferrit hergestellt, um die bei den schnellen

Strompulsen erzeugten Wirbelfelder zu reduzieren. Aus dem gleichen Grund ist es nicht möglich, eine metallische Vakuumkammer zu verwenden. Diese ist aus 6 mm dicker Keramik mit einer 2 µm dicken Innenbeschichtung aus Titan. Die Titanschicht wurde durch Spattern aufgetragen. Diese ist notwendig, um für den gespei-

cherten Elektronenstrahl eine gleichförmig leitende Umhüllung zu haben. Abb. 5 zeigt einen Kicker vor der Montage.

Septum

Hauptkriterium eines Septum-Magneten ist die Ablenkung des ein- bzw. auslaufenden Strahls, ohne den gespeicherten Strahl zu beeinflussen. Weiterhin muss die Trennung zwischen den beiden Strahlkanälen (die Septumschiene) möglichst klein sein. Abb. 6 zeigt einen Querschnitt durch den Septum-Magneten mit den beiden Vakuumkammern.

Der Magnet ist als C-Magnet ausgelegt, mit einer Stromschleife zu beiden Seiten der Vakuumkammer des einlaufenden Strahls. Die Vakuumkammern sind im Bereich der Engstelle auf 0.5 mm verjüngt, der Stromleiter hat an dieser Stelle ebenfalls eine Stärke von nur 0.5 mm, so dass sich mit notwendiger Isolierung für die Septumschiene eine Dicke von

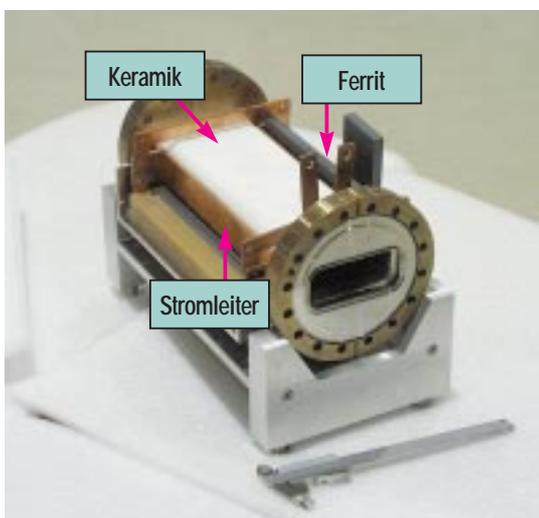


Abb. 5: Injektionskicker des Speicherrings von ANKA.

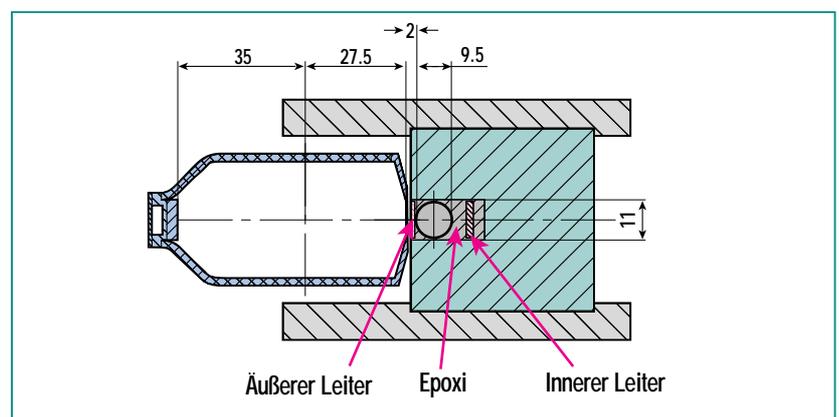


Abb. 6: Querschnitt durch das Injektions-Septum. Der einlaufende Strahl wird durch das 10-mm-Rohr in die Hauptkammer gelenkt. Deren halbe Weite ist hier einseitig von 35 auf 27.5 mm eingengt. Das Feld wird durch eine Leiterschleife (rot) erzeugt. Das Joch (grün) für das Magnetfeld besteht aus laminierten Blechen.

etwa 2 mm ergibt. Zur Erregung des für die Ablenkung des einlaufenden Strahls notwendigen Magnetfeldes von 0,8 T ist ein Strom von 7000 A notwendig. Diese Stromstärke lässt sich über einen ungekühlten Stromleiter nur kurzzeitig anwenden, weshalb Septummagnete ebenfalls gepulst betrieben werden. Beim Testen des Septums zeigte es sich, dass der Einfluss des Magneten auf

den gespeicherten Strahl größer als erwartet war. Zur Reduzierung des Einflusses musste der Abstand des Stromleiters zum Magnetjoch minimiert werden, was Probleme bei der Isolation ergab, zum anderen wurde μ -Metall zwischen Stromleiter und Hauptvakuumkammer angebracht, soweit dies möglich war. Abb. 7 zeigt eine Abbildung des Septums.

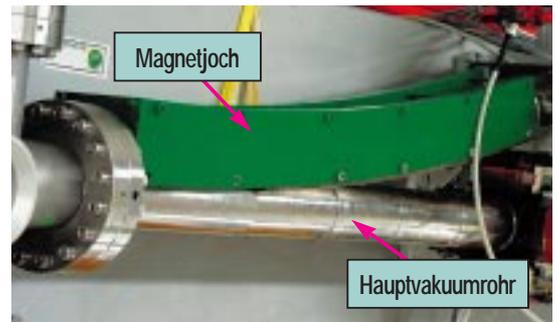


Abb. 7: Abbildung des Extraktions-Septums.

Das Kontrollsystem für den Beschleuniger von ANKA

H. Schieler, IK

Einführung

Das Kontrollsystem dient zur Fernsteuerung und Überwachung einer Vielzahl von Einzelvorgängen innerhalb der Beschleunigeranlage ANKA. Das Kontrollsystem für den Beschleuniger basiert auf Client- und Server-PC's mit dem Betriebssystem Windows NT (Microsoft) sowie dem LonWorks-Feldbus (Echelon) mit intelligenten Knoten und

standardisierten Ein-/Ausgabe-(I/O-Interface-)Modulen, mit denen die einzelnen Geräte direkt an die Server-PC's angebunden werden. Die Server-PC's kommunizieren über CORBA (Common Object Request Broker Architecture) mit den Client-PC's im Kontrollraum. Die gesamte Benutzeroberfläche für die Operateure wurde mit Programmen in der Programmiersprache Java als sog. Java Applets/Applications

realisiert. Der erste reale Test des Systems erfolgte in der Zeit zwischen Oktober 98 und März 99 mit der Steuerung und Überwachung des Vakuumsystems und der Netzgeräte des 53-MeV-Microtrons von ANKA. Im Verlauf des letzten Jahres wurde das Kontrollsystem durch die Einbindung von Diagnostik-Elementen, des Hochfrequenzsystems und der „gerampten“ (d.h. dynamisch dem Strombedarf für ein veränderliches Magnetfeld folgenden) Netzgeräte vervollständigt. Momentan wird das Kontrollsystem weiter optimiert, während es gleichzeitig bei der Inbetriebnahme der gesamten Beschleunigeranlage, bestehend aus dem 53-MeV-Microtron, dem 500-MeV-Booster-Synchrotron und dem 2,5-GeV-Speicherring, erfolgreich eingesetzt wird.

Die allgemeine Struktur des Kontrollsystems

Die Struktur des Kontrollsystems wurde so geplant, dass das Kontrollsystem aus der Sicht eines Operators so homogen wie möglich erscheint. Das Design des Kontrollsystems erlaubt die Verwendung der gängigen Intranet/Internet-Infrastruktur und WWW-Technologien wie HTML-/HTTP, WWW-Browser/-Server mit Java und CORBA/IIOP (Internet InterOrb Protocol). Die Entscheidung hierfür wurde getroffen, weil heutzutage WWW-Browser (z.B. Netscape, Internet Explorer) weit verbreitet sind und weil die WWW-Standards dafür sorgen, dass Informationen aller Art auf den verschiedensten Plattformen gleichermaßen verfügbar und auf einheitlichen Be-

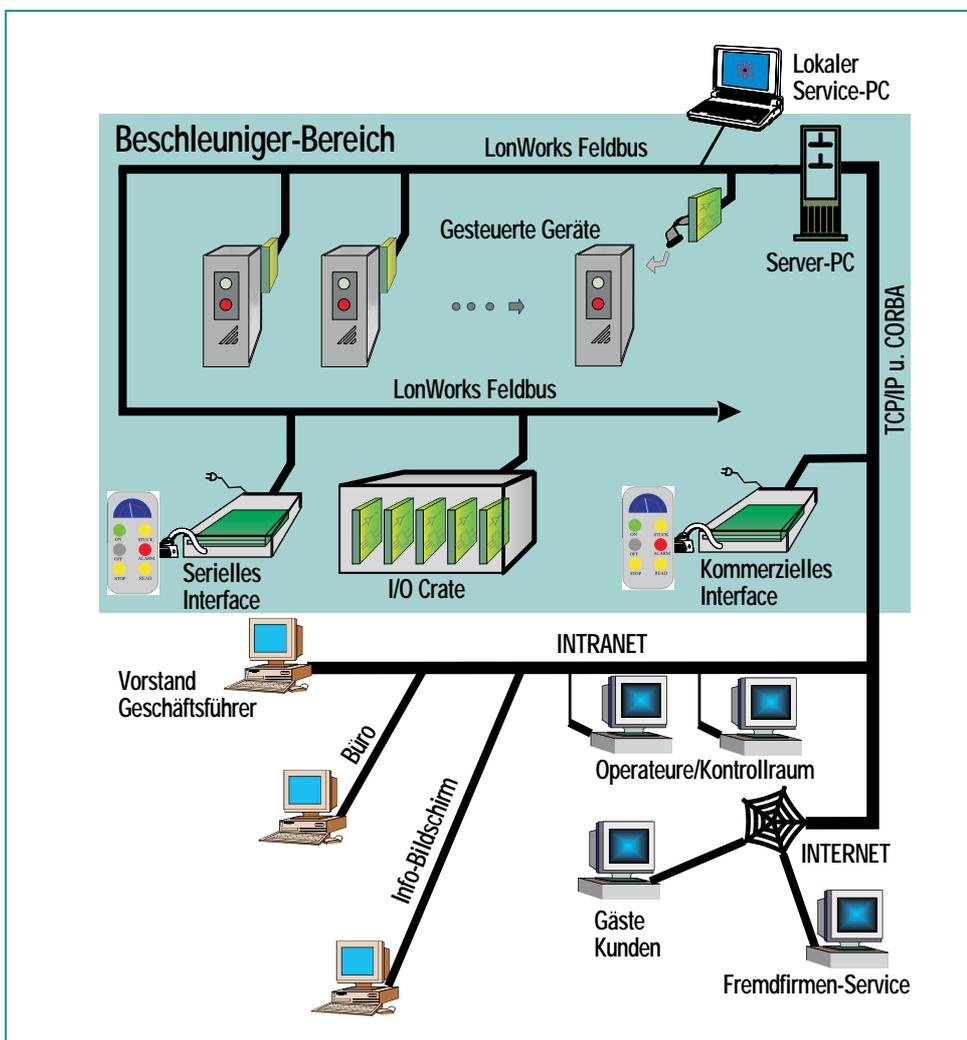


Abb. 1: Schematische Darstellung der allgemeinen Struktur des Kontrollsystems. Der gelb unterlegte Bereich symbolisiert die Visualisierungsschicht, der orange unterlegte Bereich dagegen die Feldbus- und die Prozesssteuerungsschicht.

nutzeroberflächen darstellbar sind.

Technisch gesehen folgt das Kontrollsystem einer 3-Schicht-Standardarchitektur:

- 1) Feldbus-Schicht mit ihrer Geräteanbindung über Schnittstellen
- 2) Prozesssteuerungs-Schicht mit den Beschleuniger-Objekten (z.B. ein Netzgerät)
- 3) Visualisierungs-Schicht mit der graphischen Benutzeroberfläche.

Abstrakt gesehen besteht das Kontrollsystem aus zwei Schichten, die miteinander über die sog. DeviceServer-Programme verbunden sind:

- 1) aus der Feldbus-Schicht mit asynchroner, ereignisgesteuerter Prozessdatenerfassung und Steuerung
- 2) aus der objektorientierten Schicht mit ihrem Modell von Geräten (Devices), in dem die Benutzer/Operateure (Clients) diese ansprechen, als ob diese direkt vor Ihnen stehen.

Abb. 1 zeigt schematisch die allgemeine Struktur des Kontrollsystems.

In den folgenden Abschnitten werden die verschiedenen Schichten etwas genauer beschrieben. Darüber hinaus gehende Details kann man aus [1], [2], [3], [4] entnehmen.

Die Feldbus-Schicht

Der LonWorks-Feldbus ist ein leistungsstarkes Datenerfassungs- und Netzwerk-System, das bis

32000 intelligente Knoten über I/O-Interface-Module direkt an einen Server-PC mit entsprechendem LonWorks-Feldbus-Interface unter Windows 98/NT anbindet. Das PC-Interface ist mit allen Geräte-I/O-Interface-Modulen durch ein zweiadriges Kabel verbunden. Zur Verwaltung sämtlicher Knoten wird auf dem Server-PC das LonWorks Network Service (LNS) Management Tool verwendet. Die LonWorks-Technologie bietet dem Nutzer ein komplettes Netzwerk-System in Hardware und Software auf einem einzigen Microprozessor (dem „Neuron“ Chip) und erspart diesem somit jegliche Netzwerk-Programmierung in dieser Schicht.

Obwohl viele verschiedene LonWorks-Module kommerziell erhältlich sind, kann es durchaus sinnvoll sein, eigene I/O-Interface-Module auf der Basis des Neuron-Chips zu entwickeln, um individuellen Anforderungen besser gerecht zu werden. Nach einer sorgfältigen Analyse der Anforderungen an das ANKA-Kontrollsystem wurden drei Typen von I/O-Interface-Modulen speziell für ANKA entwickelt und produziert, welche die Anforderungen überwiegend abdecken:

- **Ariadne** ist ein serielles Interface-Modul, das die Standards RS-232, RS-422 und RS-485 mit einer maximalen Baudrate von 115 kbit/s unterstützt. Es hat 16 kByte tiefe Pufferspeicher an den Empfangs- und Sende-Leitungen und eine eigene Stromversorgungs-Einheit für 230-V-AC- (Wechselspannung), unregelmäßige und geregelte 5-V-DC-Stromquellen.

und geregelte 5-V-DC-Stromquellen.

- **Zeus** ist ein hochgenaues I/O-Interface-Modul mit einem 16-Bit breiten ADC (Analog-Digital-Converter) mit 4 analogen Eingangskanälen und einem 16-Bit breiten DAC (Digital-Analog-Converter) mit einem digitalen Eingangskanal, einem DAC-Trigger-Eingang und mittels Optokopplern galvanisch getrennten Digital-Kanälen (8 Eingänge und 8 Ausgänge). Die vier Analog-Kanäle mit einer nominellen Rate von jeweils 1 kHz werden auf den ADC gemultiplext. Bei der Messung wird eine Genauigkeit von 0,3 LSB (Least Significant Bit) erreicht. Der DAC arbeitet mit einer maximalen Rate von 10 kHz. Auf dem Modul befindet sich ein zusätzlicher Microcontroller speziell für die Steuerung der Booster- und Speicherring-Netzgeräte. Dieser stellt einen mit dem DAC-Trigger-Eingang synchronisierten Funktionsgenerator, einen 32 kByte Daten-Speicher für DAC und ADC und einen Selbsttest zur Verfügung.

- **Hera** ist ein reines Digital-I/O-Modul mit 24 Eingängen (50 mA), 8 vordefinierbaren Ein- oder Ausgängen (50 mA) und 8 Ausgängen (solid state relays, 1 A). Sämtliche Ein-/Ausgänge (I/O) sind mittels Optokopplern galvanisch getrennt. Neben dem normalen Betriebsmodus können über die Eingänge auch Frequenzen gemessen werden. Hierzu werden die Eingänge in einem weiteren Betriebsmodus zy-

klisch auf einen internen Frequenzzähler (16-Bit breit; Messbereich 0-100 kHz; absoluter Fehler 1,53 Hz) geleitet.

Alle I/O-Interface-Module wurden mit SMD-Technologie und mit den Abmessungen 160 mm x 100 mm (Europa-Format) gebaut. Sie benötigen eine 5-V-DC-Versorgungsspannung und haben die Ein-/Ausgangs-Verbindungsstecker auf der Rückseite und die LonWorks-Verbindung auf der Frontseite. Abb. 2 zeigt die Module und ihren Einbau am Beispiel eines Schrankes (Racks) mit Netzgeräten.

Die für die Neuron-Chips geschriebene Software, die sog. Neuron-Programme, zur direkten Ansteuerung der Geräte beinhalten recht komplexe Funktionen wie eine Zustandsmaschine und Alarmer, synchrones „Rampen“ in 0.1-ms-Schritten und anderes mehr. Die Kommunikation zwischen Neuron und dem Server-PC erfolgt mittels der LNS-Biblio-

thek mit ihren Netzwerkvariablen und -aufrufen, was gleichzeitig das Management des Feldbus-Netzwerks erlaubt. Auf der Seite des Server-PC's übernehmen die sog. DeviceServer-Programme (siehe folgender Abschnitt) u.a. auch diese Aufgabe. Darüber hinaus werden beim Systemstart sämtliche benötigten Laufzeit-Konstanten aus einer zentralen Datenbank, der sog. Statischen Datenbank, geladen und auf die richtigen Knoten verteilt.

Die Prozesssteuerungs-Schicht

In der Prozesssteuerungs-Schicht laufen die DeviceServer-Programme, worin die zu steuernden Geräte als Objekte modelliert werden. Diese Objekte (und damit auch die echten Geräte) sind an den entfernt stehenden Client-PC's (z.B. im Kontrollraum) nur über deren in der Software-Schnittstelle offengelegten Parametern zugänglich. Dies be-

deutet praktisch gesehen, dass nur diejenigen Eigenschaften der Geräte dem Nutzer/Operateur zur Einsicht oder Manipulation offengelegt werden, die für die Kontrolle bzw. Steuerung der Anlage erforderlich sind, und dies auch nur in der vom Programmierer vorgesehenen Form (z.B. können sicherheitsrelevante Aktionen nur nach nochmaliger Bestätigung ausgeführt werden). Alle anderen Eigenschaften werden in der Regel vor dem Nutzer/Operateur verborgen gehalten.

Das Accelerator Control Interface (ACI), eine von der Programmiersprache unabhängige Sammlung von Software-Schnittstellen, die als Objekte über das gesamte Netzwerk verteilt sein können, benutzt den CORBA Standard als Netzwerk-Transportprotokoll.

Alle gängigen Beschleunigerkomponenten wie Netzgeräte, Vakuum- und Hochfrequenzkomponenten, Strahlage- und Strahlstrommonitore, usw. sind darin

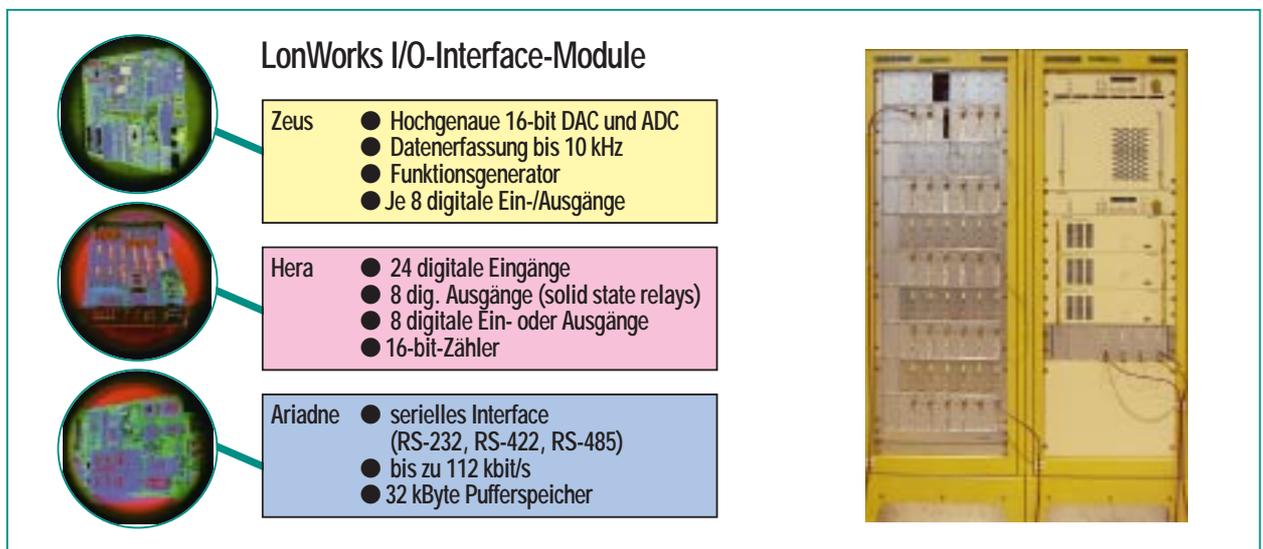


Abb. 2: LonWorks I/O-Interface-Module und ihr Einbau am Beispiel eines der Schränke mit Netzgeräten.

durch ihre Funktionen und ihre Parameter definiert. Jeder kontrollierbare Parameter (z.B. Strom-Sollwert eines Netzgerätes), auch Geräteeigenschaft genannt, ist wiederum ein eigenständiges Objekt, für das Aktionen wie Lesen/Setzen, Inkrementieren/Dekrementieren usw. implementiert sind. Alle mit einer Geräteeigenschaft verbundenen Konstanten wie Minimum-/Maximum-Werte, Gerätenamen und -beschreibung, usw. erhält man direkt aus dem Objekt, d.h. eine Datenbankabfrage ist daher nicht notwendig. Die Parameter werden asynchron über sog. Monitorobjekte aktualisiert

CORBA als Transportprotokoll wurde wegen seiner objektorientierten Struktur und wegen seiner Unabhängigkeit von Betriebssystemen und Programmiersprachen gewählt. Die Geschwindigkeitsanforderungen und die Notwendigkeit mit externen Treibern zu kommunizieren führte zur Wahl von C++ als Programmiersprache für die DeviceServer-Programme auf den Server-PC's.

Die Kommunikation zwischen Benutzer/Operator (Clients) und Geräten (Devices) läuft vollständig asynchron ab. Die Antworten der DeviceServer auf Anfragen des Clients gehen über Rückrufe (Callbacks). Eine andere Art der Callbacks sind die „repeated callbacks“, die oben schon erwähnten Monitore. Hierbei registriert sich ein interessierter Client bei einem oder mehreren DeviceServer, um gewünschte Informationen mit einer bestimmten Aktualisierungsrate automatisch zugestellt zu bekommen.

Vereinfacht ausgedrückt ist die Prozesssteuerungs-Schicht im Wesentlichen ein Protokollumsetzer zwischen dem LonWorks-Feldbus, an dem die Geräte angeschlossen sind und den über das LAN (TCP/IP) und mittels CORBA verbreiteten Objekten, welche die tatsächlichen Geräte für den Benutzer/Operator (Client) modellieren. Hierbei erfüllt diese Schicht auch die Filter- und Verteilfunktion im gesamten System. Abb. 3 zeigt die auf einem Server-PC von 5 verschiedenen DeviceServer bereitgestellten Geräte (exportierten Objekten).

Die Visualisierungsschicht

Jeder Zugriff eines Benutzers/Operators auf das Kontrollsystem erfolgt über die graphische

Benutzeroberfläche (Graphical User Interface, GUI), welches mit der Programmiersprache Java erstellt wurde und aus sog. „Applets/Applications“ zusammengesetzt ist. In diesen „Applications“ wurden sog. „Java beans“ benutzt, die bei Verwendung geeigneter Entwicklungsumgebungen graphisch, d.h. ohne eine Zeile Programmiercode, erstellt werden können. Diese „beans“ kann man als einzelne Steine eines Baukastens verstehen, die man untereinander zu einem Gesamtgebäude zusammensetzen kann, indem man die von außen zugänglichen Software-Schnittstellen der „beans“ geeignet miteinander verbindet.

Jede „Application“ kann aus zwei Typen von „beans“ bestehen:

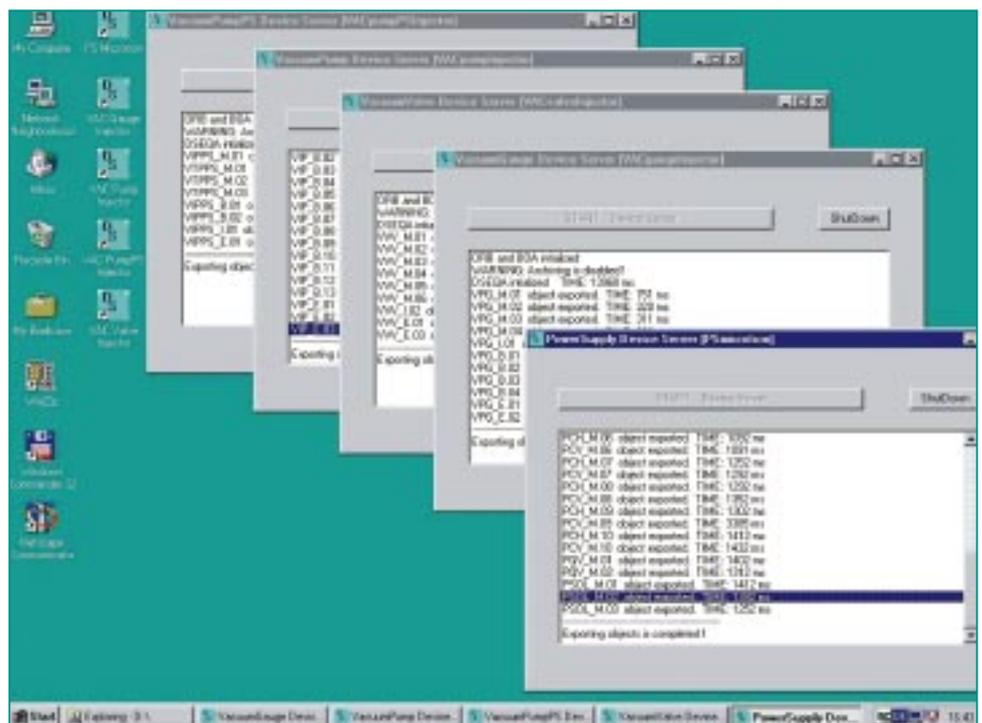


Abb. 3: Bildschirm eines Server-PC's mit den von 5 verschiedenen DeviceServer-Programmen bereitgestellten Geräten (exportierten Objekten).

- „Visual beans“ (GUI Objekte wie Knöpfe, Scrollbars, Anzeigen, Diagramme, ...);
- „Accelerator beans“ (auch „Abeans“ genannt; jede „Abean“ repräsentiert ein reales Beschleuniger-Element, z.B. ein Netzgerät oder eine Vakuum-Pumpe).

Die Kommunikation zwischen Benutzer/Operator am Client-PC und dem DeviceServer auf dem Server-PC der Prozesssteuerungs-Schicht ist in solch einem „Abean“ eingekapselt, d.h. für den Nutzer bleibt das Netzwerk unsichtbar, und damit auch die

Aufgaben der Netzwerk-Kommunikation wie öffnen und schließen einer Verbindung, Übertragung von Daten, Fehlerbehandlung usw.

Während die „Abeans“ selbst erstellt wurden, sind die meisten „Visual beans“ kommerziell erhältlich. Daher ist die wesentliche Arbeit beim Erstellen eines Bedienfeldes für ein Gerät das geeignete Verbinden des entsprechenden „Abeans“ mit den benötigten „Visual beans“ in einer graphischen Entwicklungsumgebung. Abb. 4 zeigt den Bildschirm eines Client-PC's mit drei geöffneten

neten „Applications“ für die Netzgeräte des Injektors von ANKA.

Das Kontrollsystem im Betrieb

Das Kontrollsystem ist in verschiedenen Ausbaustufen seit Oktober 1998 im Betrieb. In der ersten Stufe wurde mit je einem Client- und einem Server-PC, sowie einem einzigen LonWorks-Feldbus-Strang das 53-MeV-Microtron getestet und in Betrieb genommen. Nach der Einbindung des 500-MeV-Booster-Synchrotrons und des 2,5-GeV-Speicher-

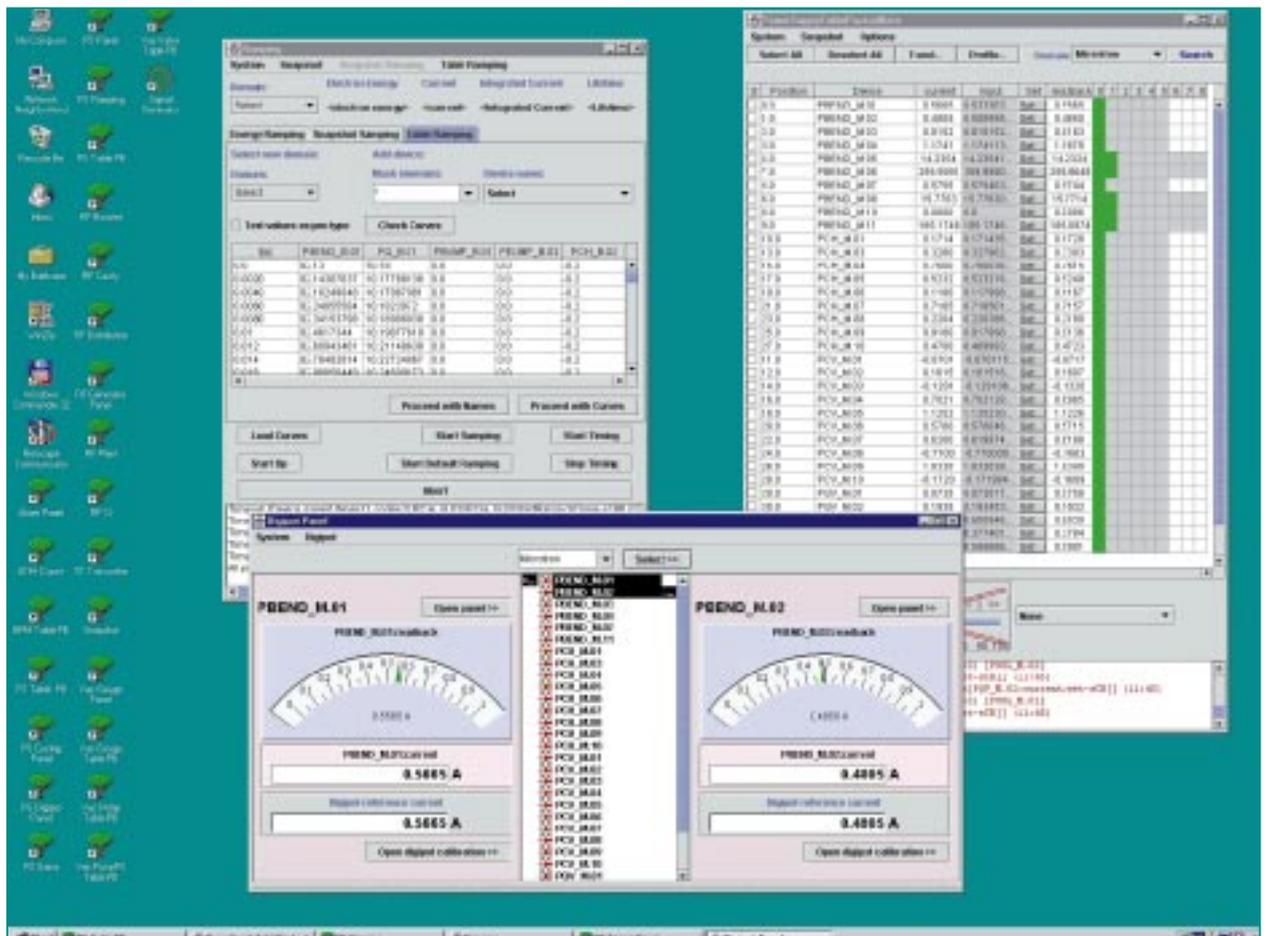


Abb. 4: Bildschirm eines Client-PC's mit drei geöffneten Applikationen für die Netzgeräte des Injektors von ANKA.

rings mit ihren normalen und „gerampften“ Netzgeräten, des Vakuum- und Hochfrequenzsystems und einigen Diagnostikelementen besteht das Kontrollsystem heute aus folgenden Hardware- und Softwarekomponenten:

- 9 Client- und 9 Server-PC's, alle mit dem Betriebssystem Windows NT 4.0 Workstation mit PII/266MHz bis PIII/500MHz CPU's und 256 MB RAM. Dazu kommen noch etwa 8-10 weitere Rechner mit den verschiedensten Aufgaben (Personensicherheit, Dosimetrie, 20 KV-Anlage, Heizung/Klima/Lüftung, Timing-System, weitere Diagnostik-Elemente, Teststände, Server für die NT-Domäne, usw.), die überwiegend nicht dem hier vorgestellten Kontrollsystem-Konzept zuzurechnen sind. Alle Rechner sind untereinander in einem strukturierten Fast-Ethernet Netzwerk (100 Mbit) über TCP/IP verbunden.
- Auf den Client-PC's läuft die aus Java Applets/Applications bestehende graphische Benutzeroberfläche. Dies sind im wesentlichen Tabellen mit allen Geräten gleichen Typs (z.B.: alle Netzgeräte) oder Schalttafeln, je eine für jedes Gerät. Alle Client-PC's sind gleich konfiguriert und haben jeweils sämtliche Programme verfügbar.
- Die DeviceServer-C++-Programme laufen verteilt auf den 9 Server-PC's. Für jeden Gerätetyp gibt es eine Device-Server-Applikation. Diese fungiert als Software-Interface zwischen dem Client GUI und dem Gerät, indem sie Werte zum Client und Befehle zum Gerät weitergibt.
- DeviceServer-Programme und Client-Applikationen kommunizieren mittels der CORBA-Implementation „Visibroker“ (Inprise).
- Insgesamt 9 LonWorks-Feldbus-Interfacekarten in den 9 Server-PC's sind mit allen 199 I/O-Interface-Modulen (144 Zeus, 39 Ariadne, 16 Hera) durch zweiadrige Kabel verbunden. Dies ist der Feldbus, über den die DeviceServer-Programme mit den Interfacekarten und den zugehörigen Geräten kommunizieren.

Momentan wird das Kontrollsystem weiter optimiert, während es gleichzeitig bei der Inbetriebnahme der gesamten Beschleunigeranlage, bestehend aus dem 53-MeV-Microtron, dem 500-MeV-Booster-Synchrotron und dem 2,5-GeV-Speicherring, erfolgreich eingesetzt wird.

Literatur

- [1] M. Dach, S. Hunt, B. Jeram, M. Juras, K. Kenda, I. Kriznar, B. Lesjak, K. Mele, T. Milharcic, M. Perko, M. Peternel, U. Platise, M. Plesko, H. Schieler, M. Smolej, R. Sabjan, G. Zkacik, I. Verstovsek, B. Zorko, K. Zagar, *PCaPAC99 workshop, Tsukuba, Japan (January 12-15, 1999)*
- [2] K. Kenda, I. Kriznar, M. Perko, U. Platise, M. Plesko, M. Smolej, *PCaPAC99 workshop, Tsukuba, Japan (January 12-15, 1999)*
- [3] M. Plesko, *PCaPAC99 workshop, Tsukuba, Japan (January 12-15, 1999)*
- [4] M. Dach, S. Hunt, M. Plesko, G. Tkacik, *PCaPAC99 workshop, Tsukuba, Japan (January 12-15, 1999)*

Strahlrohre und Messplätze an ANKA – Spektrum der verfügbaren Anwendungsmöglichkeiten

G. Buth, K. Cerff, S. Doyle, K. Hesch, Y.-L. Mathis, W. Mexner, R. Simon, R. Steininger, FGS; M. Hagelstein, ANKA GmbH; H. O. Moser, Singapore Synchrotron Light Source (Singapur)

Einleitung

Das ANKA-Proposal vom Jahre 1995 enthielt einen Ansatz von 12 Mio DM für Strahlrohre und Messplätze, und bei diesem Betrag ist es im Verlauf des Projektes „Errichtung ANKA“ von 1996 bis 2000 auch geblieben. Die Aufgabe bei der Auswahl und Beschaffung der Strahlrohre und Messplätze bestand darin, aus diesem vorgegebenen Budget möglichst viele Messeinrichtungen zu schaffen, die sich durch eine große Nachfrage seitens industrieller und wissenschaftlicher Nutzer auszeichnen und damit eine Basis für eine erfolgreiche Ge-

schäftstätigkeit der ANKA GmbH bilden können.

Das Ergebnis dieses Prozesses aus Auswahl, Spezifikation, Beschaffung und schließlich Aufbau von Strahlrohren und Messplätzen wird im folgenden so weit im Detail dargestellt, dass ein potentieller Interessent beurteilen kann, in welchem Maße er damit eigene Experimente durchführen kann. Die beschriebenen Einrichtungen an Strahlrohren und Messplätzen gehören zur Erstausrüstung im Projekt ANKA. Sie sind in Abb. 1 und Tab. 1 im Überblick dargestellt. Eine Ausnahme bildet die Einrichtung der Max-Planck-Gesellschaft, die

außerhalb des ANKA-Budgets finanziert wurde und primär für Grundlagenforschung genutzt werden wird.

Wie Abb. 1 zu entnehmen ist, gibt es einen Block von drei Strahlrohren für die Röntgentiefenlithographie (LIGA-Verfahren), der sich in einem Reinraum befindet. Diese Strahlrohre waren die ursprüngliche Motivation für die Errichtung einer Synchrotronstrahlungsquelle im Forschungszentrum. Gedacht ist hier an die routinemäßige Anwendung der Röntgentiefenlithographie im Bereich der Herstellung von Standardstrukturen und von Röntgen-Arbeitsmasken sowie an die Weiterentwicklung von Prozesssteilen wie die ultratiefe Röntgenlithographie [1]. Mit den Strahlrohren kann auf diesem Gebiet sowohl die industrielle Nachfrage befriedigt als auch den Anforderungen der wissenschaftlichen Weiterentwicklung genügt werden.

Die weiteren Strahlrohre und Messplätze (vgl. auch Tab. 1) dienen vorwiegend röntgenanalytischen Zwecken:

Eine Einrichtung für Absorptionsspektroskopie erlaubt die spektral hochaufgelöste Messung von Nahkantenprofilen (X-ray absorption near-edge structure XANES) und EXAFS-Spektren (Extended X-ray absorption fine structure) im Bereich von 2,4 bis ca. 30 keV. Diese Messungen haben ihre besondere Bedeutung beispielsweise im Bereich der Umweltsanierung und der Katalysatorentwicklung.

Am Diffraktionsstrahlrohr kann Einkristall- und Pulverdiffraktometrie durchgeführt werden; bei-

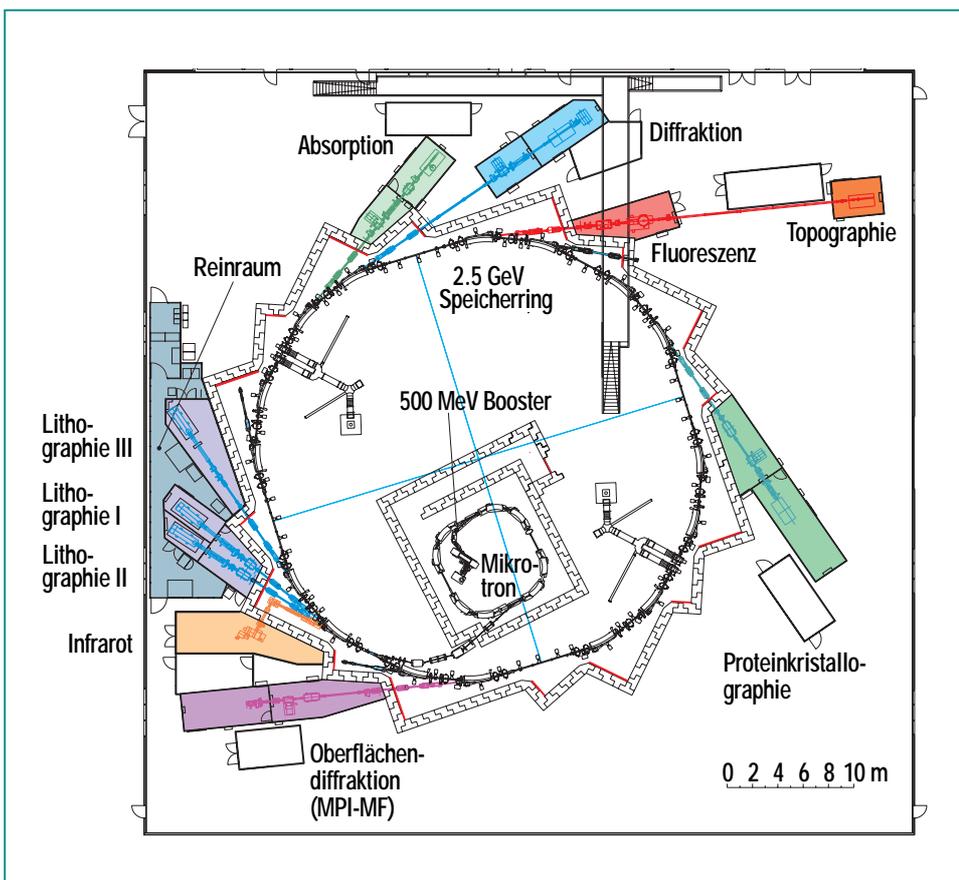


Abb. 1: Layout von ANKA: Speicherring, Strahlrohre und Messplätze.

des sind Methoden, mit denen besonders die chemische Industrie Materialien charakterisiert.

Am Fluoreszenzstrahlrohr können zwei Messplätze betrieben werden, einer für Mikrofluoreszenz und Totalreflexionsfluoreszenz, der andere für Topographie. Die Bedeutung der Fluoreszenzmethoden liegt besonders im hochempfindlichen Element-

nachweis auf so verschiedenen Gebieten wie der Forensik, der Authentisierung wertvoller Objekte (Kunstgegenstände, Antiquitäten), der Archäometrie und der Verunreinigungs kontrolle bei der Chip-Herstellung. Am Topographie-Messplatz wird die Qualität von Kristallen charakterisiert. Dies ist hilfreich bei der Optimierung der Herstellung von großen Si- oder GaAs-Einkristallen. Ein

wichtiges Charakteristikum dieses Strahlrohrs im Unterschied zu den anderen analytischen Strahlrohren ist die Möglichkeit, entweder mit „Weißlicht“ zu arbeiten, d.h. das gesamte, im Ablenkmagneten erzeugte Spektrum zu nutzen, oder aus diesem Spektrum durch einen Multilayer-Monochromator einen relativ breiten Bandpass von 2% auszuschneiden. Das Fluoreszenzstrahlrohr

Strahlrohr	Methode	Energiebereich [keV]	Energieauflösung ($\Delta E / E$)	Strahlquerschnitt am Probenort [mm ²]	Photonenfluss [ph/s] / Leistung [W]
Litho I	Röntgenlithographie	1,5 – 4	–	120 · 12	– / 6
Litho II	Röntgentiefenlithographie	2 – 8	–	120 · 10	– / 40
Litho III	Ultratiefe Röntgenlithographie	5 – 40	–	120 · 7	– / 100
XAS	Absorptionsspektroskopie	2,4 – 30	$2 \cdot 10^{-4}$	40 · 0,2	$2 \cdot 10^{11}$ / –
Diff	Diffraction, Röntgenographie	6 – 20	$2 \cdot 10^{-4}$	1 · 0,2	$5 \cdot 10^{11}$ / –
Fluo	Fluoreszenzanalyse, Topographie	1 – 30	$2 \cdot 10^{-2}$	2 · 0,5	$3 \cdot 10^{13}$; Weißlicht: $10^{15}/\text{mm}^2$ / –
PX	Proteinkristallographie-	4 – 20	$5 \cdot 10^{-4}$	0,5 · 0,5	$1 \cdot 10^{12}$ / –
MF (MPI für Metallforschung)	Diffraction, auch unter streifendem Einfall	6 – 20	$1 \cdot 10^{-4}$	1 · 1	$1 \cdot 10^{12}$ / –
IR	Infrarot-Spektroskopie und -Mikroskopie	4 – 10000 cm ⁻¹	>0,1 cm ⁻¹	anpassbar	$> 1 \cdot 10^{13}$ / –
WERA (geplant)	Weichröntgenspektroskopie, Elektronenspektroskopien, Spektromikroskopie	0,20 – 1,4 / (λ : 62 – 0,89 nm)	$2 \cdot 10^{-4}$	0,5 · 0,3	$> 2 \cdot 10^{10}$ / –

Tab. 1: ANKA-Strahlrohre.

wird zunächst u. a. im Rahmen eines EU-Projektes und einer Forschungskoope- ration genutzt werden.

Das Strahlrohr für Proteinkristallographie dient der Strukturbestimmung biologischer Makromoleküle. Diese Anwendung ist seit einigen Jahren das Wachstumsgebiet der Synchrotronstrahlung par excellence und von großer Bedeutung für die Pharma-Industrie und die Entwicklung neuer Medikamente. Die nach der Sequenzierung der menschlichen Gene im Rahmen des Humangenom-Projektes jetzt anstehende Strukturbestimmung und Funktionalitätscharakterisierung der menschlichen, aber auch anderer Gene ist hier die treibende Kraft. Renommierte Gruppen entlang des Oberrheins werden im Rahmen der Forschungskoope- ration „BioRhine“ an diesem Strahlrohr arbeiten.

Das Strahlrohr für Oberflächendif- fraktion wird vom Max-Planck-Ins- titut für Metallforschung in Stutt- gart betrieben. Es dient der *in-situ*

Charakterisierung von Ober- flächen und Grenzflächen unter variablen Gas- und Temperaturbe- dingungen. Es werden Langzeit- projekte des Instituts verfolgt, deren Bandbreite von reiner Grund- lagenforschung bis zur material- wissenschaftlichen Anwendung von Grenzflächen reicht. Der Messplatz soll diesem Institut und kollaborierenden Arbeitsgruppen schnellen und unbürokratischen Zugang zur Nutzung von Syn- chrotronstrahlung ermöglichen [2].

Das Infrarot-Strahlrohr schließ- lich bietet die einzige Möglichkeit an ANKA, Moleküle zu charakteri- sieren sowie Schwingungs- und, im nahen Infrarot, elektronische Niederenergie-Anregungen in Festkörpern zu untersuchen. Dies- es Strahlrohr wird zum einen im Rahmen des „Synchrotron-Umweltlabors“, einer vom BMBF ge- förderten Nutzereinrichtung für Umweltanalytik, eingesetzt werden. Zum anderen entsteht z.Zt. eine Forschungskoope- ration mit dem Max-Planck-Institut für Fest- körperforschung in Stuttgart, bei

der die Methoden der Fourier- transform-Interferometrie, der In- frarot-Mikroskopie und -Ellipso- metrie angewandt werden sollen.

Um bei dem begrenzten Budget ein Maximum an Messeinrichtun- gen herauszuholen, wurde größ- ter Wert auf die Standardisierung und Modularisierung der Kompo- nenten gelegt. Aus dem gleichen Grund wurde das sogenannte M³- Konzept verwirklicht, das es er- möglicht, Messplätze dank ihrer eingebauten Mobilität und Modu- larität leicht und schnell von ei- nem Strahlrohr zu einem anderen zu transportieren. Davon wird ei- ne erhebliche Flexibilisierung und Verbesserung der Auslastung von Strahlrohren und Messplät- zen erwartet.

Für alle Strahlrohre der Erstaus- stattung liegen die Strahlungs- quellpunkte in Ablenkmagneten. Die Größe der Quellflächen und der Strahlungsdivergenz für die drei gegenwärtig verwendeten Standardquellpunkte sind in Tab. 2 angegeben.

Quellpunkt:	5°-Ausgang des 1. und 3. Ablenkmagneten jedes Quadranten	11,25°-Ausgang des 1. und 3. Ablenkmagneten jedes Quadranten	5°-Ausgang des 2. und 4. Ablenkmagneten jedes Quadranten
Horizontale Quellgröße:	0,345 mm	0,227 mm	0,352 mm
Horizontale Divergenz:	0,383 mrad	0,418 mrad	0,466 mrad
Vertikale Quellgröße:	0,143 mm	0,122 mm	0,101 mm
Vertikale Divergenz:	0,0367 mrad	0,0367 mrad	0,0367 mrad

Tab. 2: Quellenausdehnung und Divergenz der Synchrotronstrahlung (jeweils angegeben als Stan- dardabweichung der Verteilungsfunktion) an den verschiedenen Strahlrohrquellpunkten unter Berücksichtigung der Dispersion des Elektronenstrahls und der inhärenten Strahlungsdivergenz.

Der spektrale Photonen-Fluss und die Brillanz (Quotient aus dem Photonenfluss und dem Produkt aus Quellfläche und Divergenz) sind in Abb. 2 dargestellt. Der Fluss ist für einen horizontalen Öffnungswinkel („Akzeptanzwinkel“) der Strahlrohroptik von 10 mrad angegeben. Es wird also die Strahlung nicht eines einzigen Quellpunkts, sondern eines gewissen Abschnitts der Elektronenbahn verwendet.

Die Steuerung und Datenerfassung aller relevanter Parameter von Strahlrohren und Messplätzen wird von einem Kontrollsystem übernommen, dessen wichtigste Eigenschaften im Abschnitt „Technische Ausführung der Strahlrohre: ... Realisierung“ dargestellt werden.

Über die nachstehend beschriebenen Strahlrohre und Messplätze der Erstausrüstung von ANKA hinaus ist ein weiterer Zubau von Strahlrohren und Messplätzen teils im Gange, teils absehbar. So wird mit der Weichröntgenanalytikanlage WERA das erste Strahlrohr entstehen, mit dessen Hilfe der bisher an ANKA nicht zugängliche Spektralbereich der Weichröntgen- und VUV-Strahlung (0,89 - 62 nm; 1,4 - 0,2 keV) genutzt werden kann [3]. Die Entwicklung des supraleitenden Miniundulators (Supramini) ermöglicht die Planung des Synchrotron-Umweltlabors SUL, mit dem hochbrillante, mikrofokussierte Synchrotronstrahlung im Spektralbereich von 1,4 bis über 20 keV für Absorptionsspektroskopie, Fluoreszenzanalyse und Diffraktometrie am selben MikroFleck für umweltanalytische Zwecke verfügbar gemacht wer-

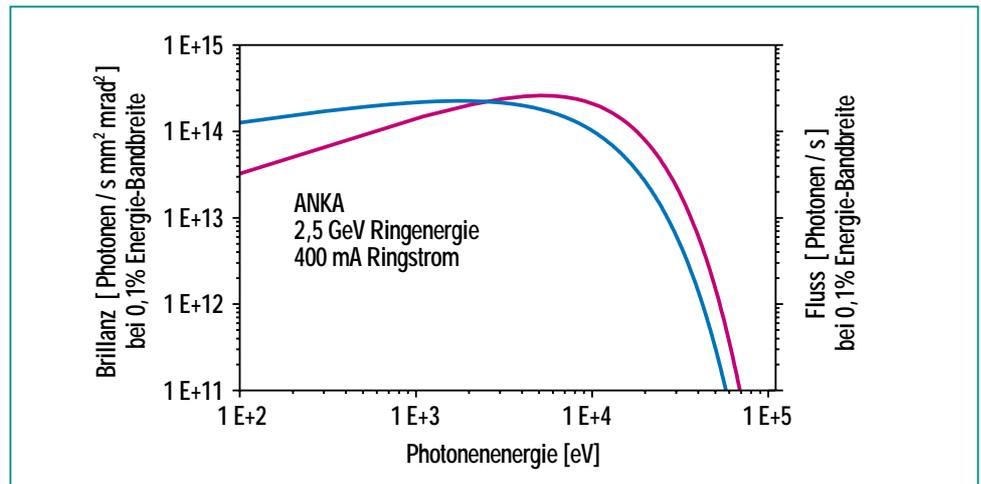


Abb. 2: Photonenfluss und Brillanz von Ablenkmagnet-Strahlrohren an ANKA als Funktion der Photonenergie.

den soll [4]. Nachfolgend wird zunächst ein allgemeiner Überblick über die technische Realisierung der ANKA-Strahlrohre gegeben; daran schließen sich Darstellungen der einzelnen analytischen Methoden an.

Technische Ausführung der Strahlrohre: Grundlagen und Realisierung

Die Strahlrohre an ANKA sind, mit Ausnahme des Infrarotstrahlrohres, für Anwendungen und Experimente im sogenannten „Hart-röntgenbereich“, typischerweise zwischen 2,5 keV und 30 keV, konzipiert [5]. Experimente mit Röntgenphotonen in diesem Energie- bzw. Wellenlängenbereich geben Aufschluss sowohl über physikalische Prozesse, die mit der Bindungsenergie atomarer Spezies zusammenhängen, als auch über die räumliche Anordnung der Atome zueinander in Flüssigkeiten und Festkörpern.

In diesem Abschnitt werden die Hauptmerkmale der verschiede-

nen Röntgenstrahlrohre von ANKA beschrieben und die technischen und röntgenoptischen Merkmale, die für die vorgesehenen Experimente wesentlich sind, beschränkt auf das zum allgemeinen Verständnis Notwendige erläutert. Eine vollständige Beschreibung der Eigenschaften des über zahlreiche optische Elemente propagierenden Synchrotronlichts würde den Rahmen dieses Beitrags sprengen. Die technische Ausführung des Infrarotstrahlrohres wird wegen dessen Sonderstellung im Kapitel über die Infrarot-Methoden abgehandelt.

Grundlagen

Das am stärksten hervorstechende Merkmal von Synchrotronstrahlung ist die hohe Strahlungsintensität. Sie ist um Größenordnungen höher als bei herkömmlichen Quellen elektromagnetischer Strahlung mit kontinuierlichem Strahlungsspektrum und überdeckt einen sehr großen Photonenenergiebereich (vom In-

fraroten bis zu den harten Röntgenstrahlen). Je nach Anwendung werden daraus mit geeigneten Monochromatoren schmale Energiebänder selektiert. Für die meisten Nutzer sind noch drei weitere Eigenschaften des Synchrotronlichts, die mit der Konzeption und Realisierung des Speicherringes und des Strahlrohres eng verknüpft sind, von besonderem Interesse:

- hohe Flussdichte an der Probe (d.h. ein möglichst großer Photonenfluss in einem möglichst kleinen Strahlquerschnitt)
- hohe Energieauflösung des auf die Probe fallenden Strahls
- geringe Divergenz des auf die Probe fallenden Strahls

Die gleichzeitige Erfüllung aller dieser Eigenschaften ist nur bedingt möglich. Bei der Konzeption einer Strahlführungsoptik für ein

Experiment muss also in der Regel ein Kompromiss zwischen Photonenfluss, Energieauflösung und Strahldivergenz gefunden werden.

Synchrotronstrahlung wird von hochenergetischen Elektronen in einem engen Lichtkegel in Vorwärtsrichtung abgestrahlt, während das Elektronenpaket in der gekrümmten Bahn eines Ablenkermagneten radial beschleunigt wird. Der Öffnungswinkel dieses Kegels ist von den Maschinenparametern des Beschleunigers (Speicherringes) abhängig; typische Werte für ANKA sind in Tab. 2 angegeben. Der Strahl ist stark kollimiert und läuft nur langsam auseinander.

Das Ziel einer Strahl-optik ist es, den Strahl mit möglichst geringem Verlust an intrinsischer Qualität für das vorgesehene Experiment zu konditionieren. Zu diesem Zweck werden Komponenten

wie Spiegel, Kristallmonochromatoren oder Mehrschichtmonochromatoren in den Strahlengang eingesetzt, die die Aufgabe haben, ein breites oder schmales Energieband aus dem weißen Strahl zu extrahieren und dieses zum Experiment zu führen. Im Gegensatz zu Komponenten wie Fenstern und Blenden, die eine Abschwächung oder geometrische Beschränkung des Strahls verursachen, wirken Spiegel und Monochromatoren direkt auf die Phasenraum- und Energieeigenschaften des Strahls.

Ein Röntgenspiegel wirkt in erster Linie als Tiefpassfilter, d.h. er reflektiert nur Röntgenquanten mit einer Energie, die kleiner ist als die sogenannte Abschneideenergie (Abb. 3). Die Abschneideenergie ist eine Funktion sowohl des Materials als auch des Anstellwinkels der Spiegeloberfläche zum Strahl und kann deshalb innerhalb des nutzbaren Spektrums eingestellt werden, um den hochenergetischen Anteil des Strahls effizient zu unterdrücken.

Spiegel können, mit entsprechend gekrümmten Formen, auch als fokussierende oder kollimierende Elemente verwendet werden. Üblicherweise werden gebogene Spiegel eingesetzt, um den Strahl in der vertikalen Richtung zu fokussieren. Dieses kann entweder mit einem Spiegel mit festem Krümmungsradius und dementsprechend fixierter Brennweite erreicht werden oder mit einem Spiegel mit variabler Brennweite, der mit einem Biege-mechanismus ausgestattet ist. Der Biegeradius für übliche Strahl-

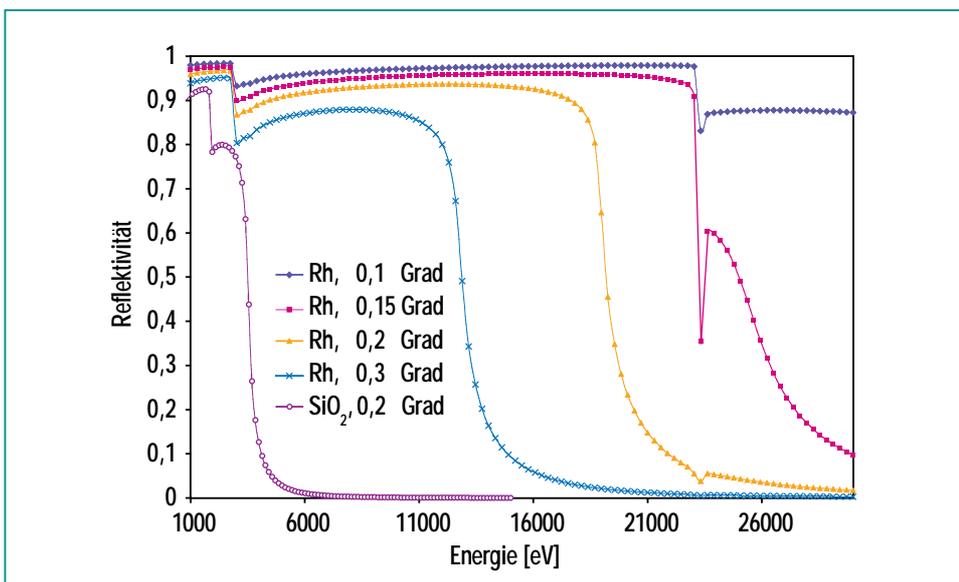


Abb. 3: Reflektivität und Abschneideenergie für Rhodium- und SiO₂-Röntgenspiegel als Funktion des Einfallswinkels. Die Diskontinuitäten in den Kurven kommen von den entsprechenden Absorptionskanten des Materials.

rohrlängen und Einfallswinkel beträgt typischerweise 1 bis 2 km. Der Vorteil bei variablem Biegeradius besteht darin, dass der Brennpunkt nicht auf einen einzigen Punkt festgelegt ist sondern für Experimente, die andere optischen Bedingungen benötigen, optimiert werden kann.

Zur Auskopplung eines monochromatischen Strahls aus dem kontinuierlichen Synchrotronstrahlungsspektrum werden mit wenigen speziellen Ausnahmen fast immer Doppelkristallmonochromatoren verwendet. Dieser Monochromatortyp, dessen Funktion in Abb. 4 dargestellt ist, bietet den Vorteil, dass der Strahl vertikal um nur einige Millimeter bis Zentimeter versetzt wird, was unter anderem den Strahlrohraufbau wesentlich vereinfacht. Es ist so außerdem möglich, durch Verschiebung eines der Kristalle (meist des zweiten) die Ausgangshöhe des Strahls über den gesamten Energiebereich des Monochromators hinweg konstant zu halten.

Der Doppelkristallmonochromator (häufig mit dem englischen Begriff DCM abgekürzt) mit Kristallen in paralleler Anordnung bietet durch die schmalbandige Reflexion der Kristalle eine hohe Energieauflösung (typischerweise 0,04%). Am häufigsten werden Siliziumkristalle mit den Netzebenen (111) oder (311), seltener (511), verwendet, da dieses Material in der notwendigen Reinheit und Größe als Einkristall verfügbar ist. Die Wahl der Gitternetzebene hängt vom benötigten Auflösungsvermögen ab. Die Reflexionskurven (Abb. 5) zeigen, dass die höherindizierten Netzebenen deutlich bessere Auflösung (klei-

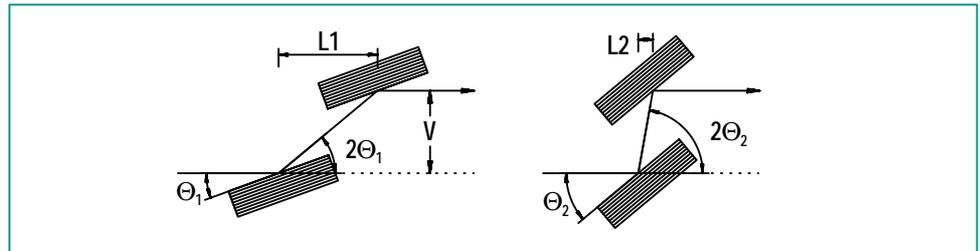


Abb. 4: Funktionsweise des Doppelkristallmonochromators. Die durchgelassene Wellenlänge λ ist vom Einfallswinkel des Strahls Θ abhängig und wird durch die Braggsche Gleichung bestimmt: $\lambda(\text{\AA}) = 2d \sin \Theta$. Für die Energie E der durchgelassenen Strahlung gilt: $E(\text{keV}) = 6,199/(d \sin \Theta)$. Für Silizium beträgt der Abstand d der 111-Netzebenen $3,1356 \text{ \AA}$. Bei flachem Winkel ist die Energie höher (Wellenlänge kleiner) als bei steilem Winkel. Der Versatz V zwischen ein- und austretendem Strahl bleibt durch Verschiebung des zweiten Kristalls konstant ($L2 < L1$).

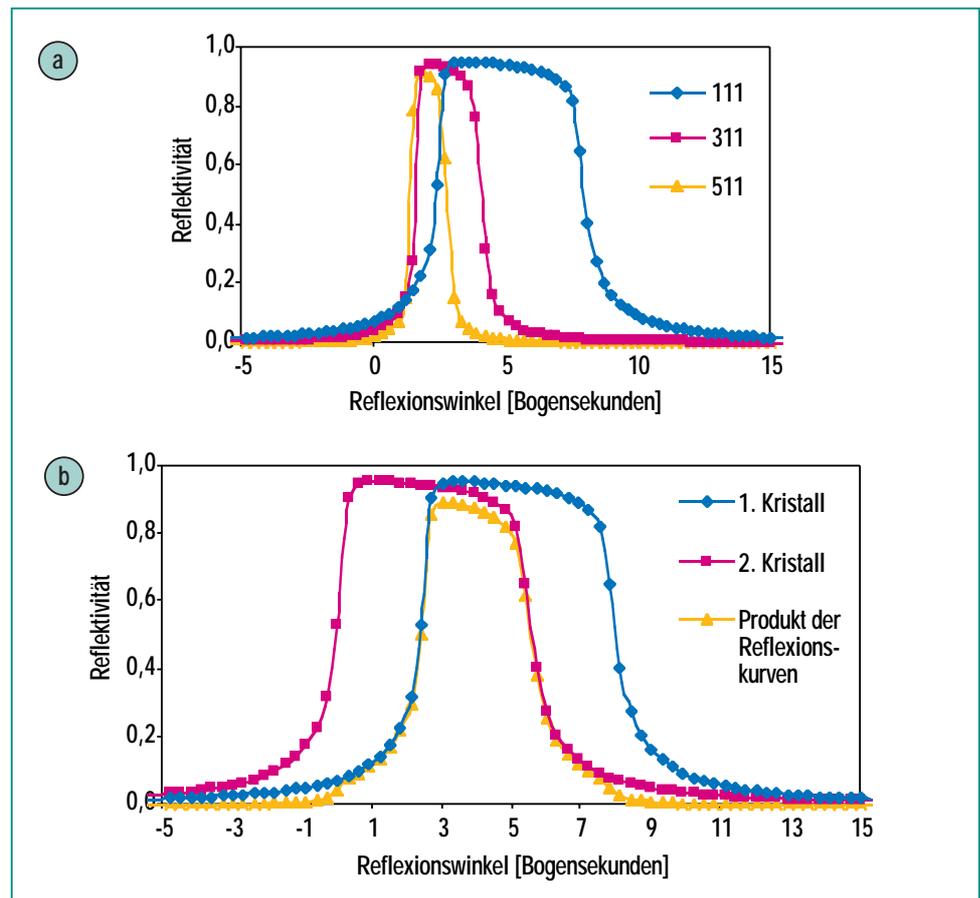


Abb. 5: Reflexionskurven für Silizium-Einkristalle: (a) Die Reflexionskurven von höherindizierten Bragg-Reflexen zeigen kleinere Halbwertsbreiten, die zu einer besseren Auflösung des Monochromators führen. (b) Durch leichtes Dejustieren von zwei gleichen Kristallflächen (hier: Si 111) gegeneinander wird das Auflösungsvermögen des DCM ebenfalls verbessert.

nere Halbwertsbreiten) bieten, allerdings auf Kosten einer reduzierten integralen Intensität.

Die optimale Anordnung der optischen Komponenten eines Strahlrohrs zueinander wird in erster Näherung recht gut durch die Gleichungen der herkömmlichen geometrischen Optik beschrieben. Allerdings ist die Realisierung dieser Anordnung von einigen weiteren Faktoren abhängig:

- den räumlichen Gegebenheiten des Strahlrohres und der benachbarten Einrichtungen
- der praktischen Verfügbarkeit der optischen Elemente selber (Spiegel und Monochromatorkristalle zum Beispiel können nur bis zu bestimmten Grenzen bei den physikalischen Parametern mit der notwendigen Genauigkeit hergestellt werden)
- der auftretenden Wärmelast durch die einfallende Synchrotronstrahlung, die zur Verschlechterung der optischen Eigenschaften durch Verzerrung von Kristall und Spiegeloberflächen führt
- der detaillierten röntgenoptischen Betrachtung der Strahlrohroptik, bei der das abweichende Verhalten des Röntgenlichts vom normalen geometrischen Fall berücksichtigt wird.

Realisierung

Bedingt durch den Finanzrahmen des Projektes einerseits und die erwarteten Nutzeranforderungen andererseits wurde bei der Realisierung der Röntgenstrahlrohre

von Anfang an versucht, mit einer kleinen Zahl von Strahlrohren ein Maximum an Flexibilität bei den Experimentiereinrichtungen zu erreichen [5]. Dieses wurde durch die Verwendung von durchgehenden Standards bei den optischen, mechanischen und Steuerungselementen sowie durch eine Kernausswahl von Strahlrohroptiken realisiert. Diese Kernausswahl umfasst:

- eine Strahlroptik ohne Fokussiereinrichtung mit optionalem Einsatz eines breitbandigen Mehrschichtmonochromators, geeignet für Experimente im weißen (polychromatischen) oder quasipolychromatischen Modus
- eine monochromatische Strahlroptik mit Energieauflösung und hoher monochromatischer Reinheit

- eine monochromatische Strahlroptik mit Fokussierung in der horizontalen Ebene, optimiert für hohen Fluss mit gleichzeitig geringer Divergenz

- eine Strahlroptik mit sowohl vertikaler als auch horizontaler Fokussierung, um einen möglichst kleinen Strahlquerschnitt, d.h. hohe Flussdichte an der Probe, zu erreichen.

Um diese Strahlrohre optimal zu nutzen, sind die zugehörigen Experimentiereinrichtungen soweit möglich nach einem Standardmodell, dem sog. ANKA-M³-Konzept, entwickelt worden. Dieses „Mobile Modulare Messplatz-Konzept“ legt definierte mechanische und steuertechnische Bedingungen fest, die dafür sorgen, dass ein solcher Messplatz an praktisch jedem ANKA-Strahlrohr schnell und genau aufgestellt und

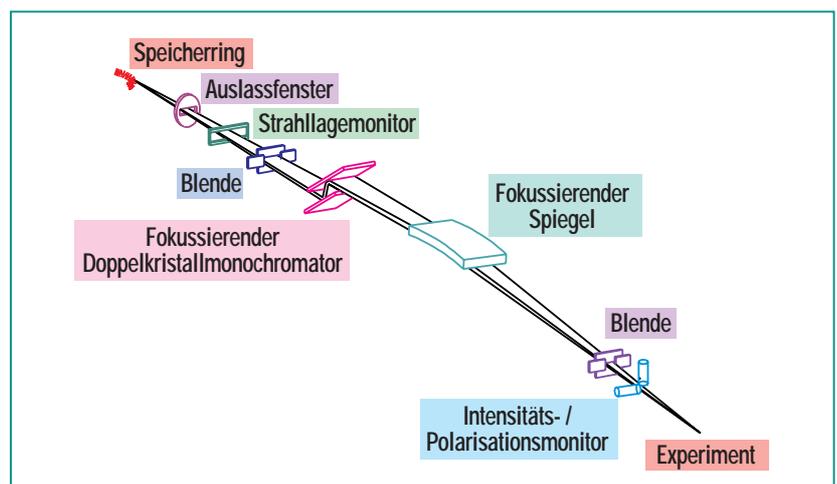


Abb. 6: Schematische Darstellung eines Strahlrohrs mit fokussierender Optik. Die von der Quelle ausgehende Strahlung wird am Monochromator horizontal (sagittal) und am Spiegel vertikal (meridional) fokussiert. Es besteht in beiden Fällen die Möglichkeit, durch Änderung der entsprechenden Biegeradien die Fokusbedingungen am Probenort zu ändern. Die Darstellung ist rein schematisch; die genaue Zahl und Reihenfolge der Komponenten wird auf Grund der jeweils geforderten Strahleigenschaften festgelegt.

eingerrichtet werden kann. Durch dieses flexible Messplatzkonzept sind die einzelnen Experimente nicht, wie bei anderen Synchrotronstrahlungsquellen üblich, an ein bestimmtes Strahlrohr gebunden, sondern können bei Bedarf an ein anderes Strahlrohr transferiert werden, um die dort gegebenen Strahlungscharakteristika zu nutzen.

Der Zweck eines Strahlrohres mit seinen optischen Elementen, Vakuumbauteilen usw. ist es, einen spektralen Ausschnitt der Synchrotronstrahlung in definierter Weise, mit mäßiger bis starker Modifizierung der Strahlungseigenschaften zu einem Experiment zu führen. Dafür werden verschiedene Komponenten und Baugruppen eingesetzt, die die notwendigen und gewünschten technischen und optischen Bedingungen für das Strahlrohr erfüllen. Dazu gehören:

- Personensicherheit (Strahlabsorber, Blei- und andere Metallkollimatoren)
- Vakuumbetrieb und Vakuum-sicherheit (Pumpen, Messröhren, Fenster)
- geometrische und röntgenoptische Definition des Strahls (Fenster, Blenden, Monochromatoren, Spiegel)
- Beobachtung und Registrierung der Strahleigenschaften (Form, Lage, Intensität, Energie / Wellenlänge, Polarisationsgrad).

Die beiden ersten Punkte sind an jedem, die beiden folgenden Punkte nur an einigen Strahlrohren gegeben. Ein Weißlicht- bzw. polychromatisches Strahlrohr,

das für röntgentopographische Anwendungen konzipiert ist, benötigt z.B. weder Spiegel noch Monochromator. Zusätzlich zu den verschiedenen „aktiven“ mechanischen Komponenten werden in der Regel auch „passive“ Komponenten wie Vakuumrohre und Faltenbälge benötigt, die für ein abgeschlossenes Vakuumsystem und für die notwendigen Freiheitsgrade zur Justage der Komponenten untereinander sorgen. Abb. 6 zeigt eine schematische Darstellung des Strahlenganges in einem Strahlrohr.

Es ist hilfreich, das gesamte Strahlrohr von der Strahlungsquelle im Ablenkmagneten bis zum Experiment in zwei wesentliche Funktionsgruppen, nämlich das sog. „Frontend“ und die eigentliche Optik, aufzuteilen. Das „Frontend“ dient als Verbindungsstück zwischen dem Spei-

cherring und der nachfolgenden Optik des Strahlrohres. Seine Funktionen sind:

- die Auskopplung der Synchrotronstrahlung aus dem Ablenkmagneten durch einen entsprechenden Auslass in der Dipolmagnet-Vakuumm-kammer
- die Begrenzung des für die nachfolgende Optik zur Verfügung stehenden Strahlquerschnittes durch eine gekühlte Apertur (Kollimator)
- die Gewährleistung der Vakuum-sicherheit des Speicherringes und der Personensicherheit für das nachfolgende Strahlrohrteil

Abb. 7 zeigt die technische Ausführung eines typischen ANKA-Frontends. Die Baugruppe befindet sich zum größten Teil inner-

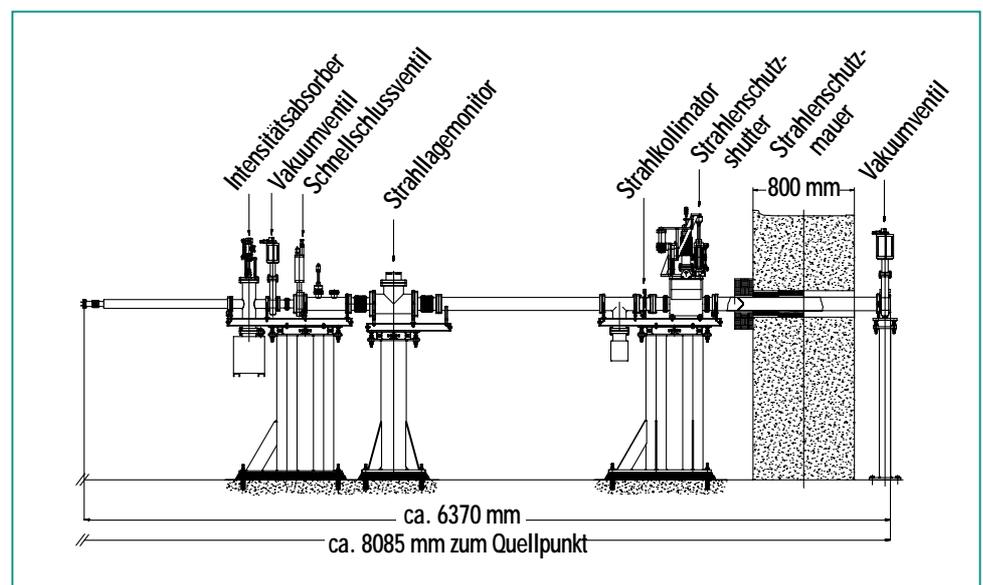


Abb. 7: Standardausführung des ANKA-Frontends. Diese Baugruppe ist bei allen Strahlrohren an ANKA im wesentlichen baugleich. Die Dipolvakuumm-kammer des Speicherringes schließt sich an den auf der linken Seite des Diagramms gezeigten Flansch an. Die Strahlrohroptik beginnt nach dem letzten Ventil des Frontends auf der rechten Seite der Abbildung.

halb der Strahlenschutzmauer. Nur der letzte Teil durchquert die Mauer und trennt unmittelbar danach mittels Fenster oder Vakuumventil den Frontbereich vom Optikbereich.

Abb. 8 zeigt am Beispiel des ANKA-Proteinkristallographiestrahlrohrs die technische Realisierung der Optik der Strahlrohre. Die wesentlichen optischen Elemente sind hier der vertikal fokussierende Röntgenspiegel und der horizontal fokussierende Doppelkristallmonochromator. Der Anstellwinkel der Spiegeloberfläche zum Strahl bewirkt bei diesem Strahlrohr eine Abschneideenergie von 20 keV. Bei Grundenergien ab 7 keV wird dadurch die dritte Harmonische des Monochromators stark unterdrückt. Zugleich ist der Spiegel mit einem Biegemechanismus für vertikale Fokussierung mit variabler

Brennweite ausgestattet. Der Monochromator ist für den Energiebereich zwischen 4 keV und 20 keV ausgelegt und mittels eines sagittalen Biegemechanismus am zweiten Kristall in der Lage, den Strahlungsfächer horizontal, ebenfalls mit variabler Brennweite, zu fokussieren. Eine Tabelle mit den Entwurfsparametern des Strahlrohrs findet sich im einleitenden Kapitel. Diese resultieren aus einer Simulation des Strahlendurchgangs durch die Strahlrohrkomponenten mit Ray-Tracing-Methoden [6].

Die Steuerung der verschiedenen Komponenten des Strahlrohrs und des jeweiligen Experiments erfolgt durch das sog. Strahlrohrkontrollsystem. Auch hier wurde im Sinne von wechselseitiger Kompatibilität und Kosteneffizienz Wert auf durchgehende Standards gelegt (vgl. M³-Kon-

zept). Das Kontrollsystem basiert auf jeweils einem Industrie-VME-Bus-Rechner pro Strahlrohr mit dem Echtzeit-Betriebssystem OS/9. Die Ansteuerung der Strahlrohr-Elektronik erfolgt hauptsächlich dezentral über den CAN-Feldbus. Ziel des Konzeptes ist es, dicke Kabelbündel nach Möglichkeit zu vermeiden und die Signale „vor Ort“ einzusammeln. An das VME-System wird dann lediglich noch ein dreidrahtiges Steuerkabel angeschlossen, über das alle Signale z.B. zum Steuern der Ventile und Schrittmotoren laufen. Für einzelne Geräte mit höherem Datenaufkommen kommen zusätzlich der GPIB-Bus, RS232, RS485 und 30-MHz-Zähler zum Einsatz. Insgesamt reduzieren sich durch dieses Konzept die Anzahl der notwendigen Computerschnittstellen auf 2-5 pro Strahlrohr, wobei es aber aufgrund des VME-

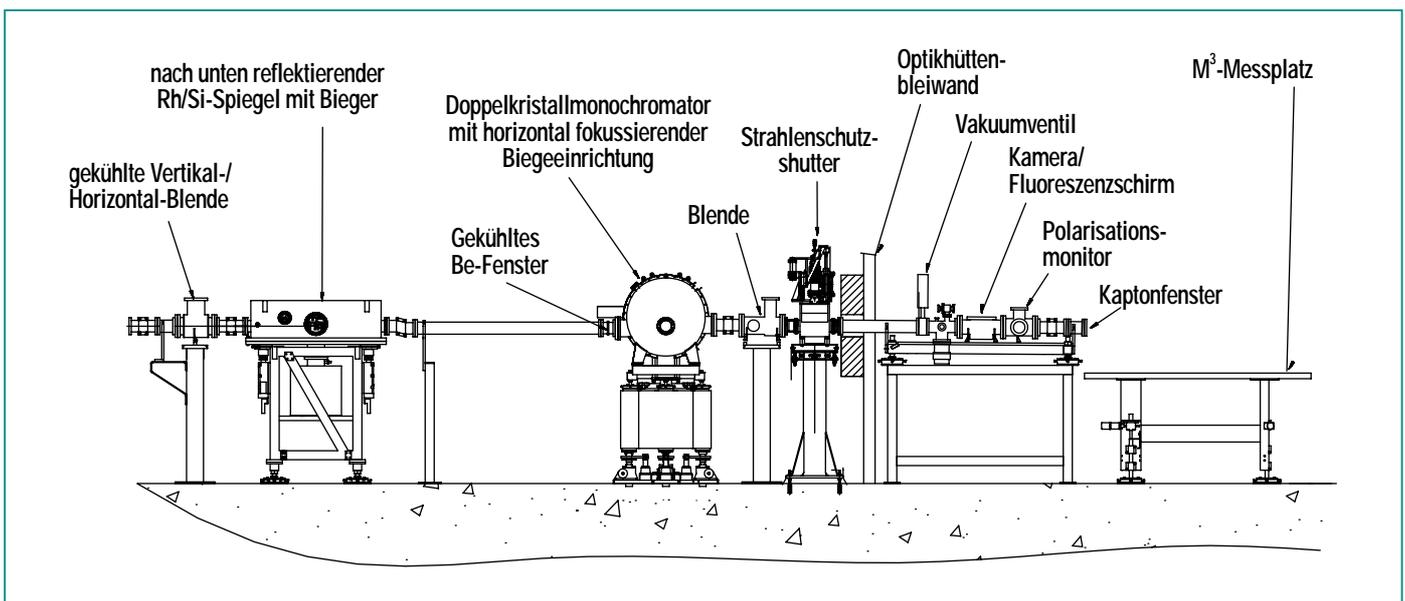


Abb. 8: Technische Ausführung des ANKA-Proteinkristallographiestrahlrohrs. Der Strahl trifft von links auf den Spiegel und wird abhängig vom Einfallswinkel um einige mrad nach unten reflektiert. Die Optik ist so konzipiert, dass damit an der Probe eine 1:1-Abbildung der vertikalen Quellgröße und eine (verkleinernde) 3:1-Abbildung der horizontalen Quellgröße erreicht wird.

Busses keine Beschränkungen beim Systemausbau gibt.

Die eigentliche Steuer-Software sieht an der Oberfläche ähnlich wie ein Windows-System aus. Darunter steckt aber dank des Echtzeit-Betriebssystems eine Software, die alle Steueraufgaben des Strahlrohrs parallel ohne Wartezeiten erledigen kann. Diese multiprozessorfähige Steuer-Software (auch wenn derzeit nur ein Prozessor zum Einsatz kommt) wurde mit dem Entwicklungssystem Gamma der Fa. RST erstellt. Um innerhalb von eineinhalb Jahren 9 Strahlrohre parallel in Betrieb setzen zu können, wurde ein modulares Software-Konzept gewählt, das zu dem modularen ANKA-Konzept passt. So besteht die Software des Steuerrechners aus kleinen autarken Einheiten, die nach Bedarf über eine Datenbank für das jeweilige Strahlrohr angepasst und konfiguriert wird. Für den Nutzer hat dieses den Vorteil, dass eine Strahlrohr-Komponente, z.B. ein Spiegel oder ein Schlitz-System, an allen Strahlrohren gleich bedient wird. Die komplette Strahlrohr-Steuerung ist auch von einem PC aus über das LAN mit Hilfe eines Java-Programms möglich, das die komplette Benutzeroberfläche wiedergibt.

Die eigentliche Experiment-Steuerung läuft ebenfalls über einen PC. Dieser greift über eine 100 Mbit TCP/IP LAN-Verbindung auf den VME-Steuerrechner zu. Für sämtliche Strahlrohr- und Experiment-Steueraufgaben steht ein Satz von Funktionen (DLL) zur Verfügung, über die mit einer beliebigen Programmier-

sprache auf alle Funktionen des Steuerrechners zugegriffen werden kann. Derzeit werden mit diesen Funktionen Anwendungen für Standard-Messaufgaben erstellt, so dass auch Nutzer ohne spezifische Software-Kenntnisse mit den Strahlrohren arbeiten können.

Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS)

Die Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS, X-Ray Absorption Spectroscopy) ist eine der klassischen Methoden der Analytik mit Synchrotronstrahlung, zugleich aber auch ein neues, wichtiges Instrument für die Festkörperforschung [7]. Die außergewöhnliche Strahlungscharakteristik der Synchrotronstrahlung wie das strukturlose Spektrum über einen großen Photonenenergiebereich, die hohe Intensität und die hohe Leuchtdichte sind Voraussetzungen für die effiziente Nutzung dieser Methode. Experimente an Labor-Röntgenquellen werden praktisch nicht durchgeführt, da die intensiven charakteristischen Linien der Kathodenstrahlröhren nicht genutzt werden können.

Die Röntgenabsorptionsspektroskopie wird primär zur strukturellen Charakterisierung verwendet. Ein entscheidender Vorteil der unter der Bezeichnung EXAFS (*Extended X-ray Absorption Fine Structure*) oder moderner XAFS bekannten Methode ist die Ermittlung chemisch spezifischer Paar-korrelationsfunktionen. Die lokale Geometrie um das durch die Absorptionskante definierte Zentralatom kann auch für Systeme bestimmt werden, in denen die

strukturellen Komplexe nicht wie in einem Kristall streng periodisch angeordnet sind. Bestimmt werden können die Abstände zu benachbarten Atomen, die Koordinationszahlen und die statische und dynamische Ordnung aus der Feinstruktur auf der hochenergetischen Seite von Absorptionskanten. Seit der Einführung einer einfach anzuwendenden Theorie zur Extraktion dieser strukturellen Parameter erfährt die Röntgenabsorptionsspektroskopie einen großen Aufschwung [8].

Eine weitere wichtige Information über den Zustand des interessierenden Elements im zu untersuchenden Material ist der Position der Absorptionskante zu entnehmen, da sie vom Oxidationszustand des absorbierenden Atoms abhängt.

Theoretische Grundlagen

Die Absorption von elektromagnetischer Strahlung ist der zentrale physikalische Prozess. Die Absorptionsspektren im Röntgenbereich werden dominiert von Absorptionskanten, welche die Einsetzungsschwellen der Innerschalen-Photoionisation anzeigen. Oszillationen des Absorptionskoeffizienten erstrecken sich über einen Energiebereich von einigen 100 eV bis zu einigen keV oberhalb der Kante; die in den Oszillationen zum Ausdruck kommende Feinstruktur ist die „XAFS“. Röntgenabsorptionsspektren von metallischem Eisen und Eisen der Oxidationsstufe III in dem Mineral Hämatit sind exemplarisch in den Abb. 9 und 10 gezeigt.

Ein gebundenes Elektron einer inneren Schale wird in unbesetzte Orbitale gerade oberhalb des Fermi-Niveaus angeregt bzw. dem Atom entrissen (Ionisation). An K-Kanten werden 1s-, an den L₁-, L₂- und L₃-Kanten 2s-, 2p_{1/2}- und 2p_{3/2}-Elektronen ionisiert. Das auslaufende Photoelektron hat von der Kante an die kinetische Energie $E_{\text{kin}} = \hbar^2 k^2 / (2m)$ und nach der de-

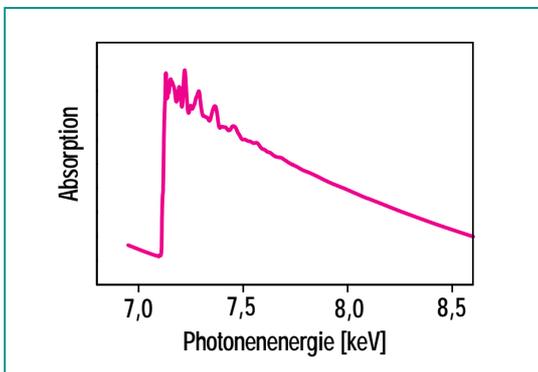


Abb. 9: Absorptionsspektrum von metallischem Eisen an der Fe-K-Kante. Die intensive Feinstruktur hinter der Absorptionskante wird EXAFS (Extended X-Ray Absorption Fine Structure) genannt.

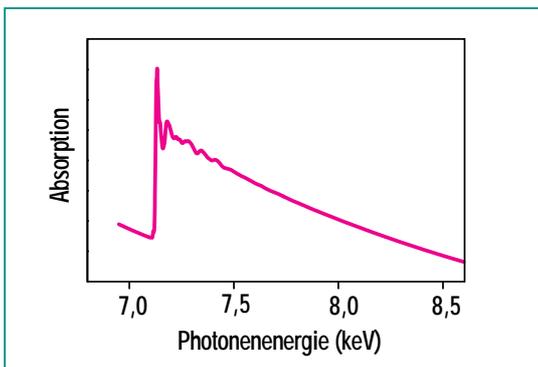


Abb. 10: Absorptionsspektrum des Minerals Hämatit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) an der Fe-K-Kante. Im Vergleich zum Spektrum des metallischen Eisens ist die Feinstruktur weniger ausgeprägt, was auf die Sauerstoff-Nachbaratome mit geringerer Streukraft zurückzuführen ist. Charakteristisch für dieses Mineral ist die starke sog. „weiße Linie“ oberhalb der Kante.

Broglie-Beziehung Welleneigenschaften mit der Wellenzahl $k=2\pi/\lambda$. Die Interferenz der im Kontinuum auslaufenden Elektronenwelle mit der an den Nachbaratomen gestreuten Welle führt zur Modulation des Absorptionskoeffizienten. Dieser wird bestimmt von der Dichte der erlaubten Endzustände (Dipolauswahlregel) und dem Betragsquadrat des Übergangsmatrixelementes zwischen der Wellenfunktion des Endzustandes und des Anfangszustandes (Fermis „Goldene Regel“). Die strukturellen Parameter, nämlich die Koordinationszahl N_j und der Abstand R_j , sowie der Parameter zur Beschreibung der thermischen und statischen Unordnung (Debye-Waller-Faktor) σ_j können der Feinstrukturfunktion χ als Funktion der Wellenzahl k des Photoelektrons entnommen werden:

$$\chi(k) = \sum_j \frac{N_j}{kR_j^2} |f_{\text{eff},j}(\pi, k)| e^{-2\sigma_j^2 k^2} e^{-2R_j/\Lambda(k)} \sin(2kR_j + \phi_{\text{eff}}(k))$$

Die physikalisch bedingten Terme Streuamplitude $f_{\text{eff},j}(\pi, k)$, mittlere freie Weglänge der Photoelektronen $\Lambda(k)$ und Phasenverschiebung $\Phi_{\text{eff}}(k)$ sind erforderlich und werden berechnet oder über Referenzmessungen bestimmt. Die EXAFS-Feinstruktur ist eine Summe aus einzelnen Streueignissen, beschrieben durch eine Amplituden- und eine Phasenfunktion. Mit wachsender Wellenzahl k nimmt die Amplitude stark ab, die Reichweite der Photoelektronenwelle im Material ist auf ca. 10 Å beschränkt.

Eine detaillierte Einführung in die Datenauswertung und in die

Theorie findet der interessierte Leser in [9, 10].

Anwendungen

Ähnlich wie bei den kristallographischen Methoden der Strukturbestimmung wird auch die XAFS-Spektroskopie interdisziplinär von allen naturwissenschaftlichen Fachrichtungen genutzt. Einen besonderen Schwerpunkt bildet die Charakterisierung von nanokristallinem oder amorphem Material, wie die Untersuchung von Metallpartikeln von Katalysatoren. Besonders aussagekräftig sind die Untersuchungen unter realen Funktionsbedingungen des Katalysators, also bei erhöhtem Druck und erhöhter Temperatur. Sowohl die Struktur der aktiven Partikel als auch die Wechselwirkung mit dem Trägermaterial stehen dabei im Mittelpunkt. Auch für Koordinationschemiker und im Bereich der Umweltanalytik stellt die Röntgenabsorptionsspektroskopie ein wichtiges Werkzeug dar. Mit Hilfe der strukturellen Feinheiten von radioaktiven Elementen in Wechselwirkung mit Mineralen, die in Böden vorkommen, und mit organischen Stoffen kann deren Mobilität bestimmt werden [11]. Nicht zu vergessen sind die Untersuchungen an Metallatomen in Proteinen, z. B. die Struktur um Co des Koenzyms B12 [12] oder von Fe im Hämoglobin [13].

Das Anwendungsspektrum umfasst weiterhin die Untersuchung magnetischer Materialien, da zum Teil starker Dichroismus in der Transmission der magnetisierten Proben von linear oder zirkular polarisierter Strahlung beobachtet werden kann. Weite-

re Spezialverfahren sind ausführlich in den Proceedings der im Rhythmus von drei Jahren stattfindenden internationalen XAFS-Konferenzen beschrieben.

Röntgendiffraktometrie

Das Diffraktometrie-Strahlrohr von ANKA wurde für hochauflösende Beugungsverfahren an Einkristall- und polykristallinen Proben konzipiert. Die fokussierende Strahloptik und die technische Ausführung des Diffraktometers bieten zusätzlich die Möglichkeit, Mikrostruktureigenschaften von Werkstoffen orts aufgelöst zu untersuchen, z.B. Eigenspannungszustände oder Texturen.

Grundlagen der Methode

Die Basis aller Arten von Röntgenbeugung ist die Reflexion dieser kurzwelligen Strahlung an den Netzebenen eines Kristallgitters. Da die Wellenlänge der Röntgenstrahlung in der selben Größenordnung wie die Abstände der Atome im Kristallgitter liegt, kommt es zu Interferenz zwischen den an den verschiedenen Netzebenen reflektierten Röntgenstrahlen: Der durch den Abstand d_{hkl} der benachbarten Netzebenen bedingte Phasenunterschied der reflektierten Wellen (Gangunterschied) ist gleich der Wellenlänge λ oder einem ganzzahligen Vielfachen $n \lambda$ ($n=1, 2, \dots$) davon. Der Gangunterschied ist vom Winkel Θ des Strahls zur Netzebene abhängig, was zur sogenannten Bragg'schen Gleichung führt [14]:

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin(\Theta)$$

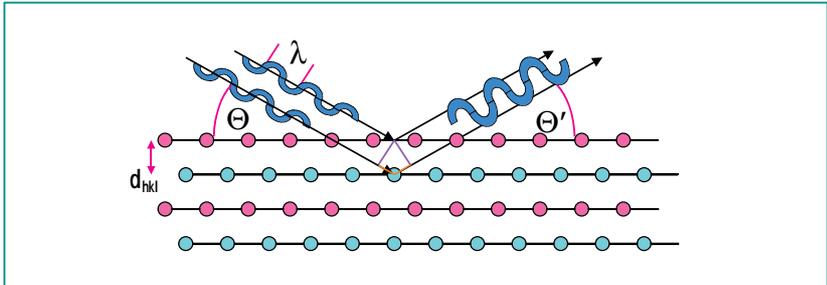


Abb. 11: Beugung des Röntgenstrahls an benachbarten Netzebenen eines Kristallgitters. $\Theta = \Theta'$

Abb. 11 zeigt schematisch das Prinzip der Beugung und die Beziehungen zwischen den abgeleiteten Größen.

Da zwei der Größen, nämlich λ und θ , bekannt sind, kann die dritte, nämlich der Abstand d_{hkl} der Netzebenen, bestimmt werden. Für die Analyse realer, dreidimensionaler Kristallstrukturen muss die Bragg'sche Gleichung ergänzt werden, da das Verhältnis der Netzebenen zueinander in drei Dimensionen sonst nicht ausreichend definiert ist. Die entsprechende Formulierung des Bragg'schen Gesetzes ist von Laue

ausgearbeitet worden [15]. Die Bestimmung der geometrischen Struktur eines realen Kristallgitters ist durch die Lösung der drei Laue-Gleichungen gegeben.

Ein weiterer bei der Kristallstrukturbestimmung zu berücksichtigender Faktor ist die Streukraft der einzelnen Atome. Diese ist von der Zahl der Elektronen (die für die Streuung der Röntgenwelle am Atom verantwortlich sind) und von dem Streuwinkel abhängig (Abb. 12).

Dies bedeutet, dass die Intensität des vom Kristallgitter gebeugten Strahls sowohl von der Gesamt-

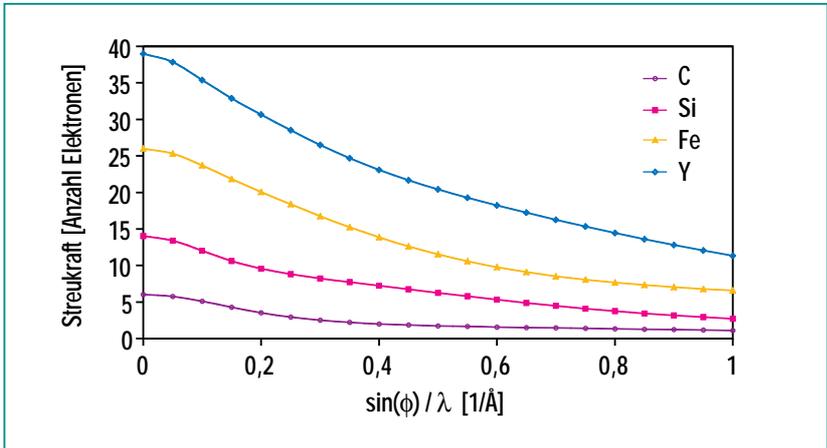


Abb. 12: Streukraft der Elemente Kohlenstoff, Silizium, Eisen und Yttrium als Funktion des Quotienten aus Streuwinkel (Winkel zwischen einfallendem und gestreutem Strahl) und Wellenlänge. Die Streukraft in Vorwärtsrichtung ($\phi = 0$) entspricht der Anzahl der Elektronen des Atoms.

zahl der Elektronen als auch von der Richtung des gebeugten Strahls abhängig ist. Der sog. Strukturfaktor F_{hkl} , der die gesamte Streukraft der Elektronen beinhaltet, gibt Aufschluss über die Elemente und deren Positionen im Kristallgitter. Dieser Faktor besteht aus einer Fourier-Reihe der Streukraft f_n aller einzelnen Atome ($n=1\dots N$) und ihrer Position im Kristallgitter für jede mögliche Röntgenreflexion hkl , wobei h , k , und l („Millersche Indices“) die Richtung der reflektierenden Netzebene bezeichnen:

$$F_{hkl} = \sum_{n=1}^N f_n \exp(2\pi i (hx_n + ky_n + lz_n))$$

Die Aufgabe der Röntgenstrukturanalyse ist es, aus der Richtung und der Intensität der Beugungsreflexe ein damit konsistentes Modell aus Gitterabständen und Struktur Faktoren zu konstruieren.

Anwendungen

Beugungsmessungen mit Synchrotronstrahlung

Im Bereich der Einkristallstrukturanalyse gibt es eine Reihe von Fragestellungen, bei denen Messungen an Synchrotronstrahlungsquellen deutliche Vorteile gegenüber normalen Labormessungen bieten. Die hohe Intensität der Strahlung bietet für Messungen mit hohen Anforderungen an Genauigkeit und Zählstatistik wesentliche Verbesserungen. Solche Anwendungen sind beispielsweise:

- die Bestimmung von Elektronenladungsdichte und Elektronenverteilungsfunktionen – die Quantifizierung der Elektronenverteilung mittels Röntgenmethoden ist stark von der genauen Bestimmung schwacher Reflexe abhängig

- die Charakterisierung thermisch-diffuser Streueffekte, die ihren Ursprung in Gitter- und Molekülschwingungen haben
- die Strukturbestimmung kleiner bis mikroskopischer Kristalle im Bereich von wenigen $(10 \mu\text{m})^3$.

Beim sog. „anormalen Dispersionsverfahren“ wird die starke Änderung der Streukraft eines Atoms in der Nähe der Absorptionskante genutzt, um die Position im Kristallgitter zu lokalisieren. Da die Streukraft und die Energie der Absorptionskante elementenspezifische Eigenschaften sind, erhöht die Kombination von Beugungsdaten, die bei verschiedenen Wellenlängen gewonnen wurden, den Kontrast zwischen den Elementen erheblich. Damit lassen sich die Streuzentren im Kristallgitter feststellen [16]. Dieses Verfahren, das mit dem MAD-

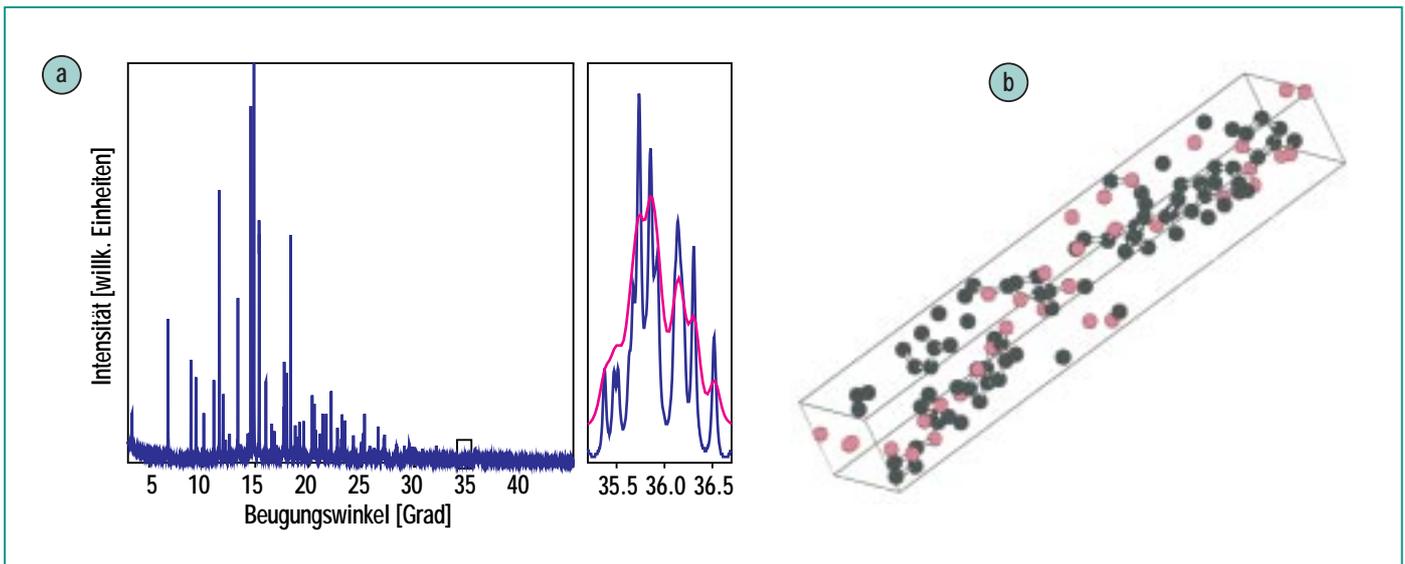


Abb. 13: (a) Pulverbeugungsdiagramm von Marmesin, einer Ausgangssubstanz für pharmazeutische Produkte [17]. Der vergrößerte Ausschnitt rechts zeigt die erhebliche Verbesserung der Auflösung, die durch den Einsatz von Synchrotronstrahlung (blaue Kurve) erreicht wurde, verglichen mit einem an einer Labor-Röntgenquelle gewonnenen Datensatz (rote Kurve). Die abgebildete Kristallstruktur (b) ist aus dem Beugungsdiagramm gewonnen worden.

Verfahren der Proteinkristallographie (vgl. Abschnitt „Makromolekulare Kristallographie“) verwandt ist, kann mit vertretbarem Aufwand nur an einer Synchrotronstrahlungsquelle durchgeführt werden.

Bei der Untersuchung niedersymmetrischer polykristalliner Materialien (Pulverbeugung, vgl. Abb. 13) entstehen durch die reduzierte räumliche Symmetrie zahlreiche Beugungslinien unter sehr ähnlichen Beugungswinkeln. Dadurch wird die Trennung überlappender Reflexe und die Bestimmung der Integralintensität erschwert. Die hohe Parallelität bzw. geringe Divergenz der Synchrotronstrahlung stellt hier natürlich einen besonders wichtigen Vorteil dar und erlaubt eine wesentlich genauere Strukturauflösung.

Auch bei der Charakterisierung von Nanomaterialien kommen Pulverbeugungsmessungen mit Synchrotronstrahlung zum Einsatz. Erste Untersuchungen der Struktur von superparamagnetischen nanokristallinen Eisenoxiden wurden in einem Experiment an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF, Grenoble) durchgeführt. Die Ergebnisse der Beugungsmessungen (Abb. 14) geben Aufschluss sowohl über die Kristallstruktur des γ - Fe_2O_3 als auch über die Teilchengröße des Nanomaterials [18].

Eigen Spannungsmessungen

Die mit Synchrotronstrahlung erreichbare Ortsauflösung sowie die Möglichkeit, die Photonenenergie frei zu wählen, bietet besondere Vorteile für die Mikrocharakterisierung von Proben, z.B. hinsichtlich Gitterdefekten, Stapelfehlern und internen Spannungszuständen.

Die röntgenographische Bestimmung von Mikroverzerrungen basiert auf Änderungen der Gitterkonstanten, d.h. des Abstands zwischen atomaren Ebenen im Material, die sich als Verschiebungen oder Verbreiterungen der Beugungsprofile äußern [19]. Die Abweichung der Lage und Form der Röntgenreflexe vom spannungsfreien Zustand gibt Aufschluss über die vorhandenen Spannungen (Abb. 15).

Stark beanspruchte Werkstoffe und Bauteile brauchen oft eine physikalisch oder chemisch modifizierte Oberfläche zum Erzielen bestimmter Gebrauchseigenschaften. Beispiele sind das Aufbringen von Korrosionsschutzschichten oder die Erzeugung von Eigenspannungen durch Partikelbeschuss. Der Verlauf der

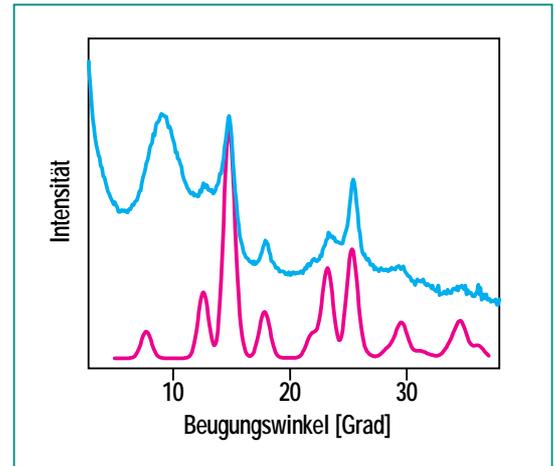


Abb. 14: Beugungskurve eines nanokristallinen Eisenoxids (obere Kurve, blau) und die berechnete Kurve der Modellsubstanz γ - Fe_2O_3 , Magnetit (untere, rote Kurve) [18].

Spannung in einem Flugzeugbauteil, das einer speziellen Kugelstrahl-Behandlung unterzogen worden war, wurde mittels hochenergetischer Röntgenbeugungsaufnahmen am (311)-Re-

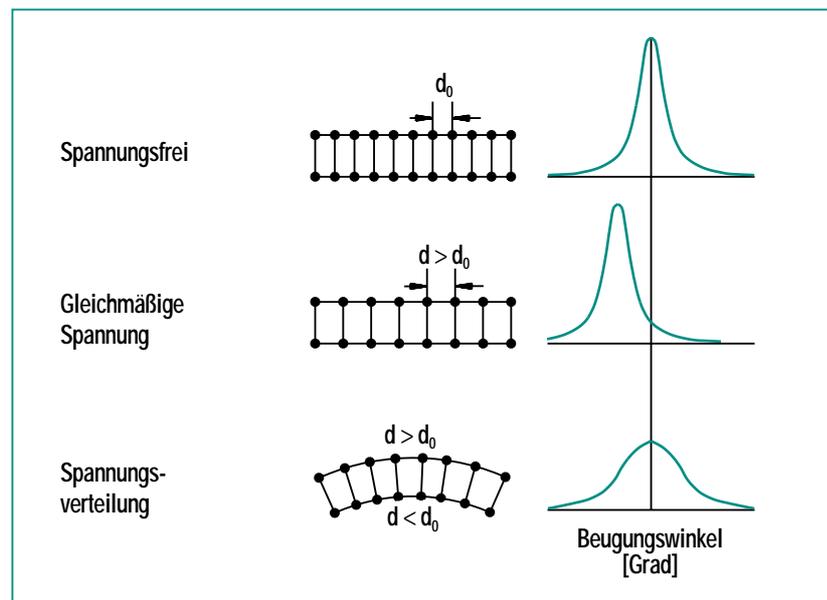


Abb. 15: Schematische Darstellung von Eigenspannungen in kristallinen Materialien und ihrer Auswirkungen auf die Beugungsreflexe.

flex von Aluminium an der ESRF ermittelt [20]. Die Ergebnisse zeigen (Abb. 16), dass die Kompressionsspannung sehr nahe an der Oberfläche gering ist, dass sie aber bis ca. 0,125 mm Tiefe stark

steigt und sich bis ca. 0,25 mm Tiefe wieder abbaut. Bei Tiefen von mehr als 0,25 mm herrscht Zugspannung, die bis ca. 2 mm Tiefe langsam abnimmt. Das Ziel weiterer Röntgenuntersuchungen

ist, den Tiefenverlauf der Spannung in verschiedenen Phasen der Behandlung zu charakterisieren, um die Prozessparameter der Kugelstrahl-Behandlung zu optimieren.

Technische und experimentelle Besonderheiten

Als vielseitiges Messinstrument für ein breites Spektrum von Beugungsmessungen steht ein 4-Kreis-Kappa-Diffraktometer mit zusätzlichem 2-Kreis-Sekundärmonochromator (Analyse-einrichtung) zur Verfügung. Zu den vorgesehenen Messverfahren gehören sowohl alle gängigen Einkristalluntersuchungsmethoden in 4-Kreis-Geometrie als auch Pulver- und Polykristallit-Beugungsmessungen in flacher (sogenannter „Bragg-Brentano“-) Geometrie und in Kapillartransmissionsgeometrie. Das Instrument ist in Abb. 17 dargestellt.

Den Kern der Strahloptik bildet ein Doppelkristallmonochromator mit einem horizontal („sagittal“) fokussierenden zweiten Kristall. Diese Fokussierung hat gegenüber herkömmlichen Röntgenspiegeloptiken den Vorteil, dass ein verhältnismäßig großer Strahlfächer (d.h. viele Photonen) aufgefangen und auf die Probe fokussiert werden kann, was zu einem deutlich erhöhten Fluss an der Probe führt. Als letztes Element im Strahlrohr befindet sich in unmittelbarer Nähe vor der Probe ein Polarisationsmonitor, der aus zwei unter 90° zueinander ausgerichteten Szintillationszählern besteht. Dieser Monitor registriert das Verhältnis der in der vertikalen und der horizontala-

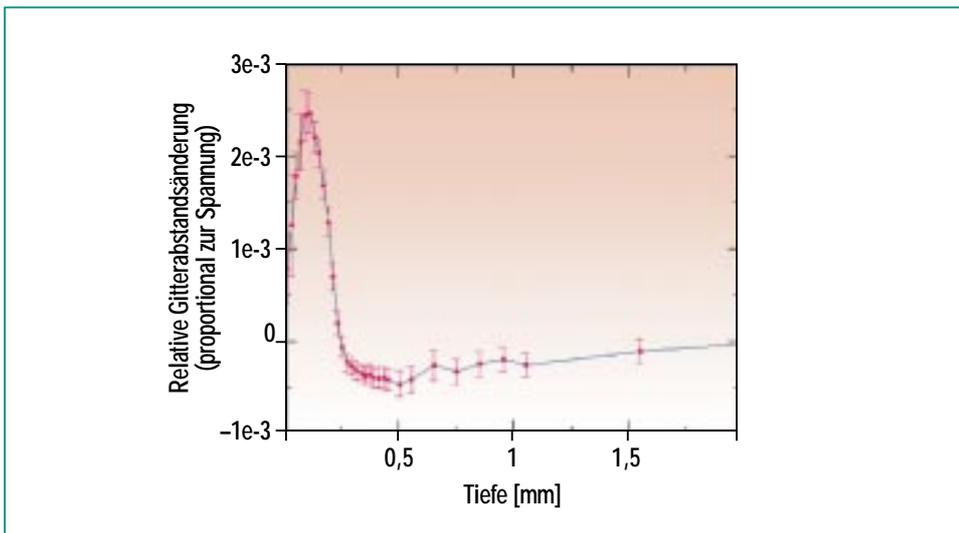


Abb. 16: Tiefenverlauf der durch „shot-peening“ (Kugel-/Sandstrahl-Behandlung) erzeugten Spannung in einem Rumpfbauteil eines Flugzeuges [20]. Die Verformung der Oberfläche durch Bestrahlung erzeugt eine kompressive Spannung, die Rissbildung verhindert.

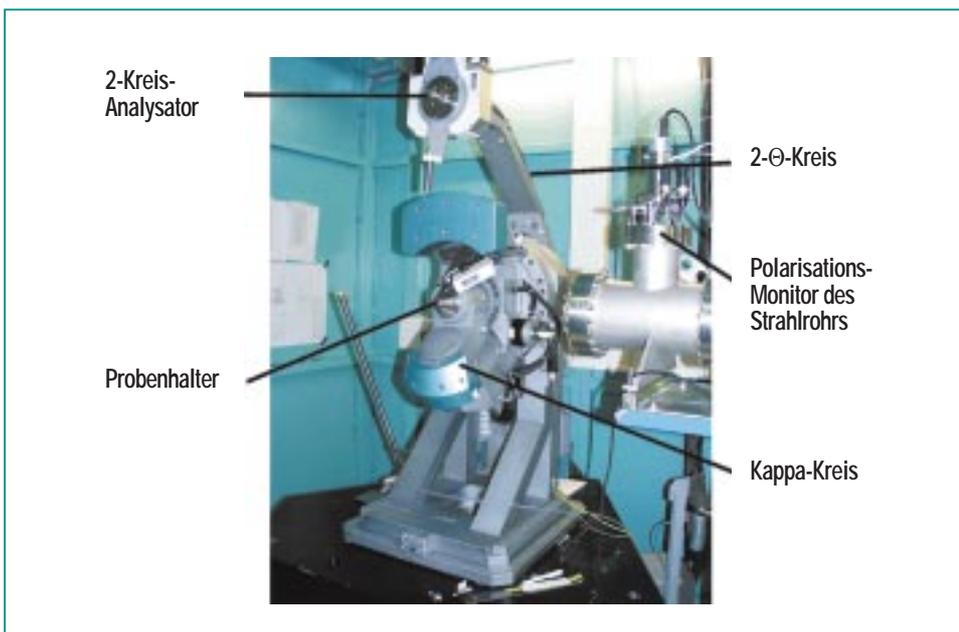


Abb. 17: Das 4+2-Kreis-Kappa-Diffraktometer für Beugungsmessungen an ANKA.

len Ebene polarisierten Intensitäten des Strahls, um die Strahlpolarisation nachträglich in die gemessenen Beugungsintensitäten einrechnen zu können. Die wesentlichen Eigenschaften der Optik sind in Tab. 3 zusammengestellt.

In der ersten Projektphase bestand aus Kostengründen noch nicht die Möglichkeit, das Gerät für zeit- oder temperaturlöste Messungen auszurüsten. Es ist jedoch geplant, gewisse Zusatzgeräte wie 2-dimensionale Detektoren sowie Heiz- und Kühleinrichtungen zu beschaffen, um damit kinetische und temperaturabhängige Strukturanalysen zu ermöglichen.

Röntgenfluoreszenzanalyse

Am Fluoreszenz- und Topographiestrahlrohr wird eine Experimentierstation für Röntgen-Fluoreszenzspektroskopie betrieben. Diese Einrichtung dient vor allem dem (Element-)Spurennachweis.

Grundlagen der Methode

Röntgenstrahlen sind in der Lage, innere Elektronen von Atomen in unbesetzte Orbitale gerade oberhalb des Fermi-Niveaus oder ins Kontinuum anzuregen. Beim Übergang von Elektronen aus höheren Orbitalen auf die nun freien inneren Plätze wird dann Fluoreszenzstrahlung ausgesandt. Die anregenden Röntgenphotonen können im Prinzip jede Energie oberhalb der Absorptionskante der entsprechenden Elektronenschale des betreffenden Elements aufweisen; al-

Parameter	Wert
Quellgröße (Standardabweichung der Verteilung)	ca. 0,35 mm x 0,1 mm (Breite x Höhe)
Abstand Quellpunkt – Monochromator	ca. 15 m
Abstand Monochromator-Probe	ca. 7,5 m
Monochromatorkristalle	flaches Si(111)-Paar oder Si(111)-Paar mit sagittal fokussierendem zweitem Kristall
maximaler horizontaler Akzeptanzwinkel des Monochromators	ca. 5 mrad
Energiebereich	6 – 20 keV (flache Monochromatorkristalle), 6 – 18 keV (fokussierend)
Energieauflösung, $\Delta E/E$ bei 10 keV	$\sim 4 \times 10^{-4}$ (sagittal fokussierender Kristall), $\sim 2 \times 10^{-4}$ (flache Kristalle)
Fluss an der Probe bei 10 keV	ca. 5×10^{11} Photonen / Sekunde bei 400 mA Ringstrom

Tab. 3: Charakteristische Werte der Optik des Diffraktionsstrahlrohrs.

lerdings ist der Absorptionskoeffizient direkt an der Absorptionskante am höchsten (vgl. Kapitel „Röntgenabsorptionsspektroskopie“). Die emittierte Fluoreszenzstrahlung, die inneren Elektronenübergängen des Atoms entspricht, ist hingegen diskret und elementspezifisch. Es gibt zwei fundamentale Messmodi, nämlich die Fluoreszenz-Mikroskopie und die Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TXRF). Bei der Fluoreszenz-Mikroskopie wird die Probe mit einem eng kollimierten, polychromatischen Röntgenstrahl abgerastert, während bei TXRF die Probe von einem räumlich ausgedehnteren Strahl mit einer gewissen Wellenlängenbandbreite ausgeleuchtet

wird. Die erste Methode ergibt eine hohe räumliche Auflösung, die zweite hingegen eine extrem hohe Nachweisempfindlichkeit speziell für Oberflächenschichten.

Anwendungen

Beide Methoden arbeiten zerstörungsfrei, schnell und präzise und eignen sich für homogene und inhomogene Systeme gleichermaßen. Die Fluoreszenz-Mikroskopie dient Elementnachweisen auf sehr unterschiedlichen Gebieten. In der Geologie und Mineralogie können rasch Elementvorkommen und Verunreinigungen ermittelt werden. Elementspurennachweise haben für Echtheitszertifizierungen und

Forensik große Bedeutung. Die Bestimmung von Elementverhältnissen in archäologischen Proben erlaubt es beispielsweise, den entsprechenden Fundort mit ggf. entfernten Erzlagerstätten in Bezug zu setzen und so Schlussfolgerungen über frühzeitliche Handelsverbindungen zu ziehen. Die Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse dient vor allem der Analyse der chemischen Zusammensetzung von Oberflächen. Von besonderer Bedeutung ist die Analyse der Verunreinigungen auf Oberflächen von Si-Wafern für die Chip-Herstellung.

Technische Besonderheiten

Die Messstation arbeitet unter Vakuum und besteht im Wesentlichen aus zwei Behältern: einem großen Vakuumgefäß als Probenkammer und einem davorgeschalteten Abschirmgehäuse, das Elemente zur Strahlformung und -detektion (Blende, Ionisationskammer) enthält.

Bei der Fluoreszenz-Mikroskopie wird die zu untersuchende Probe mit einem räumlich fein kollimierten, polychromatischen Röntgenstrahl beleuchtet. Je nach Bedarf kann dieser auch durch Röntgenkapillaren auf einen Durchmesser bis hinab zu 2 µm fokussiert werden. Die Probenoberfläche steht typischerweise in einem Winkel von 45° zum Primärstrahl und wird durch diesen abgestert. Dies ermöglicht eine Probenverstelleinheit, die in der Lage ist, die Probe in µm-Schritten in horizontaler und vertikaler Richtung relativ zum feststehenden Einfallsstrahl zu bewegen. Die Fluoreszenzstrahlung wird von einem energieauflösenden

Detektor nachgewiesen. Eine nachgeschaltete Anzeigeelektronik, im Wesentlichen bestehend aus einer Verstärkerkette und einem Vielkanalanalysator, ermöglicht die spektrale Darstellung der Fluoreszenzstrahlung und damit eine Elementaranalyse. Der Detektor steht in einem Winkel von 90° zur Primärstrahlrichtung in der Horizontalebene. So wird eine besondere Eigenschaft der Synchrotronstrahlung ausgenutzt, nämlich die fast lineare Polarisation des Synchrotronlichts in der Horizontalebene. Die o.g. Geometrie ist die einzige, in der dann der sogenannte Polarisationsfaktor für elastisch gestreute Röntgenstrahlung exakt gleich Null ist. Das bewirkt einen minimalen Rausch-Untergrund durch elastische Streuung und somit ein optimales Signal-zu-Rausch-Verhältnis, das ein bis zwei Größenordnungen besser ist als das, was mit Laborquellen erreicht werden kann. Entsprechend geringere Substanzmengen können mit dieser Experimentierstation am Speicherring ANKA nachgewiesen werden. Zur optischen Kontrolle der Probenoberfläche und der Messposition auf der Probe dient eine optische Hochleistungs-Mikroskopkamera.

Bei der Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TXRF) wird die Probe von einem räumlich ausgedehnten Strahl (typisch: 2 mm hoch x 0,1 mm breit) mit einer Wellenlängenbandbreite von üblicherweise 2 % ausgeleuchtet. Die Probenoberfläche muss glatt sein und steht unter einem flachen Winkel relativ zum einfallenden Strahl. Dies bewirkt, dass der

größte Teil der von der Probe elastisch gestreuten Strahlung in den spekulär reflektierten Strahl gelangt und damit nicht zum Untergrund der Fluoreszenz-Messung beiträgt. Wie im Falle der Fluoreszenz-Mikroskopie verbessert ein geringerer elastischer Untergrund das Signal-zu-Rausch-Verhältnis und senkt damit die Nachweisgrenzen der zu detektierenden chemischen Elemente. Ziel ist es, Verunreinigungskonzentrationen bis hinab zu 10^8 Atomen/cm² nachweisen zu können. Anders als bei einigen vergleichbaren Einrichtungen an anderen Synchrotronstrahlungsquellen können mit dieser Messstation an ANKA auch leichte Elemente wie Al, Na, Mg nachgewiesen werden, da ein weitestgehend fensterloses Arbeiten möglich ist. Der Nachweis der Fluoreszenzstrahlung erfolgt wie im Falle der Fluoreszenz-Mikroskopie mit dem energieauflösenden Detektor, die Darstellung der Messdaten und die Elementaranalyse erfolgen wie oben geschildert.

Topographie

An der zweiten Experimentierstation am Fluoreszenz- und Topographiestrahlrohr werden kristalline Materialien mittels Röntgentopographie untersucht. Diese Methode ermöglicht es, Kristallfehler wie Stapelfehler, Stufen- bzw. Schraubenversetzungen, Korn- und Zwillingsgrenzen bis hin zu Agglomeraten von Punktdefekten aufzudecken oder auch ferroelektrische bzw. -magnetische Domänen nachzuweisen [21]. Dabei können große Bereiche der Probe zerstörungsfrei analysiert werden.

Grundlagen der Methode

Die Brillanz der Synchrotronstrahlungsquelle mit ihrer breiten Energieverteilung entspricht besonders gut den Anforderungen der an ANKA angewandten Laue-Topographie [22]. Dabei wird polychromatische, hochkollimierte Röntgenstrahlung auf die zu analysierenden Kristallbereiche gerichtet. Die Strahlung wird dann von den verschiedenen Netzebenen entsprechend der Beugungstheorie reflektiert, in Form der bekannten Laue-Reflexe (vgl. Kapitel „Röntgendiffraktometrie“). Während die Anordnung der Laue-Reflexe durch die Gitterstruktur bedingt ist, findet sich die gesuchte Information über Fehler der Kristallstruktur in der Feinstruktur der einzelnen Beugungsreflexe selbst. Diese Feinstruktur entsteht durch Absorptions- oder dynamischen Kontrast an den Spannungsfeldern aufgrund von Störungen des Kristallgitters. Die Spannungsfelder von

Versetzungen reichen zum Beispiel mehrere μm weit.

Anwendungen und technische Realisierung des Messplatzes

Zu den Anwendungen der Röntgentopographie zählt der Nachweis kleinster Defektkonzentrationen in nahezu perfekten Kristallen (z.B. Halbleitern) oder die Kontrolle von prozessinduzierten Spannungen in integrierten Schaltkreisen oder Wafern.

Da diese Methode Strahlung mit großer Energiebandbreite und hoher Kollimation benötigt, wurde der Messplatz, der in Zusammenarbeit mit dem Kristallographischen Institut der Universität Freiburg konzipiert wurde, in größtmöglichem Abstand von der Quelle (30m) aufgebaut. Die wesentlichen Komponenten sind in Abb. 18 skizziert. Die Geometrie des Primärstrahls wird mit einem Kreuzblendensystem (1) eingestellt. Die Probenhalterung mit zwei Translations- und zwei Ro-

tationsachsen erlaubt es, die Probe beliebig zu orientieren und bietet einen seitlichen und vertikalen Verfahrweg von 150 mm bzw. 25 mm (3). Die Beugungsreflexe der Probe werden entweder hinter der Probe detektiert (Durchstrahlgeometrie, (4)) oder in Rückstreugeometrie aufgenommen (2). Als Detektor dient ein höchstauflösender Röntgenfilm (Körnung $< 0,03 \mu\text{m}$), da Halbleiterdetektoren in Auflösung und Pixelzahl noch unzureichend sind. Ein Fluoreszenzschirm dient zur Vorjustage (5). Der gesamte Messplatz ist auf einem „M³-Tisch“ aufgebaut. Der Tisch besitzt drei motorisierte Tischbeine zur Verstellung von Höhe und Neigung und kann im Rahmen des mobilen Konzepts auch an anderen Strahlrohren eingesetzt werden.

Mit dem Aufbau lässt sich die Messgeometrie sehr leicht an die unterschiedlichen Anwendungen und Fragestellungen anpassen. Man unterscheidet hierbei:

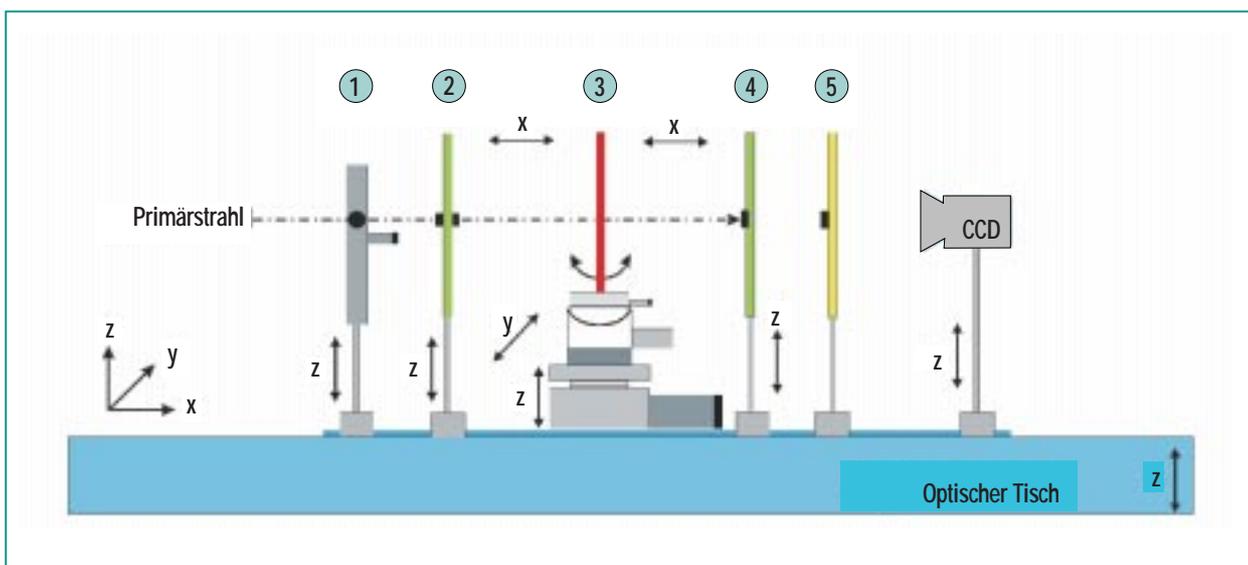


Abb. 18: Schematische Darstellung des Topographie-Messaufbaus an ANKA.

1. Large-Area-Durchstrahl-Geometrie

(Strahlquerschnitt bis 10 mm x 10 mm)

für die Ermittlung von Burgers-Vektoren, Versetzungsdichten sowie der Anordnung und Verteilung von Versetzungen und Spannungsfeldern. Abb. 19 zeigt die Geometrie der Methode. In Abb. 20 ist ein Beispiel für die Bestimmung der Versetzungsdichte dargestellt [23].

2. Large-Area-Rückstrahl-Geometrie

(Strahlquerschnitt bis 10 mm x 10 mm).

Diese Methode wird eingesetzt, wenn die Absorption der Probe zu stark für das Durchstrahlverfahren ist, z.B.

wenn Epitaxieschichten bzw. Bauelementstrukturen ohne störenden Substrateinfluss untersucht werden sollen.

3. Section-Durchstrahl-Geometrie

(Strahlquerschnitt ca. 10 mm x 0,015 mm).

Der extrem schmale Streifen des einfallenden Lichtes erlaubt eine tiefenaufgelöste Charakterisierung von Versetzungen, Spannungen und Präzipitaten im Querschnitt von Wafern oder Bauelementen.

4. Section-Rückstrahl-Geometrie

(Strahlquerschnitt ca. 10 mm x 0,015 mm)

erlaubt oberflächennahe Defekte mit höchster Ortsauflö-

sung tiefenabhängig zu charakterisieren.

5. Grazing-Incidence-Geometrie

(Strahlquerschnitt ca.

2 mm x 2 mm auf der Probe) ermöglicht es, das wellenlängenabhängige Tiefenprofil von Spannungen z.B. in Bauelementen in Oberflächennähe zu bestimmen. Abb. 21 zeigt das Prinzip der Methode. Die Oberfläche des Kristalls wird unter sehr flachen Winkeln bestrahlt. Als Beispiel ist in Abb. 22 der Nachweis von Spannungsfeldern in integrierten Schaltkreisen gezeigt [24]. Solche Spannungsfelder können zu einem frühzeitigen Ausfall des Bauelements führen.

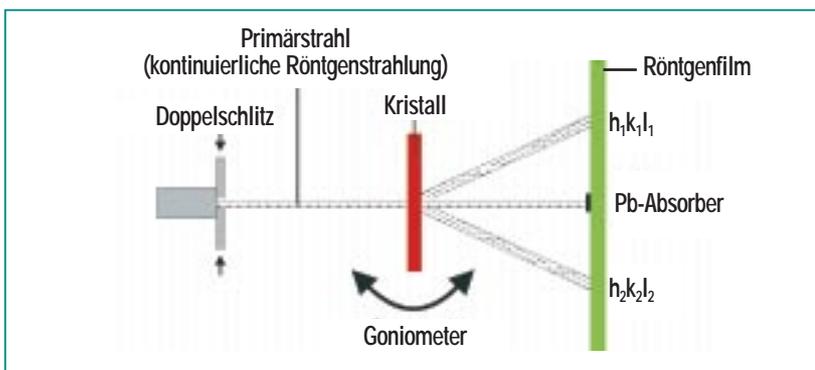


Abb. 19: Prinzip der Durchstrahlgeometrie.

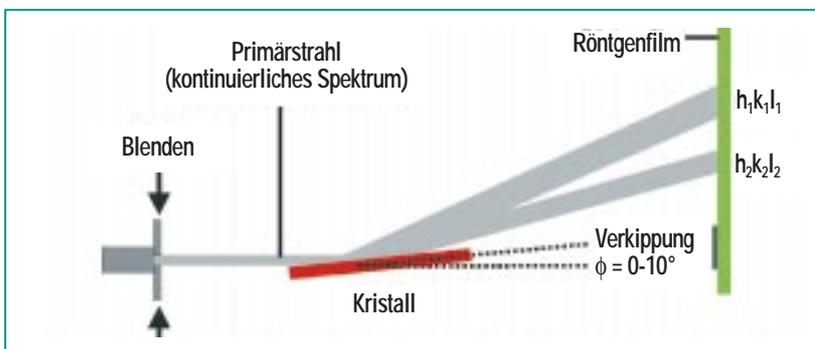


Abb. 21: Prinzip der Grazing-Incidence-Geometrie.

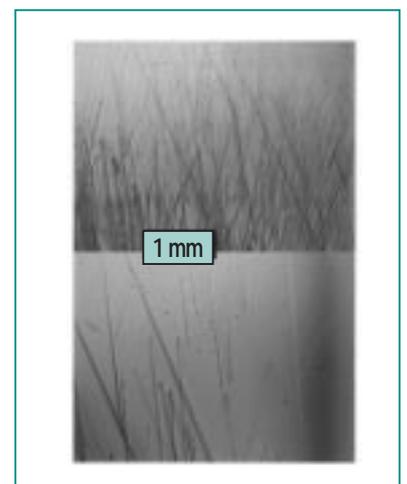


Abb. 20: Quantitative Ermittlung von Versetzungsdichten in GaSb:Te; nach 4 mm Wachstum (floating zone) beträgt die Versetzungsdichte 3000/cm² (oben); nach 16 mm Wachstum beträgt die Versetzungsdichte weniger als 1000/cm² (unten). Die Aufnahmen wurden am HASYLAB gemacht [23].

Darüber hinaus eignet sich der Messaufbau auch für andere abbildende Methoden wie Radiographie und mit einem zusätzlichen CCD-Detektor auch für Röntgentomographie.

Makromolekulare Kristallographie

Ein weiteres Röntgenanalytik-Strahlrohr bei ANKA ist der Kristallographie von Makromolekülen, insbesondere von Proteinkristallen, gewidmet. Die Funktionsweise ist ähnlich wie bei dem Röntgendiffraktometrie-Strahlrohr, jedoch wird den besonderen Eigenschaften von Makromolekülkristallen (kleine Kristallite, große und komplexe Elementarzellen, thermische Empfindlichkeit) Rechnung getragen.

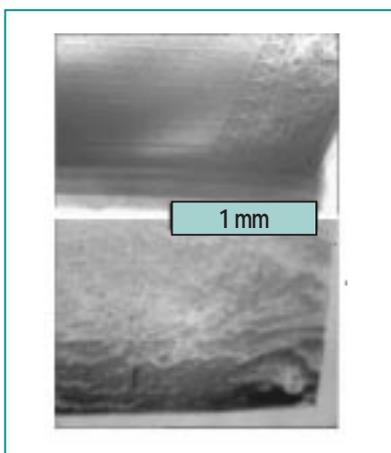


Abb. 22: Untersuchungen von prozessinduzierten Spannungen in Bauelementen: Spannungen in 86 μm Tiefe, hervorgerufen durch rückseitigen Kontakt (oben) und Spannungen in 38 μm Tiefe hervorgerufen durch eine dielektrische Abdeckung des Bauelements (unten). Diese Messungen wurden am Hasylab durchgeführt [24].

Grundlagen der Methode

Die zur Anwendung kommende experimentelle Methode ist im Prinzip bereits im Kapitel „Röntgendiffraktometrie“ beschrieben (vgl. Abb. 11). Die innere Struktur eines Kristalls wird durch Beugung von Röntgenstrahlung an dessen atomaren Netzebenen untersucht. Im Unterschied zum Strahlrohr für Diffraction sind die experimentellen Gegebenheiten an diesem Strahlrohr auf die Untersuchung makromolekularer Kristalle, also Kristalle mit sehr großer Elementarzelle im Bereich $(5\text{--}50\text{ nm})^3$, hin optimiert. Die abgebeugte Strahlung wird deshalb mit Flächenzählern registriert (Abb. 23). Üblicherweise befinden sich auf einer einzelnen Aufnahme mit dem Flächenzähler, auf dem sogenannten „frame“, einige hundert Intensitätsmaxima, sogenannte „diffraction spots“. Ein vollständiger Datensatz umfasst wiederum bis zu einigen hundert „frames“, wobei der zu untersuchende Kristall von einem

„frame“ zum nächsten jeweils um einen kleinen Winkel rotiert wird, um so Information über die dreidimensionale Struktur des Kristalls zu erhalten. Präziser: Der Detektorfläche entspricht im reziproken Raum ein Ausschnitt der Oberfläche der Ewaldkugel; bei Rotation des Kristalls rotiert dieser Ausschnitt ebenfalls, und dadurch wird ein zur Strukturbestimmung wesentlicher Teil des reziproken Raumes abgetastet. Bedingt durch die große bei der Datensammlung anfallende Datenmenge und die meist sehr komplexe atomare Struktur makromolekularer Kristalle ist die Auswertung dieser kristallographischen Aufnahmen sehr rechenaufwendig. Die Darstellung der mathematischen Methoden würde den Rahmen dieses Artikels sprengen; eine hervorragende Einführung in proteinkristallographische Methoden unter Einschluss des mathematischen Handwerkszeugs findet sich in [25]. Näheres über die Proteinmoleküle selbst und deren Struktur ist in [26] zu finden.

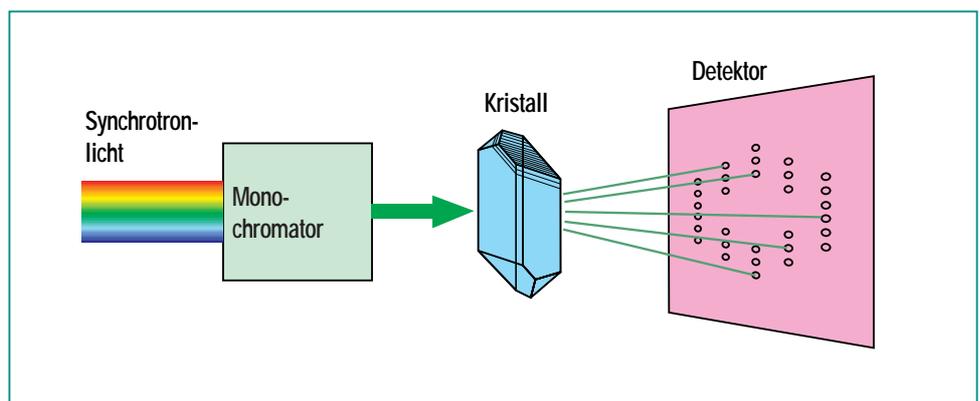


Abb. 23: Prinzipschema der proteinkristallographischen Methode. Aus der einfallenden Synchrotronstrahlung wird vom Doppelkristallmonochromator eine bestimmte Wellenlänge herausselektiert und fällt auf die Probe. Die von den Netzebenen des Kristalls abgebeugten Röntgenreflexe enthalten nach Richtung und Intensität Information über die molekulare Struktur des Probenkristalls.

Natürlich kann man kristallographische Aufnahmen von Makromolekülen auch mit Hilfe von Röntgenröhren machen, und in der Tat ist dies noch häufig der Fall. Neben einer höheren Strahlbrillanz und damit verbunden einer in der Regel besseren Auflösung bietet die Messung mit Synchrotronstrahlung aber einen weiteren entscheidenden Vorteil: Die Photonenenergie bzw. die Wellenlänge der auf die Probe auftreffenden Strahlung kann frei gewählt werden. Dies erlaubt es, ein spezielles kristallographisches Verfahren anzuwenden, das mit Röntgenröhren nur rudimentär und unter hohem Aufwand realisiert werden kann, das sogenannte „Multiple Anomalous Dispersion“ (MAD)-Verfahren. Dieses beruht darauf, dass bestimmte in die Kristallstruktur der Probe eingebaute Atome mit der einfallenden Strahlung bei einer bestimmten Wellenlänge in Resonanz geraten und dabei ihr Streuverhalten drastisch ändern, vgl. auch Abb. 3, 10. Dieses Verhalten kann beispiels-

weise zur Bestimmung der Streuphasen und damit zur Lösung des Phasenproblems verwendet werden – man spricht deshalb auch von „MAD Phasing“.

Bekanntlich ist es mit Röntgenmethoden nur möglich, die Intensitäten der von der Probe abgelenkten Reflexe zu messen; die Streuphasen bleiben der unmittelbaren Beobachtung unzugänglich. Um aus den Messdaten auf die innere Struktur des Kristalls zurückschließen zu können, ist aber die Kenntnis von beidem notwendig, nämlich der Intensitäten und der Streuphasen. In der Vergangenheit sind verschiedene experimentelle und mathematische Verfahren entwickelt worden, um die Streuphasen zu bestimmen; die wichtigsten sind in [25] beschrieben, darunter auch das oben bereits erwähnte MAD-Verfahren, das durch die zunehmende Verfügbarkeit von Synchrotronstrahlung ständig an Bedeutung gewonnen hat und weiter gewinnen wird. Eine einge-

hende mathematische Darstellung des MAD-Verfahrens ginge über den Rahmen dieses Artikels hinaus. Anstelle dessen sei das Verfahren anhand eines einfachen optischen Analogons veranschaulicht: Man stelle sich den Probenkristall aus lauter grauen Atomen in verschiedenen Graustufen aufgebaut vor. Zusätzlich seien einige rote Atome eingebaut. Bei Beleuchtung beispielsweise mit grünem Licht heben sich die roten Atome nicht besonders von den grauen ab, ihre Identifikation und die Bestimmung ihrer Lage fällt schwer. Beleuchtet man den Kristall jedoch jetzt mit rotem Licht, scheinen die roten Atome aufzuleuchten und heben sich deutlich von der Masse der grauen Atome ab; ihre Positionen werden bestimmbar.

Anwendungen

Makromoleküle, insbesondere Proteine, spielen nicht nur eine entscheidende Rolle bei allen Lebensvorgängen, sie sind darüber hinaus auch von großer industrieller Bedeutung beispielsweise als Pharmaka, Waschmittelzusätze, Bestandteile von Kosmetika, für die Papierherstellung oder in der Lebensmittelverarbeitung. Die Kenntnis ihrer molekularen Struktur erlaubt vielfach die Aufklärung der Struktur-Wirkungsbeziehung und oftmals auch deren Optimierung. Das zunehmende Interesse, das die Strukturaufklärung biologischer Makromoleküle findet, dokumentiert sich in der schnell wachsenden Zahl von Einträgen aufgeklärter Strukturen in der Protein Data Bank (PDB) – derzeit (31. 11. 2000) beträgt ihre Zahl 13551 (Abb. 24).

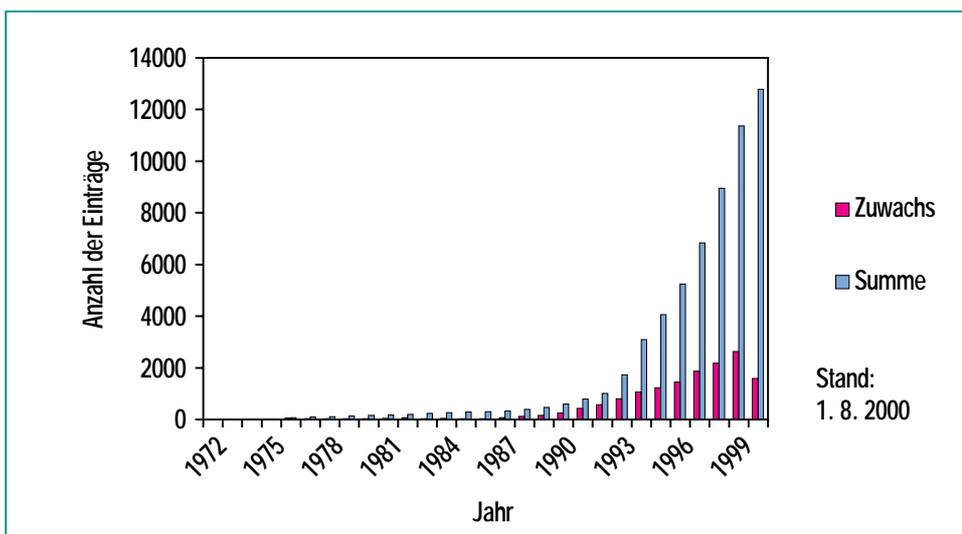


Abb. 24: Anzahl der Einträge gelöster Strukturen in der Protein Data Bank (Quelle: PDB).

Ein Anwendungsbeispiel ist das fettsplattende Enzym »Lipase«, das aus Bakterien (*Chromobacterium viscosum*) gewonnen und Waschmitteln als Fettlöser zugesetzt wird. Die dreidimensionale Struktur dieses aus 319 Residuen (Anzahl der auf einer Kette aufgereihten Aminosäuren) bestehenden Moleküls wurde zunächst mit Hilfe kristallographischer Instrumente an Röntgenröhren bis zu einer Auflösung von 0,22 nm bestimmt, dann mit Hilfe von Synchrotronstrahlung auf 0,16 nm verbessert. Je besser die Auflösung, umso mehr Strukturdetails können in einer Karte der Elektronendichteverteilung ausgemacht werden, umso sicherer ist die Bestimmung der Atomkoordinaten. Im Falle der Lipase konnte durch Aufklärung der molekularen Struktur (Abb. 25) und insbesondere von Strukturdetails des aktiven Zentrums (des Ortes, an dem die Fettaufspaltung katalysiert wird) sowie dessen näherer Umgebung auf die enzymatische Wirkungsweise des Moleküls zurückgeschlossen werden [27].

Ein weiteres Anwendungsbeispiel mehr von grundlegendem Interesse ist die Strukturaufklärung von Ribosomen. Dies sind riesige makromolekulare Komplexe mit Molekülmassen von 4,5 MDa in Säugetierzellen (Da = Dalton; Atommasseeinheit, entspricht einem Zwölftel der Masse des Isotops ^{12}C) bzw. von 2,3 MDa in prokariotischen Zellen, in denen sie zu einem Drittel aus Proteinen und zu zwei Dritteln aus rRNA bestehen. Ihre Funktion ist die Katalyse der sequentiellen Polymerisation von Aminosäuren entspre-

chend der Information, die in der mRNA codiert ist. Sie bestehen aus einer großen und einer kleinen Untereinheit. Deren Struktur ist bislang nur teilweise aufgeklärt, aber durch den Einsatz von Synchrotronstrahlung ist in den letzten Jahren ein gewaltiger Fortschritt erzielt worden. Die »T50S« genannte Untereinheit des in heißen Quellen heimischen Archäobakteriums »thermus thermophilus« konnte bis zu einer Auflösung von 0,9 nm aufgeklärt werden; das scheint grob zu sein im Vergleich zu den bei der Lipase erzielten Werten, ist aber angesichts der Riesengröße der Ribosomen eine phantastische Detailgenauigkeit. Der Einsatz der oben geschilderten MAD-Methode mit $\text{Ta}_6\text{Br}_{14}$ als Marker spielte dabei eine entscheidende Rolle. Es sollte noch erwähnt werden, dass die Aufklärung der Ribosomenstruktur auch bedingt durch die Vielfalt der Kristallstrukturen eine große Herausforderung in experimenteller Hinsicht war, die von der Gruppe um Ada Yonath meisterhaft bewältigt wurde [28]. Es lohnt ein Blick in diese Veröffentlichung, auch wegen der interessanten darin abgebildeten Strukturen.

Technische Besonderheiten des Strahlrohrs

Der hier verwendete Monochromator ist, anders als bei den meisten anderen ANKA-Strahlrohren, mittels eines sagittalen Biegemechanismus am zweiten Kristall in der Lage, den Strahlungsfächer auch horizontal mit variabler Brennweite zu fokussieren. Eine Tabelle mit den Designpara-



Abb. 25: Atomare Struktur der Lipase aus *Chromobacterium viscosum*, dargestellt als Bändermodell, das nur die wesentlichen Strukturmerkmale zeigt. Die α -Helices sind rot, die β -Stränge gelb dargestellt.

metern des Strahlrohrs findet sich im einleitenden Kapitel (Tab. 1). Diese resultieren aus einer Simulation der Strahlrohrperformance mit Ray-Tracing-Methoden [6].

Die Experimentierstation, die auf einem M^3 -Tisch aufgebaut ist, besteht im Wesentlichen aus einem Goniometer (zum Durchdrehen des Probenkristalls im Strahl), einem Flächendetektor zum Registrieren der vom Kristall abgelenkten Strahlung (vgl. auch Abb. 23) und einer Gasstrom-Gefrierereinrichtung. Letztere soll die durch die Röntgenstrahlen im Kristall erzeugten Strahlenschäden minimieren und somit dafür sorgen, dass die Struktur der Kristalle lange intakt bleibt und somit nach Möglichkeit die Datensammlung aller »frames« bei den verschiedenen Energien an ein und demselben Kristall erfolgen kann.

Infrarot-Methoden

Die Ablenkmagnete an ANKA liefern im Röntgenbereich die höchste Strahlungsintensität. Durch Ausnutzung des sog. „Kanteneffekts“, d.h. des Anstiegs des Felds am Rande des Magneten, konnte jedoch auch ein Strahlrohr realisiert werden, das Infrarotstrahlung hoher Intensität für Spektroskopie, Mikroskopie und Ellipsometrie bereitstellt.

Methodenüberblick

Infrarot ist der Spektralbereich, dessen Photonenenergien den intermolekularen (Fernes Infrarot, FIR: Wellenlängen von ca. 30 μm bis in den mm-Bereich) und intramolekularen (Mittleres und Nahes Infrarot, MIR und NIR: Wellenlängen ca. von 3 – 30 μm bzw. vom sichtbaren Licht, ca. 800 nm, bis ca. 3 μm) Wechselwirkungen entsprechen. Mittels Infrarotspektroskopie können die molekularen Baugruppen komplexer Verbindungen anhand ihrer Schwingungsabsorptionsspektren identifiziert werden. Räumliche Auflösung kann durch starke Fokussierung des anregenden Strahls erreicht werden (Mikrospektroskopie). So können kleine Partikel untersucht oder größere, inhomogene Proben bildgebend abgerastert werden. Alternativ ist es auch möglich, die Probe bei vorgewählter Wellenlänge mit einem Infrarot-Mikroskop abzubilden (IR-Spektromikroskopie). Die Ellipsometrie mit Infrarotstrahlung erlaubt es, direkt die komplexe Dielektrizitätsfunktion einer Probe zu bestimmen. Die Methode ist besonders empfindlich hinsichtlich der optischen Eigen-

schaften von dünnen Filmen. Im Gegensatz zu den anderen Arten von Reflexionsmessungen sind bei der Ellipsometrie weder Referenzmessungen noch Datenextrapolationen zu hohen und tiefen Photonenenergien nötig.

Der Einsatz von Synchrotronstrahlung für die o.g. Infrarot-Methoden bietet wesentliche Vorteile gegenüber der Verwendung von Licht aus konventionellen, thermischen IR-Quellen:

- Synchrotronstrahlung überdeckt den gesamten infraroten Spektralbereich
- Insbesondere bei Wellenlängen oberhalb von 50 μm (Wellenzahlen $< 200 \text{ cm}^{-1}$) steht ein höherer Photonenfluss zur Verfügung
- Im gesamten Spektralbereich steht eine um Zehnerpotenzen höhere Brillanz (Quotient aus Photonenfluss und dem Produkt aus Quellfläche und Divergenz) zur Verfügung
- Die Strahlung ist stark in der Ebene des Elektronenspeicherrings polarisiert
- Die Strahlung weist aufgrund des gepulsten Elektronenstrahls im Speicherring eine inhärente zeitliche Struktur im Nanosekundenbereich auf.

Damit sind sowohl Abbildungen am jeweiligen Beugungslimit der gewählten Wellenlänge als auch ellipsometrische Messungen im gesamten infraroten Spektralbereich und zeitaufgelöste Messungen möglich.

Anwendungen

Die oben ausgeführten, an ANKA verfügbaren Infrarot-Methoden haben äußerst vielfältige Anwendungsbereiche. Dazu zählen z.B. die Charakterisierung von Materialien wie Kristallen und dünnen Filmen oder Adsorbaten bzw. Substrat-Adsorbat-Wechselwirkungen, Polymeren bzw. Wechselwirkungen in Polymer-Laminaten oder die Bestimmung von Partikelkontaminationen. Auch die chemische Charakterisierung biologischer Systeme und Substanzen, z.B. im Hinblick auf die Identifizierung von Biomolekülen, auf Wirkungsmechanismen und zeitliche Abläufe, ist ein wichtiges Anwendungsgebiet. Damit verwandt sind Untersuchungen von Umweltproben, z.B. hinsichtlich (vor allem organischer) Kontaminanten und deren ggf. biologischen Abbau. Die Bedeutung dieses Arbeitsgebiets wächst z.Zt. stark an, so dass hierfür ein eigener Messplatz am Infrarot-Strahlrohr von ANKA aufgebaut wird. Weitere IR-Anwendungen sind forensische Untersuchungen (Spurennachweise bei Drogen, Fasern etc.) und Experimente zur Modellierung von Vorgängen im Innern von Himmelskörpern.

Technische Realisierung an ANKA

Im Rahmen des Budgets für die Errichtung von ANKA wurde zunächst nur das Strahlrohr für die Infrarot-Methoden realisiert. Die zugehörigen Messplätze (einer für das Max-Planck-Institut für Festkörperforschung in Stuttgart, einer für das BMBF-Projekt „Synchrotron-Umweltlabor“) sind einer nachfolgenden Erweiterung

vorbehalten. Ihr Aufbau wird z.Zt. vorbereitet. Abb. 26 zeigt die teils bereits vorhandenen, teils geplanten Anlagen.

Das Kernstück beider Messplätze ist jeweils ein Michelson-Interferometer, das den Spektralbereich von 4 bis 10000 cm^{-1} (Energie: 0,5 meV – 1,24 eV; Wellenlänge: 2,5 mm bis 1 μm) mit einer Auflösung von bis zu 0,1 cm^{-1} zugänglich macht. Es ist mit hochempfindlichen Detektoren (flüssig-He-gekühlte Bolometer; flüssig-N₂-gekühlte Halbleiterdetektoren – HgCdTe und InSb; Germanium-Dioden) und entsprechenden Strahlteilern (Mylar-Filme, Mehrschichtsysteme, KBr und CaF₂) ausgestattet. Zur Vermeidung störender Signale durch die IR-Absorption von Wasser und CO₂ wird das gesamte Spektrometer evakuiert. Am Ausgang wird ein Fluss von 10¹³ Photonen pro Sekunde bei 0,1% Bandbreite erreicht.

Beim Messplatz für das Synchrotron-Umweltlabor wird am Spektrometer-Ausgang ein Infrarot-Mikroskop angeschlossen, das im Spektralbereich von 600 bis 10000 cm^{-1} arbeitet. Hier werden zwei hochempfindliche Halbleiter-Detektoren (ein flüssig-N₂-gekühlter HgCdTe-Detektor und ein InSb-Detektor) zur Verfügung stehen. IR-Absorption durch Wasser und CO₂ wird durch eine N₂-Spülung vermieden. Es sind verschiedene Objektive sowohl für Transmissions- als auch für Reflexionsmessungen und eine Probenpositionierung mit 1 μm Genauigkeit vorgesehen.

Beim Ellipsometrie-Messplatz des Max-Planck-Instituts für Festkörperforschung führt der Strahlengang aus dem Interferometer zu einem

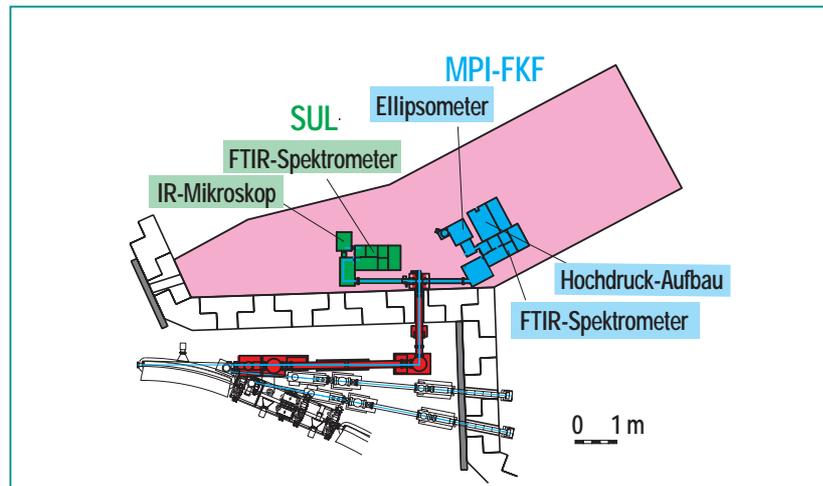


Abb. 26: Infrarot-Strahlrohr und -Messplätze an ANKA. Das bereits realisierte Strahlrohr ist rot dargestellt. Grün ist der geplante Messplatz für das Synchrotron-Umweltlabor, blau der geplante Messaufbau des Max-Planck-Instituts für Festkörperforschung abgebildet.

Ellipsometer mit einem vorgesehenen Frequenzbereich von 4 bis 6000 cm^{-1} und dafür optimierten Bolometern. Das Gerät arbeitet unter Vakuum zur Vermeidung von Hintergrundabsorption; ein Kryostat erlaubt Messungen bis hinunter zu einer Temperatur von 4 K. Daneben wird an diesem Messplatz eine Hochdruck-Messeinrichtung (Diamant-Ambosszelle) aufgebaut werden, die Experimente bei Drücken bis 50 GPa (bei optionaler Kühlung bis 6 K), z.B. zur Charakterisierung druckinduzierter Phasen- und Strukturumwandlungen, ermöglichen wird.

Zusammenfassung

Mit der Inbetriebnahme der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA steht am Forschungszentrum Karlsruhe ein vielfältiges Instrumentarium an Methoden für die Mikrofertigung und die Analytik mit Synchrotronstrahlung zur Verfügung. Nutzer aus Industrie und

Wissenschaft haben somit Zugang zur ganzen Bandbreite der Röntgentiefenlithographie, zu vielen wichtigen Methoden der Röntgenanalytik (Absorptionsspektroskopie, Pulver- und Einkristalldiffraktometrie, Makromolekulare Diffraktometrie, Röntgenfluoreszenzanalyse und Röntgentopographie) und zu der besonders leistungsfähigen Infrarot-Spektroskopie und -Mikroskopie mit Synchrotronstrahlung. Strahlrohre und Messplätze konnten durch konsequente Standardisierung mit einem sehr guten Preis-Leistungs-Verhältnis realisiert werden. Die Modularität speziell der Messplatzaufbauten erlaubt die flexible Nutzung der unterschiedlichen Strahlungseigenschaften der einzelnen Strahlrohre für die verschiedenen Methoden. Die Steuerung von Strahlrohren und Messplätzen ist so angelegt, dass auch unerfahrene Nutzer sich relativ rasch damit vertraut machen und ihre Experimente durchführen können.

Literatur

- [1] J. Mohr, S. Achenbach, M. Börner, F.J. Pantenburg, V. Saile, *Nachrichten 4 / 2000*
- [2] A. Stierle, A. Steinhäuser, W. Donner, H. Reichert, H. Dosch, *Nachrichten 4 / 2000*
- [3] E. Pellegrin, *Nachrichten 4 / 2000*
- [4] V. Saile, D. Einfeld, K. Hesch, R. Rossmann, R. Steininger, H. O. Moser, *Nachrichten 4 / 2000*
- [5] H. O. Moser et al., *ANKA Beamline Book, Version 2.0, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH (1997)*
- [6] C. Welna, G. J. Chen, F. Cerrina, *Nucl. Instr. & Meth. A347, 344-347 (1994)*
- [7] B. Lengeler, *Phys. Blätter 46(2) 50-54 (1990)*
- [8] D. E. Sayers, E. A. Stern, F. W. Lytle, *Phys. Rev. Lett. 27, 1204-1207 (1971)*
- [9] S. J. Gurman, *J. Synchrotron Radiation 2, 56-63 (1995)*
- [10] E. A. Stern, *Theory of EXAFS. X-Ray Absorption. D. C. Koningsberger and R. Prins. New York, John Wiley & Sons. 92, 3-51 (1998)*
- [11] P. G. Allen, D. K. Shuh, J. J. Bucher, N. M. Edelstein, T. Reich, M. A. Denecke, *J. Physique IV (7) C2, 789-792 (1997)*
- [12] M. Giorgetti, M. Berrettoni, R. Marassi, A. Di Cicco, I. Ascone, *J. Physique IV(7) C2, 621-622 (1997)*
- [13] S. Della Longa, G. Amiconi, I. Ascone, A. Bertolini, A. Bianconi, A. Congiu-Castellano, *J. Physique IV(7) C2, 629-630 (1997)*
- [14] W. L. Bragg, *Proc. Cambridge Phil. Soc. 17, 43 (1913)*
- [15] M. v. Laue, *Z. Physik 14, 1075 (1913)*
- [16] G. Materlik, C. J. Sparks, K. Fischer, *Resonant Anomalous X-ray Scattering, North-Holland (1994)*
- [17] J. Grochowski, P. Serda, H. Duddeck, S. Doyle, *HASYLAB-Jahresbericht 1994, 741-742*
- [18] E. Pellegrin, M. Hagelstein, S. Doyle, H. O. Moser, J. Fuchs, D. Vollath, S. Schuppler, M. A. James, S. S. Saxena, L. Niesen, O. Rogoju, G. A. Sawatzky, C. Ferrero, M. Borowski, O. Tjernberg, B. Brookes, *phys. stat. sol. (b) 215, 797-801 (1999)*
- [19] C. Barrett, T. B. Massalski, *Structure of Metals, International Series on Materials Science and Technology Vol. 35, Pergamon (1980)*
- [20] P. J. Webster, G. B. M. Vaughan, G. Mills, W. P. Kang, *ESRF Highlights 1996/1997, European Synchrotron Radiation Facility Publication, Grenoble, F-38043; P. J. Webster, G. B. M. Vaughan, G. Mills, W. P. Kang, Materials Science Forum Vol. 278-281, 323-328 (1998)*
- [21] M. Dudley, *X-ray-Topography, in: Encyclopedia of Applied Physics, Vol.21, 533-547 (1997)*
- [22] T. Tuomi, K. Naukkarinen, P. Rabe, *phys. stat. sol. (a) 25, 93 (1974)*
- [23] A. N. Danilewsky, *HASYLAB Annual Report 1998 I, 883*
- [24] P. McNally et al., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 505, 241-247 (1998)*
- [25] J. Drenth, *Principles of protein X-ray crystallography. Springer, New York, 1994.*
- [26] C.-I. Branden, J. Tooze, *Introduction to Protein Structure. Garland Publishing, New York, 1998.*
- [27] D. Lang, B. Hofmann, L. Haalck, H.-J. Hecht, F. Spener, R. D. Schmid, D. Schomburg, *Mol. Biol. 259, 704-717 (1996)*
- [28] A. Yonath, J. Harms, H. A. S. Hansen, A. Bashan, F. Schlünzen, I. Levin, I. Koelln, A. Tocilj, I. Agmon, M. Peretz, *Acta Cryst. A54, 945-955 (1998)*

Röntgentiefenlithographie an ANKA

J. Mohr, S. Achenbach, M. Börner, F.J. Pantenburg, V. Saile, IMT

Einleitung

Neben der Analytik stellt die Röntgentiefenlithographie zur Herstellung von Mikrostrukturen nach dem LIGA-Verfahren die Hauptanwendung des ANKA Speicherringes dar. LIGA ist ein Kunstwort aus den Anfangsbuchstaben der 3 Prozessschritte **L**ithographie, **G**alvanik und **A**bformung. Im ersten Schritt, der Lithographie, werden durch Bestrahlung eines strahlenempfindlichen Kunststoffes (Resist) mit Synchrotronstrahlung Mikrostrukturen mit hohem Aspektverhältnis hergestellt, wobei die Strukturhöhen bis zu mehreren Millimetern und die Strukturabmessungen nur wenige Mikrometer betragen können [1]. Diese besonderen Eigenschaften führten in der Vergangenheit zu einer Vielzahl von verschiedenen Mikrostrukturprodukten, wobei für die Bestrahlung die Strahlungsquellen der Universität Bonn oder der BESSY GmbH eingesetzt wurden.

In einer ersten Ausbaustufe baut das Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) drei Strahlrohre für die Röntgentiefenlithographie an ANKA auf. Die Strahlrohre sind dabei so ausgelegt, dass alle Strukturierungsaufgaben von geringer Strukturhöhe (bis ca. 100 μm , insbesondere für die Maskenherstellung), von mittlerer Strukturhöhe (bis ca. 500 μm , für die routinemäßige Fertigung von Mikrostrukturen) und von großen Strukturhöhen (im Millimeterbereich, für explorative Entwicklungen) durchgeführt werden können. Um die Sauberkeitsanforderungen mikrotechnischer Fertigungsmethoden zu erfüllen, sind

die Strahlrohre in einem separaten Reinraum aufgebaut.

Anforderungen der Röntgentiefenlithographie

Bei der Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung wird ein röntgenempfindlicher Resist (Polymethylmethacrylat = PMMA) über eine Maske lokal mit Röntgenstrahlung belichtet. Durch die Belichtung erfolgt eine chemische Modifikation des Resists (Hauptkettenbruch bei PMMA und damit Reduktion des Molekulargewichtes), so dass die bestrahlten Bereiche in einem geeigneten Entwickler selektiv gelöst werden können [2]. Aufgrund der extremen Parallelität der Röntgenstrahlung ist eine der herausragenden Eigenschaften der Röntgentiefenlithographie, dass mit ihr hohe Strukturen hergestellt werden können, deren Wände nur minimale Abweichungen von der Senkrechten aufweisen. Damit besitzen die Strukturen eine über der Strukturhöhe gleichbleibende Qualität. Die erreichbare Qualität der Mikrostrukturen hängt entscheidend von den Eigenschaften der Synchrotronstrahlung ab. Direkten Einfluss auf die Steilheit der Strukturwände nehmen die Divergenz der Synchrotronstrahlung sowie die Beugung der Strahlung an der Absorberkante und die Reichweite der Fotoelektronen in den von der Maske abgeschatteten Resistbereich. Winkelfehler aufgrund der Divergenz der Strahlung liegen im Bereich von weniger als 0,1 mrad. Beugung und Fotoelektronen sind in Bezug auf die Kantenunschärfe gegenläufige Effekte. Während der

Beugungseinfluss mit zunehmender Wellenlänge zunimmt, nimmt der Einfluss der Fotoelektronen mit zunehmender Wellenlänge ab (Abb. 1). Eine minimale Kantenunschärfe von etwa 0,1 μm ergibt sich für beide Effekte bei einer charakteristischen Wellenlänge von etwa 0,3 nm [3].

Indirekten Einfluss auf die Qualität hat das Röntgenspektrum über die Erzeugung von Fluoreszenzstrahlung aus der Maskenmembran und über die Erzeugung von Sekundärelektronen aus der Haft- und Galvanikstartschicht, sowie über den Leistungseintrag in Maske und Resistenschicht.

Fluoreszenzstrahlung entsteht insbesondere dann, wenn das zur Strukturierung genutzte Synchrotronstrahlungsspektrum im Bereich von sogenannten Absorptionskanten (starker Sprung

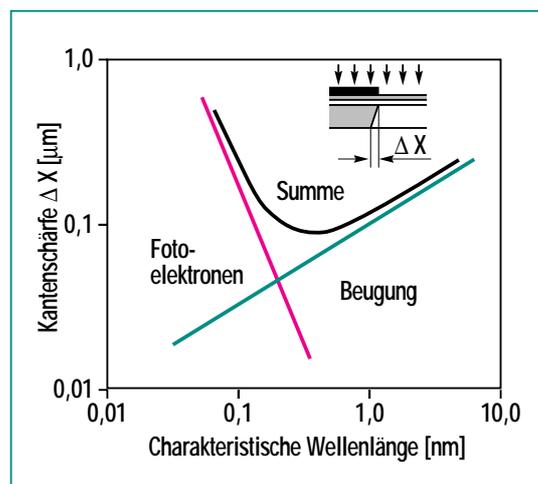


Abb. 1: Einfluss der Fotoelektronen und der Beugung an der Absorberkante in Abhängigkeit von der charakteristischen Wellenlänge des Synchrotronstrahlungsspektrums auf die Kantengenauigkeit von röntgenlithographisch erzeugten 500 μm hohen Mikrostrukturen.

im Absorptionsspektrum des Materials aufgrund der Tatsache, dass ein Übergang eines Elektrons in die nächste Schale stattfinden kann) des Maskenmembranmaterials liegt. Dies trifft auf das als Membran der Maske verwendete Titan zu, dessen Kante bei 0.497 nm und somit in dem von ANKA zur Verfügung gestellten Röntgenspektrum liegt. Die

Fluoreszenzstrahlung wird homogen über dem Raumwinkel abgestrahlt und führt somit zu Schädigungen auch unter dem Absorbierbereich. Damit ergibt sich eine verrundete Oberflächenkante (Abb. 2). Während dieser Effekt bei Arbeitsmasken aus Beryllium vernachlässigt werden kann, ist der Effekt bei Masken aus Titan, die bei verschiedenen Anwendungen (z.B. justierte und gekippte Bestrahlungen) derzeit zwingend notwendig sind, nur durch eine Modifikation des Spektrums vermeidbar.

Da das Substrat in der Röntgentiefenlithographie in der Regel aus einem Metall besteht, das einen deutlich höheren Absorptionskoeffizienten als das Resistmaterial besitzt, steigt in der Grenzfläche Resist-/Haftschicht der Wirkungsquerschnitt für die Produktion von Sekundärelektronen stark an. Diese Elektronen führen zu einer verstärkten Zerstörung des Resists in der Grenzschicht. Während der Effekt in

den bestrahlten Bereichen keine Rolle spielt, kann er in den von den Absorbieren abgeschatteten Bereichen einen drastischen Einfluss auf die Haftung der Strukturen haben, sofern durch den Absorber die Strahlung nicht ausreichend absorbiert wird (Abb. 3). Um insbesondere bei hohen Strukturen den Goldabsorber noch in vertretbarer Dicke zu halten, ist es notwendig, den Anteil hochenergetischer Photonen im Spektrum zu vermindern [4].

Die Synchrotronstrahlung wird in den Absorbieren und im Resist absorbiert und führt zu einer Erwärmung von Maske und Resist (Abb. 4). Für die Bestrahlungsbedingungen an ELSA (2,7 GeV, 35 mA, Scangeschwindigkeit 10 mm/sec) wurde für den Fall einer Berylliummaske eine maximale Temperaturerhöhung von 1,3 °C simuliert. Für eine Titanmaske beträgt die Temperaturerhöhung 19 °C. In diesem Fall werden Verzüge zwischen Maske und Substrat, die die Qualität der Struktu-

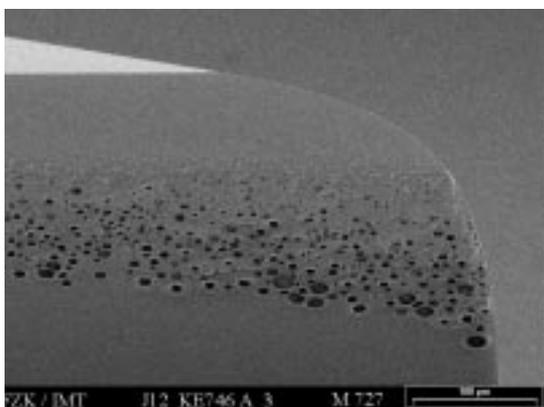


Abb. 2: Verrundung der Mikrostruktur an der Strukturoberseite aufgrund Schädigung des Resists durch isotrope Fluoreszenzstrahlung aus der Maskenmembran, die im vom Absorber abgeschatteten Bereich abgelagert wird.

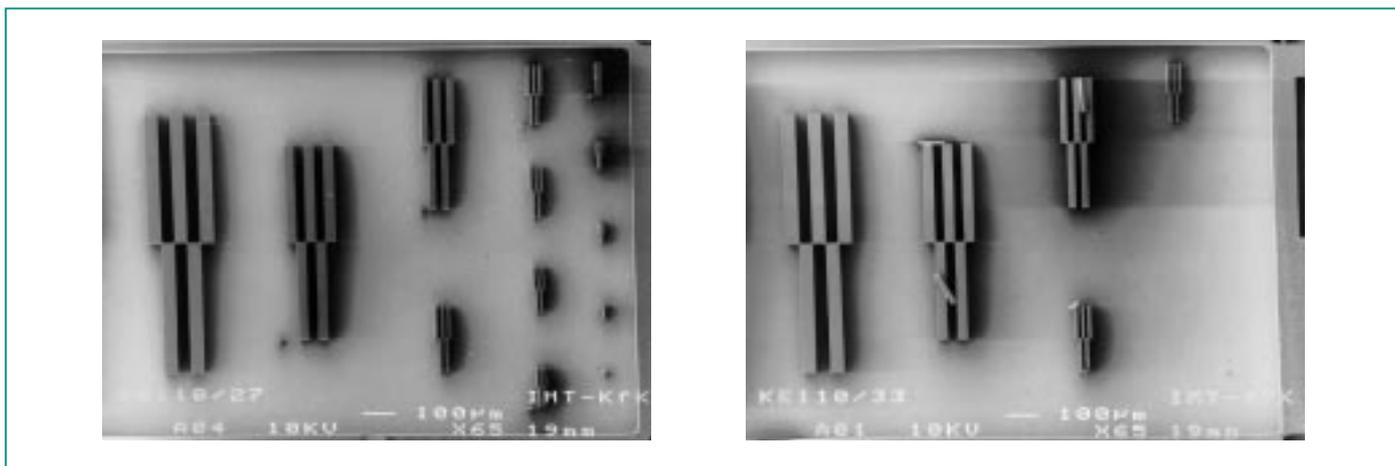


Abb. 3: Vergleich der Resisthaftung von 100 µm dicken Resiststrukturen nach dem Entwicklungsprozess für unterschiedliche Absorberdicken (links 7,5 µm, rechts 3,5 µm), was eine unterschiedliche Sekundärelektronenproduktion in der Oberflächenschicht des Substrates bewirkt und damit eine unterschiedliche Haftung der Mikrostrukturen.

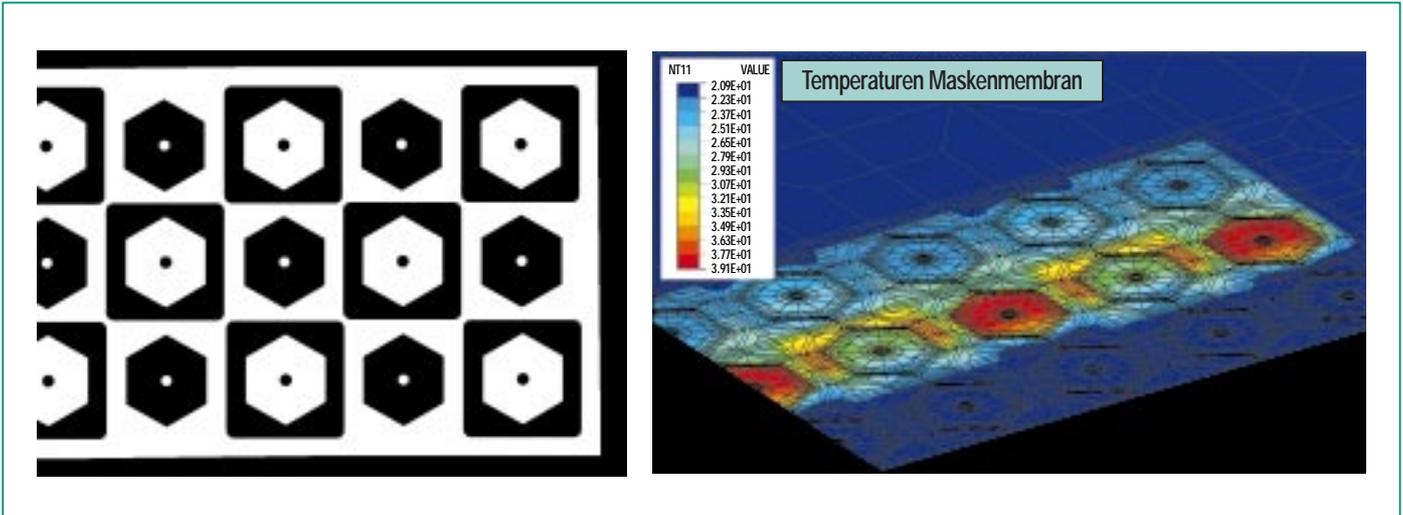


Abb. 4: Simulierte Temperaturverteilung auf einer Titanmaske bei Bestrahlung am Elektronenstretcherring ELSA der Universität Bonn (2,7 GeV, 35 mA, 200 μm Resistdicke, Scangeschwindigkeit 20 mm/sec) für die im linken Teil des Bildes gezeigte Maskenstruktur (schwarz: Absorber). Die errechnete maximale Temperaturerhöhung beträgt 19 $^{\circ}\text{C}$.

ren negativ beeinflussen, von bis zu einem Mikrometer beobachtet. Der Leistungseintrag an ANKA ist im Vergleich zu ELSA um mehr als eine Größenordnung höher, so dass in diesem Fall auch die Temperaturerhöhung und damit die Verzüge deutlich höher ausfallen (Abb. 5).

Strahlrohrdesign

Wie die Diskussion der qualitätsbestimmenden Faktoren zeigt, ist es insbesondere notwendig, das Spektrum durch Herausfiltern eines mehr oder weniger großen Anteils an hochenergetischen Photonen zu beschneiden und den Leistungseintrag zu vermindern. Dies lässt sich durch den Einsatz von Filter und Röntgenspiegel im Strahlrohr ermöglichen, die unter sehr flachem Winkel von der Synchrotronstrahlung getroffen werden. So kommt man beispielsweise mit einem Ni-Spiegel und Winkeln von größer 8

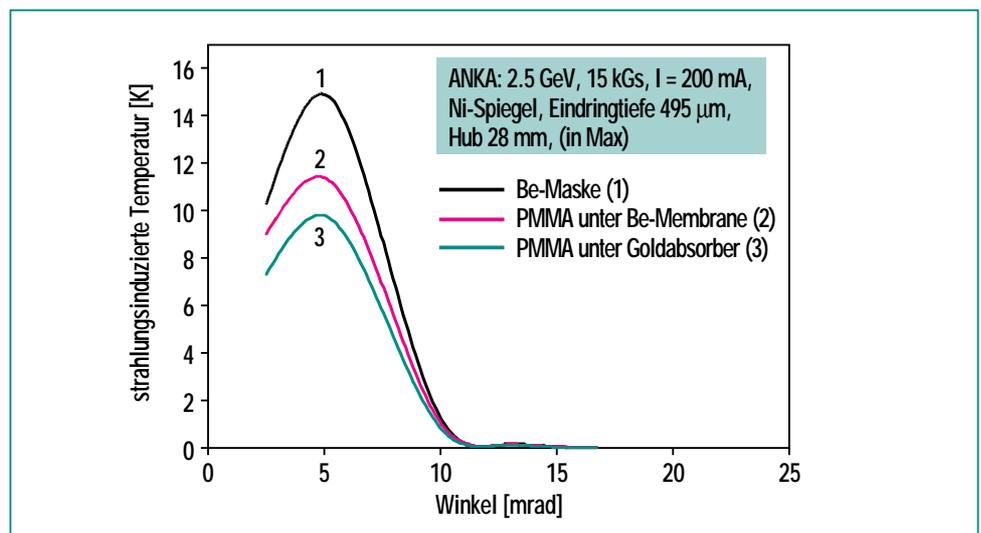


Abb. 5 : Berechnete strahlinduzierte Temperaturerhöhung auf einer Be-Maske bei Bestrahlung an ANKA (2,5 GeV, 200 mA, Resistdicke 500 μm , Scangeschwindigkeit 20 mm/sec) als Funktion der Winkeleinstellung des Spiegels im Strahlrohr.

mrad zu Temperaturerhöhungen, die im Hinblick auf Verzüge akzeptabel sind. Aus diesem Grunde sind die drei Röntgentiefenlithographiestrahlnrohre mit entsprechenden metallbeschichteten, wassergekühlten Silizium-

spiegeln ausgestattet. Abb. 6 zeigt exemplarisch den Aufbau des Strahlrohres LITHO 2. Das Frontend ist bei allen ANKA-Strahlrohren einheitlich und besteht aus einem wassergekühlten Kupferblock als Beam-Shutter, ei-

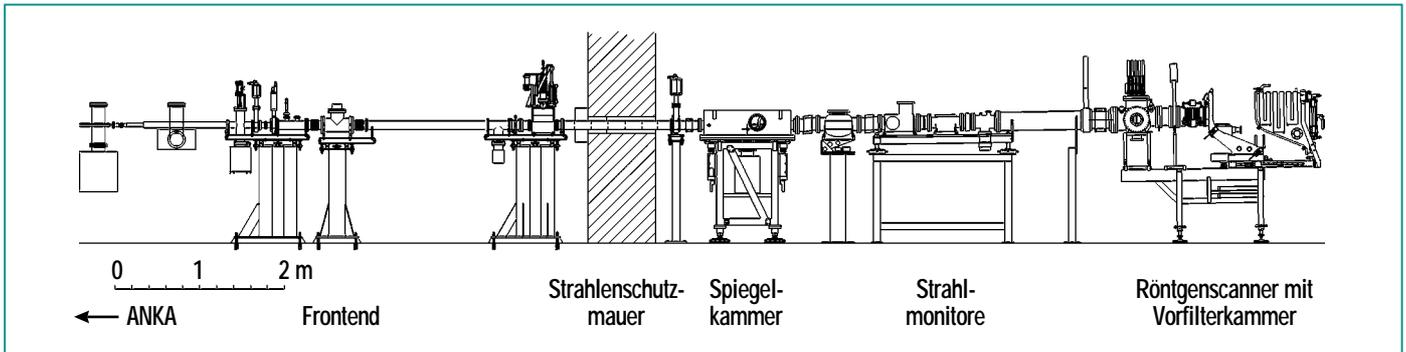


Abb. 6: Schematischer Aufbau des Lithographiestrahlrohres LITHO 2 an ANKA. Ausgehend vom Quellpunkt (links, außerhalb des Bildes) erkennt man den Frontend-Bereich der mit der Strahlenschutzmauer abschließt. Nach der Spiegelkammer und den Strahlmonitoren befindet sich der Scanner, der in einer Strahlenschutzhütte im Reinraumbereich an ANKA untergebracht ist.

nem Ringabschlussventil, einer Schnellschlussklappe, einem Strahlmonitorsystem und einem Strahlkollimator. Im Falle der LIGA-Strahlrohre ist der Kollimator so ausgelegt, dass an der Stelle der Probe, die sich etwa 15 m vom Strahlquellpunkt in der Bestrahlungsapparatur befindet, in

horizontaler Richtung ein Strahl von 125 mm Breite zur Bestrahlung der Probe zur Verfügung steht. Daran schließt sich die Strahlrohroptik mit dem metallbeschichteten Si-Spiegel an (Abb. 7). Der Neigungswinkel zum Strahl des Spiegels wird für das jeweilige Strahlrohr so eingestellt,

dass nur Photonen bis zu der für die Strukturierung tolerierbaren Energie (Cut-Off Energie) reflektiert werden. Dabei muss allerdings berücksichtigt werden, dass die Bestrahlungszeit bei fester Dicke und abnehmender Cut-Off-Energie überproportional zunimmt. Die Cut-Off Energie wird deshalb abhängig von den Ergebnissen der ersten Experimente für LITHO 1 (Bestrahlung von Masken und Strukturen bis ca. 100 μm) zwischen 1 und 4 keV und für LITHO 2 (Bestrahlung von Proben bis ca. 500 μm) zwischen 2 und 8 keV liegen. Im Falle von LITHO 3 wird ein Doppelspiegelsystem eingebaut, das es erlaubt den Winkel variabel einzustellen. Durch Herausfahren der Spiegel kann auch das gesamte Röntgenspektrum genutzt werden. Darüber hinaus soll mit diesem Strahlrohr, das auch der Weiterentwicklung der Bestrahlungsbedingungen dient, untersucht werden, inwieweit ein Scannen des Strahles mit einem Spiegel möglich ist. Während in diesem Fall das Strahlrohr horizontal verläuft, sind die beiden anderen Strahlrohre um den doppelten Winkel des



Abb. 7: Blick auf die beiden Strahlrohre LITHO 1 und LITHO 2 im Bereich der optischen Aufbauten. Im Vordergrund ist die Vakuumschleife des Spiegels von LITHO 2 zu erkennen. Im Hintergrund erkennt man die Strahlmonitore beider Strahlrohre.

Spiegelwinkels geneigt. Nach dem Spiegel befindet sich ein variables Schlitzsystem, mit dem der Strahl in seiner Breite auf die Maskenbreite angepasst wird, um die Wärmebelastung des Spiegels und der Maske zu vermindern. Ein anschließendes Berylliumfenster trennt das UHV-Vakuum des Rings und der Spiegelkammer von dem Hochvakuum des restlichen Strahlrohres. Ein weiterer Positions- und Intensitätsmonitor erlaubt die direkte Kontrolle des vom Spiegel reflektierten Synchrotronstrahls. Das Strahlrohr wird mit einem Röntgenscanner (Hersteller: Fa. Jen-Optik) abgeschlossen. Der Scanner enthält eine Filterkammer, um das Spektrum im niederenergetischen Bereich an die Probenstärke anpassen und das geforderte Dosisverhältnis einstellen zu können. Ein zweites Berylliumfenster trennt das Hochvakuumstrahlrohr vom Scanner, der unter einem Druck von 100 mbar Helium betrieben wird. Der Scanner dient dazu, Maske und Probe periodisch durch den Strahl zu bewegen, um in vertikaler Richtung Flächen bis 100 mm ausleuchten zu können. Er enthält außerdem zusätzliche Vorrichtungen, um justierte und gekippte Bestrahlungen durchzuführen. Damit ist die Herstellung von komplexen wie z.B. beweglichen LIGA-Strukturen oder Prismenstrukturen möglich.

Anwendungen

Obwohl im Rahmen des LIGA-Verfahrens die Fertigung von Mikrostrukturkomponenten bei großen Stückzahlen durch Abformung erfolgt, stellt die Röntgen-

tieflithographie ein wichtiges Fertigungsverfahren dar, wenn es darum geht Prototypen herzustellen, um den Aufwand für die Herstellung eines Abformwerkzeuges zu vermeiden. Sie findet auch ihren Einsatz bei Komponenten, die durch Abformung bisher nicht herstellbar sind, wie z.B. bewegliche Strukturen. Durch die direkte Verfügbarkeit der Röntgenquelle wird ihre Bedeutung auch bei der Fertigung von Komponenten in mittlerer Stückzahl zunehmen.

LIGA-Komponenten finden vor allem Anwendung in der Fluidik, der Sensorik, der Aktorik und der Optik. Im folgenden werden exemplarisch einige in der Vergangenheit vom IMT durch LIGA-Technik hergestellte Komponenten beschrieben.

Fluidische Anwendungen

Für Mikrostrukturen, die in der Fluidik Anwendung finden, ist die freie Strukturierbarkeit im Rahmen der Röntgentieflithographie in Verbindung mit sehr glatten Seitenwänden (mittlere Rauigkeit $R_a < 50 \text{ nm}$) von besonderer Wichtigkeit. Damit lassen sich Fluidplatten mit beliebiger Kanalgeometrie realisieren, die im Bereich der Biotechnologie eine immer größere Bedeutung gewinnen. Die Batchfertigung von sehr kleinen Strukturen mit hoher Packungsdichte auf einem Substrat erlaubt darüber hinaus die Realisierung von fluidischen Elementen mit hoher Systemleistung. Beispiel hierfür ist ein bistabiler Schalter wie er mit Hilfe der Röntgentieflithographie realisiert wurde [5].

Mikromechanische Anwendungen

Mikromechanische Komponenten in LIGA-Technik finden sowohl in der Sensorik als auch als miniaturisierte Stellglieder (Aktoren) Anwendung. Dabei ist das durch Röntgentieflithographie realisierbare Aspektverhältnis und die große Strukturhöhe von besonderem Vorteil für die Herstellung von aktorischen Komponenten. Entscheidend bei der Herstellung von Sensoren und Aktoren ist die Anwendung der Opferschichttechnik [6], die es erlaubt, sowohl feststehende als auch bewegliche Strukturen nebeneinander zu realisieren. Aufbauend auf dieser Technik wurden z.B. hochempfindliche Beschleunigungssensoren [7] und Gyrometer [8] (Abb. 8), elektrostatische Linearaktoren [9] oder Mikromotoren [10] realisiert.

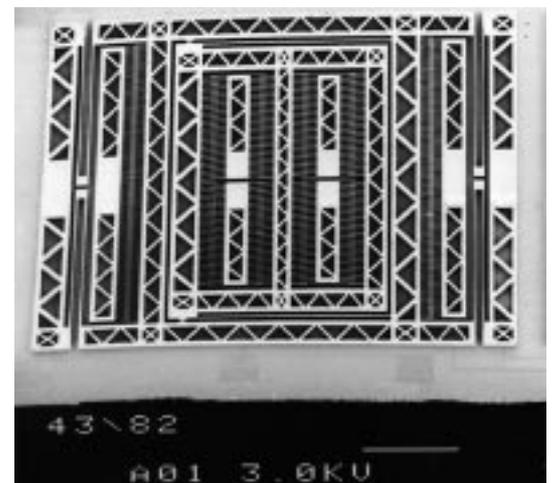


Abb. 8: Durch Röntgentieflithographie und Galvanik hergestellte Struktur eines Gyrometers, das nach dem Coriolisprinzip arbeitet. Die Anregung erfolgt elektrostatisch über Kammstrukturen (rechter und linker Bereich). Über die im Zentrum befindlichen Kammstrukturen wird die Auslenkung kapazitiv ausgewertet.

Optische Anwendungen

Die Möglichkeit LIGA-Strukturen in optischen Anwendungen zu nutzen, ergibt sich aus der optischen Transparenz der Werkstoffe im sichtbaren und nahen infraroten Spektralbereich sowie durch die hohe Präzision der Strukturen selbst aber auch der hohen Positionsgenauigkeit der Strukturen zueinander und der geringen Rauigkeit der Strukturseitenwände. Es lassen sich somit sogenannte mikrooptische Bänke realisieren, die einerseits Führungsstrukturen aufweisen, die als Halteelemente für hybrid einzusetzende mikrooptische Bauelemente dienen und die andererseits einfache optische Elemente wie Zylinderlinsen, Mikroprismen und geometrische Teiler aufweisen. Beispiele hierfür sind bidirektionale Sende- und Empfangsmodule, Heterodynempfänger

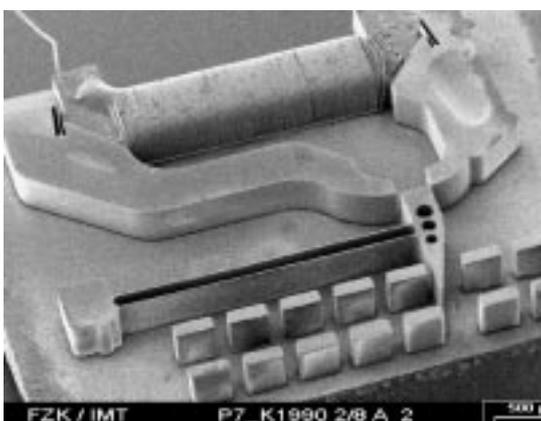


Abb. 10: Elektromagnetischer Mikrochopper für Faseranwendungen. Die hammerartige Struktur wird durch ein elektromagnetisches Feld periodisch bewegt, so dass das Licht, das zwischen den in die Faserführungsstrukturen einzulegenden Fasern gekoppelt wird, periodisch unterbrochen wird. Die Spule ist in die Aktorstruktur eingefügt.

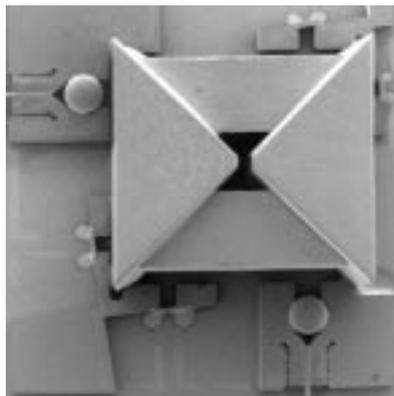


Abb. 9: Mikrooptische Bank eines Heterodynempfängers. Eingefügte optische Elemente (Kugellinsen, Fasern, Photodioden, Strahlteilerprismen) werden durch röntgenlithographisch hergestellte Halte- und Führungsstrukturen passiv zueinander justiert.

ger (Abb. 9) [11] oder Faserstecker [12]. Die Integration von aktorischen Elementen in die mikrooptische Bank erlaubt auch den Aufbau von mechano-optischen Systemen wie z.B. Faserschalter [13], Bypass-Schalter [14], Chopper [15] (Abb. 10) oder Mikroscanner.

Eine weitere Produktklasse im Bereich der Optik sind wellenleitende Module für Multimode-Anwendungen mit optischen Funktionsflächen. Beispiel hierfür sind planare Gitterspektrometer für den sichtbaren und nahen infraroten Spektralbereich (Abb. 11) [16]. Herzstück dieser Elemente sind vertikal strukturierte Beugungsgitter mit Gitterstufen im Bereich von wenigen zehntel Mikrometern und von über 500 Gitterzähnen pro Millimeter, die nur aufgrund der besonderen Eigenschaft der Synchrotronstrahlung in der notwendigen Präzision hergestellt werden können [17], [18].

Ein weiteres Element dieser Produktklasse ist ein optischer Abstandssensor, der nach dem Triangulationsprinzip arbeitet und bei dem vertikal strukturierte Linsenflächen zur Abbildung eingesetzt werden [19].

Zusammenfassung

Die langjährigen Aktivitäten des Forschungszentrum Karlsruhe haben zu einer Vielzahl von Mikrostrukturprodukten geführt. Damit wurde die Relevanz des LIGA-Verfahrens und der Röntgentiefenlithographie als mikrotechnische Fertigungsmethode demonstriert. Bei der Herstellung der Strukturen war dabei allerdings immer ein zeitbestimmender Faktor, dass die Röntgenbestrahlung an einer Quelle an einem mehrere hundert km entfernten Standort durchgeführt werden musste. Dadurch ergaben sich Nachteile aufgrund einer komplexeren Logistik und aufgrund von Transportproblemen. Qualitätseinbrüche wegen der zeitlichen und räumlichen Unterbrechung der Prozesskette waren unvermeidbar. Die Erfahrungen zeigten, dass für eine industrielle Umsetzung des Verfahrens Prozesslabors und Röntgenbestrahlungsanlage räumlich integriert werden müssen.

Dies ist mit dem direkten Zugriff auf die Strahlungsquelle ANKA am FZK und der Verfügbarkeit der umfangreichen Infrastruktur des Instituts für Mikrostrukturtechnik gegeben. Damit eröffnet sich erstmalig die Möglichkeit, eine komplette LIGA-Linie an einem Ort nach industriellen Standards zu betreiben. Somit steht

ein durchgängiger Service im Bereich des LIGA-Verfahrens zur Verfügung, der eine verstärkte Nutzung der Prozesstechnologie durch die Industrie erwarten lässt. Vorteilhaft ist dabei insbesondere auch, dass alle Verfahrensschritte nach den Regeln des IMT-Qualitätsmanagementsystems nach DIN EN ISO 9001 durchgeführt werden. Somit wird das IMT zusammen mit der ANKA GmbH als Lieferant von LIGA-Formeinsätzen und von Mikrostrukturen als Prototypen oder als Serienprodukte in kleiner und mittlerer Stückzahl auftreten können. Darüber hinaus besteht für die Industrie auch die Möglich-

keit, die LIGA-Strahlrohre zu mieten oder gar eigene Strahlrohre aufzubauen.

Die Wissenschaftler des IMT haben mit ANKA hervorragende Möglichkeiten, Strukturierungsmethoden mit der Röntgenlithographie weiterzuentwickeln und zu erweitern, aber auch neue Konzepte zu verwirklichen, die insbesondere die Kosten für eine Fertigung mit der Röntgentiefenlithographie reduzieren. Mit solchen neuartigen Verfahren versprechen sich das Forschungszentrum und die ANKA GmbH eine Steigerung der Attraktivität des LIGA-Verfahrens bei der Industrie.

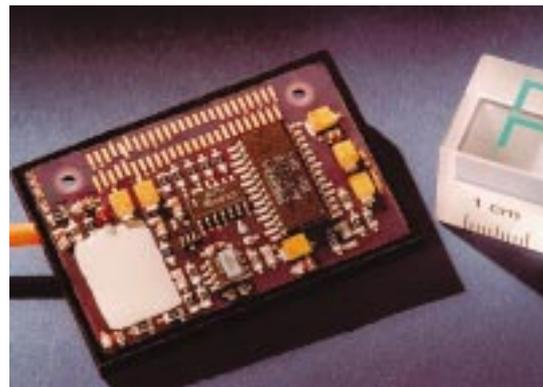


Abb. 11: Mikrospektrometersystem für den NIR-Bereich auf der Basis eines röntgenlithographisch strukturierten planaren Wellenleiters mit vertikalem Beugungsgitter und eines InGaAs-Detektors. Der Wellenleiter sitzt unter der Elektronikplatine. (Kooperationspartner: Steag micro Parts)

Literatur

- [1] Becker E.W., Ehrfeld W., Hagmann P., Maner A., Münchmeyer D.; *Microelectronic Engineering*, 4 (1986) p. 35-56
- [2] *Eine ausführliche Darstellung des LIGA-Verfahrens und der Röntgentiefenlithographie findet sich in:*
Menz W., Mohr J.; *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*, 2. Aufl. (1997), VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim (ISBN 3-527-29405-8)
- [3] Becker E.W., Ehrfeld W., Münchmeyer D.; *KfK Bericht 3732 (1984)*, Kernforschungszentrum Karlsruhe
- [4] Pantenburg F.J., Mohr J.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, B97 (1995) p. 551-556.
- [5] Gebhard U., Günther R., Just E., Ruther P.
in: H. Reichl, MICRO SYSTEM Technologies 96, 5th Int. Conf. on Micro-, Electro-, Opto-, Mechanical Systems and Components, Potsdam, 17.-19.9.96; VDE-Verl. (1996) p. 609-614
- [6] Mohr J., Burbaum C., Bley P., Menz W., Wallrabe U.
in: H. Reichl, MICRO SYSTEM Technologies 90, 1st Int. Conf. on Micro Electro, Opto, Mechanic Systems and Components, Berlin, 10.-13.9.1990; Springer-Verlag (1990) p. 529-537
- [7] Strohmarm M., Bley P., Fromheim O., Mohr J.; *Sensors and Actuators A*, 41-42 (1994) p. 426-429

- [8] Schumacher K., Krömer O., Wallrabe U., Mohr J., Saile V.; *Transducer'99, 10th Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators, June 7-10, Digest of Technical Papers, Vol.1, Sendai (1999) p. 1574-1577*
- [9] Mohr J., Kohl M., Menz W.; *7th Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators, Yokohama, 7.-10.6.93; Digest of Technical Papers, (1993) p. 120-123*
- [10] Samper V.D., Sangster A.J., Reuben R.L., Wallrabe U.; *J. of Microelectromechanical Systems 7, 2 (1998) p. 214-223*
- [11] Ziegler P., Wengelink J., Mohr J.; *Proc. Conf. On Micro Opto Electro Mechanical Systems (MOEMS '99), Mainz 30.8.-1.9.99, p. 186-189*
- [12] Dittrich H., Wallrabe U., Mohr J., Ruther P., Hanemann T., Jacobi O., Müller K., Piotter R., Ruprecht R., Schaller T., Zißler W., *FZKA Bericht 6423 (2000), Forschungszentrum Karlsruhe*
- [13] Mohr J., Göttert J., Müller A., Ruther P., Wengeling J.; *Intern. Symp. on Opto-electronics, San Jose, February 8-14, 1997; SPIE 3008 (1997) p. 273-278*
- [14] Mohr J.; *Technical Digest MOEMS'97 Int. Conf. on Optical MEMS and their Applications, Nara, J., 18.-21.11.97, (1997) p. 221-226;*
- [15] Krippner P., Mohr J., Saile V.; *Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering, Vol. 3878 (1999) p. 144 - 154*
- [16] Krippner P., Kühner T., Mohr J., Saile V.; *Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering, Vol. 3912 (2000) p. 141-149*
- [17] Müller C., Mohr J.; *ISR - Interdisciplinary Science Reviews 18 (1993) p. 273-279*
- [18] Müller C., Fromhein O., Göttert J., Kühner T., Mohr J.; *in: K. Shi, L.H. Spiekam, X.J.M. Leijtens: Proceedings 9th European Conf. on Integrated Optics (ECIO '97), Delft, 3.-6.4.95 (1995)*
- [19] Ruther P., Nakajima H., Mohr J., Saenger S.; *tm-Technisches Messen, 66 (1999) p.176-184*

Kristallstrukturbestimmung mit phasenempfindlicher Röntgenbeugung

K. Hümmer, Institut für Kristallographie der Universität Karlsruhe (TH);
E. Weckert, Hasylab am DESY Hamburg

Einführung

Die Bestimmung der atomaren Struktur, z.B. im Volumen oder an der Oberfläche von Kristallen, Molekülen oder Clustern, mit Röntgenstrahlung stößt auf zwei grundlegende Schwierigkeiten. Eines der Probleme ist, dass es bisher nicht gelungen ist, ein Röntgenmikroskop im erforderlichen Wellenlängenbereich von ca. 0.1 nm mit der erforderlichen subatomaren Auflösung zu entwickeln, da die Brechzahl n für alle Festkörper fast eins, $n \approx 1 - 10^{-6}$, ist und deshalb keine herkömmlichen Abbildungslinsen für Röntgenlicht zur Verfügung stehen. Man ist deswegen auf die Auswertung des Röntgenbeugungsbildes angewiesen. Die Amplitude der abgebeugten Wellen ist nämlich proportional zum Strukturfaktor (Strukturamplitude) $F(\mathbf{h})$, der wiederum nichts anderes ist als die Fouriertransformierte der Streudichteverteilung $\rho(\mathbf{r})$ in der Elementarzelle (Volumen V) eines Kristalls:

$$F(\mathbf{h}) = \int_V \rho(\mathbf{r}) \exp(-2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{r}) d\mathbf{r} = |F(\mathbf{h})| \exp(i\varphi(\mathbf{h})). \quad (1)$$

Dabei ist der Beugungsvektor (Impulsübertrag) \mathbf{h} der Differenzvektor zwischen den Wellenvektoren $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ der einfallenden und abgebeugten Welle, $\mathbf{h} = \mathbf{K}(\mathbf{h}) - \mathbf{K}(\mathbf{0})$ mit $|\mathbf{K}(\mathbf{0})| = 1/\lambda$ (in der Kristallographie übliche Bezeichnungen). Nun sind die Röntgendetektoren phasenblind, d.h. sie können nur die Intensität $I(\mathbf{h})$ (Photonen/Fläche Zeit) messen; diese ist proportional zum Betragsquadrat der Wellenamplitu-

de $|F(\mathbf{h})|^2$. Die Phase $\varphi(\mathbf{h})$ der abgebeugten Welle geht beim Messprozess verloren. Infolgedessen kann man auch nicht die Abbildungslinse durch einen Rechner ersetzen, um die Streudichteverteilung durch Umkehrung der Fouriertransformation (1) zu berechnen

$$\rho(\mathbf{r}) = \frac{1}{V} \int |F(\mathbf{h})| \exp(i\varphi(\mathbf{h})) \exp(2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{r}) d\mathbf{h}, \quad (2)$$

weil die Phase der Strukturfaktoren $\varphi(\mathbf{h})$ unbekannt ist. Das ist das Phasenproblem der Kristallographie.

In der Vergangenheit hat es mehrere erfolgreiche Ansätze zur Überwindung des Phasenproblems gegeben. Zu nennen sind hier die Pattersonfunktionsmethode und die Direkten Methoden. Letztere werden so genannt, weil sie direkt aus den gemessenen Intensitäten der Braggreflexe aufgrund statistischer Überlegungen Wahrscheinlichkeitsaussagen über den Wert einer strukturunvarianten Phasenkombination machen können. Der wahrscheinlichste Wert einer Triplettphase Φ

$$\Phi = -\varphi(\mathbf{h}) + \varphi(\mathbf{g}) + \varphi(\mathbf{h}-\mathbf{g}) \approx \varphi(-\mathbf{h}) + \varphi(\mathbf{g}) + \varphi(\mathbf{h}-\mathbf{g}) \quad (3)$$

ist null und die Wahrscheinlichkeit ist umso größer, je größer die entsprechenden, geeignet normierten Strukturfaktoren $F(\mathbf{h}) \approx F(-\mathbf{h})$, $F(\mathbf{g})$ und $F(\mathbf{h}-\mathbf{g})$ sind. Solche Phasenkombinationen Φ , deren zugehörige reziproke Gittervektoren ein geschlossenes Dreieck (allg. einen ge-

schlossenen Polygonzug) bilden ($-\mathbf{h} + \mathbf{g} + (\mathbf{h} - \mathbf{g}) = \mathbf{0}$), sind ebenso wie die Intensität eines Braggreflexes strukturinvariante Größen, weil sie unabhängig von der Wahl des Ursprungs der Elementarzelle sind. Es sei daran erinnert, dass dies nicht für die einzelnen Strukturfaktoren gilt. Nur strukturinvariante Größen sind der Messung oder einer statistischen Abschätzung zugänglich und im Folgenden wird gezeigt, dass man Triplettphasen tatsächlich messen kann. Die Grenze der Anwendbarkeit der Direkten Methoden liegt bei großen Strukturen mit mehr als ca. 200 symmetrisch unabhängigen Atomen. Der Grund dafür ist, dass es dann nur noch wenige starke Braggreflexe gibt, um eine zuverlässige statistische Aussage machen zu können. In solchen Grenzfällen können experimentell gewonnene zusätzliche Informationen über Phasenbeziehungen für die Strukturbestimmung nützlich sein. Übrigens erhielten Karle und Hauptmann für die Entwicklung der Direkten Methoden 1985 den Nobelpreis für Chemie.

Das grundlegende Experiment, mit dem man Information wenigstens über Phasendifferenzen erhalten kann, wenn nur phasenblinde Detektoren zur Verfügung stehen, ist ein Interferenzexperiment. Überlagert man zwei kohärente Wellen mit den Amplituden A_1 und A_2 und den Phasen α_1 und α_2 und misst die resultierende Intensität, so hängt diese vom Kosinus der Phasendifferenz der beiden Wellen ab:

$$\begin{aligned}
 |A_{\text{res}}|^2 &= |A_1 \exp i\alpha_1 + A_2 \exp i\alpha_2|^2 \\
 &= A_1^2 + A_2^2 + 2A_1 A_2 \cos(\alpha_1 - \alpha_2).
 \end{aligned}
 \tag{4}$$

Genau dieses Prinzip liegt der Holographie zugrunde.

Wir werden in den nächsten Abschnitten diskutieren, wie man dieses Prinzip auf die Interferenz von gebeugten Braggwellen übertragen kann und die experimentelle Methode zur Messung von Tripletphasenbeziehungen vorstellen. Wir werden sehen, dass dabei der Einsatz von Synchrotronstrahlung entscheidende Vorteile bringt. Ferner werden wir an ausgewählten Beispielen die Anwendungsmöglichkeiten dieser neuen Methode für die Kristallstrukturbestimmung demonstrieren.

Dreistrahlinterferenzen

Die grundlegende Idee zur phasenempfindlichen Röntgenbeugung wurde schon 1949 von Lipscomb [1] veröffentlicht. Durch gleichzeitige Anregung von zwei Braggreflexen wird deren Intensität durch Interferenzeffekte geändert. Die Intensitätsänderung enthält die Phaseninformation. Bei gleichzeitiger Anregung von zwei Braggreflexen, wenn also neben dem Nullpunkt O zwei weitere Punkte H und G oder Endpunkte von Vektoren \mathbf{h} und \mathbf{g} des reziproken Gitters auf der Ewaldkugel liegen, spricht man von einem Dreistrahlfall, weil sich drei starke Wellenfelder im Kristall ausbreiten: die in Einstrahlrichtung vorwärts gebeugte Welle mit dem Wellenvektor $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ und

der Strukturamplitude $F(\mathbf{0})$ sowie die beiden Braggwellen mit den Wellenvektoren $\mathbf{K}(\mathbf{h})$, $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ und den Strukturamplituden $F(\mathbf{h})$, $F(\mathbf{g})$. Da der Vektor $\mathbf{h}-\mathbf{g}$ ebenfalls ein Vektor des reziproken Gitters ist, wird ein Teil der \mathbf{h} -Welle an der Netzebenenschar zu $\mathbf{h}-\mathbf{g}$ in die Richtung der \mathbf{g} -Welle und umgekehrt gebeugt. Abb.1 veranschaulicht die Situation im Kristallraum und im reziproken Raum mit Hilfe der Ewaldkonstruktion. In Richtung $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ z.B. laufen dann zwei kohärente Wellen: 1. die direkt an der Netzebenenschar \mathbf{h} gebeugte Welle und 2. die an der Netzebenenschar \mathbf{g} und $\mathbf{h}-\mathbf{g}$ zweimal gebeugte Welle, die deswegen auch Umwegwelle genannt wird. Beide Wellen interferieren miteinander. Die Amplitude und damit die Intensität der in Richtung $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ laufenden daraus resultierenden Welle hängt nach (4) von der Phasendifferenz der direkten Welle und der Umwegwelle ab. Die Phase der ersten ist die Phase ihres Strukturfaktors $\varphi(\mathbf{h})$, die Phase der zweiten ist die Summe der Phasen der Strukturfaktoren $\varphi(\mathbf{g}) + \varphi(\mathbf{h}-\mathbf{g})$, da sich ihre Amplitude nach zweimaliger Beugung aus dem Produkt der Strukturfaktoren $F(\mathbf{g})F(\mathbf{h}-\mathbf{g})$ ergibt. Die resultierende Amplitude und Intensität der im Dreistrahlfall in $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ -Richtung laufenden Welle hängt also von der Tripletphase $\pm\Phi$, die in (3) definiert wurde, ab.

Die geeignete experimentelle Methode, um die Interferenzeffekte im Dreistrahlfall zu beobachten, ist ein Ψ -Scan Experiment nach Renninger (1934) [3]. Dazu wird der Kristall zunächst so justiert, dass sich die Netzebe-

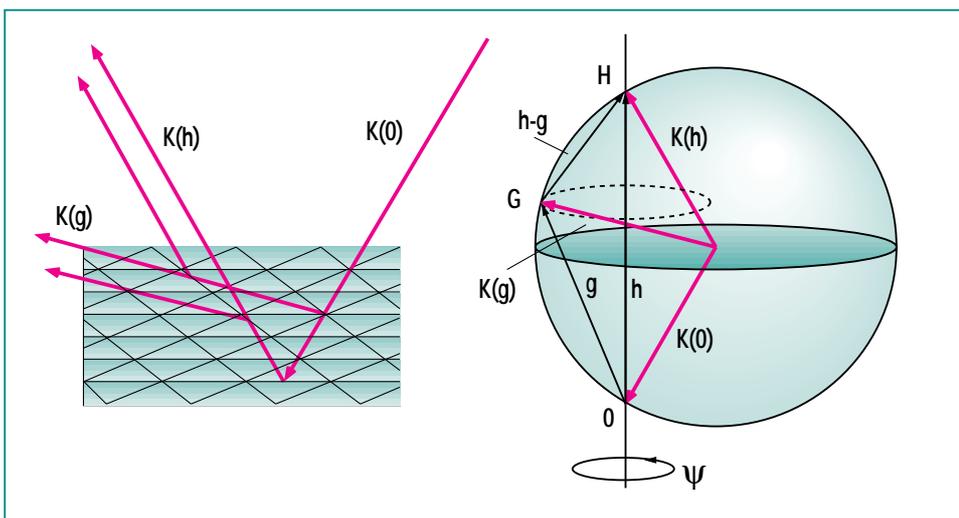


Abb. 1: Dreistrahlfall, dargestellt im Kristallraum und mit Hilfe der Ewaldkonstruktion im reziproken Raum. Der einfallende Strahl $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ regt gleichzeitig zwei Braggwellen(-reflexe) $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ an, da sich zwei Netzebenenscharen mit den reziproken Gittervektoren \mathbf{h} und \mathbf{g} in Beugungsposition befinden. Gleichzeitig wird an der Netzebenenschar $\mathbf{h}-\mathbf{g}$ ein Teil der $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ -Welle in Richtung der $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ -Welle gebeugt, so dass sich in Richtung $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ zwei Wellen ausbreiten: die direkt gebeugte Welle mit der Phase $\varphi(\mathbf{h})$ und die zweimal gebeugte Umwegwelle mit der Phase $\varphi(\mathbf{h}) + \varphi(\mathbf{h}-\mathbf{g})$. Die Phasendifferenz, eine Tripletphase, bestimmt die resultierende Amplitude.

nenschar \mathbf{h} in Beugungsposition befindet, d.h. die Braggsche Gleichung ist erfüllt oder, im Bild der Ewaldkonstruktion, der reziproke Gittervektor \mathbf{h} befindet sich auf der Ewaldkugel. Dreht man den Kristall um \mathbf{h} , dann bleibt die Netzebenenschar \mathbf{h} in Beugungsposition, da \mathbf{h} senkrecht auf den Netzebenen steht. Damit erzeugt man eine Referenzwelle, deren Amplitude (Intensität) so lange konstant bleibt, bis durch die Ψ -Drehung ein zweiter reziproker Gittervektor, nennen wir ihn \mathbf{g} , durch die Ewaldkugel läuft. Nähert sich \mathbf{g} der Ewaldkugel, so steigt die Amplitude der \mathbf{g} -Welle und gleichzeitig die Amplitude der Umwegwelle. Liegt \mathbf{g} auf der Ewaldkugel, so ist die maximale Amplitude bei einer bestimmten Ψ -Stellung erreicht. Sie fällt wieder, wenn sich \mathbf{g} von der Ewaldkugel entfernt. Durch Interferenz mit der Referenzwelle wird deren Amplitude geändert. Die Amplitude der Umwegwelle zeigt also ein resonanzartiges Verhalten. Tatsächlich ist die Beugung am Kristallgitter eine räumliche Resonanzerscheinung. Beugung tritt dann auf, wenn die räumliche Periode der einfallenden Welle in die räumliche Periode des Kristallgitters passt [2]. Wie bei jeder Resonanzerscheinung findet beim Durchgang durch die Resonanz eine Resonanzphasenverschiebung um 180° statt, in der Resonanz ist sie gerade 90° .

Eine näherungsweise Lösung der Grundgleichungen der dynamischen Beugungstheorie im Drei-strahlfall bestätigt diesen Sachverhalt [4]. Danach ist das Verhältnis der Amplitude des \mathbf{h} -Wellenfeldes $\mathbf{D}(\mathbf{h})$ zum $\mathbf{0}$ -Wellenfeld gegeben durch:

$$\begin{aligned} \mathbf{D}(\mathbf{h}) / \mathbf{D}(\mathbf{0}) &\approx \\ \mathbf{R}(\mathbf{h}) (\Gamma \mathbf{F}(\mathbf{h}) + \mathbf{R}(\mathbf{g}) \Gamma^2 \mathbf{F}(\mathbf{g}) \mathbf{F}(\mathbf{h}-\mathbf{g})) & \\ = \mathbf{R}(\mathbf{h}) \mathbf{F}_{\text{eff}} &. \end{aligned} \quad (5)$$

Dabei ist Γ die Wechselwirkungskonstante für die Streuung von Röntgenlicht an Elektronen in der Größenordnung von 10^{-7} und $\mathbf{R}(\mathbf{h})$ bzw. $\mathbf{R}(\mathbf{g})$ Resonanzterme, die die räumliche Resonanz beschreiben:

$$\begin{aligned} \mathbf{R}(\mathbf{n}) &\approx \mathbf{K}(\mathbf{n})^2 / (\mathbf{K}(\mathbf{0})^2 - \mathbf{K}(\mathbf{n})^2) \\ &= |\mathbf{R}(\mathbf{n})| \exp i \Phi_{\text{res}}, \\ \mathbf{n} &= \mathbf{h}, \mathbf{g}. \end{aligned} \quad (6)$$

Da die Wellenvektoren \mathbf{K} wegen der Absorption komplexe Größen

sind, stellt der komplexe Resonanzterm eine Lorentzfunktion dar, wobei gilt: $\mathbf{K}(\mathbf{n}) = \mathbf{K}(\mathbf{0}) + \mathbf{n}$. Ist nämlich die Beugungsbedingung für den \mathbf{n} -Reflex erfüllt, liegt also \mathbf{n} auf der Ewaldkugel, so gilt $|\mathbf{K}(\mathbf{n})| = |\mathbf{K}(\mathbf{0})| = 1/\lambda$; $\mathbf{R}(\mathbf{n})$ nimmt den maximalen Wert an. Endet \mathbf{n} innerhalb der Ewaldkugel, dann ist $|\mathbf{K}(\mathbf{n})| < |\mathbf{K}(\mathbf{0})|$ und der Resonanzterm ist positiv. Endet \mathbf{n} außerhalb der Ewaldkugel, dann ist $|\mathbf{K}(\mathbf{n})| > |\mathbf{K}(\mathbf{0})|$ (vergl. Abb.2). Der Resonanzterm ist negativ, er hat sein Vorzeichen gewechselt; das bedeutet eine Phasenverschiebung um 180° . Aus dieser Sicht kommt ein Braggreflex durch räumliche Resonanz zustande und bei einem Scan über den Reflex schiebt die Phase der Braggwelle um 180° .

Damit lässt sich das theoretische Ergebnis (5) sehr anschaulich in-

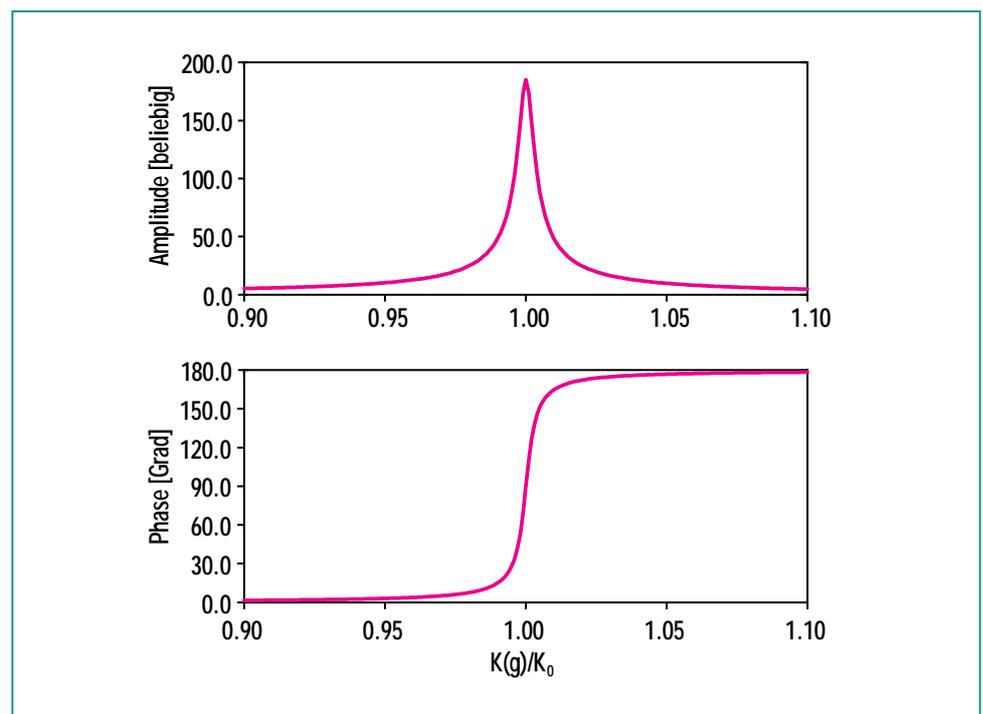


Abb. 2: Räumliche Resonanz: Amplitude und Resonanzphase der Umwegwelle, die von $\mathbf{R}(\mathbf{g})$ (vergl. (5) und (6)) bestimmt sind.

interpretieren. Die Amplitude der Referenzwelle $\mathbf{D}(\mathbf{h})$ wird am größten, wenn $R(\mathbf{h})$ maximal ist, d.h. wenn der \mathbf{h} -Reflex voll angeregt ist. Der nachfolgende Ausdruck in der Klammer, F_{eff} , beschreibt die Interferenz zwischen der direkten \mathbf{h} -Welle mit der Amplitude und der Phase $|F(\mathbf{h})|\text{exp}i\varphi(\mathbf{h})$ und der Umwegwelle mit der Amplitude und der Phase $|F(\mathbf{h})||F(\mathbf{h}-\mathbf{g})|\text{exp}i(\varphi(\mathbf{h})+\varphi(\mathbf{h}-\mathbf{g}))$. Die Phasendifferenz zwischen diesen beiden Wellen ist eine Tripletphase (3). Die Amplitude der Umwegwelle wird jedoch wesentlich vom Resonanzterm

$R(\mathbf{g})$ regiert und er erzeugt außerdem eine zusätzliche Phasenverschiebung. Läuft nämlich während der Ψ -Drehung die Spitze von \mathbf{g} durch die Dreistrahlposition, d.h. durch die Ewaldkugel, so durchläuft die Amplitude der Umwegwelle ein Maximum und die Resonanzphase schiebt von 0 nach 180° , wenn \mathbf{g} von innen nach außen durch die Ewaldkugel dreht (vergl. Abb.2). Die tatsächliche Phasendifferenz zwischen der direkten Referenzwelle und der Umwegwelle beim Durchgang durch die Dreistrahlposition ist also gegeben durch:

$$\Phi_{\text{gesamt}}(\Psi) = \Phi + \Phi_{\text{res}}(\Psi). \quad (7)$$

Dabei ist $\Phi_{\text{res}}(\Psi)$ die von der Ψ -Drehung abhängige Resonanzphasenverschiebung um 180° und Φ die konstante Tripletphase (3).

Mit diesen Kenntnissen ist es leicht, die Dreistrahlinterferenzprofile bei einem Ψ -Scan durch eine Dreistrahlposition abzuleiten. Wir erinnern uns, dass die resultierende Amplitude bei einer Interferenz vom Kosinus der Phasendifferenz, hier Φ_{gesamt} , abhängt. Nehmen wir an, die Tripletphase des betrachteten Dreistrahlfalles Φ ist 0° . Die Gesamtphase Φ_{gesamt} schiebt also von 0 nach 180° . Entsprechend des Verlaufes der Kosinusfunktion beobachtet man zunächst konstruktive Interferenz ($\cos\Phi_{\text{gesamt}} > 0$ für $\Phi_{\text{gesamt}} < 90^\circ$), also einen Anstieg der Intensität des \mathbf{h} -Referenzreflexes und dann destruktive Interferenz ($\cos\Phi_{\text{gesamt}} < 0$ für $\Phi_{\text{gesamt}} > 90^\circ$), also eine Verminderung der Referenzintensität. Weit ab von der Dreistrahlposition, die durch $\Psi = 0$ markiert ist, wenn keine Umwegwelle angeregt ist, beobachtet man die Intensität des \mathbf{h} -Referenzreflexes. Genaue numerische Berechnungen der Lösungen der dynamischen Beugungstheorie zeigen diesen Verlauf (vergl. Abb.3). Den umgekehrten Verlauf beobachtet man für eine Tripletphase von 180° , da Φ_{gesamt} von 180 nach 360° schiebt. Ist die Tripletphase des Dreistrahlfalles $+90$ bzw. -90° , so ergibt sich ein symmetrisches Profil mit destruktiver bzw. konstruktiver Interferenz, da der Kosinus zwi-

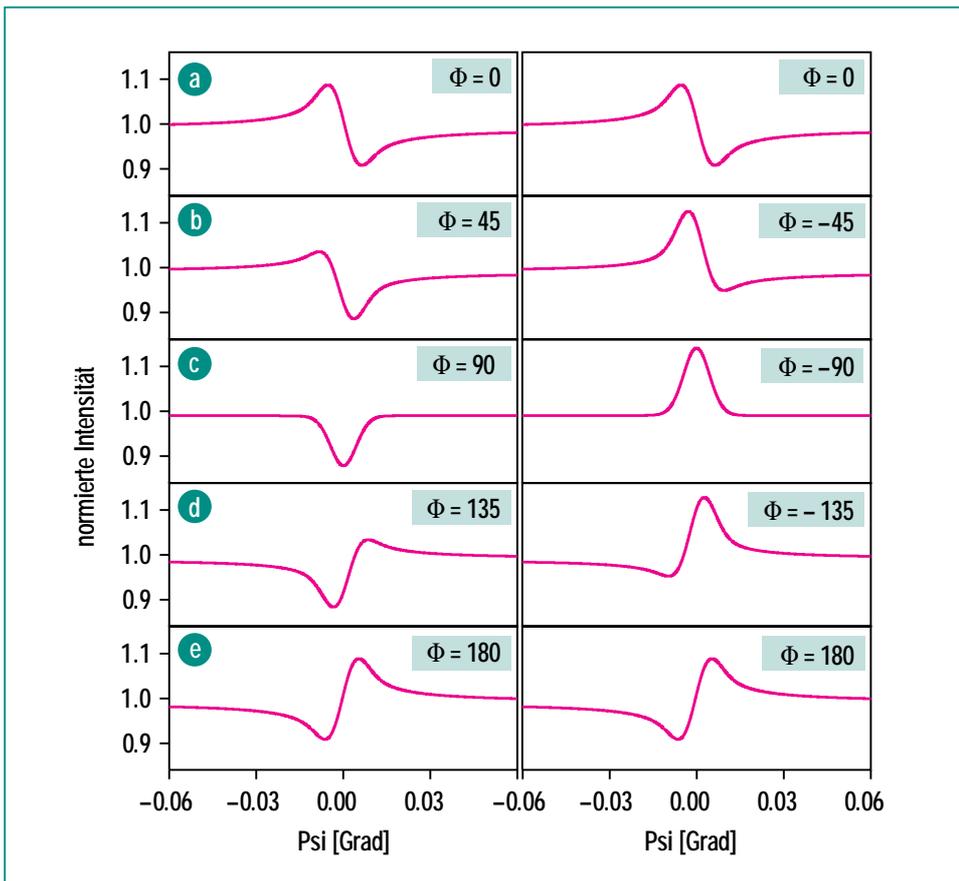


Abb. 3: Berechnete Änderungen der Intensität des Referenzreflexes \mathbf{h} bei einer Ψ -Drehung durch eine Dreistrahlposition, die mit $\Psi=0$ markiert ist. Die Profile werden durch die Tripletphase Φ und durch die Amplitude und die Phase von $R(\mathbf{g})$ (vergl. Abb.2) bestimmt.

schen 90 und 270° negativ bzw. zwischen -90 und $+90^\circ$ positiv ist. In diesen Fällen wird das Profil im Wesentlichen durch den Verlauf der Amplitude der Umwegwelle geprägt (vergl. Abb.2), weil keine Vorzeichenänderung von Φ_{gesamt} auftritt. Für ± 45 bzw. $\pm 135^\circ$ erhält man entsprechende Profile, die zwischen den gerade diskutierten liegen. Es ist wichtig darauf hinzuweisen, dass die Ψ -Scan-Profile vom Vorzeichen der Tripletphase abhängen, wenn man den Gesamtbereich der Tripletphase zwischen $-180^\circ \leq \Phi \leq 180^\circ$ definiert. Man beachte außerdem, dass sich der Interferenzeffekt nur in einem Winkelbereich von einigen hundertstel Grad bemerkbar macht.

Experimentelles

Optimierung der Dreistrahlinterferenzeffekte

Die Überlappung von Dreistrahlprofilen auf der Ψ -Skala mit messbarem Interferenzeffekt muss vermieden werden, da sonst eine Auswertung der Tripletphase nicht mehr möglich ist. Dies kann durch eine geschickte Wahl der Wellenlänge erreicht werden. Durch Änderung der Wellenlänge, d.h. Änderung des Radius der Ewaldkugel, werden die Dreistrahlpositionen gegeneinander verschoben. Die notwendige Durchstimbarkeit der Wellenlänge ist der hauptsächliche Grund für den Einsatz von Synchrotronstrahlung.

Außerdem müssen die nur wenige hundertstel Grad breiten Profile mit genügend hoher Auflösung

gemessen werden. Um dies in vertretbarer Zeit mit ausreichender Zählstatistik erreichen zu können, muss eine Strahlungsquelle möglichst hoher Brillanz zur Verfügung stehen. Das ist ein weiterer Grund für den Einsatz von Synchrotronstrahlung.

Experimentelle Erfahrungswerte und theoretische Rechnungen zeigen, dass man einen optimalen Interferenzeffekt erwartet, wenn die beteiligten Strukturfaktoren etwa gleich große Beträge haben [4]. Ist z.B. der \mathbf{h} -Reflex zu stark, dann wird unabhängig vom Wert der Tripletphase allein aus Gründen der Energieerhaltung ein großer Anteil in den \mathbf{g} -Reflex gebeugt. Der Interferenzeffekt wird von einer phasenunabhängigen Intensitätsverminderung überlagert. Man spricht in diesem Fall von Aufhellungseffekten, da in historischen Beobachtungen mit Weitwinkelaufnahmen und Filmdetektoren der Film an der Dreistrahlposition weniger geschwärzt wurde. Ist umgekehrt die Amplitude der Umwegwelle ($|F(\mathbf{g})||F(\mathbf{h}-\mathbf{g})|$) wesentlich stärker als die Amplitude des \mathbf{h} -Reflexes, dann wird unabhängig vom Wert der Tripletphase die Intensität des \mathbf{h} -Reflexes verstärkt. Man spricht dann von phasenunabhängigen Umweganregungseffekten. Das sind die dominierenden Effekte des ursprünglichen Renninger-Experimentes [3], bei dem die Intensitätsänderungen des fast ausgelöschten (222)-Reflexes der Diamantstruktur gemessen wurden.

Messmethoden

Die Intensitätsänderungen der Braggreflexe durch Dreistrahlinterferenz betragen im Allgemeinen nur wenige Prozent, insbesondere bei großen Strukturen und nicht perfekten Kristallen (siehe unten). Deshalb ist es wichtig, die Amplitude der Referenzwelle, bei unserer Bezeichnung ist das die Amplitude des direkten \mathbf{h} -Reflexes, sehr genau konstant zu halten; d.h. es muss experimentell gewährleistet werden, dass die Spitze des Beugungsvektors \mathbf{h} während der Drehung um diesen Vektor (Ψ -Scan) sehr genau auf der Ewaldkugel bleibt. Mit herkömmlichen Vierkreisdiffraktometern, die drei Drehachsen für die Kristallbewegung und eine Drehachse für den Detektor aufweisen, ist ein Ψ -Scan nur durch kombinierte Drehung um die drei Kristallbewegungsachsen durchzuführen. Damit kann die eben genannte Forderung im Allgemeinen nicht erfüllt werden. Deshalb wurde ein spezielles Ψ -Scan-Diffraktometer entwickelt, das die Ausführung eines Ψ -Scans durch Drehung um nur eine Achse gestattet (vgl. Abb.4). Damit kann die Amplitude der Referenzwelle \mathbf{h} mit genügender Genauigkeit konstant gehalten werden. Die zusätzliche Achse für die Detektorbewegung gestattet durch die Messung des zweiten \mathbf{g} -Reflexes, der im Allgemeinen nicht in der horizontalen Ebene des Θ -Drehkreises liegt, eine Kontrolle der exakten Dreistrahlposition.

Eine vor kurzem von Q. Shen [5] vorgeschlagene Methode basiert auf der sequentiellen Messung der Änderung der integralen In-

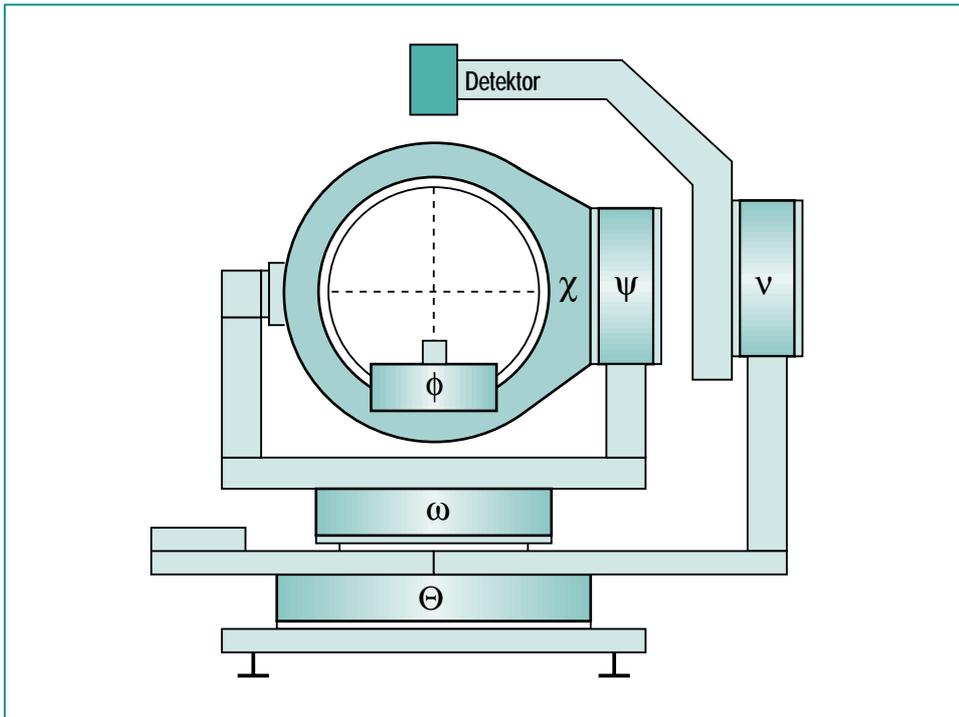


Abb. 4: Das ψ -Sechskreisdiffraktometer. Mit den Drehkreisen Φ und χ der Eulerwiege kann ein beliebiger reziproker Gittervektor genau auf die Ψ -Achse justiert werden. Mittels einer ω -Drehung kann dieser in die Beugungsposition gebracht werden, damit der Ψ -Scan durchgeführt werden kann. Der Detektor kann mit den Drehkreisen Θ und ν auf jeden Punkt der oberen Halbkugel positioniert werden. Dadurch können in der Dreistrahlposition beide Reflexe nacheinander gemessen werden.

tensität der **g**-Reflexe bei verschiedenen Ψ -Stellungen des **h**-Reflexes. Da bei großen Strukturen mit einem dichten reziproken Gitter viele **g**-Reflexe in der Nähe der Ewaldkugel liegen, können durch Drehung um wenige Grad auf einem Flächendetektor viele **g**-Reflexprofile, deren Integralintensität bestimmt werden muss, gemessen werden. Bei der ersten Methode wird dagegen die Änderung der Integralintensität eines **g**-Reflexes während der Ψ -Drehung durch eine Dreistrahlposition und für verschiedene **g**-Reflexe nacheinander gemessen. Die generelle Anwendbarkeit der zweiten Methode, die

auf den ersten Blick eine höhere Messgeschwindigkeit verspricht, muss jedoch noch bewiesen werden.

Kristallqualität

Die Interferenzeffekte können sich nur innerhalb perfekter Bereiche des Kristalls ausbilden. Besteht der Kristall aus kleineren perfekten Blöcken, die durch Kleinwinkelkorngrenzen gegeneinander verkippt sind (Mosaikbau), so werden die Dreistrahlprofile auf der Ψ -Skala verschmiert und der Interferenzeffekt nimmt mit zunehmender Winkelbreite der Mosaikblockvertei-

lung ab. Die mangelnde Kristallqualität bei untersuchten Proteinstrukturen war bisher das Haupthindernis für eine breite Anwendung der phasenempfindlichen Röntgenbeugung zur Strukturbestimmung von Makromolekülen.

Anwendungen

Bestimmung der absoluten Struktur

Zu jeder nichtzentrosymmetrischen Struktur erhält man eine dazu inversionssymmetrische Bildstruktur, indem man die Symmetrieoperation der Inversion (Punktspiegelung), die ja dann nicht in der Raumgruppe enthalten ist, auf die ursprüngliche Struktur anwendet. Bei einer chiralen Verbindung, die z.B. ein asymmetrisches Zentrum in Form einer Rechtsschraube enthält, wird durch die Inversion eine Linksschraube erzeugt. Die beiden zentrosymmetrisch korrelierten Strukturen können unterschiedliche Eigenschaften haben. So kann die physiologische Wirkung pharmazeutischer Substanzen unterschiedlicher Chiralität sehr verschieden sein: die eine zeigt die gewünschte Wirkung, die andere kann sogar toxisch wirken. Die eindeutige Bestimmung einer der beiden Strukturen, die gleiche interatomare Abstände aufweisen, nennt man Bestimmung der absoluten Struktur.

Bei Leichtatomstrukturen, die als schwerstes Element nur Sauerstoff enthalten, ist die eindeutige Bestimmung nicht einfach und oft auch mit den herkömmlichen Methoden nicht möglich. Das Röntgenbeugungsbild zeigt nämlich

nur dann Abweichung von der Zentrosymmetrie, wenn der Imaginärteil f'' des Atomstreu factors f wenigstens einer Atomart der Struktur genügend groß ist. Der Atomstreu factor ist die resultierende Amplitude bei der Beugung an den freien Atomen, für Röntgenstrahlung gegeben durch die Streuung an den Elektronen des Atoms: $f = f_0 + f' + if''$. Der Imaginärteil ist nur für Wellenlängen in der Nähe einer Absorptionskante groß. Die K-Kante von Sauerstoff z.B. liegt jedoch bei ca. 2.3 nm in einem experimentell nicht zugänglichen Bereich. Für eine Wellenlänge von 0.15 nm (entspricht etwa der Röntgenstrahlung von Kupfer) beträgt der Imaginärteil des Atomstreu factors von Sauerstoff lediglich 0.1 Elektroneneinheiten, das sind 1.25% des Gesamtstreuvermögens.

Die herkömmlichen Methoden können nur eine statistische Wahrscheinlichkeit über die Abweichung vom Friedelschen Gesetz (Zentrosymmetrie des Röntgenbeugungsbildes) durch Mittelung über viele Braggreflexe angeben. Mit Hilfe der phasenempfindlichen Röntgenbeugung kann dagegen eine eindeutige Aussage getroffen werden, selbst bei Leichtatomstrukturen, die gar keinen Sauerstoff enthalten (siehe Abb.5). Die beiden zentrosymmetrisch korrelierten Strukturen unterscheiden sich nämlich im Vorzeichen der Phasen der Struktur factors. Hat also ein bestimmter Dreistrahlfall die Tripletphase Φ , so hat die inverse Bildstruktur für den gleichen Dreistrahlfall die Tripletphase $-\Phi$. Wie man in Abb.3 sieht, können die Dreistrahlprofile für $\Phi = \pm 90^\circ$ am besten unter-

schieden werden. Zur Bestimmung der absoluten Struktur geht man wie folgt vor. Man geht von einer der beiden Strukturen aus und wählt z.B. einen Dreistrahlfall mit einer Tripletphase nahe bei $+90^\circ$. Entweder bestätigt die Messung diesen Wert, dann liegt die angenommene Struktur vor, oder die Messung ergibt ein Dreistrahlprofil für eine Tripletphase nahe bei -90° , dann liegt die inverse zur angenommenen Struktur vor.

Bestimmung von Makromolekülstrukturen

Die Bestimmung der Kristallstruktur von Makromolekülen unterscheidet sich in der Regel grundsätzlich von der Strukturbestimmung kleinerer Moleküle. Dies ist hauptsächlich auf die mit zunehmender Anzahl der Atome abnehmende Signifikanz statistischer Aussagen zurückzuführen. Die traditionelle Methode zur Lösung von Makromolekülstrukturen stellt der multiple isomorphe

Ersatz (MIR) dar. Da Proteine mit ähnlicher Funktion sehr oft auch eine ähnliche räumliche Anordnung besitzen, kann oft eine unbekannte Struktur auf Grund der Kenntnis der atomaren Anordnung bereits bekannter Strukturen mit der Methode des sog. molekularen Ersatzes (MR) gelöst werden. Eine sehr effektive Methode zur Lösung von großen Strukturen stellt die Ausnutzung der anomalen Dispersion (MAD) von im Molekül bereits enthaltenen oder erst später eingebrachten Schweratomen dar. Hierbei kann durch eine einfache Änderung der Wellenlänge gezielt sowohl der Realteil als auch der Imaginärteil des Streubeitrages der Schweratome beeinflusst werden. Dadurch wird eine sehr genaue Bestimmung der Phasen möglich, sobald die Position der Schweratome bekannt ist.

In den letzten Jahren konnte gezeigt werden, dass es zumindest im Prinzip möglich ist, die Kristallstruktur kleinerer Makromoleküle

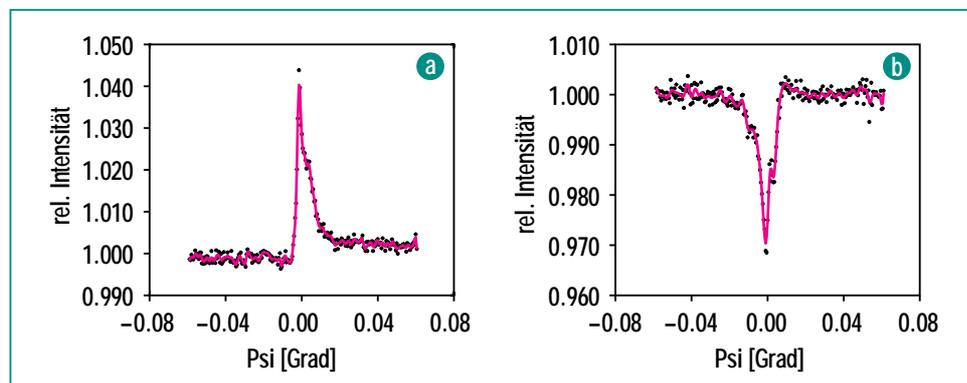


Abb. 5: Gemessene Dreistrahlprofile zur Bestimmung der absoluten Struktur von $C_{28}H_{20}N_2$. Die berechnete Tripletphase beträgt $\pm 108^\circ$ für die Dreistrahlfälle $0/h/g$: (a) $000/032/\bar{2}2\bar{2}$ und (b) $000/0\bar{3}\bar{2}/2\bar{2}\bar{2}$. Die beiden Dreistrahlfälle mit entgegengesetzten Vorzeichen der beteiligten reziproken Gittervektoren haben Tripletphasen mit entgegengesetzten Vorzeichen. Die Doppelstruktur in den Profilen weist darauf hin, dass zwei größere Mosaikblöcke, die um ca. 0.005° gegeneinander verkippt sind, im Kristall vorliegen.

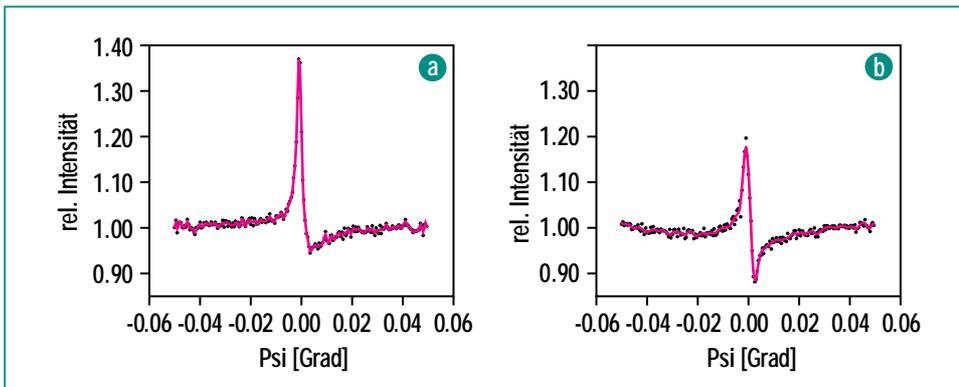


Abb. 6: Experimentelle Dreistrahlinterferenzprofile von tetragonalem Lysozym mit einer geschätzten Triplettphase $\pm 45^\circ$ mit „Umweganregung“ bei $\lambda = 1,2438 \text{ \AA}$; a) Dreistrahlfall: $4\ 15\ 4/2\ \bar{1}\ 0$, $\Phi\ S_3^{\text{ber}} = -35^\circ$, b) Dreistrahlfall: $4\ 15\ 2/2\ 1\ 0$; $|F(4\ 15\ 4)| = 295$, $|F(2\ \bar{1}\ 0)| = 1987$, $|F(2\ 16\ 4)| = 977$, exp. Bedingungen: ESRF, Si-(111)-Monochromator, π -polarisierte Strahlung.

auch durch die direkte Messung von Triplettphasen zu lösen. Im Vergleich zu kleinen Molekülen treten hierbei jedoch eine Reihe von Problemen auf. Bedingt durch das relativ dichte reziproke Gitter eines Proteinkristalls überlappen sich die Interferenzprofile verschiedener Dreistrahlfälle. Durch eine geeignete Wahl der Wellenlänge kann zumindest vermieden werden, dass sich die Interferenzprofile mit großen Effekten überlagern. Ein weiteres Problem stellen die vergleichsweise geringen Reflexintensitäten derartiger Kristalle dar. Beide Probleme können durch die Verwendung von Synchrotronstrahlung gelöst werden, die sowohl sehr gut kollimiert ist als auch die freie Wahl der Wellenlänge erlaubt. Leider erleiden die Kristalle von Makromolekülen zum Teil unter

dem Einfluß hochintensiver Synchrotronstrahlung erhebliche Schäden. Dies ist ein generelles Problem bei der röntgenographischen Untersuchung von Proteinkristallen.

Der derzeitige Stand der experimentellen Phasenbestimmung an Proteinmolekülen kann wie folgt zusammengefaßt werden. Bedingt durch die weiter oben diskutierten Einschränkungen ist die Elementarzellgröße der untersuchbaren Strukturen auf ca. $5 \cdot 10^5 - 10^6 \text{ \AA}^3$ beschränkt. An einer Synchrotronstrahlungsquelle können je nach Intensität, der Größe des Kristalls und der Struktur zwischen drei und zehn Triplettphasen pro Stunde gemessen werden. Selbst an einem Proteinkristall können Interferenzeffekte mit Intensitätsände-

rungen im Bereich von 20% und mehr auftreten (Abb. 6). Die mittlere Phasendifferenz der experimentell bestimmten Triplettphasen einer Testmessung an der tetragonalen Modifikation von Lysozym (aus Hühnereiweiß) im Vergleich zu einem der am besten bekannten Strukturmodelle liegt unter 20° . Da für eine Strukturbestimmung Einzelphasen notwendig sind, müssen die gemessenen Triplettphasen geeignet verknüpft werden. Dies ist nicht immer ohne weiteres möglich. Daher muß unter Umständen eine kleine Anzahl von Strukturparametern durch andere z.B. statistische Verfahren bestimmt werden. Die Anzahl der für eine erfolgreiche Strukturbestimmung notwendigen Phasen liegt bei ca. drei pro Aminosäure. Dafür ist jedoch ein möglichst genauer Datensatz von Reflexintensitäten notwendig. Einer breiten Anwendung dieses Verfahrens steht zum einen die kaum vermeidbare Schädigung der Kristalle durch die Röntgenstrahlung und zum anderen die Erfordernis von Kristallen sehr guter Qualität im Wege. Praktikabel ist eine Strukturbestimmung von kleinen Makromolekülen durch experimentell gemessene Triplettphasen dann, wenn aus den verschiedensten Gründen die Standardmethoden nicht angewendet werden können.

Literatur

- | | | |
|---|---|---|
| [1] W.N. Lipscomb,
<i>Acta Cryst.</i> 2 (1949) 193 | [3] M. Renninger,
<i>Z. Kristallogr.</i> 97 (1937) 107 | [5] Q. Shen, S. Kycia, I. Dobrianov,
<i>Acta Cryst.</i> A56 (2000) 268 |
| [2] P.P. Ewald,
<i>Ann. Phys.</i> 54 (Leipzig 1917) 54 | [4] E. Weckert, K. Hümmer,
<i>Acta Cryst.</i> A53 (1997) 108 | |

Elektronenspektroskopie mit Synchrotronstrahlung

E. Pellegrin, IFP

1. Einleitung

In der konkreten Anwendung von neuen Materialien z. B. im Bereich der Halbleiterbauelemente, der Optoelektronik, sowie der Datenspeicherung spielen makroskopische Eigenschaften wie elektrische und thermische Leitfähigkeit, Magnetismus, dielektrische sowie optische Eigenschaften usw. eine tragende Rolle. Bei näherer Betrachtung stellt sich heraus, dass insbesondere bei den Transport- sowie bei den magnetischen Eigenschaften die sogenannte „elektronische Struktur“ von Festkörpern von entscheidender Bedeutung ist. Mit dem Begriff „elektronische Struktur“ werden dabei u. a. diejenigen Zustände bezeichnet, die von den Elektronen in der Nähe der Fermi-Energie E_F eingenommen werden können, wobei diese die besetzten von den unbesetzten Zuständen trennt. So ist es z. B. für die metallische Leitfähigkeit von Festkörpern notwendig, dass Elektronen nahe E_F für sehr kleine Energieanregungen – wie beispielsweise durch ein von außen angelegtes elektrisches Feld – noch unbesetzte Zustände vorfinden, um am Ladungstransport innerhalb der Probe teilnehmen zu können. Andere physikalische Eigenschaften wie Supraleitung hängen selbstverständlich ebenfalls direkt von der „elektronischen Struktur“ nahe E_F ab.

Wie kann denn die „elektronische Struktur“ eines Festkörpers untersucht werden? Eine Möglichkeit besteht darin, die Elektronen durch Einwirkung von Licht anzuregen, um durch die dabei ausgelösten Prozesse in der Probe

etwas über die besetzten bzw. unbesetzten Zustände zu erfahren. Dies ist das Arbeitsgebiet der Festkörperspektroskopie. Der hier vorliegende Beitrag soll einen Einblick in dieses Arbeitsgebiet bieten – insbesondere auf dem Hintergrund des Einsatzes von Synchrotronstrahlungsquellen.

2. Elektronenspektroskopie

Die Mehrzahl der an Synchrotronstrahlungsquellen für die Festkörperphysik zur Verfügung stehenden experimentellen Techniken lässt sich anhand der dort jeweils verwendeten Photonenenergiebereiche in drei Kategorien einteilen. Geht man von niedrigen zu hohen Photonenenergien, so sind dies die Bereiche des Infrarot (IR; ca. 0.001-1 eV Photonenenergie), der der Vakuum-Ultraviolett- und Weichröntgenstrahlung (VUV bzw. XUV; ca. 5-10 eV bzw. 10-2000 eV Photonenenergie) und schließlich der Bereich der harten Röntgenstrahlung (>2000 eV Photonenenergie). Im Infraroten liegt der Schwerpunkt der Untersuchungen aufgrund der großen Wellenlänge der verwendeten Strahlung auf dem Gebiet der Schwingungen von Molekülen (Vibrationen und Rotationen) bzw. im Falle von Festkörpern analog dazu bei der Analyse niederenergetischer Gitterschwingungen (Phononen) etc. Auf dem Gebiet der harten Röntgenstrahlung dominiert die strukturelle Analytik von Materialien mittels Beugungsmethoden sowie Absorptionstechniken, desgleichen überwiegend anwendungsorientierte Techni-

ken wie z. B. das am FZK entwickelte LIGA-Verfahren. Dies alles wird in diesem Heft an anderer Stelle ausführlich diskutiert. Die Untersuchung der elektronischen sowie neuerdings der magnetischen Eigenschaften von Festkörpermaterialien ist die klassische Domäne der VUV- bzw. XUV-Analytik und der damit verbundenen elektronenspektroskopischen Untersuchungsverfahren. Mit der Unterscheidung zwischen hartem und weichem Röntgenbereich geht auch eine Aufteilung der für den jeweiligen Photonenenergiebereich zugänglichen Teile des Periodensystems der Elemente einher. Der von der harten Röntgenstrahlung erfassbare Bereich umfasst dabei die Elemente der Perioden drei bis einschließlich sieben, während darüber hinaus die für viele Disziplinen wichtigen leichten Elemente der zweiten Periode (wie z. B. C, N, O) lediglich dem VUV- / XUV-Bereich und dessen Spektrum an Methoden offen stehen. Diese Verfahren sollen im Rahmen dieses Beitrages zusammen mit einigen anschaulichen Beispielen aus jüngster Zeit kurz besprochen werden. Im abschließenden Abschnitt 6 wird die Weichröntgen-Analytik-Anlage WERA vorgestellt, die im Lauf der nächsten zwei Jahre an der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA errichtet werden soll.

Zunächst nun zu den im Weichröntgenbereich üblichen elektronenspektroskopischen Verfahren. Aus der historischen Perspektive betrachtet, verfügen einige der elektronenspektroskopischen Analysetechniken genauso wie viele Röntgenverfah-

ren über eine lange Vorgeschichte als Labormethoden unter Verwendung von herkömmlichen Röntgenröhren sowie anderer Laborlichtquellen. Aufgrund der intrinsischen Probleme bei der Konzeption und Herstellung von Strahlrohren bzw. Strahlrohroptiken hat es in diesem Bereich niedriger Photonenenergien weit-aus länger gedauert, um für die Nutzer von Synchrotronstrahlungsquellen eine Auswahl von attraktiven und vor allem zuverlässigen Instrumenten zur Verfügung zu stellen als vergleichsweise dazu im harten Röntgenbereich. Die wichtigsten elektronenspektroskopischen Methoden an Synchrotronstrahlungsquellen sind im folgenden aufgeführt (von den eher exotischen, jedoch nichtsdestoweniger sehr interessanten Entwicklungen in diesem

Bereich während der letzten Jahre soll der Übersichtlichkeit wegen an dieser Stelle abgesehen werden):

- Photoemissions-Spektroskopie (Valenzband-PES, resonante PES, XPS)
- Röntgenemissionsspektroskopie (X-ray emission spectroscopy; XES)
- Nahkanten-Absorptionsspektroskopie (near-edge X-ray absorption fine structure; NEXAFS)
- Auger-Elektronenspektroskopie (AES)

Die Funktionsprinzipien der einzelnen Methoden sind in Abb. 1 schematisch dargestellt. Im Vordergrund steht dabei für den Festkörperphysiker zumeist die Untersuchung der elektronischen

Zustände des Valenz- bzw. Leitungsbandes (d. h. die besetzten bzw. unbesetzten Zustände) in der unmittelbaren Umgebung der Fermi-Energie E_F . Diese sind wie in der Einführung bereits angedeutet für die makroskopischen Eigenschaften von Festkörpern von entscheidender Bedeutung.

In einem *Valenzband-Photoemissionsexperiment* (VB-PES; s. Abb. 1(a)) trifft ein monochromatischer Photonenstrahl auf die Probe und regt dort ein Elektron aus dem Valenzband in das Vakuum an. Dieses Elektron wird in einem Elektronenanalysator als Funktion seiner kinetischen Energie (und damit seiner Bindungsenergie im Festkörper) nachgewiesen und man erhält so ein Abbild der besetzten Zustandsdichte des Valenzbandes des untersuchten Festkörpers. Bei der *Röntgenphotoemission* (XPS; s. Abb. 1(b)) liegen die Verhältnisse ähnlich, es werden jedoch Elektronen anstatt aus dem Valenzband aus den atomaren Rumpfniveaus angeregt.

Im Falle eines *Röntgenemissionsexperiments* (XES; s. Abb. 1(c)) wird ein Elektron durch Synchrotronstrahlung aus einem Rumpfniveau in das Vakuum angeregt (Schritt 1). Der dabei entstandene unbesetzte Zustand in der betreffenden Elektronenschale wird durch ein aus dem Valenzband stammendes Elektron wieder aufgefüllt, wobei dieses aus Gründen der Energieerhaltung ein Fluoreszenzphoton mit einer charakteristischen Energie aussendet (Schritt 2). Diese Photonen werden als Funktion ihrer Energie detektiert. Da wie aus Abb. 1(c) leicht zu ersehen ein Rumpf-

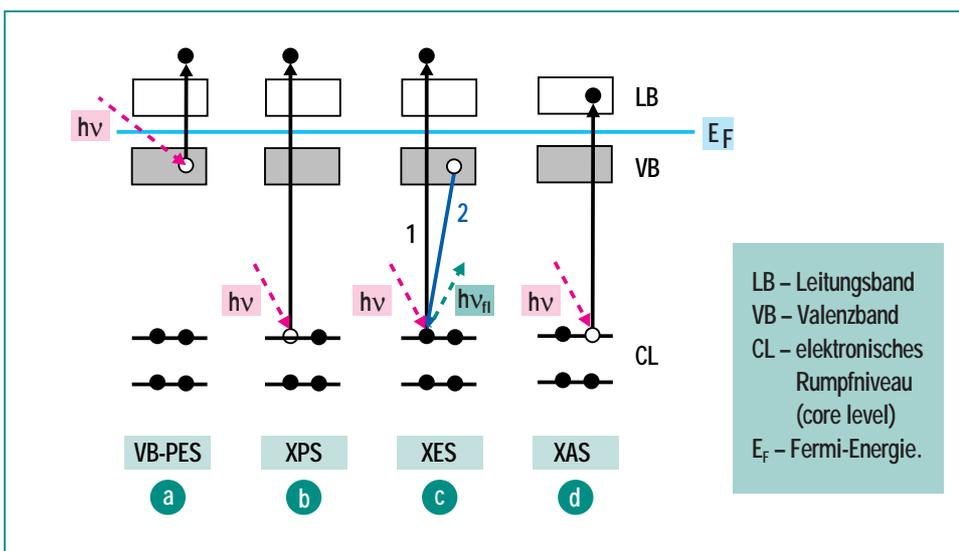


Abb. 1: Schematische Übersicht der wichtigsten an Synchrotronstrahlungsquellen verwendeten elektronenspektroskopischen Verfahren und deren Abkürzungen: (a) Valenzband-Photoemission (VB-PES), (b) Röntgenphotoemission (XPS), (c) Röntgenemission (XES), (d) Röntgenabsorptionsspektroskopie (NEXAFS bzw. XAS). Einfallende Synchrotronstrahlung ist als gestrichelte rote Linie dargestellt, während emittierte Fluoreszenzstrahlung als gestrichelte grüne Linie wiedergegeben ist.

zustand an diesem Prozess beteiligt ist (im Ggs. zur VB-PES in Abb. 1(a)) erhält man ein *elementspezifisches* Abbild des Beitrages der jeweiligen atomaren Spezies zur *besetzten* Zustandsdichte des Valenzbandes.

Die *Nahkanten-Röntgenabsorptionsspektroskopie* (NEXAFS) liefert in komplementärer Weise hierzu Daten über die unbesetzten Zustände des Leitungsbandes. Durch monochromatische Synchrotronstrahlung wird ein Elektron aus einem Rumpfniveau in unbesetzte Zustände des Leitungsbandes angeregt. Auch hier ist am Anregungsprozess ein Rump fzustand beteiligt, wodurch das durch Variation der Photonenenergie gewonnene Absorptionsspektrum Informationen über den *elementspezifischen* Beitrag zur *unbesetzten* Zustandsdichte beinhaltet.

Einer der wesentlichen Vorteile von Synchrotronstrahlungsquellen gegenüber herkömmlichen Laborlichtquellen (Laser, Plasmlampen, Röntgenröhren etc.) ist neben der über einen sehr weiten Bereich frei wählbaren Wellenlänge (Durchstimbarkeit), der hohen Photonenflussdichte und gleichzeitig niedrigen Strahldivergenz (Brillanz) ihre ebenfalls frei wählbare Polarisation. Hier kann der Nutzer je nach Bedarf zwischen linear und zirkular polarisiertem Licht aussuchen. Für die Untersuchung der elektronischen bzw. magnetischen Struktur von Festkörpern bietet dies einzigartige Vorteile, auf die hier in etwas detaillierterer Weise eingegangen werden soll.

Im Falle von linear polarisierter Synchrotronstrahlung liegt deren Verwendung z. B. wie bereits oben angesprochen bei der Bestimmung des elementspezifischen Charakters der elektronischen Struktur von Festkörpern und insbesondere deren *Anisotropie*. Hier steht also die Untersuchung der *elektronischen Ladungsdichteverteilung* der Probe im Vordergrund. Anhand der Bestimmung ihrer Anisotropie lassen sich u. a. die Ursachen für die entsprechenden Anisotropien in den makroskopischen Eigenschaften des Festkörpers aufspüren. Diese Untersuchungen bilden seit einiger Zeit einen Schwerpunkt der in der Arbeitsgruppe Elektronenspektroskopie des IFP durchgeführten Untersuchungen an Hochtemperatursupraleitern und verwandten Übergangsmetalloxiden [1].

Neu hinzugekommen ist nun die Untersuchung der magnetischen Eigenschaften von Festkörpern unter Verwendung von zirkular polarisierter Synchrotronstrahlung. Hier wird der Spin (d. h. der Eigendrehimpuls) der in diesem Fall zirkular polarisierten Photonen ausgenutzt, um die elementspezifischen magnetischen Eigenschaften von Festkörpern zu erkunden. Im Vordergrund steht hier nun die Untersuchung der *elektronischen Spindichteverteilung* der Probe. Für diese neuartige magnetische Analysetechnik des Weichröntgen-Zirkulardichroismus (engl. soft X-ray magnetic circular dichroism / SXMCD) wird in Abschnitt 4 mit Messungen am Fe_3O_4 ein anschauliches Beispiel aus der aktuellen Forschung vorgestellt.

3. Alte Probleme, neue Entwicklungen

Im zweiten Abschnitt wurde bereits auf die wesentlichen Unterschiede zwischen den Bereichen der Hart- und Weichröntgenanalytik in Bezug auf grundlegende Verfahren bzw. deren Anwendungsbereiche eingegangen. Dies setzt sich in verschiedenen Aspekten fort wie zum Beispiel der Oberflächensensitivität von elektronenspektroskopischen Verfahren im VUV-/XUV-Bereich. Was dem Oberflächenphysiker als eine attraktive Eigenschaft erscheint, kann für industrielle Anwendungen ein Problem sein, da eine Kompatibilität der Proben mit den Erfordernissen des für elektronenspektroskopische Untersuchungen notwendigen Ultrahochvakuums nahezu immer zwingend notwendig ist. Ist es hingegen bei der Hartröntgenanalytik möglich, z. B. nahezu beliebig verunreinigte Proben aus der technischen Chemie zu analysieren, so sind hier dem Weichröntgenbereich enge Grenzen gesetzt.

Ein Aspekt, der sich in der Hartröntgenanalytik als auch im Infraroten als sehr nutzbringend erwiesen hat, ist die hohe Durchdringungskraft von Strahlung aus diesen Wellenlängenbereichen. Dies ermöglicht nicht nur eine tiefenaufgelöste und zerstörungsfreie Analytik bis zu einer Nachweistiefe im cm-Bereich (in Abhängigkeit von Probenmaterial und Wellenlänge), sondern bietet auch die Möglichkeit, Proben in definierten Umgebungen wie z. B. hohem Druck, extremen Temperaturen, unter Gas- oder Flüss-

sigkeitseinschluss etc. zu untersuchen. Da hierfür entsprechende Vorrichtungen wie beispielsweise Druckzellen notwendig sind, deren Gefäßwände für die einfallende Synchrotronstrahlung „durchsichtig“ sein müssen, kommen diese Probenumgebungen allein für das Infrarot bzw. den harten Röntgenbereich in Frage.

Andererseits gibt es nicht zuletzt dank der schnell fortschreitenden Entwicklungen auf dem Gebiet der Strahlungsquellen an Synchrotronanlagen (wie z. B. den sog. Undulatoren zur Erzeugung von linear und zirkular polarisierter Synchrotronstrahlung höchster Brillanz) analog dazu im weichen Röntgenbereich Fortschritte im Bereich der experimentellen Techniken. Vielversprechende Entwicklungen gibt es dort zur Zeit in dem rapide voranschreitenden Sektor der lateral hochaufgelösten Spektroskopien. Hier muss man prinzipiell zwischen zwei Verfahren unterscheiden:

- *rasternde Verfahren* mit mikrofokussiertem monochromatischem Photonenstrahl wie das Rastertransmissionsröntgenmikroskop (scanning transmission X-ray microscope, STXM) [2, 3]. Hier wird mit einem, mit Hilfe einer Fresnelschen Zonenplatte Synchrotronstrahlung mikrofokussiert und monochromatisiert. Mit diesem mikrofokussierten Strahl wird dann die zu untersuchende Probe abgerastert. Die beste derzeit erreichte laterale Auflösung liegt bei ca. 40 nm.
- *abbildende Verfahren* wie das Photoemissionselektronenmikroskop (PEEM). Bei dieser

Technik wird die Probe mit einem mäßig fokussierten monochromatischen Photonenstrahl (≤ 1 mm Durchmesser) beleuchtet und die Verteilungsdichte der aus der Probenoberfläche herausgelösten Photoelektronen mit einer Elektronenoptik vergrößert abgebildet und sichtbar gemacht [4]. Hier liegt die höchste laterale Auflösung derzeit bei ca. 20 nm.

In Abschnitt 5 werden das PEEM und mit diesem Instrument gewonnene Ergebnisse anhand von Beispielen aus jüngster Zeit vorgestellt.

4. Ein Beispiel: elektronische und magnetische Struktur von Fe_3O_4 (Magnetit)

In Abb. 2 ist das Funktionsprinzip des Röntgenzirkulardichroismus (SXMCD) schematisch wiedergegeben. Monochromatische links- oder rechtshändig zirkular polarisierte Synchrotronstrahlung trifft auf eine Probe und regt dort Elektronen aus atomaren Rumpfniveaus in unbesetzte Zustände des Leitungsbandes oberhalb der Fermi-Energie E_F an. Die Schwellenenergie, bei der dieser Vorgang einsetzt, ist charakteristisch für das betreffende Element. In einer vereinfachten Darstellung wie in Abb. 2 bedeutet dies, dass im Falle einer ferromagnetischen Probe wie z. B. Fe bei einer Photonenenergie von ca. 707 eV ein spinpolarisiertes Elektron aus dem Fe2p-Rumpfniveaus emittiert wird. Ist die Magnetisierung der Probe parallel zum Spin des einfallenden Photons, so wird

dieses spinpolarisierte Rumpfelektron in unbesetzte Fe3d-Majoritätsspinzustände des Valenzbandes (in Abb. 2(a) blau dargestellt) angeregt (Elektronen, deren Spin parallel bzw. antiparallel zur Richtung des von außen angelegten Magnetfeldes orientiert ist werden als Majoritäts- bzw. Minoritätsladungsträger bezeichnet). Kehrt man hingegen das Vorzeichen der Magnetisierung der Probe oder den Spin des Photons um, so ändert sich ebenfalls das Vorzeichen der Spinpolarisation des angeregten Fe2p-Rumpfelektrons, und man regt direkt in unbesetzte Fe3d-Minoritätsspinzustände an (grün dargestellt). Man erhält somit zwei „dichroische“ (griechisch: zwei Farben) Fe2p-Absorptionsspektren mit unterschiedlicher Absorptionsstärke (μ_+ und μ_- , s. Abb. 2(b)), deren Differenz in erster Näherung die unterschiedliche elektronische Spinzustandsdichte der unbesetzten Minoritäts- bzw. Majoritätszustände des Leitungsbandes eines Ferromagneten nahe E_F (dank der charakteristischen Anregungsenergie) elementspezifischer Weise wiedergibt ($\mu_+ - \mu_-$, s. Abb. 2(c)). Zusätzlich lassen sich noch anhand von sog. „Summenregeln“ [5, 6] (s. Abb. 2(d)) aus dem integrierten Differenzspektrum das magnetische Spin- bzw. Bahnmoment der betreffenden atomaren Spezies ableiten. Dies stellt gegenüber der herkömmlichen magnetischen Laboranalytik einen wesentlichen Fortschritt dar, da man nun in der Lage ist, bei mehrkomponentigen magnetischen Materialien die Beiträge der einzelnen chemischen Elemente jeweils getrennt (so z. B.

als Funktion des äußeren Magnetfeldes, der Proben temperatur, des Drucks etc.) zu untersuchen. Das bislang aufgrund seiner geringen Größe schwierig zu bestimmende magnetische Bahnmoment der Valenzbandelektronen hat sich dabei aufgrund seiner großen Bedeutung bei der magnetischen Anisotropie von insbesondere mehrkomponentigen metallischen Dünnschichtsystemen als zentraler physikalischer Parameter erwiesen [7].

Nun zu einem konkreten Beispiel aus dem Bereich der Übergangsmetalloxide. Magnetit (Fe_3O_4) ist das älteste und zugleich bekannteste magnetische Mineral und spielt bis heute auf dem Gebiet des Festkörpermagnetismus aufgrund seiner Komplexität und der Vielzahl seiner physikalischen Phänomene eine wichtige Rolle [8]. Insbesondere in der Dünnschichttechnologie eröffnet sich zur Zeit den Übergangsmetalloxiden in Analogie zu der bereits zu einem früheren Zeitpunkt angelaufenen Entwicklung bei den rein metallischen Multilagensystemen [9] eine vielversprechende Zukunft [10]. In Abb. 3 (a) ist die Kristallstruktur von Magnetit dargestellt. Geht man von einer rein ionischen Betrachtungsweise aus, so lässt sich Magnetit als $\text{Fe}^{3+}_A[\text{Fe}^{3+}\text{Fe}^{2+}]_B\text{O}^{2-}_4$ darstellen. Diese Strukturformel deutet bereits an, dass die eine Hälfte der Fe^{3+} -Ionen ein Achtel der verfügbaren tetraedrischen A-Gitterplätze belegt (kurz Fe^{3+}_T , vierfache Koordination mit O-Liganden), während die verbleibenden Fe^{3+} -Ionen mitsamt derselben Anzahl an Fe^{2+} -Ionen die oktaedrischen B-Gitterplätze belegen (kurz

Fe^{3+}_O bzw. Fe^{2+}_O , sechsfache Koordination mit O-Liganden). Im konkreten Fall des Magnetits er-

gibt sich das makroskopische magnetische Moment aus den lokalen magnetischen Momenten

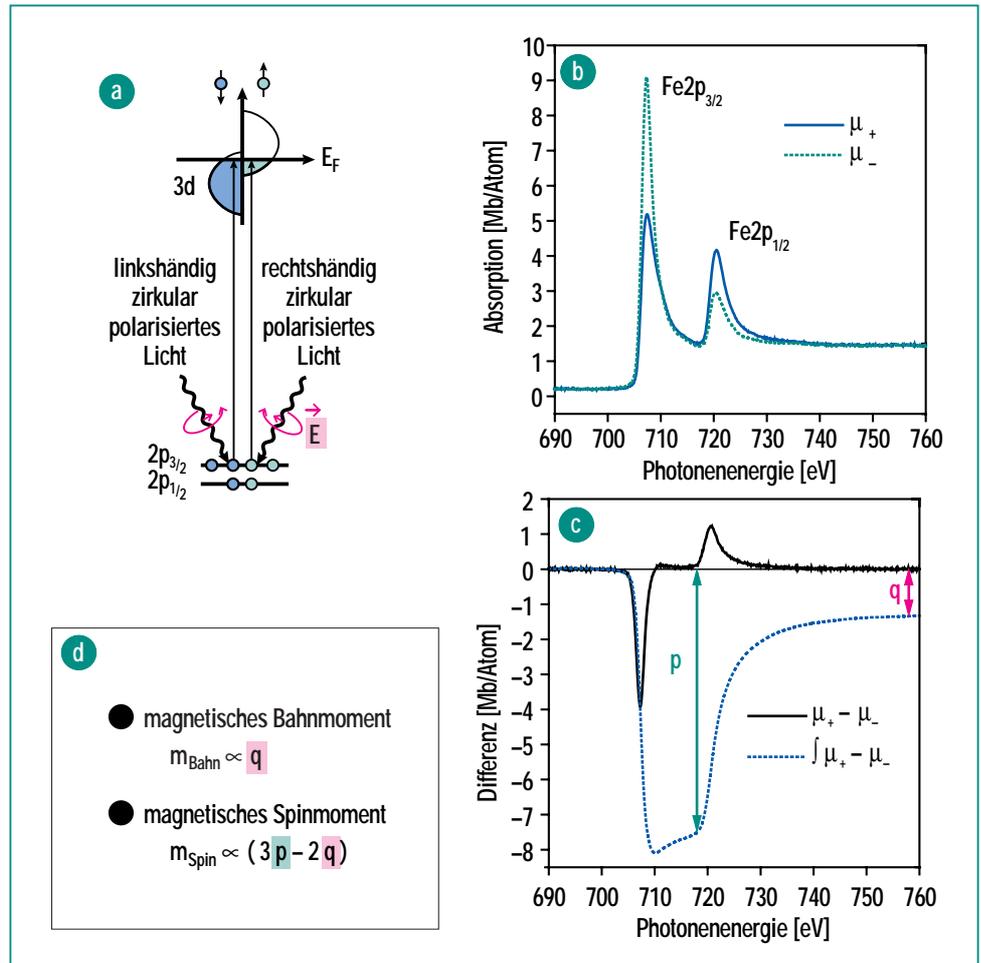


Abb. 2: (a) Schematische Darstellung der Funktionsweise des magnetischen Röntgenzirkulardichroismus anhand der 2p-Absorptionskante eines ferromagnetischen 3d-Übergangsmetalls wie z. B. Fe, Ni oder Co. Der mit Elektronen besetzte Anteil der Majoritäts- bzw. Minoritätsspinzustände des Valenzbandes ist im oberen Bildteil in blauer bzw. grüner Farbe dargestellt. (b) Ein Beispiel für ein dichroisches Absorptionsspektrum anhand der Fe2p-Absorptionskante für metallisches Fe. Die mit $\text{Fe}2p_{3/2}$ bzw. $\text{Fe}2p_{1/2}$ beschrifteten Absorptionslinien ergeben sich aus der Anregung von Elektronen aus dem Spin-Bahn-aufgespaltenen Fe2p-Rumpfniveau in unbesetzte 3d-Zustände des Valenzbandes. Im Falle der $\text{Fe}2p_{3/2}$ -Linie gibt das in blauer bzw. grüner Farbe dargestellte Spektrum (μ_+ bzw. μ_-) Anregungen in unbesetzte Majoritäts- bzw. Minoritätsspinzustände des Valenzbandes wieder. (c) Aus den in (b) gezeigten dichroischen Spektren berechnetes Differenzspektrum ($\mu_+ - \mu_-$) und dessen Integral ($\int \mu_+ - \mu_-$). Die aus dem Integral des Differenzspektrums gewonnenen Parameter p bzw. q ergeben gemäß den in (d) gezeigten Formeln den Spin- bzw. Bahnanteil zum magnetischen Gesamtmoment des betreffenden Atoms.

der Fe-Ionen in den magnetischen Untergittern der A- bzw. B-Gitterplätze. Diese beiden magnetischen Untergitter sind in sich ferromagnetisch, jedoch untereinander antiferromagnetisch gekoppelt, wodurch sich ein gesamtes magnetisches Moment von $\sim 4\mu_B$ pro Fe_3O_4 -Formeleinheit ergibt. Letztendlich entspricht dies dem magnetischen Moment $g\mu_B S$ (mit $S = 2$) der Fe^{2+} -Ionen auf den oktaedrischen B-Gitterplätzen, da sich die Momente der Fe^{3+} -Ionen auf den A- bzw. B-Git-

terplätzen gegenseitig aufheben. Fe_3O_4 ist daher ein Ferrimagnet und hat eine magnetische Ordnungstemperatur von 858 K. Das Überwiegen eines von zwei antiferromagnetisch gekoppelten ferromagnetischen Untergittern wird i. A. als Ferrimagnetismus bezeichnet.

In Abb. 3(b) sind die dichroischen Fe2p-Spektren (μ_+ und μ_-) eines epitaktisch aufgewachsenen Fe_3O_4 -Films dargestellt, während in Abb. 3(d) das entsprechende Differenzspektrum ($\mu_+ - \mu_-$) wie-

dergegeben ist. Die dichroischen Fe2p-Spektren entsprechen von ihrer spektralen Form her den Erwartungen eines aus Fe^{2+} - und Fe^{3+} -Ionen zusammengesetzten gemischtvalenten Systems; jedoch macht die Überlagerung der Spektren der jeweils einzelnen Fe-Valenzen auf verschiedenen Gitterplätzen eine Auswertung dieser experimentellen Spektren schwierig. An dieser Stelle kommt zusätzlich zu dem oben bereits angesprochenen magnetischen Informationsgehalt des SXMCD

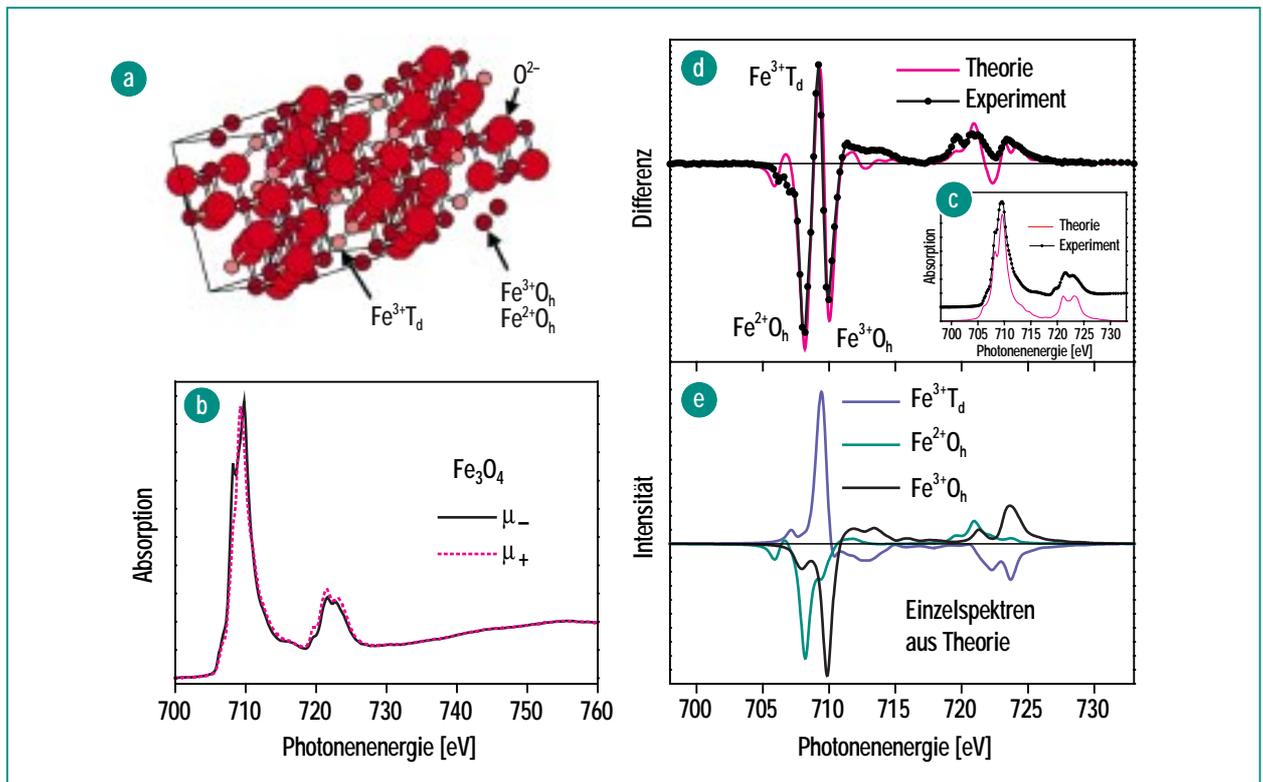


Abb. 3: (a) Kristallstruktur von Fe_3O_4 . (b) Dichroische Fe2p-Absorptionsspektren des Magnetits (Fe_3O_4). Das in roter bzw. schwarzer Farbe dargestellte Spektrum gibt Anregungen in unbesetzte Fe3d-Majoritäts- bzw. Minoritätsspinzustände wieder. (c) Vergleich zwischen experimentellem und berechnetem Fe2p-Absorptionsspektrum. (d) Vergleich zwischen experimentellem Fe2p-Differenzspektrum ($\mu_+ - \mu_-$ aus Daten in Abb. 3(b)) und berechnetem Differenzspektrum. Die Hauptlinien im Differenzspektrum zwischen 700 und 715 eV können wie dargestellt den drei verschiedenen Arten von Fe-Ionen auf den oktaedrischen (O_h) bzw. tetraedrischen (T_d) Gitterplätzen zugeordnet werden. In (e) sind die den einzelnen Fe-Ionen im Magnetit entsprechenden theoretischen Einzelspektren gezeigt, die als Summe das in (d) gezeigte theoretische Differenzspektrum ergeben.

noch die reiche Struktur des Differenzspektrums zum Tragen. So lassen sich die einzelnen Hauptstrukturen im Differenzspektrum zwischen 700 und 715 eV den einzelnen Fe^{2+} - bzw. Fe^{3+} -Ionen auf den tetraedrischen *A*- bzw. oktaedrischen *B*-Gitterplätzen zuordnen (s. deren Zuordnung in Abb. 3(d)). Das unterschiedliche Vorzeichen dieser Strukturen spiegelt dabei interessanterweise die antiferromagnetische Anordnung der magnetischen Momente der Fe-Ionen in den *A*- und *B*-Untergittern wieder. Die Auswertung des integrierten Differenzspektrums gemäß den SXMCD-Summenregeln (s. Abb. 2(c), (d)) ergibt für die hier betrachteten Fe-Valenzen ein wie erwartet niedriges Verhältnis zwischen dem Bahnmoment- und Spin-Anteil des magnetischen Momentes der Fe^{2+} -Ionen von 0.04.

Die physikalische Aussagekraft der hier vorgestellten experimentellen Synchrotrontechniken wird durch parallel dazu durchgeführte Rechnungen wesentlich erhöht. Dies soll hier wiederum am Beispiel des Fe_3O_4 gezeigt werden. In Abb. 3(c) ist als eingefügtes Nebenbild das mit linear polarisierter Synchrotronstrahlung gemessene Fe2p-NEXAFS-Spektrum zusammen mit dem entsprechenden berechneten Spektrum [11] wiedergegeben. Die Rechnungen basieren auf einem atomaren Modell unter Einbezug der durch die O-Liganden hervorgehobenen Kristallfelder mit den entsprechenden Symmetrien, welche die betrachteten Fe-Ionen jeweils umgeben [12]. Da im Falle des Magnetits drei unterschiedliche Arten von Fe-Atomen vorliegen (die bereits diskutierten

$\text{Fe}^{3+}T_d$, $\text{Fe}^{3+}O_h$ sowie $\text{Fe}^{2+}O_h$), wurden für jede einzelne Fe-Spezies die jeweiligen atomaren Übergänge im tetraedrischen bzw. oktaedrischen Kristallfeld der Liganden berechnet. Das Gesamtspektrum ergibt dann als gewichtete Summe dieser Einzelspektren.

Mit dem o. g. Modell lassen sich natürlich auch die dichroischen Spektren und das sich daraus ergebende Differenzspektrum eines Systems berechnen und damit nach Abgleich mit dem Experiment entsprechende Aussagen über die mikroskopischen magnetischen Eigenschaften des betrachteten Festkörpers machen. In Abb. 3(d) ist zum Vergleich zusammen mit den experimentellen Daten das berechnete Differenzspektrum dargestellt, während in Abb. 3(e) die berechneten Spektren für die einzelnen Arten von Fe-Ionen wiedergegeben sind. Diese ergeben als Summe das in Abb. 3(d) gezeigte Simulationsspektrum. Die Anpassung der Gesamtheit der berechneten Spektren an die experimentellen Daten ermöglicht dabei aufgrund der feineren Strukturen des Differenzspektrums in komplexen gemischtvalenten Systemen wie Magnetit eine präzisere Bestimmung der wesentlichen elektronischen Strukturparameter. Wie aus Abb. 3(c) bzw. (d) zu ersehen, ist die Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment gut. Aus dieser Art von Modellrechnungen lassen sich dann im Falle von neuen Substanzen mit bislang unbekannter elektronischer bzw. magnetischer Struktur essentielle Parameter wie z. B. Kristallfeldsymmetrie, Stärke

der Kristallfelder, Koordinationen, Spin-Grundzustände, Hybridisierungsstärken etc. ableiten.

5. Lateral hochaufgelöste chemische und magnetische Kartographie mit dem Photoemissions-Elektronenmikroskop (PEEM)

Wie schon in Abschnitt 3 angedeutet, besteht einer der aktuellen Entwicklungsbereiche im Bereich der Weichröntgenanalytik aus der lateral höchst aufgelösten Spektroskopie, u. a. unter Verwendung von Photoemissions-Elektronenmikroskopen (PEEM). Aufgrund einer Kooperation zwischen dem IFP, der Focus GmbH (als Hersteller von PEEM-Instrumenten) und dem Institut für Physik der Universität Mainz wird in ca. eineinhalb Jahren auch das FZK an der Weichröntgen-Analytik-Anlage WERA über eine solche Apparatur verfügen.

Die Leistungsfähigkeit eines solchen PEEMs soll hier anhand von zwei Beispielen gezeigt werden. Zunächst eine Anwendung zur „chemischen Kartographie“ [4]: In Abb. 4(a) ist die PEEM-Aufnahme eines Defekts in einer auf einem MgO-Substrat aufgewachsenen Fe_3O_4 -Schicht wiedergegeben. Wie in Abschnitt 3 bereits beschrieben, kommt eine solche Aufnahme zustande, indem die Verteilung der durch die Beleuchtung der Probe mit monochromatischer Synchrotronstrahlung aus der Probenoberfläche ausgelösten Photoelektronen mittels einer Elektronenoptik vergrößert und anschließend visualisiert wird.

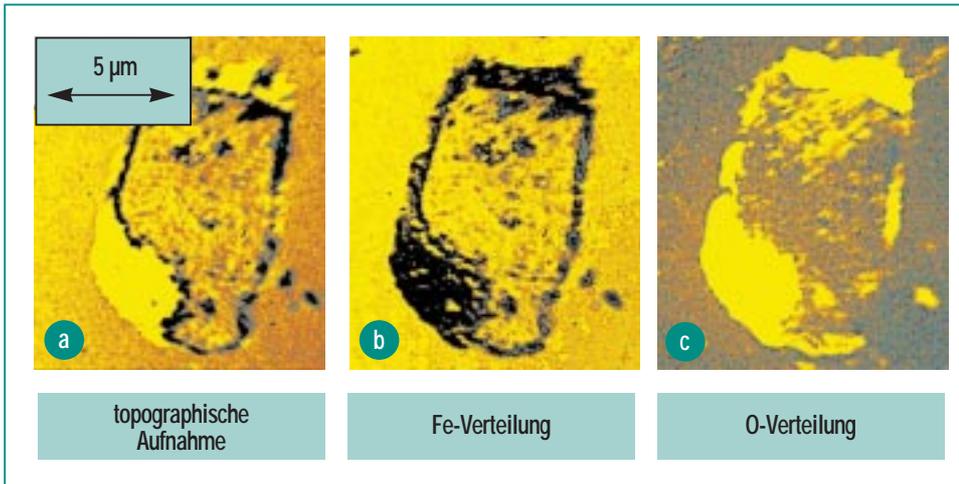


Abb. 4: PEEM-Aufnahmen eines Defekts in einer auf MgO aufgewachsenen dünnen Fe₃O₄-Schicht. (a) Mit einer unspezifischen Photonenenergie aufgenommenes Bild mit lediglich topographischem Charakter. (b) Mit der der Fe2p-Absorptionskante entsprechenden Photonenenergie aufgenommenes Bild; die Helligkeitsstufen geben die Verteilungsdichte der Fe-Ionen an der Oberfläche wieder. (c) Mit der der O1s-Absorptionskante entsprechenden Photonenenergie aufgenommenes Bild; die Helligkeitsstufen geben die Verteilungsdichte der O-Ionen innerhalb der MgO-Oberfläche wieder.

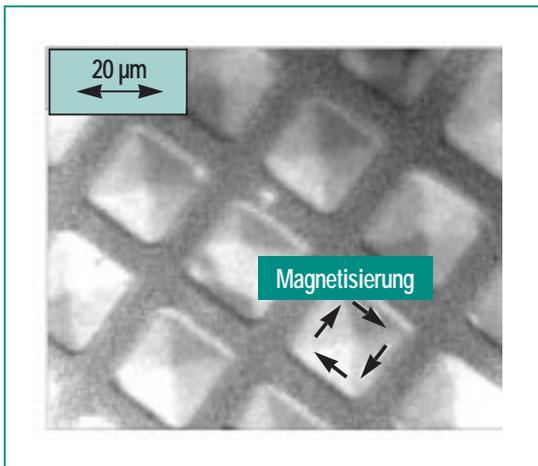


Abb. 5: PEEM-Aufnahme der Oberfläche eines mit Quadraten aus Permalloy-Legierung (80% Ni, 20% Fe; 20 µm Kantenlänge) bedampften Si-Substrats. Die Graustufen in der mit der der Fe2p-Kante entsprechenden Photonenenergie belichteten Aufnahme zeigen die Magnetisierungsrichtungen der einzelnen ferromagnetischen Domänen innerhalb der Permalloy-Quadrate relativ zur Einfallsrichtung der monochromatischen Synchrotronstrahlung.

Abb. 4(a) wurde mit einer willkürlich gewählten Photonenenergie aufgenommen, die keiner der Absorptionslinien der in der Probe vorhandenen chemischen Elemente entspricht. Die Aufnahme liefert damit lediglich eine „topographische“ Aufnahme der Probenoberfläche. Nimmt man nun ein Bild mit der der Fe2p-Absorptionskante entsprechenden Photonenenergie auf, so geben die Helligkeitsstufen in Abb. 4(b) nun die Verteilungsdichte der Fe-Ionen auf der Probenoberfläche wieder. Schaltet man hingegen auf die für die O1s-Absorptionskante spezifische Photonenenergie um, so geben die Helligkeitsstufen in Abb. 4(c) nun die Verteilungsdichte der O-Ionen auf der Probenoberfläche wieder. Interessanterweise kann man dabei aufgrund der unterschiedlichen Bindungsenergien auch zwischen dem Sauerstoff im

MgO bzw. im Fe₃O₄ unterscheiden, so dass Abb. 4(c) in höchst selektiver Weise die Verteilung des Sauerstoffs im MgO wiedergibt. An diesem Beispiel einer geschädigten Magnetitschicht erkennt man also anhand dieser elementspezifischen Aufnahmen, wie die Oberfläche an unterschiedlichen Ort auf der Probe chemisch beschaffen ist.

Als zweites Beispiel noch ein Resultat aus der „magnetischen Kartographie“ [4], wobei ähnlich wie im Falle des Röntgenzirkulardichroismus die Wechselwirkung der zirkular polarisierten Synchrotronstrahlung mit den atomaren magnetischen Momenten genutzt wird, um die elementspezifischen magnetischen Eigenschaften einer Probe zu untersuchen. In Abb. 5 ist die Oberfläche eines mit Quadraten aus Permalloy-Legierung (80% Ni, 20% Fe; 20 µm Kantenlänge) bedampften Si-Substrats wiedergegeben. Die Graustufen in der mit der der Fe2p-Kante entsprechenden Photonenenergie belichteten Aufnahme zeigen in diesem Falle die Magnetisierungsrichtungen der einzelnen ferromagnetischen Domänen innerhalb der Permalloy-Quadrate relativ zur Einfallsrichtung der monochromatischen Synchrotronstrahlung. Wie aus Abb. 5 leicht zu ersehen ist, setzen sich die meisten Quadrate aus vier dreiecksförmigen Domänen mit unterschiedlichen Magnetisierungsrichtungen zusammen; an einem Quadrat ist dies anhand von Pfeilen nochmals graphisch deutlich gemacht. Die Ausrichtung der Magnetisierungsrichtungen der einzelnen Domänen entspricht der energetisch günstig-

sten Konfiguration einer geschlossenen Flusschleife, bei der energetisch ungünstige magnetische Streufelder minimiert werden. Die geometrische Form und Anordnung der Domänen selbst stellt ebenfalls die einfachste und energetisch günstigste Konfiguration dar. Bezüglich der Anwendung dieser „magnetischen Kartographie“ eröffnet sich im Bereich des Oberflächenmagnetismus insbesondere auf dem Hintergrund der Anwendung bei magnetischen Speichermaterialien ein weites Feld [7].

Es bleibt zu ergänzen, dass im Gegensatz zu rasternden Verfahren die hier gezeigten Aufnahmen jeweils als Gesamtbild mit einer „Belichtungszeit“ von weniger als einer Minute aufgenommen wurden. Dies eröffnet die Möglichkeit, dynamische Prozesse auf Festkörperoberflächen zeitaufgelöst zu analysieren.

6. Ausblick: Spektroskopie an der Weichröntgen-Analytik-Anlage WERA bei ANKA – Chancen und Möglichkeiten

Die hier vorgestellten analytischen Möglichkeiten zeigen einen kleinen Ausschnitt dessen, was in Bezug auf Festkörperanalytik an der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA und insbesondere an der dort im Lauf der nächsten eineinhalb Jahre entstehenden Weichröntgen-Analytik-Anlage WERA möglich sein wird.

Der Aufbau von WERA ist in stark idealisierter Form in Abb. 6 gezeigt. WERA besteht (i) aus dem eigentlichen „Strahlrohr“, d. h. der Strahlführungs- und Aufbereitungsoptik einschließlich des Monochromators, sowie (ii) aus drei verschiedenen, miteinander ge-

koppelten Analysekammern mit samt Detektoren, die durch das Strahlrohr den jeweiligen Erfordernissen optimal angepasst mit Strahlung versorgt werden. Die wesentlichen Parameter von WERA sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

Zur Nutzung des vollen Potentials von WERA ist ein ganzes Spektrum von experimentellen Untersuchungsmethoden vorgesehen, einschließlich der jeweils davon abgeleiteten lateral aufgelösten („ μ “) Verfahren:

- Photoemissions-Spektroskopie (PES, μ -PES, resonante PES)
- Auger-Elektronenspektroskopie (AES, μ -AES)
- Photoemissionselektronen-Mikroskopie („Spektromikroskopie“, d. h. abbildendes Verfahren mit chemischem oder ma-

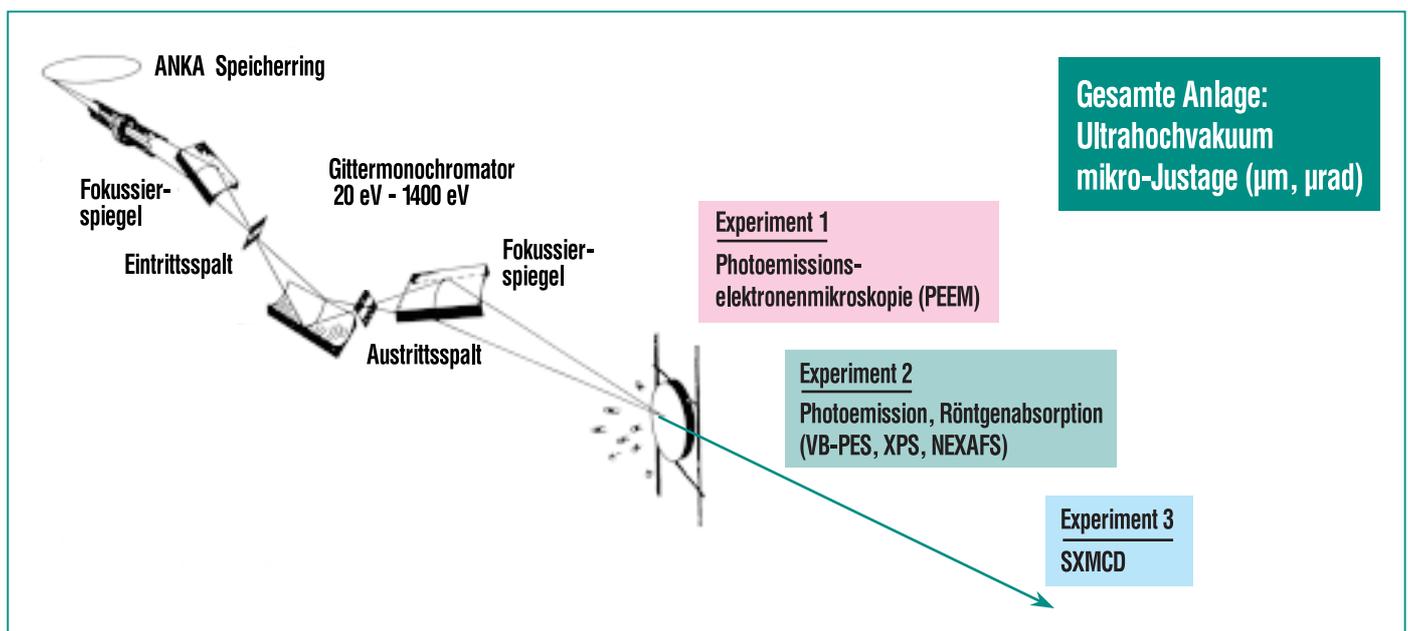


Abb. 6: Stark idealisierte Darstellung des Aufbaus der Weichröntgen-Analytik-Anlage WERA an der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA.

Photonenenergiebereich:	$h\nu = 20 - 1400 \text{ eV}$
Energieauflösung $E/\Delta E$:	≥ 2000 bei $h\nu = 1200 \text{ eV}$ ≥ 5000 bei $h\nu = 400 \text{ eV}$ ≥ 5000 bei $h\nu = 200 \text{ eV}$ ≥ 5000 bei $h\nu = 90 \text{ eV}$
Photonenfluss:	$\geq 8 \times 10^{11}$ Photonen / s bei $h\nu = 400 \text{ eV}$, Energieauflösung 1000
Linearer Polarisationsgrad:	$\geq 97\%$ bei $h\nu = 707 \text{ eV}$ (Fe 2p-Absorptionskante)
Zirkularer Polarisationsgrad:	$> 65\%$ bei $h\nu = 707 \text{ eV}$ (Fe 2p-Absorptionskante)
Lichtfleck am Ort der Probe:	$< 0.5 \times 0.25 \text{ mm}^2$ (hor. \times vert.)

Tab. 1: Funktionale Parameter der Weichröntgen-Analytik-Anlage WERA.

gnetischem Kontrast mit hoher lateraler Auflösung)

- Nahkanten-Absorptionsspektroskopie (NEXAFS, μ -NEXAFS)
- Magnetischer Röntgenzirkulardichroismus (SXMCD, μ -SXMCD)

Zum Abschluss dieses Beitrages sollte noch vermerkt werden, dass WERA als analytisches Instrument, wie auch die übrigen Experimentiereinrichtungen und Strahlrohre an ANKA, allen interessierten Nutzern am FZK zur Verfügung steht.

Literatur

- [1] J. Fink, N. Nücker, E. Pellegrin, H. Romberg, M. Alexander, M. Knupfer, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **66**, 395 (1994); M. Merz, N. Nücker, P. Schweiss, S. Schuppler, C. T. Chen, V. Chakarian, J. Freeland, Y. U. Idzerda, M. Kläser, G. Müller-Vogt, Th. Wolf, *Phys. Rev. Lett.* **80**, 5192 (1998)
- [2] H. Ade, A. P. Smith, H. Zhang, G. R. Zhuang, J. Kirz, E. Rightor, A. Hitchcock, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **84**, 53 (1997)
- [3] H. Ade, X. Zhang, S. Cameron, C. Costello, J. Kirz, S. Williams, *Science* **258**, 972 (1992)
- [4] W. Swiech, G. H. Fecher, Ch. Ziethen, O. Schmidt, G. Schönhense, K. Grzelakowski, C. M. Schneider, R. Frömter, J. Kirschner, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **84**, 171 (1997)
- C.M. Schneider, R. Frömter, Ch. Ziethen, W. Swiech, N. B. Brookes, G. Schönhense, J. Kirschner, *Materials Research Society Symposium Proceedings* **475**, 381 (1997)
- [5] B. T. Thole, R. Carra, F. Sette, G. van der Laan, *Phys. Rev. Lett.* **68**, 1943 (1992)
- [6] P. Carra, B. T. Thole, M. Altarelli, X. Wang, *Phys. Rev. Lett.* **70**, 694 (1993)
- [7] J. Stöhr, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **200**, 470 (1999)
- [8] J. Smit, H. P. J. Wijn, *Ferrites, Philips Technical Library, Eindhoven* (1959)
- [9] J. B. Kortright, D. D. Awschalom, J. Stöhr, S. D. Bader, Y. U. Idzerda, S. S. P. Parkin, Ivan K. Schuller, H.-C. Siegmann, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **207**, 7 (1999)
- [10] *Epitaxial Oxide Thin Films and Heterostructures, Materials Research Society Symposium Proceedings, Vol. 341* (1994)
- [11] E. Pellegrin, *Unveröffentlichter Bericht, Forschungszentrum Karlsruhe* (1999)
- [12] F. M. F. de Groot, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.* **67**, 529 (1994)

Röntgenbeugung an Materialien in reduzierten Dimensionen

A. Stierle, A. Steinhäuser, W. Donner, H. Reichert, H. Dosch,
Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart.

Einleitung

Auf der Verwendung von Synchrotronstrahlung basieren viele Methoden der modernen Materialwissenschaften. Daher ist es für das Max-Planck-Institut für Metallforschung (MPI-MF) in Stuttgart von größter Bedeutung, in Institutsnähe direkten Zugang zu Synchrotronstrahlung zu haben. Um dies zu ermöglichen, errichtet das MPI-MF an der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA (**Ang**strömquelle **Karlsruhe**) einen Messplatz für harte Röntgenstrahlen im Energiebereich von 6-20 keV. Auf Grund seiner Eigenschaften wie kleine Strahldivergenz und hohe Intensität sowie Energiedurchstimmbarkeit ist Synchrotronstrahlung hervorragend zur strukturellen Untersuchung von Oberflächen, Grenzflächen und dünnen Schichtsystemen geeignet. Die Oberflächensensitivität der sonst als Volumenprobe bekannten Röntgenstrahlen wird durch einen Trick erreicht. Hat man einen unendlich ausgedehnten Kristall, so besteht das der Röntgenbeugung

zugängliche reziproke Gitter aus sehr scharfen Reflexen, die für die klassische Strukturanalyse verwendet werden. Diese Reflexe werden durch zugehörige Scharen paralleler, atomarer Ebenen charakterisiert, die einen bestimmten Abstand und eine bestimmte Orientierung aufweisen. Führt man nun eine Oberfläche in diesen Kristall ein, so kommt es zu einer Verbreiterung dieser Reflexe entlang einer Richtung senkrecht zur Oberfläche. Die Intensitätsverteilung entlang dieser sog. reziproken Gitterstäbe ist extrem empfindlich auf die Position der Atome in der obersten Atomlage und deren Änderung z.B. durch Phasentransformationen oder Oxidation. Auf Grund der sehr viel geringeren Intensität entlang der reziproken Gitterstäbe ist der Einsatz von Synchrotronstrahlung erforderlich, um die Signale einzelner (Sub-) Atomlagen zu vermessen.

Typischerweise trifft der Synchrotronstrahl in einer ersten Abschirmhütte auf die Strahloptik, die den Strahl in seinen Eigen-

schaften auf das spezielle Experiment maßschneidert. In einer zweiten Abschirmhütte findet dann das Röntgenexperiment statt. Die Streuexperimente werden computergesteuert von einer Kontrollkabine aus durchgeführt. Abb. 1 zeigt den Aufbau der Strahloptik des MPI-MF-Strahlrohres am ANKA-Synchrotron. Der Strahl läuft durch ein Vakuumrohr, um die Absorption in der Luft zu vermeiden. Von der linken Bildseite kommend wird die Position und Richtung des direkten Strahls durch 2 Strahllagemonitore bestimmt (ein zweiter Strahllagemonitor befindet sich im Frontendbereich, hier nicht dargestellt). Mithilfe von horizontalen und vertikalen Schlitzpaaren vor und nach den optischen Elementen kann die Winkeldivergenz des Strahls auf das gewünschte Maß eingestellt werden. Als erstes optisches Element steht ein Spiegel im Strahl, der abhängig vom Einfallswinkel nur Strahlung bis zu einer bestimmten Energie reflektiert und gleichzeitig den Synchrotronstrahl in der vertikalen Richtung fokussiert. Der Spiegel

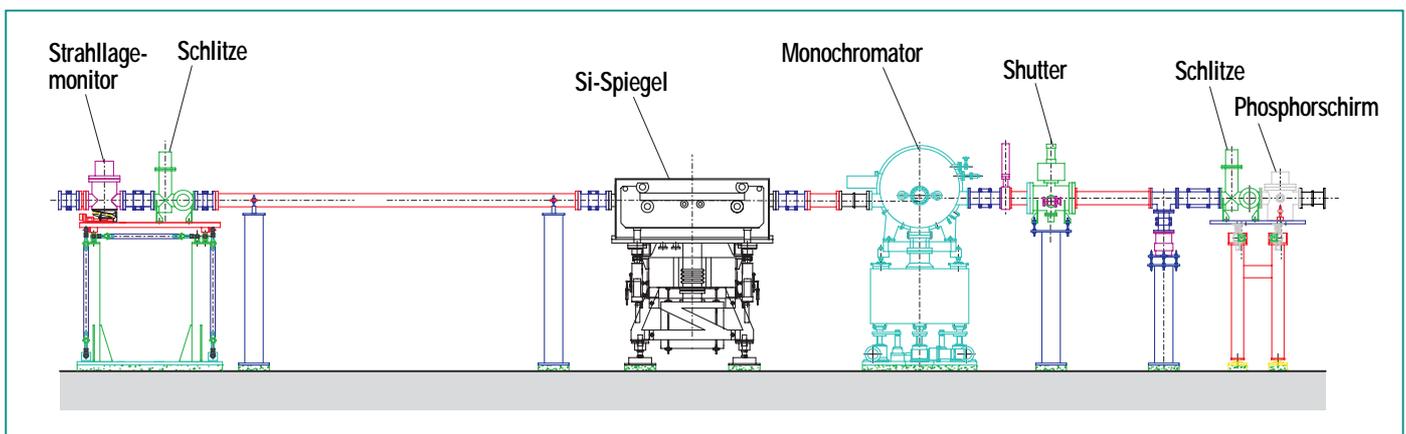


Abb. 1: Strahloptik des in Bau befindlichen Messplatzes an der ANKA Synchrotronstrahlungsquelle in Karlsruhe. Mithilfe der unterschiedlichen optischen Elemente können die Eigenschaften des Synchrotronstrahls optimal auf das jeweilige Experiment angepasst werden. Der Strahleintritt findet von links statt.

besteht aus einem 700 mm x 300 mm x 200 mm dicken Rhodium beschichteten Siliziumblock, der mechanisch zur Strahlfokussierung gebogen werden kann.

Der vom Spiegel reflektierte Strahl trifft dann auf einen Monochromator, der aus zwei Silizium-Einkristallen in (111)-Orientierung besteht. Werden die Kristalle parallel zu einander ausgerichtet und unter dem Bragg-Winkel zum einfallenden Strahl gedreht, so wird nur eine Energie durchgelassen. Eine Besonderheit dieser Anordnung ist, dass auch Experimente mit einem teilmonochromatisierten Strahl nur unter Verwendung des Spiegels oder aber mit dem weißen Strahl durchgeführt werden können.

In der eigentlichen Experimentierstation kommt ein 1.5 t schwe-

res 6-Kreis-Diffraktometer zum Einsatz, welches die Durchführung von Streuexperimenten an unterschiedlichen Proben mit verschiedenen komplexen Probenumgebungen gestattet (siehe Abb. 2). Das Diffraktometer besteht aus einer Kombination von Drehtischen, die es erlauben, die Probe auf beliebige Winkel relativ zum einfallenden Strahl sehr präzise einzustellen. Weiterhin ermöglicht es die Drehung des Detektors relativ zur Probe, um den gestreuten Strahl unter verschiedenen Winkeln nachweisen zu können. Die Installationsphase des Strahlrohres wird Ende 2000 abgeschlossen sein. Zu diesem Zeitpunkt soll auch die ANKA-Strahlungsquelle für den Testbetrieb bereit sein. Nach einer 6-monatigen Einfahrphase mit Testexperimenten soll das Strahlrohr für den allgemeinen Nutzerbetrieb des MPI für Metallforschung geöffnet werden.

Im folgenden sollen drei typische Beispiele für die Anwendung von Synchrotronstrahlung zur Analyse von Oberflächen und Grenzflächen gegeben werden. Es wird das Verhalten von Legierungsoberflächen, Legierungsschichten im nm Dickenbereich und das Verhalten von Legierungsoberflächen bezüglich Oxidation beschrieben werden.

Legierungsoberflächen [1]

Technisch verwertbare Eigenschaften mehrkomponentiger Metall-Legierungen hängen in erster Linie von der chemischen Zusammensetzung sowie deren räumlicher Variation ab. Hier-

durch wird die Bildung verschiedener Phasen im Material sowie deren Stabilität bestimmt. Der erste Schritt beim Übergang zu Materialien in reduzierten Dimensionen besteht in der Einführung freier Oberflächen an volumenartigen Probenkörpern. Es zeigt sich, dass bereits die Existenz freier Oberflächen gerade die Komposition mehrkomponentiger Metall-Legierungen stark ändern kann und damit einen bestimmenden Einfluss auf die Phasenbildung und Phasenstabilität im oberflächennahen Bereich nimmt. Im folgenden soll gezeigt werden wie sich damit im oberflächennahen Bereich binärer Legierungen Strukturen stabilisieren lassen, die im Volumen des entsprechenden Materials nicht existieren.

Wie betrachten dazu die Legierung Cu_3Au , die bei $T_c = 390^\circ\text{C}$ einen Ordnungs-Unordnungs-Phasenübergang erleidet. In der Tieftemperaturphase ($T < T_c$) sind die Kupfer- und Goldatome periodisch in einem kristallinen, kubisch-flächenzentrierten Gitter angeordnet. Das System bildet eine langreichweitig geordnete Überstruktur aus (siehe Abb. 3a). In der Hochtemperaturphase ($T > T_c$) geht die langreichweitige Ordnung verloren, die Atome sind regellos auf dem weiterhin kristallinen Gitter verteilt (siehe Abb. 3b). Es existieren nur noch kurzreichweitige Korrelationen in der Besetzung der Gitterplätze mit beiden Atomsorten. Beide Strukturen lassen sich durch ihre zugehörigen Beugungsmuster im Röntgenstreuexperiment eindeutig unterscheiden. Thermodynamische Betrachtungen zeigen,



Abb. 2: Typische UHV-Kammer als Probenumgebung für In-situ-Röntgenstreuungsexperimente, die auf dem 6-Kreis-Diffraktometer montiert werden kann.

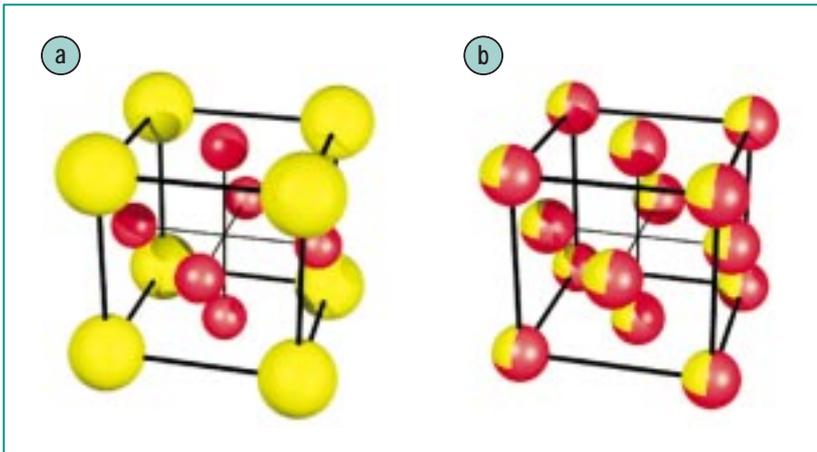


Abb. 3: Struktur der Einheitszelle von Cu_3Au im geordneten (a) und ungeordneten (b) Zustand. Kupfer- und Goldatome sind jeweils durch rote und gelbe Kugeln markiert.

dass dieses einfache Bild eines Phasenübergangs im Volumen in Oberflächennähe deutlich mehr Komplexität aufweist.

Unsere Untersuchungen mit Oberflächenröntgenbeugung an sauberen, einkristallinen Cu_3Au -Oberflächen mit (001)-Orientierung zeigen stets eine Anreicherung von Au an der Oberfläche des Systems. In der ungeordneten (Hochtemperatur-)Phase wird hierdurch die Bildung einer Schichtstruktur an der Oberfläche induziert, wobei benachbarte Lagen jeweils mit Au angereichert bzw. abgereichert sind (siehe Abb. 4). Parallel zur Oberfläche findet sich dabei keine Ordnung in der Besetzung der Gitterplätze der einzelnen Schichten. Eine entsprechende Struktur existiert im Volumen des Systems nicht. Die experimentell gefundene Temperaturabhängigkeit der Dicke der segregierten Schicht spiegelt die Reichweite der Korrelationen in der Besetzung von Gitterplätzen mit Atomen der Legierung wieder und konnte auch

theoretisch bestätigt werden [2]. Die in der Hochtemperaturphase existierende Schichtstruktur kann auch als Keim der geordneten Tieftemperaturphase verstanden werden. Durch geeignete thermische Behandlung kann die Dicke der Schichtstruktur von mikroskopischen Dimensionen (einige atomare Abstände) zu mesoskopischen Dimensionen (einige hundert atomare Abstände) getrieben werden. Hierzu muss das Materi-

al stufenweise aus der Hochtemperaturphase in den Bereich der Tieftemperaturphase abgeschreckt werden. Es lassen sich damit im Volumen unbekannte Nichtgleichgewichtsstrukturen realisieren. Derartige Effekte werden insbesondere beim Übergang zur Dünnschichttechnologie wesentlich, wenn die Dicke der entsprechenden Struktur in der Größenordnung der Filmdicke liegt.

Kooperative Vorgänge in dünnen Metall- und Legierungsfilmern [3,4]

Viele Gegenstände, auf die wir in unserem täglichen Leben stoßen, bestehen aus ein- oder mehrkomponentigen dünnen Metallschichten. Als Beispiele seien magnetische Speicherschichten oder magnetische oder elektrische Sensoren genannt. Die immer weiter fortschreitende Miniaturisierung dieser Bauteile erfordert ein tieferes Verständnis der physikalischen Vorgänge in dünnen Filmen. Eine typische ma-

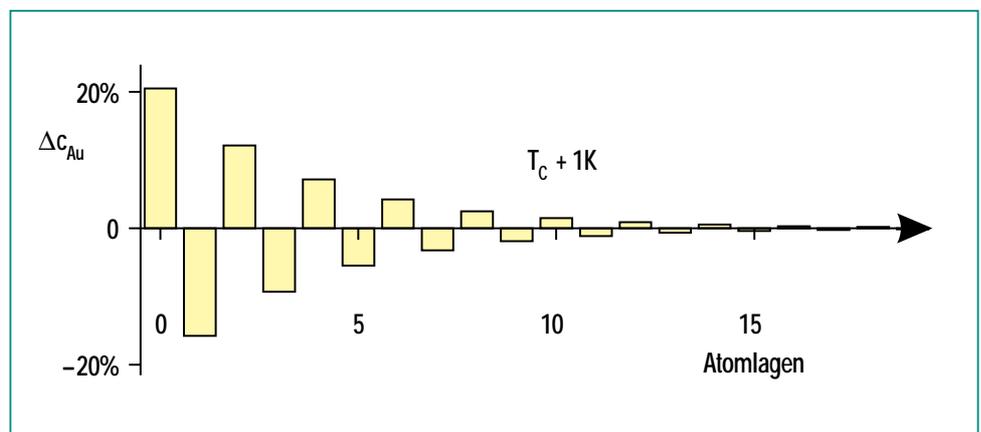


Abb. 4: Kompositionsprofil der $\text{Cu}_3\text{Au}(001)$ Oberfläche bei $T_c + 1\text{K}$. Die Au-Konzentration $c_{\text{Au}}(n) = c_B + \Delta c_{\text{Au}}(n)$ in jeder Lage n ist als prozentuale Abweichung $\Delta c_{\text{Au}}(n)$ zur mittleren Konzentration $c_B = 23.6\%$ von Au-Atomen angegeben. Bei $n = 0$ liegt die Oberfläche des Systems.

gnetische Speicherschicht besteht aus einer ternären Legierung von 20 nm Dicke (20 millionstel Meter). Die räumliche Verteilung der chemischen Zusammensetzung und der Magnetisierung in diesen extrem dünnen Schichten unterscheidet sich mitunter drastisch von den Eigenschaften entsprechender ausgehnter, volumenartiger Materialien. Der Methodik der physikalischen Grundlagenforschung folgend, werden zunächst Modellsysteme geschaffen, an denen ausgewählte Aspekte im Detail studiert werden können. Die hier gewonnenen Erkenntnisse können dann auf komplexere Materialien übertragen werden und helfen, neue Werkstoffe zu gestalten. In einem ausgedehnten Festkörper gibt es Korrelationen zwischen den Atomen bzw. Molekülen, die zu den makroskopischen Eigenschaften führen. So bewirken interatomare Korrelationen z.B. die Kristallisation, d.h. die regelmäßige Anordnung der Atome oder den (Ferro-)Magnetismus. Ist der Festkörper in einer oder mehreren Raumrichtungen begrenzt, so ist auch die Reichweite der Korrelationen begrenzt; dieser „Abschneideeffekt“ kann u.U. zu völlig neuen Materialeigenschaften führen. Ein Ziel unserer Forschungsarbeiten ist die genaue Charakterisierung von atomaren Korrelationen in dünnen Schichten und das Aufspüren von „Abschneideeffekten“. Um an sehr dünnen Schichten (einige Atomlagen) noch Korrelationen über große laterale Bereiche messen zu können, wird eine intensive Synchrotronstrahlungsquelle benötigt. Im Folgenden seien zwei Beispiele genannt, in denen

chemische (Ordnungs-)Korrelationen in dünnen Metallfilmen untersucht wurden.

Unordnungsbenetzung in Cu_3Au -Filmen

Ein Modellsystem für Phasenübergänge in dünnen Schichten ist die Legierung Cu_3Au . Hier läuft der Phasenübergang nicht kontinuierlich ab, da die Reichweite der Korrelationen durch die Art der internen Wechselwirkungen begrenzt ist. Der Ordnungs-Unordnungs-Phasenübergang ist in diesem System abrupt, ähnlich dem Schmelzen eines Festkörpers. Genau wie beim Schmelzen setzt die Umwandlung an der

Oberfläche zuerst ein und „frisst“ sich dann in das Material.

Der Temperatureffekt auf die Ordnung in einer 15 nm dicken Cu_3Au -Schicht mittels Streuung von Synchrotronstrahlung wurde am Hamburger Synchrotronstrahlungslaboratorium (HASYLAB) untersucht. Durch einen geschickt ausgenutzten Interferenzeffekt konnten wir das Einsetzen und Ansteigen der Legierungsunordnung auf atomarer Skala verfolgen. Abb. 5 zeigt zwei Beugungsmuster einer Cu_3Au -Schicht in einer Messanordnung, die sensitiv auf die Legierungsunordnung senkrecht zur Schichtebene ist. Die Periode der deutlich sichtbaren Oszillationen ist

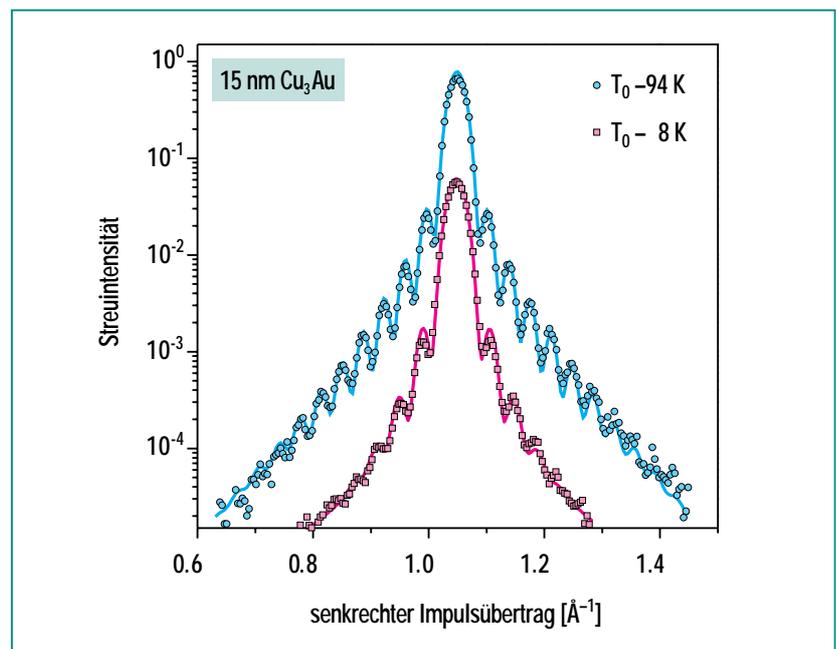


Abb.5: Röntgenbeugungsmuster einer 15 nm dünnen Cu_3Au -Legierungsschicht bei zwei verschiedenen Temperaturen unterhalb der Volumenphasenübergangstemperatur T_0 . Der Beugungsreflex ist sensitiv auf die Besetzungsordnung des kubischen Gitters (oben). Beim Aufheizen (rote Punkte: Meßdaten, rote Kurve: Modellrechnung) bildet sich eine mikroskopisch dünne (1 nm) ungeordnete Schicht an der Oberfläche, die durch eine Verschiebung des Interferenzmusters sichtbar gemacht wird.

ein direktes Maß für die Anzahl der geordneten Atomlagen. Bei Erhöhung der Temperatur um 86 Grad (rote Kurve), nimmt die geordnete Schichtdicke um 5 Atomlagen (1 nm) ab und die Periode der Oszillationen zu. Mit dieser Methode kann also das „Schmelzen“ der Ordnung bzw. das Benetzen der Unordnung in einem dünnen Film direkt auf atomarer Skala beobachtet werden.

Ordnungsfluktuationen in FeCo-Filmen

Viele binäre Legierungen weisen eine Tendenz zur chemischen Ordnung auf, d.h. dass die beiden Konstituenten bestimmte Plätze in einem Kristallgitter bevorzugt einnehmen, um eine bestimmte „Nachbarschaft“ einzustellen. Diese chemische oder Legierungsordnung ist bestimmend für die elektronische Struktur und somit für makroskopische Eigenschaften des Materials. Heizt man eine geordnete Legierung auf, so erreicht man in der Regel eine Temperatur, bei der die Ordnung verschwindet, die sogenannte Übergangstemperatur T_c . Legierungen aus Eisen und Kobalt weisen in einem weiten Konzentrationsbereich einen Ordnungs-Unordnungsphasenübergang auf. Dieser Phasenübergang läuft kontinuierlich ab, d.h. beim Aufheizen verschwindet die Ordnung allmählich, wobei die geordnete und die ungeordnete Phase sich immer ähnlicher werden. In der Nähe von T_c entstehen Fluktuationen zwischen den beiden Phasen, d.h. geordnete Bereiche entstehen und verschwinden wieder, wobei die mittlere Größe dieser Bereiche als

Korrelationslänge bezeichnet wird. In einem dünnen Film kann diese Korrelationslänge beliebig groß werden, da sie durch die Schichtdicke begrenzt wird.

Wir haben mit Hilfe sehr intensiver Synchrotronstrahlung, die eine empfindliche Sonde für die chemische Ordnung ist, systematisch den Effekt der Schichtdicke auf die Ordnungsfluktuationen in FeCo-Filmen untersucht. Die Experimente wurden an der Europäischen Synchrotronstrahlungsquelle in Grenoble (ESRF) durchgeführt, wobei die epitaxialen FeCo-Schichten in Stuttgart präpariert wurden und dann unter Ultrahochvakuumbedingungen ($p < 10^{-9}$ mbar) in einer speziellen Transport- und Messkammer (ähnlich zu der Kammer in Abb. 2) nach Grenoble gebracht wurden. Abb. 6 zeigt exemplarisch Scans entlang der Oberflächennormalen für verschiedene Temperaturen. Die umfangreichen Messungen ergaben tatsächlich einen „Abschneideeffekt“ bzgl. der Korrelationen senkrecht zur Schichtebene, wobei ein weiterer interessanter Effekt beobachtet werden konnte: an der Grenzfläche zwischen dem Film und dem Substrat, auf das der Film aufgewachsen wurde (einkristallines Magnesiumoxid) reichert sich eine der beiden Legierungskomponenten, hier Kobalt, an. Diese atomar dünne Schicht (2-3 nm) konnte exakt in ihrer Zusammensetzung vermessen werden, und zwar zerstörungsfrei bei einer Temperatur von etwa 700° C! Im obigen Fall wurden die atomaren (chemischen) Korrelationen mit Hilfe des beobachteten Segregationseffektes „sichtbar“ gemacht.

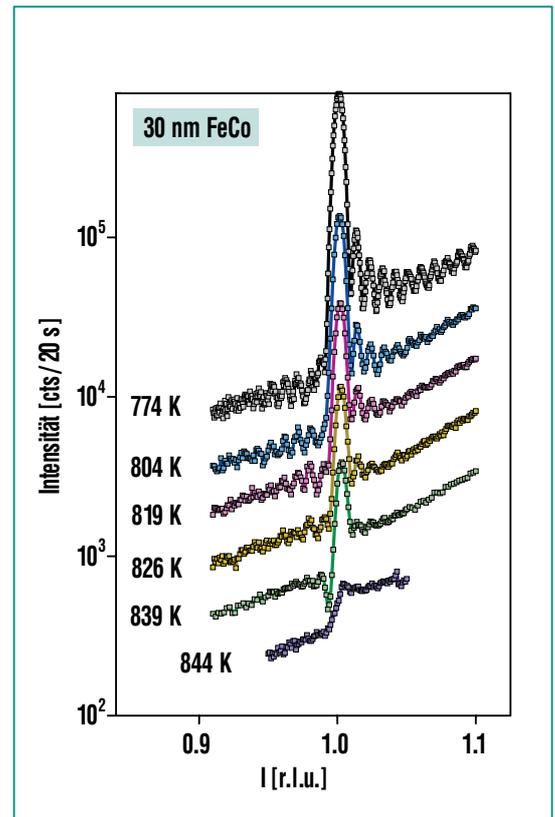


Abb. 6: Verschwinden des Ordnungsreflexes am Phasenübergang einer 30 nm dicken FeCo-Schicht mit zunehmender Temperatur.

Wenn der „Rost“ kommt: Oxidation von Legierungen [5]

Bei der Oxidation von Legierungsoberflächen entstehen dünne Oxidschichten, die eine sehr wichtige Rolle als Korrosionsschutzschichten spielen, wie z.B. bei der Legierung NiAl, welche als Hochtemperaturwerkstoff eingesetzt wird. Zum anderen werden sehr dünne Oxidschichten als Substrate für Modellkatalysatoren verwendet, die es erlauben, elektronenspektroskopische Methoden ohne Aufladungsprobleme einzusetzen. Weiterhin finden dünne Oxidschichten derzeit

Einsatz als Tunnelbarrieren in Tunnelmagnetwiderstandsproben (TMR, tunneling magneto-resistance). Dabei werden zwei ferromagnetische Schichten durch eine wenige nm dicke Oxidschicht getrennt. Der Widerstand über den Tunnelkontakt hängt empfindlich von der Orientierung der Schichtmomente zu einander ab. Auf der Grundlage dieses Effektes hofft man, zukünftig Lesköpfe und permanente RAMs (random access memories) herzustellen.

Für alle diese Anwendungen ist eine Kontrolle des Oxidwachstums auf atomarer Skala und das Zuschneiden des Oxidwachstums auf die jeweiligen Erfordernisse gewünscht. Abb. 7 zeigt die prinzipiellen Schritte des Anfangsstadiums der Oxidation. Bei den sehr kontrollierten Experimenten geht man von einer praktisch verunreinigungsfreien

Oberfläche aus, die durch Bombardierung der Oberfläche mit Argonionen und anschließendem Heizen unter Ultra-Hochvakuumbedingungen erzeugt werden kann.

Der erste Schritt der Oxidation ist Abb. 7 (1) dargestellt. Sauerstoffmoleküle aus der Gasatmosphäre werden bei der Bindung zur Metallunterlage aufgebrochen und durch einen Ladungsübertrag aus dem Metall an die Oberfläche gebunden (dissoziative Chemisorption). Dabei entstehen positiv geladene Metallionen, die gemeinsam mit den Sauerstoffionen die erste Oxidlage bilden. Für den Fortschritt der Oxidation ist es außerdem nötig, dass auch die Oxidoberfläche Sauerstoff dissoziativ chemisorbieren kann (Abb. 7 (2)). Dazu müssen Elektronen durch die wachsende Oxidschicht transportiert werden können. Weiterhin muss eine Dif-

fusion entweder der Metallionen an die Oberfläche, oder aber der Sauerstoffionen an die Metall-Oxid-Grenzfläche erfolgen. Im ersten Fall wächst die Oxidschicht an der Oberfläche weiter, im zweiten Fall an der Metall-Oxid-Grenzfläche. Bei der binären Legierung NiAl kann es zur selektiven Oxidation nur einer Komponente kommen, die zur Ausbildung von Aluminiumoxid Schichten führt.

Als geeignete Methode zur Charakterisierung des Oxidationsvorgangs hat sich oberflächensensitive Röntgenbeugung erwiesen. Als In-situ-Methode erlaubt sie es, „live“ beim Oxidationsvorgang zuzuschauen, ohne den Prozess selbst zu beeinflussen. Außerdem ermöglicht sie den Zugang zu allen strukturellen Parametern der wachsenden Oxidschicht und der Metall-Oxid-Grenzfläche ohne Zerstörung der Probe. Bildet sich nun eine geordnete Oxidschicht aus, deren Atome nicht den selben Abstand wie die Substratatomer aufweisen, so besitzt sie ihr eigenes Interferenzmuster, welches mit oberflächensensitiver Röntgenbeugung ausgemessen werden kann. Die Messungen hierzu wurden an der ESRF durchgeführt. Aus der Datenanalyse konnte folgendes Strukturmodell ermittelt werden (siehe Abb. 8): auf der NiAl-Oberfläche bilden sich 2 nm hohe θ - Al_2O_3 -Inseln (θ - Al_2O_3 ist eine spezielle Modifikation von Aluminiumoxid, bei der tetraedrisch und oktaedrisch koordinierte Plätze der Al-Ionen gleichermaßen besetzt sind), die von flachen nur 0.76 nm hohen Al_2O_3 -Bereichen umgeben sind. Die Struktur die-

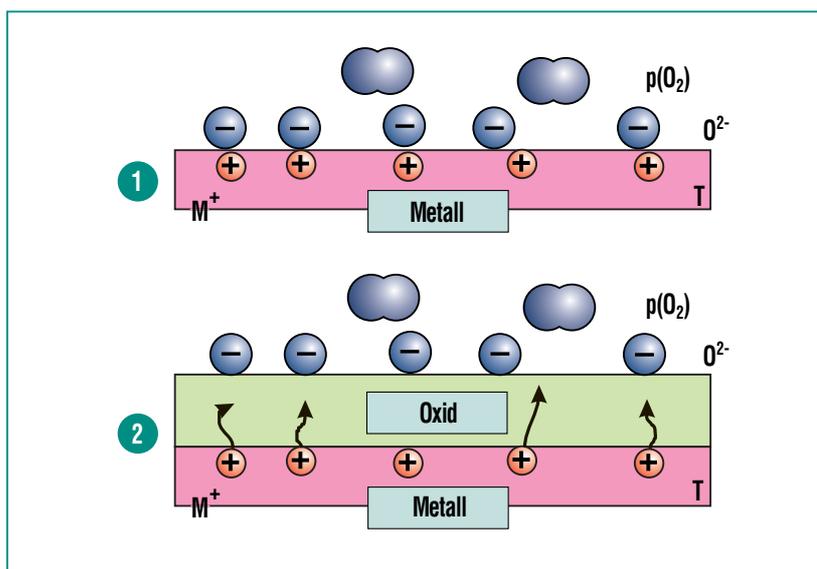


Abb. 7: Anfangsstadium der Oxidation eines Metalls. 1) Dissoziative Chemisorption von Sauerstoff auf der reinen Metalloberfläche. 2) Dissoziative Chemisorption auf der wachsenden Oxidoberfläche und Materialtransport durch die Oxidschicht.

ser flachen Bereiche weist starke Abweichungen von der θ - Al_2O_3 -Struktur der Inseln auf. Die Al-Ionen an der Metall-Oxid-Grenzfläche bevorzugen tetraedrisch koordinierte Plätze, wohin gegen sie oktaedrisch koordinierte Plät-

ze an der Oberfläche vorziehen. Dieses Beispiel zeigt die hohe Empfindlichkeit der oberflächensensitiven Röntgenbeugung für atomare Strukturen, die das Anfangsstadium der Oxidation dominieren.

Zusammenfassung

An Hand von Beispielen wurde verdeutlicht, welche wichtigen Beiträge der Einsatz von Synchrotronstrahlung für das Verständnis der Struktur von Legierungen in Oberflächennähe und in wenigen Atomlagen dicken Schichten liefern kann. Weiterhin erlaubt sie die In-situ-Charakterisierung des Oxidationsverhaltens von Legierungen. Neben den Messungen der vorgestellten Art sind am MPI-MF-Strahlrohr auch Untersuchungen der Eigenschaften von Legierungsnanowürfeln geplant. Sie stellen eine weitere Reduzierung der Systemdimension dar. Der Messplatz ist jedoch auch für eine Vielzahl anderer Untersuchungen offen, wie z.B. Materialeigenschaften organischer Schichten, strukturelle und magnetische Eigenschaften von Manganaten, Elektromigration oder Eigenschaften von Bi-Kristall-Grenzflächen.

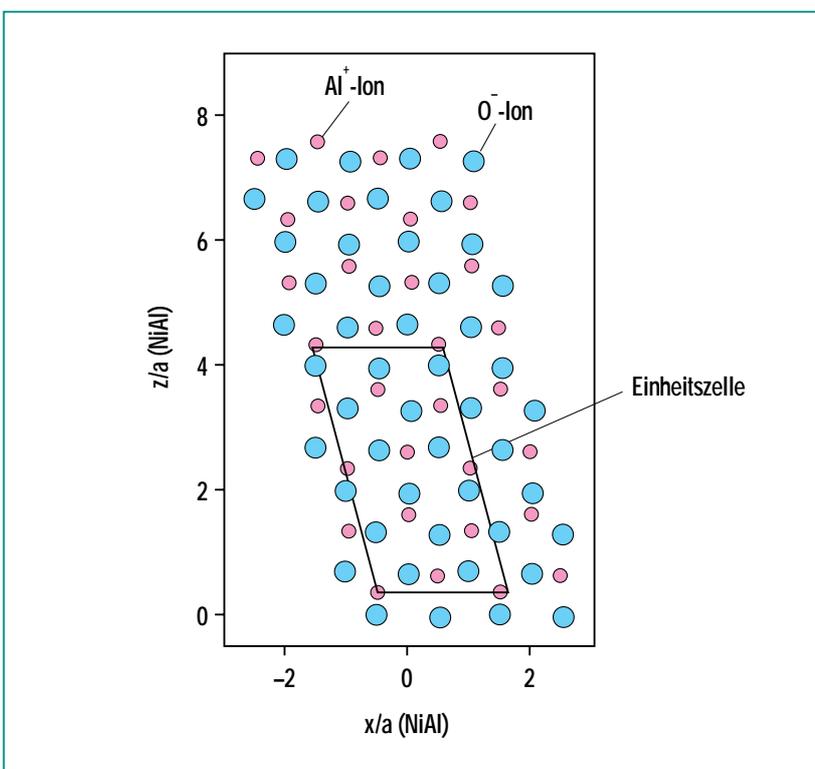


Abb. 8: Modell der θ - Al_2O_3 -Inseln. Sauerstoffionen werden durch große blaue Kugeln dargestellt, Al-Ionen durch kleine rote Kugeln.

Literatur

- [1] H. Reichert, P. J. Eng, H. Dosch, I. K. Robinson, *Phys. Rev. Lett.* 74, 2006 (1995).
- [2] K.R. Mecke, S. Dietrich, *Phys. Rev. B* 52, 2107 (1995).
- [3] C. Ern, W. Donner, H. Dosch, B. Adams, D. Nowikow, *Phys. Rev. Lett.* 85, 1926 (2000)
- [4] B. Nickel, W. Donner, H. Dosch, C. Detlefs, G. Grübel, *Phys. Rev. Lett.* 85, 134 (2000).
- [5] A. Stierle, V. Formoso, F. Comin, G. Schmitz, R. Franchy, *Physica B* 283, 208 (2000).

Umweltstudien mit mikrofokussierter Synchrotronstrahlung

J. Göttlicher¹⁾, R.B. Neder²⁾, R. Nüesch¹⁾, A. Scheinost³⁾, P. Stemmermann¹⁾, P.G. Weidler¹⁾

¹⁾ ITC; ²⁾ Institut für Mineralogie, Universität Würzburg; ³⁾ Institut für Terrestrische Ökologie, ETH Zürich, Schweiz

Einleitung

In der materialorientierten Umweltforschung konzentrieren sich Forschungsarbeiten hauptsächlich auf zwei Schwerpunkte. Einerseits verursachen industrielle Prozesse große Mengen an Altlasten, die Böden, Wasser, Atmosphäre und Biosphäre verunreinigen. Aber auch Produkte selbst stellen eine Gefahrenquelle dar, wenn z.B. bei ihrer Herstellung toxische Elemente eingebaut wurden, die in Folge von Witterungseinflüssen wieder an die Umwelt abgegeben werden können. Hier haben Untersuchungen kontaminierter Standorte, bzw. von Produkten mit Kontaminationspotential die Zielsetzung, Bindung und Prozessverhalten ökotoxisch relevanter Substanzen aufzuklären. Aus diesem Verständnis können Empfehlungen zu Risiko-Abschätzungen

und für Handlungsmaßnahmen beschlossen werden. Andererseits werden heute in zunehmendem Maße neue Materialien zur Reinigung von kontaminierten Abwässern entwickelt, in denen Schadstoffe dauerhaft an Festphasen gebunden oder regenerativ über Festphasen bis hin zu Kolloiden abgeschieden werden können. Zu ihrer Entwicklung ist eine exakte Kenntnis der Wechselwirkung zwischen den Festphasen und den Schadstoffen erforderlich.

Für Sanierung und Reinigung gilt gleichermaßen, dass das Verhalten von Schadstoffen entscheidend von der chemischen Bindungsform abhängt, die zudem kleinräumig im 10er- μm -Bereich stark variieren kann. Die Charakterisierung der Bindungsformen erfordert daher eine kombinierte Anwendung verschiede-

ner analytischer Methoden mit hoher räumlicher Auflösung. Von vielen Elementen und chemischen Verbindungen, die in unsere Umwelt gelangen, geht eine Gefährdung für Mensch und Umwelt bereits in geringen Konzentrationen aus. Dies stellt hohe Anforderungen an die Nachweisgrenzen der analytischen Methoden. Für die Lösung dieser Fragestellungen bietet sich deshalb der Einsatz von Synchrotronstrahlung an, da sie die genannten Anforderungen an die Messgenauigkeit in vielen Fällen erfüllen kann (Abb. 1).

Analytische Methoden mit Synchrotronstrahlung tragen deshalb weltweit mit stark steigender Tendenz zur Lösung umweltrelevanter Fragestellungen bei. Entsprechende Veröffentlichungen haben in den letzten vier Jahren stark zugenommen. Im Bereich der Umweltforschung verdoppelte sich die Anzahl von Arbeiten, die an einer Synchrotronquelle ganz oder teilweise vorgenommen wurden. Um dem steigenden Bedarf an Messzeit gerecht zu werden und um verbesserte Messbedingungen zu erreichen, werden heute bei der Planung und Inbetriebnahme von Synchrotronstrahlenquellen die messtechnischen Anforderungen auf das Probenmaterial zugeschnitten. Eigens für Fragestellungen aus den Umweltwissenschaften gestaltete Strahlrohre mit ihren Messkabinen („Beamlines“) sind bisher aber die Ausnahme und befinden sich teilweise noch im Planungsstadium, wie zum Beispiel an der Canadian Light Source (CLS)[1] oder der Swiss Light Source SLS [2].

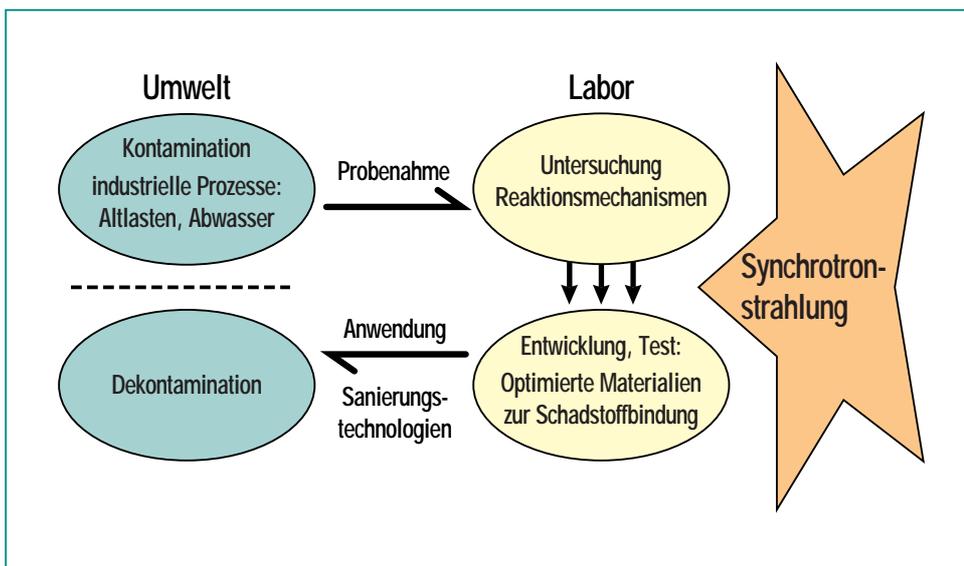


Abb. 1: In einer Prozess- und materialorientierten Umweltforschung werden Kontaminationen erfasst, beurteilt und mit der Entwicklung von Materialien für eine verbesserte Kapazität zur Bindung von Schadstoffen gekoppelt. Daraus können neuartige Sanierungstechnologien entstehen. Die bisher bestehende analytische Lücke wird durch neue hochortsauflösende Untersuchungsmethoden, z.B mit Synchrotronstrahlung geschlossen.

Welche Eigenschaften zeichnen Synchrotronstrahlung gegenüber Strahlung aus herkömmlichen Quellen aus und worin liegen die Vorteile ihres Einsatzes in der Umweltforschung?

Leistungsstarke Strahlenquellen liefern an einem Ort konzentriert höhere Werte für den Photonenfluss, die Brightness, die Brillanz und ein weites Spektrum an Wellenlängen vom Röntgenbereich bis zum fernen Infrarot [3], das für unterschiedliche Untersuchungsmethoden nötig ist. Der besondere Vorteil von Synchrotronstrahlung für die Umweltforschung liegt aber darin, dass sie z.B. elementspezifisch eingesetzt werden kann. Die Auswahl der Wellenlänge erlaubt es, Absorptionskanten von Elementen gezielt aufzuzeichnen. Dieses Verfahren wird als Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS: X-ray Absorption Spectroscopy) bezeichnet.

net. Aus dem Verlauf der Kanten kann durch Vergleich mit Referenzspektren die chemische Bindung des zu untersuchenden Elements ermittelt werden. Selbst der Bindungsanteil unterschiedlicher chemischer Umgebungen eines Elements in einer Probe ist heute mit Hilfe der Simulation von Röntgenabsorptionsspektren quantitativ bestimmbar.

Schadstoffe sind aber z.B. in Böden keineswegs homogen verteilt und können an verschiedenen Stellen der Proben unterschiedlich chemisch gebunden sein. Geringe Korngrößen der Bodenbestandteile erfordern daher eine hohe Ortsauflösung der analytischen Methoden von 10 µm und kleiner. Aus der Kenntnis, der Verteilung und der Zusammensetzung der Bindungsformen in mit Schadstoffen belasteten Böden lassen sich so Rückschlüsse auf die Mobilisierbarkeit von Schadstoffen und ihren Eintrag in Grund- und Ober-

flächenwässer ziehen. Eine Kombination von mikrofokussierender Röntgenabsorptionsspektroskopie und Röntgendiffraktion erlaubt es, gelöste und an Oberflächen adsorbierte Stoffe bis hin zu strukturell gebundenen Elementen zu untersuchen. Prozessabläufe können durch Messungen in Reaktionskammern mit unterschiedlichen Atmosphären (z.B. H₂O, CO₂, aber auch Inertgas wie Ar, N₂) direkt verfolgt werden. Allgemein lässt sich sagen, dass sich die Qualität der Ergebnisse von Experimenten mit Röntgenstrahlung enorm verbessert, wenn Synchrotronstrahlung verwendet wird. Röntgenabsorptionsspektroskopische Untersuchungen sind überhaupt erst an einer Synchrotronquelle effektiv durchführbar. Die folgende Tabelle gibt einen Überblick mit Schwerpunkt auf mikrofokussierende Methoden.

Methode	Abkürzung	Anwendung
mikrofokussierend*		
Röntgenabsorptionsspektroskopie	µ-XAS (X-ray Absorption Spectroscopy)	elementspezifisch, Charakterisierung von chemischen Bindungsformen
Röntgendiffraktion (Einkristall, Pulver)	µ-XRD (X-ray Diffraction)	Strukturuntersuchung, Nachweis und Identifikation von Mineralphasen
Infrarotspektroskopie	µ-FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)	Moleküleigenschaften
ohne Fokussierung		
alle oben aufgeführten Methoden	XAS, XRD, FTIR	wie oben, aber zusätzlich quantitative Mineralphasenanalyse (XRD)
Röntgenkleinwinkelstreuung	SAXS (Small Angle X-ray Scattering)	poröse und partikuläre Strukturen im nm-Bereich

* Information aus kleinen Bereichen (µm), ortsauflöste Information

Tab. 1: Analytische Methoden an einer Synchrotronstrahlenquelle mit Schwerpunkt auf Mikrofokussierung.

Neben den mikrofokussierenden Röntgenmethoden eignet sich mikrofokussierende Infrarotspektroskopie (IR-Spektroskopie) dazu, orts aufgelöst über Molekülschwingungen auf Mineraloberflächen z.B. Zusammenhänge zwischen bakterieller Aktivität und Schadstoffbindung und -freisetzung aufzuspüren. Auch hier bietet Infrarotstrahlung, die an einem Synchrotron erhalten werden kann, wegen ihrer höheren Intensität Vorteile gegenüber herkömmlichen Infrarotquellen.

Zur Erzeugung von mikrofokussierender Röntgenstrahlung reicht es nicht aus den Strahlungsanteil, der primär am Ablenkmagneten anfällt, zu verwenden. Erst durch den Einbau eines „Strahlverstärkers“ (Undulator) kann Röntgenstrahlung mit hoher Brillanz fokussiert werden. Hierzu wird ein neuartiger Undulator entwickelt [4].

Warum ist es sinnvoll ein Synchrotron-Umweltlabor als Schwerpunkt im Forschungszentrum Karlsruhe einzurichten?

Der Anteil der Umweltforschung im Forschungszentrum Karlsruhe beträgt ca. 25% und deckt ein weites Spektrum aus den Bereichen Boden, Grundwasser, Abwasser, Altlasten, Recycling, Atmosphäre und Toxikologie ab. In einem Workshop wurden 41 Themenbeiträge von 29 interessierten Nutzergruppen aus dem internationalen Umfeld vorgestellt. Aufgrund des hohen eigenen Nutzungsbedarfs und dem Bedarf auswärtiger Forschergruppen wurde die Einrichtung eines Synchrotronumweltlabors an der ANKA vorge schlagen und genehmigt.

Beispiele Umweltstudien

Umweltrelevante Fragestellungen, zu deren Lösung sich die Anwendung auf Synchrotronstrahlung basierter Methoden anbietet, finden sich in vielen Anwendungsbereichen, wie z.B. der Kontamination von Böden, der Schadstoffbelastung in Grund- und Oberflächenwässern, der Verwitterung von Baustoffen und der Entwicklung neuer Materialien zur Wasserreinigung. Auch Strukturuntersuchungen an Kristallen sind von grundsätzlicher Bedeutung, da sich die Eigenschaften von Oberflächen aus dem atomaren Aufbau der Kristalle ergeben und damit ihr Verhalten gegenüber der Bindung von Schadstoffen definiert wird.

Im Folgenden werden zu den genannten Fragestellungen Beispiele für den Einsatz von Synchrotronstrahlung gegeben.

Einkristalluntersuchungen mit mikrofokussierter Synchrotronstrahlung zur Aufklärung der Struktur von Tonmineralen

Tonminerale sind nicht nur durch ihre plättchenförmige Form ein die physikalischen Eigenschaften bestimmender Bestandteil vieler Böden, sondern sie gestalten auch das chemische Milieu in besonderem Maße mit, da sie organische und anorganische Schadstoffe wegen ihrer Ladung und schichtartigen Struktur auf unterschiedlichste Weise zu binden vermögen. Schadstoffbindung an Tonmineralen ist aber immer auch abhängig von ihrem strukturellen Aufbau, der in vielen Fällen fehlgeordnet ist und große Wiederholungsperioden aufweist.

Aufgrund ihrer geringen Größe ($< 2 \mu\text{m}$) entzogen sich die Tonminerale bisher Einkristalluntersuchungen, da für derartige strukturelle Untersuchungen mittels Röntgenbeugung an einer Laborquelle Kristalle von mindestens etwa $100 \mu\text{m}$ Durchmesser und somit einem Volumen von $10^6 \mu\text{m}^3$ benötigt werden. Mit modernen Drehanodengeneratoren in Kombination mit CCD-Detektoren lassen sich an gut streuenden Proben noch partielle Daten an Kristallen mit lediglich $20 \mu\text{m}$ Durchmesser ($8000 \mu\text{m}^3$ Volumen) messen. Im Falle der Tonminerale liegen aber extrem kleine Mikrokristalle mit typischen Dimensionen von wenigen Kubikmikrometer Volumen vor, die zudem noch von niedriger Symmetrie und plattig ausgebildet sind, keine schweren Atome enthalten und zumeist Fehlordnung zeigen. All diese Eigenschaften erschweren die quantitative Auswertung von Röntgen- und Neutronenpulverdaten, so dass es wünschenswert ist, diese Proben mit Einkristallbeugungsmethoden zu untersuchen.

Für die Untersuchung an Kristallen mit derartig kleiner Streukraft benötigt man einen dedizierten Messplatz an einem Synchrotron der dritten Generation, wie der ESRF oder ANKA, Karlsruhe. Da die Proben maximale Durchmesser von wenigen Mikrometern zeigen, ist ein entsprechend fokussierter Strahl mit hoher Brillanz erforderlich, der z.B. am Messplatz ID13 des ESRF mit einem ellipsoidalen Spiegel auf $20 \mu\text{m}$ vertikale Höhe fokussiert werden kann. Bei Verwendung des $10 \mu\text{m}$ Kollimators stehen am

Probenort 10^{11} Photonen/sec im monochromatischen Strahl zur Verfügung. Damit lassen sich Einkristalluntersuchungen an Tonmineralen mit typischen Belichtungszeiten von unter 10 sec pro Aufnahme durchführen. Die bisher kleinste untersuchte Probe hatte ein Volumen von lediglich $0.4 \mu\text{m}^3$ [5] (also der 2.5-millionste Teil des erforderlichen Volumens für eine Messung an einer herkömmlichen Strahlenquelle). Dabei stellte sich heraus, dass dieser Kristall kein Einkristall sondern ein verzwilligtes Individuum war, und sich dadurch das Volumen noch einmal halbierte. Aus Daten, die an triklinen Einkristallen des Kaolinites aus Keokuk, Iowa, USA, mit nur 8 bzw. $0.8 \mu\text{m}^3$ Volumen gemessen wurden, konnte die Struktur ohne Einschränkungen inklusive der Wasserstoffpositionen verfeinert werden [6].

Neben der hohen Primärintensität ist die Reduktion des Untergrundes der wichtigste Aspekt bei einem Experiment mit Mikrokristallen. Als Quellen für den Untergrund sind vor allem wichtig:

- Streuung des Primärstrahls an der Luft
- Streuung des Primärstrahls an der Probenumgebung.

Die Streuung des Primärstrahls an der Luft kann reduziert bzw. vermieden werden, wenn der freie Weg zwischen Kollimator und Primärstrahlfänger weitestgehend verkürzt wird, der Durchmesser des Primärstrahls mittels eines entsprechenden Kollimators auf lediglich wenige Kristalldurchmesser eingeengt oder alternativ das Experiment im Vaku-

um durchgeführt wird. Die letzte Möglichkeit stellt die beste Lösung dar, bringt allerdings technische Herausforderungen mit sich. Es ist dann erforderlich, entweder den Primärstrahl und die Sekundärstrahlung durch Kaptonfenster zu führen, was zu einer Reduktion der Beweglichkeit des Diffraktometers führt, oder das gesamte Diffraktometer in einer Vakuumkammer aufzubauen. Diese Lösung wird derzeit nur bei Kleinwinkelstreuexperimenten realisiert. An ID13 wurde daher die Lösung eines engen Kollimators in Verbindung mit kurzen Strahlwegen realisiert und führt zu sehr guten Bedingungen.

Wenn nicht Experimente bei extremen Temperaturen geplant werden, können Einkristalle für ein Experiment am sinnvollsten auf eine dünne Nadel geklebt werden. Die Streuung des Primärstrahls an dieser Probenumgebung zu reduzieren, bedeutet somit diese Nadel in ihrer Streuintensität und ihrem Volumen zu reduzieren. Eine Glas Spitze, gezogen aus einem Glasstab [7], erfüllt diese Bedingungen ideal. Es lassen sich in einfacher Weise mechanisch stabile Glasfäden ausziehen, die über eine Länge von $30 \mu\text{m}$ eine Dicke von unter einem μm besitzen.

Die Präparation von Mikrokristallen mit wenigen Mikrometern Durchmesser erfordert spezielle Techniken, da diese Kristalle für die Montage unter einem konventionellen lichtoptischen Mikroskop zu klein sind. Um kleine Kristalle aufzukleben, benötigt man ein lichtoptisches Mikroskop mit inversem Lichtweg, bei dem zwischen Lichtquelle und dem Ob-

jekt genügend Platz für die Manipulation ist, während das Objektiv von unten nah an die Proben bewegt wird, um eine maximale Vergrößerung von 600fach zu erreichen. Damit lassen sich lediglich Objekte von mindestens $5 \mu\text{m}$ genügend gut auflösen, um sie gezielt aufkleben zu können. Kleinere Kristalle können mit einem speziell entwickelten Mikromanipulator in einem Rasterelektronenmikroskop auf die oben beschriebenen Glasfäden aufgeklebt werden [7]. Die im Vergleich zum Lichtmikroskop viel höhere Auflösung und bessere Tiefenschärfe gestattet es derzeit, Einkristalle von minimal 300 nm Durchmesser zu montieren. Das Volumen dieser Kristalle ist sogar zu klein, um sie an einem Synchrotron der dritten Generation zu untersuchen.

Einkristallexperimente an kleinsten Proben bieten gegenüber Pulverexperimenten eine ganze Reihe von Vorteilen. Viele Tonminerale sind fehlgeordnet. Die Fehlordnung, bei den Tonmineralen zumeist verschiedene Stapelfehler in ihrem schichtartigen Aufbau, äußert sich im Auftreten diffuser Streuung. In einem Pulverexperiment wird schalenweise über den gesamten reziproken Raum integriert, so dass wichtige Information über die Lage der diffusen Streuung verloren geht. An einem sehr stark fehlgeordneten Kaolinit aus Georgia, USA, konnte mit Einkristallexperimenten erstmals gezeigt werden, dass die Stapelfehler nicht unkorreliert verteilt sind [8]. Die entsprechenden Pulverdiagramme geben dazu keinen Aufschluss. Einkristallexperimente erlauben insbeson-

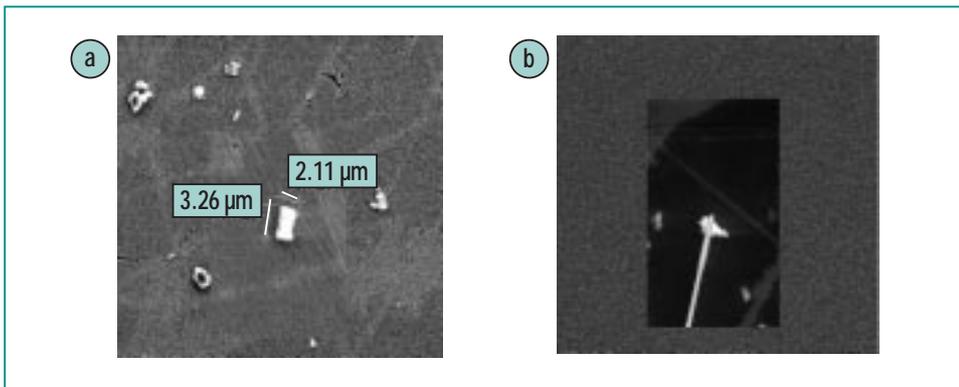


Abb. 2: Bild eines Mikrokristalls (a); aufgekittet auf einen Glasfaden mit einem Mikromanipulator im Rasterelektronenmikroskop, Größe des Kristalls ca. $3 \times 2 \mu\text{m}$ (b).

dere *in situ*-Experimente an einem einzelnen Kristall, um daraus genaue Informationen zur Kinetik von Reaktionen zu erhalten. Studien zu Interkalationsreaktionen an Kaolinit mittels Pulverbeugung konnten bisher keine eindeutige Aussage zum Reaktionsmechanismus ableiten, da die stets vorhandene Korngrößenverteilung keine klare Trennung verschiedener Mechanismen erlaubt.

Untersuchung der mikroskaligen Variation von schwach kristallinen Boden-Mineralphasen zum Verständnis der Schwermetallmobilität in Böden.

Schwermetalle gelangen über verschiedene Prozesse in Böden und liegen daher bereits von Anfang an als unterschiedliche chemische Spezies vor, z.B. in Form von gelösten Ionen oder als schwer lösliche Festphasen. Diese primären Phasen verändern sich in Böden weiter (sofern sie nicht im thermodynamischen Gleichgewicht mit der Bodenlösung liegen). Von besonderer Be-

deutung ist die Lösung von Festphasen, die Sorption und Desorption gelöster Ionen und die Fällung von sekundären Mineralen. Häufig findet eine Kette von Mineralumwandlungen statt, wenn zunächst thermodynamisch metastabile Phasen ausfallen und dann stufenweise in stabilere Phasen transformiert werden. Durch die Phasenheterogenität von Böden (feste Matrix, gas- und wassergefüllter Porenraum, Biot) variieren eine Vielzahl von Variablen kleinräumig (z.B. Ionenstärke und Zusammensetzung der Bodenlösung, Redoxzustand, pH, Konzentration von organischen Säuren und Chelaten). Daher wird angenommen, dass auch die auftretenden Metallspezies kleinräumig stark variieren.

Das Verständnis dieser kleinräumigen Variabilität ist aus zwei Gründen von großer Bedeutung. Erstens finden Transportvorgänge in Böden entlang präferentieller Bahnen statt. So erfolgt z.B. der Transport ins Grundwasser entlang von Makroporen. Der Transport zu oberirdischer Pflanzenmasse verläuft entlang der

Wurzelbahnen. Hier sind ausgeprägte Gradienten an Metallkonzentration, pH, Redoxzustand, organische Säuren etc. und daher auch an Metallspezies zu erwarten. Die Prognose der Transportvorgänge erfordert daher die Kenntnis der Metallspezies speziell auf ihren Transportbahnen. Zweitens gibt das lokale Verteilungsmuster der Metallspezies Hinweise auf die thermodynamischen und kinetischen Faktoren, die zu ihrer Verteilung geführt haben. Dies wiederum ermöglicht gezielte Prozessstudien an einfachen Laborsystemen, und letztendlich ein besseres Verständnis der zeitlichen Veränderung der Metallspezies.

Synchrotron-Röntgenstrahlung ist außerordentlich gut geeignet, um die kleinräumige Variabilität von Metallspezies in Böden zu beschreiben. Mittels Fokussierung des Strahls auf 1 bis $10 \mu\text{m}$ können wichtige Gradienten, z.B. an Porenwänden, Aggregatoberflächen und Wurzeln sowie die reaktiven Partikel der Tonmineralfraktion räumlich aufgelöst werden. Die Kombination von Mikroröntgenfluoreszenzspektroskopie ($\mu\text{-XRF}$), Mikroröntgenabsorptionsspektroskopie ($\mu\text{-XAS}$) und Mikroröntgendiffraktion ($\mu\text{-XRD}$) sollte eine weitgehende Metall-Speziation und Strukturauflösung der typischerweise wenig kristallinen Bodenminerale entlang dieser Gradienten ermöglichen.

Böden sind häufig anthropogen mit Metallen kontaminiert, wobei die Metallkonzentration zukünftig, trotz verbesserter Rückhaltmaßnahmen im Produktions- und Konsumbereich, noch zunehmen

wird. Gesamtgehalte sagen jedoch nicht zwangsläufig auch etwas über die ökologische Verfügbarkeit dieser Metalle aus. Zur Abschätzung des Gefährdungspotential muss vielmehr die Metallspeziation bekannt sein. Herkömmliche Röntgenabsorptionsspektroskopie hat diesbezüglich bedeutende Fortschritte gebracht. Erste Ergebnisse mit mikrofokussierter Röntgenstrahlung haben jedoch gezeigt, dass Metalle in Böden unter Umständen kleinräumig sehr heterogen verteilt sind und in unterschiedlichen Bindungsformen nebeneinander vorkommen [9]. Unsere Hypothese ist, dass Metallspezies an den Porenwänden von Makroporen oder an Wurzeloberflächen eine viel größere Bedeutung für die Mobilität dieser Metalle haben als Metallspezies z.B. im Innern von Bodenaggregaten. Außerdem kann aus dem räumlichen Verteilungsmuster auch auf Mechanismen und die zeitliche Dynamik der Metallspeziation zurückgeschlossen werden. Wir erwarten daher, dass unsere Untersuchungen zu einer verbesserten Risikoanalyse von Schwermetallen in Böden führen und zu verbesserten Sanierungsmethoden beitragen.

In Acrylharz eingebettete Boden-Dünnschliffe wurden an der Beamlinie 10.3.2 der ALS (Advanced Light Source, Berkeley) mittels μ -XRF und μ -XAS untersucht [9]. Der Boden stammt aus dem Palmertongebiet (Pennsylvania), und weist aufgrund des 90-jährigen Betriebs einer Zn-Schmelze hohe Konzentrationen an Schwermetallen auf (6000 ppm Zn, 6500 ppm Pb, 700 ppm Cu, 70 ppm Cd). Die Elementkarten des Ober-

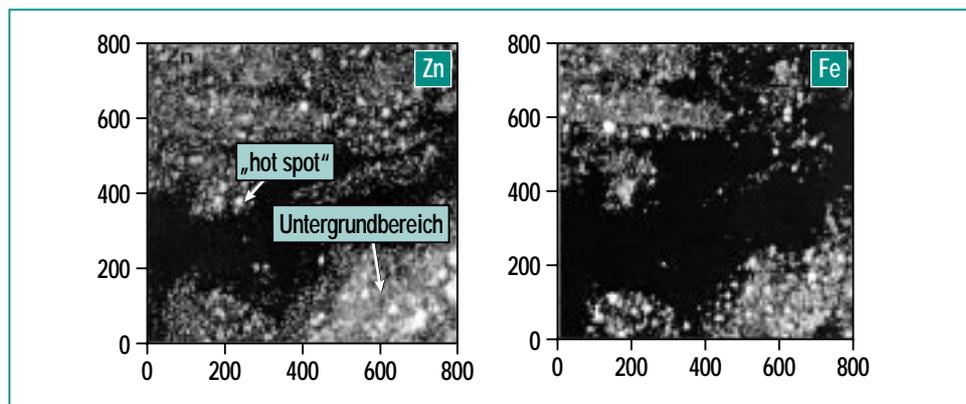


Abb. 3: 800 x 800 µm Elementkarte von Zn (links) und Fe (rechts) des Palmerton-Oberbodens (Dünnschliff). Weiß zeigt die höchsten, Schwarz die niedrigsten Metallkonzentrationen an. Pfeile markieren Bereiche an denen μ -XAFS-Spektren gesammelt wurden.

bodens zeigen eine relativ gleichmäßige Verteilung von Ca, K, Al, Si, Mn und Fe über Bodenaggregate, die vorwiegend aus organischer Substanz bestehen (siehe Fe-Verteilung in Abb. 3). Die Zn-Verteilung korreliert überwiegend mit der Fe-Verteilung. An wenigen Stellen treten jedoch hohe Zn-Konzentrationen unabhängig von hohen Fe-Konzentrationen auf. Diese „hot spots“ haben weniger als 2 µm Durchmesser. Das Zn- K_{α} XAS-Spektrum eines dieser Stellen (siehe Pfeil „hot spot“ in Abb. 3) ist sehr ähnlich zum Spektrum von Sphalerit (ZnS) (Abb. 4 b). In den Bereichen jedoch, in denen Zn und Fe räumlich assoziiert sind, deutet das Zn- K_{α} XAS-Spektrum auf Franklinit ($ZnFe_2O_4$) hin (Abb. 4 a).

Beide Minerale stammen vermutlich aus dem Schmelzprozess. Das Vorhandensein von Sphalerit mehr als 30 Jahre nach dem Einbau effektiver Rückhaltefilter ist insofern erstaunlich, als Sphalerit im Oberboden relativ rasch oxidiert und damit in andere Mineralphasen umgebaut werden sollte.

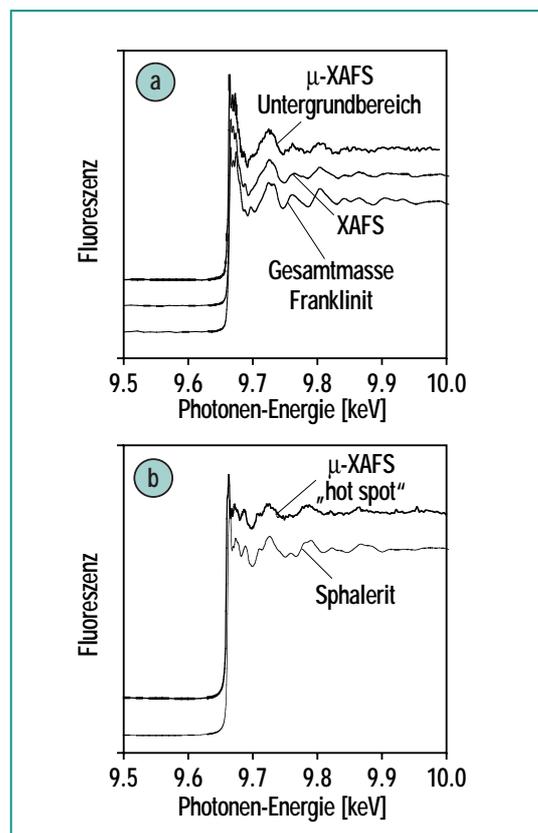


Abb. 4: μ -XAFS an der Zn-Kante des Untergrundbereiches (a) und des „hot spot“-Bereiches (b, vgl. Pfeile in Abb. 3), im Vergleich mit einem Gesamtmassen-XAFS der gleichen Bodenprobe und einer Sphalerit (ZnS) und Franklinit ($ZnSiO_4$) Referenzprobe.

Die Protonenfreisetzung aus diesem Oxidationsprozess ist vermutlich verantwortlich für den anhaltenden Misserfolg von Wiederbegrünungsmaßnahmen, die zur Eindämmung von Erosion durchgeführt werden.

Im Gegensatz zu μ -XAS zeigt das konventionelle XAS-Spektrum („bulk“ in Abb. 4 a) nur die Anwesenheit von Franklinit, und gibt keinen Hinweis auf die Existenz von Sphalerit. Daher hätte eine Studie mit konventionellem XAS eine entscheidende Komponente der Umweltprobleme im Palmertongebiet nicht gefunden.

Schwermetalleinbau und Verwitterung zementgebundener Baustoffe

Gering geordnete Calciumsilikahydrate (C-S-H) bilden den Hauptbestandteil von hydratisiertem Portlandzement (OPC). OPC wird einerseits als Baustoff, andererseits aber auch zur Stabilisierung und Immobilisierung zementgebundener Abfallformen eingesetzt [10]. Allerdings sind C-S-H in Gegenwart von gelöstem Luft- CO_2 metastabil und werden langfristig in CaCO_3 und amorphes SiO_2 umgewandelt. Als direkte Folge der Karbonatisierung treten Bauschäden von volkswirtschaftlicher Dimension auf. Auch zementgebundene Abfallformen sind der Karbonatisierung unterworfen. Der Verbleib der primär gebundenen Schadstoffe ist unsicher. Durch den zunehmenden Einsatz schadstoffhaltiger Reststoffe im Baubereich treten Bauschäden und potentielle Schadstofffreisetzung gekoppelt auf [11]. Da zum Einsatz von OPC keine technologischen Al-

ternativen zur Verfügung stehen und die thermodynamischen Randbedingungen nicht verändert werden können, muss das Problem durch eine Steuerung der Reaktionskinetik gelöst werden. Dazu ist zunächst eine genaue mineralogische Kenntnis der Ausgangsstoffe und der Bindungsformen von Schadstoffen notwendig. Auf diesem Gebiet wurden in den letzten Jahren große Fortschritte gemacht [12]. Andererseits muss der genaue Karbonatisierungsmechanismus bekannt sein.

Bisher wird in der Literatur stets von einer direkten Umwandlung einer an Calcium verarmten C-S-H-Phase in Calcit und amorphes SiO_2 ausgegangen [13]. Eigene Untersuchungen zeigen allerdings, dass der Karbonatisierungsprozess über mehrere Zwischenstufen verläuft, die bisher nicht exakt bekannt sind [14]. Die genaue Kenntnis der Strukturen dieser Zwischenprodukte ist aber

unabhängbare Voraussetzung um z.B. über Inhibitoren oder Puffer Einfluss auf die Reaktionskinetik zu nehmen. Neben der Kristallstruktur sind die auftretenden Gefüge zur Steuerung der Reaktionskinetik entscheidend. Weiterhin ist der Einbau von Schadstoffen in Zwischenprodukte unbekannt.

Auf Basis der bisherigen Untersuchungen insbesondere an kristallinen Analoga der C-S-H (Abb. 5) wurden mehrere strukturelle Modelle der Karbonatisierungsreaktion entwickelt [14], die einen nur partiellen Schadstoffeinbau in Zwischenprodukte vorhersagen. Ein Test dieser Modelle ist nur mit Hilfe von Einkristallstrukturuntersuchungen möglich. Besondere experimentelle Schwierigkeiten ergeben sich aus der geringen Partikelgröße (einige μm) und Stabilität (nur in CO_2 -freier Atmosphäre bei kontrolliertem Wasserdampfpartialdruck). Diese Probleme lassen sich durch den

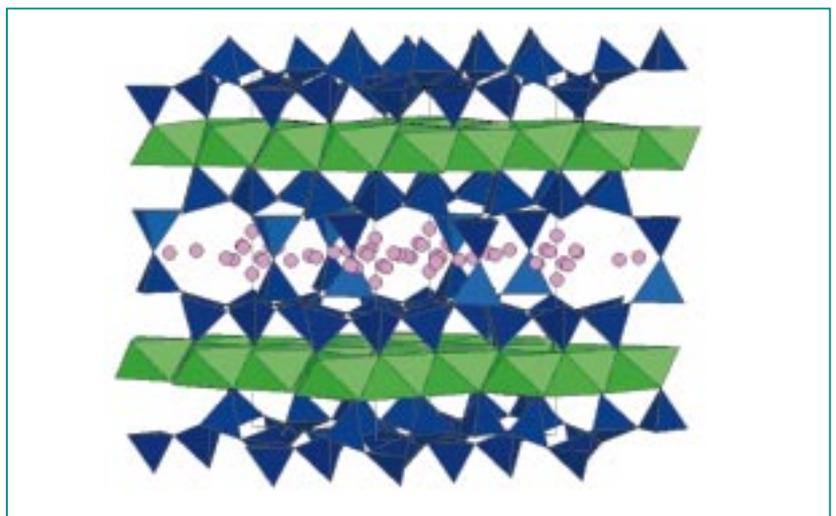


Abb. 5: Kristallstruktur von Reyerit, einem potentiellen kristallinen Analogon für eine nahezu amorphe Zwischenstufe der Karbonatisierung von C-S-H. Reyerit ist, ähnlich wie Tonminerale, aus Wechsellagen von Tetraeder- und Oktaederschichten aufgebaut.

Einsatz von mikrofokussierter Synchrotronstrahlung lösen. Zur Untersuchung von Reaktionskinetik und Gefüge sollen außerdem XAS- und μ -XAS-Messungen unter kontrollierten Gasatmosphären durchgeführt werden, die eine Lokalisierung von Schwermetallen erlauben [15,16,17]. Mit der Alkali-Silica-Reaktion existiert ein weiterer Verwitterungsprozess, der analog zur Karbonatisierung potentiell zur Zerstörung von C-S-H führt. Auch dieser Prozess ist bisher kaum verstanden. Klar ist jedoch, dass der steigende Einsatz technischer Rückstände im Baubereich mit ihrer schwankenden chemischen Zusammensetzung zur beschleunigten Verwitterung führt.

Die Kenntnis der Einbaukapazitäten und Bildungskinetik von Zwischenprodukten der Karbonatisierung, insbesondere für Schwermetalle, erlaubt es zum einen den Austrag von Schadstoffen aus C-S-H zeitaufgelöst zu prognostizieren. Damit wird die Anwendung thermodynamischer Modelle möglich, die zusätzlich die Bindung von Schadstoffen als Hydroxid bzw. Karbonat einbeziehen. Für den jeweiligen Abfall können maßgeschneiderte Mindestanforderungen an die zementgebundene Abfallform (minimaler Zementgehalt, max. Oberfläche, tolerierbarer Schadstoffgehalt) definiert werden. Zum anderen liefert die Entwicklung von Karbonatisierungsinhibitoren einen Schlüssel zum Schutz bewehrter Betonbauten. Die Inhibitoren werden nach der Fertigstellung bzw. konventionellen Sanierung des Bauwerks aufgebracht und mit der Porenlösung von

Außen eingetragen. Die erzielbaren höheren Standzeiten würden nachhaltig zur Schonung der Ressourcen natürlicher Baustoffe beitragen.

Bisherige Untersuchungen zur Karbonatisierung sind im wesentlichen auf die Untersuchung hydratisierter Zementproben im cm^3 -Maßstab und auf die einwirkenden Lösungen, häufig in reinen CO_2 -Atmosphären, beschränkt. MAS-NMR-Untersuchungen liefern lediglich eine über die gesamte Probe gemittelte Information [18]. Hochortsaufgelöste Untersuchungen und Strukturanalysen waren bisher experimentell nicht durchführbar. Zur Freisetzung von Schwermetallen aus zementgebundenen Abfallformen wurden meist Elutionsversuche durchgeführt, die den zugrundeliegenden Prozess vernachlässigen (z.B. [19]). Die analytische Lücke kann nun einerseits durch den Einsatz von Synchrotronstrahlung und zum anderen durch direkt abbildende Methoden wie die Rasterkraftmikroskopie in Flüssigkeiten (Atomic Force Microscopy AFM) und Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) unter kontrollierten Atmosphären geschlossen werden.

Mit Hilfe des ESEMs ist erstmals die direkte Beobachtung der Karbonatisierung unter realitätsnahen Bedingungen möglich. Erste Ergebnisse zeigen, dass die Karbonatisierung tatsächlich ausschließlich an spezifisch kristallographisch orientierten Flächen angreift. Damit ist eine wichtige Voraussetzung zur Entwicklung von Inhibitoren gegeben. Auch die aus theoretischen Berech-

nungen abgeleiteten Zwischenstufen der Karbonatisierung wurden bestätigt [20]. Eine Klärung ihrer Struktur ist allerdings bisher nicht möglich.

Mikroporöse Aggregate aus Nanoteilchen zur Wasserreinigung

Schwermetalle und toxische Verbindungen in wässrigen Medien (z.B. Grundwasser, Deponiesickerwässern) stellen eine potentielle Umweltgefährdung dar. Zur Minderung der Schadstoffkonzentrationen werden diverse organische und anorganische Sorbentien eingesetzt [21]. Einerseits ist aus Effektivitätsgründen eine hohe spezifische Oberfläche erwünscht, andererseits aber muss dadurch mit sehr kleinen Teilchen im Bereich weniger Nanometer hantiert werden. Dies geschieht teilweise mittels Filter bzw. dem Beschichten von Filtern mit Nanoteilchen, führt aber auch zu Nachteilen, wie z.B. geringem Durchsatz bei Verstopfen der Poren. Ein Ausweg liegt im Einsatz von Eisenoxiden, die sich aus wässrigen Suspensionen mittels Magnetseparation vollständig entfernen lassen [22,23]. Magnetische Partikel weisen allerdings gewisse Nachteile auf. Sie besitzen z.B. eine relativ geringe spezifische Oberfläche und ein eingeschränktes Sorptionsverhalten. Ein Ausweg besteht in der Herstellung eines magnetischen mikroporösen Aggregates aus Nanoteilchen mit maßgeschneiderten Sorptions- und Manipulationseigenschaften zur späteren Aufarbeitung. Zur Auswahl stehen z.B. Fe(hydr)oxide wie Ferrihydrit, Al- und Ti-oxide, und mi-

kroporöse SiO₂-Kügelchen. Diese Nanoteilchen bilden mikroporöse Aggregate [24,25], die aufgrund ihrer oberflächenchemischen Eigenschaften ein breites Spektrum an Sorbaten abdecken. Desweiteren werden Sorbate in der mikroporösen Struktur gespeichert. Die homogene Verteilung in den Aggregaten dürfte bei geeigneter Materialauswahl eine Nachbehandlung resp. Wiedergewinnung zulassen. Die Verbindung der Aggregate mit magnetischen Teilchen zur Magnetseparation erlaubt es, Aggregate direkt im wässrigen Medium fein zu dispergieren und damit die effektive Reaktionsfläche deutlich gegenüber Filteranwendungen zu steigern. Zur Charakterisierung der verwendeten Materialien sowie der Reaktionsprodukte kommen folgende Methoden am Synchrotron zum Einsatz:

Röntgendiffraktometrie (X-ray diffraction – XRD) und mikrofokussierende XRD (μ -XRD) zur Charakterisierung der Matrix und ev. Ausfällungen an den Aggregatoberflächen bzw. im Porenraum. Kleinwinkelröntgenbeugung (small angle x-ray scattering – SAXS) zur Bestimmung der Aggregatstruktur mittels Ansätzen der Fraktalen Geometrie (Fraktale Dimension) [26]. Adsorptionsspektroskopie (XAS und μ -XAS) zur Bestimmung der Bindungsformen in Hinsicht auf Fixierung, Umwandlung der Sorbate und Charakterisierung eventueller Ausfällungsprodukte. Als Ergebnis sollen Daten zur Modellierung des Langzeitverhaltens der Sorbate gewonnen werden [27,28].

Gefährdung von Grund und Oberflächenwasser durch Altlasten der Industrie und des Bergbaus

In einem weiten Kontext ist das Verhalten von Eisensulfathydroxiden (Jarosite¹⁾) und ihrer Umwandlungsprodukte bei der Immobilisierung und Remobilisierung von Schadstoffen in Kontakt mit Grund- und Oberflächenwässern bedeutsam. Die Fällung von Jarosit wird in der Metallurgie (Zinkaufbereitung) seit Jahrzehnten erfolgreich zur Entfernung von Eisen aus den Prozesslösungen eingesetzt [29,30]. Dabei gelangen auch Schwermetalle in die Fällungsprodukte. Für die Wiederverwertung von Jarosit gibt es aber bis heute keine ökonomisch akzeptablen Alternativen, so dass weltweit jährlich ca. 2,7 Mio. t dieser Substanz auf Monodeponien verbracht werden müssen, wo Schwermetallemissionen – verursacht durch Leckagen – eine Gefährdung für Grund- und Ober-

flächenwässer darstellen [31]. Jarosite bilden sich auch in sulfidreichen Kippensedimenten (Abb. 6) und Restseen als Folge des extensiven Braunkohlentagebaus insbesondere im Mitteldeutschen und Lausitzer Revier und beeinträchtigen dort ebenfalls die Qualität von Grund- und Oberflächenwasser [32].

In beiden Fällen sind Jarosite unter sauren Bedingungen (niedrige pH-Werte) stabil und können in ihrer Kristallstruktur Schadstoffe, z.B. Chrom und Arsen speichern. Bei einer pH-Anhebung durch Kontakt mit Grund- oder Oberflächenwasser löst sich Jarosit auf. Eisen-Oxyhydroxide fallen aus. Neben Protonen und Sulfat werden Schadstoffe aus dem Jarosit freigesetzt. Schadstoffe können zum Teil in den Eisen-Oxyhydroxiden gebunden werden. Mikrobiell katalysierte Umsetzung von Jarositen in Eisensulfiden stellt dort eine Alternative zur Bindung von Schwefel, Eisen und



Abb. 6: Eisensulfatreiche Zonen (Jarosit, Eisen-Oxyhydroxide) im Uferbereich eines schwefelsauren Braunkohletagebau-Restsees.

¹⁾: AM₃(TO₄)₂(OH)₆, A=Na⁺,K⁺,H₃O⁺,NH₄⁺,TI⁺,1/2Pb²⁺,1/2Hg²⁺; M³⁺=Fe,Al,Cr, T=S,Cr,As

Schadstoffen dar, wo anoxische (sauerstoffarme, sauerstofffreie) Verhältnisse eingestellt sind und über lange Zeitspannen anhalten, z.B. an der Sediment-Wasser-Grenze in Bergbaurestseen bzw. in tieferem Grundwasser. Dabei wirken protonenverbrauchende Reaktionen neutralisierend. Gelöste Schwermetalle werden sulfidisch gebunden. Die Umsetzungen des dreiwertigen Eisens und des Sulfates über verschiedene Zwischenstufen zum stabilen Eisendisulfid (FeS_2) sollen mittels Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS) ortsaufgelöst an Originalproben aber auch in Laborversuchen verfolgt werden (Abb. 7a).

In zunehmenden Maße wird auch der Einfluss von Bakterien bei der Schadstoff-Immobilisierung an Mineraloberflächen erkannt und untersucht. In orts- und zeitaufgelösten FTIR-Messungen an einer Synchrotronquelle konnten Korrelationen zwischen Bakterien und der Reduktion von Cr(VI) zu Cr(III) nachgewiesen werden [33]. Auch im Falle der Reduktion von Sulfat aus Jarosit könnten derartige Untersuchungen dazu beitragen, den bakteriellen Einfluss aufzuklären.

Darüber hinaus ist eine Anwendung von Jarosit zur Kontrolle der Fällungs- und Flockungs-Kinetik bei der Reinigung kontaminierter Trink- und Abwässer denkbar. Die Aufklärung der Alterungsprozesse der im Zuge der Jarositauflösung gebildeten Eisen-Oxyhydroxid- / Eisensulfidphasen mittels μ -FTIR-Spektroskopie, Röntgendiffraktion (XRD) und Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS) und ihre Auswirkungen auf

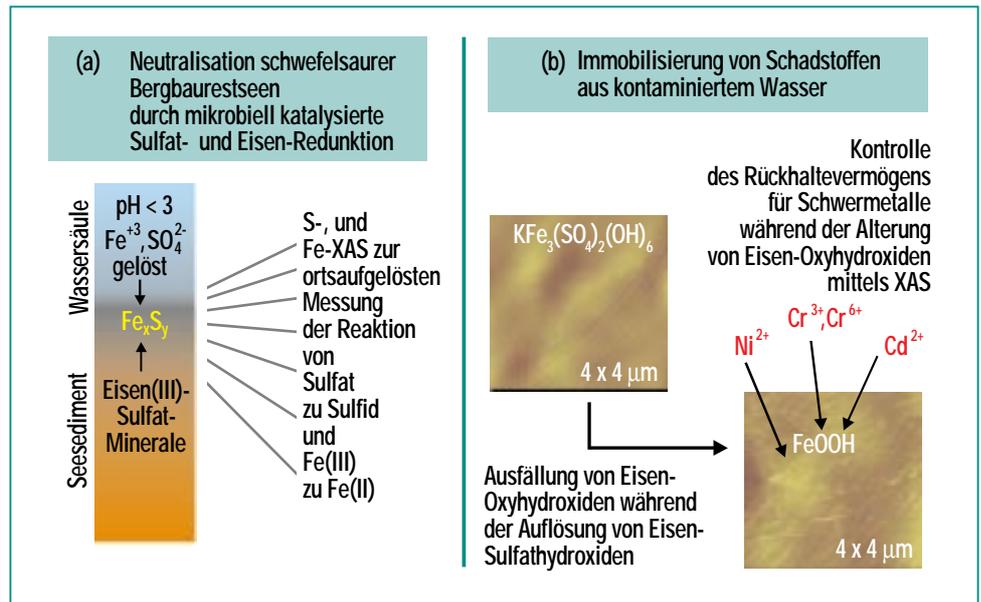


Abb. 7: Synchrotronstrahlung „erleuchtet“ die Forschung zur Schadstoffmineralisierung in belastetem Wasser. (a) XAS-Untersuchungen tragen dazu bei, Reaktionen im Umfeld der Sanierung / Neutralisation schwefelsaurer Bergbaurestseen und (b) das Verhalten von mit Schwermetallen belasteten Wässern bei der Bildung von Eisen-Oxyhydroxiden aus Eisen-Sulfathydroxiden (Jarosite) aufzuklären (Abbildungen der Jarositoberflächen [34]).

die Schadstoffbindung sind wesentliche Kriterien, die darüber entscheiden, ob dieser Prozess konkurrenzfähig im Vergleich zu Verfahren mit leicht wasserlöslichen Eisen(III)-Sulfaten sein wird (Abb. 7b).

Aus dem kombinierten Einsatz von Röntgendiffraktion, FTIR-Spektroskopie und Röntgenabsorptionsspektroskopie mit Synchrotronstrahlung wird ein umfangreiches Prozesswissen erarbeitet. Damit sollte es gelingen, Schadstoffemissionen aus Jarosit-Monodeponien und Sulfatbelastung in sauren Bergbaurestseen und Kippen vorauszusagen und zu vermindern. Die Ergebnisse in Bezug auf die Mineralreaktionen unter anoxischen Bedingungen tragen dazu bei, Dauer und Umfangs biotechnologischer

Sanierungsmaßnahmen zur Neutralisierung schwefelsaurer Bergbaurestseen abzuschätzen und Empfehlungen für die Optimierung von Sanierungsstrategien geben. Darüber hinaus ist ein Einsatz von Jarosit in der Aufbereitung kontaminierter Wässer zu prüfen.

Zusammenfassung und Ausblick

Die Beispiele zeigen, wie Synchrotronstrahlung in einem breiten methodischen Spektrum eingesetzt werden kann, um unterschiedliche Fragestellungen des Verhaltens von Schadstoffen in der Umwelt aufzuklären.

Eine Synchrotronquelle „vor der Haustür“ bietet enorme Vorteile bei der Planung und Umsetzung

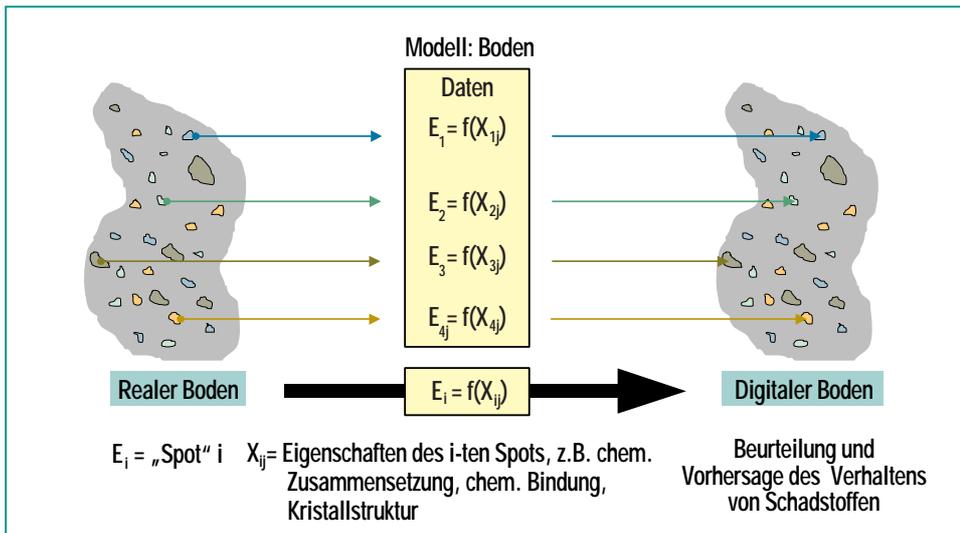


Abb. 8: Mikrofokussierende Synchrotronstrahlung eignet sich besonders dazu, im heterogenen System Boden an seinen Einzelpartikeln z.B. Schwermetallgehalte und ihre Bindungsformen zu bestimmen. Anschließend kann aus diesen Daten das Modell eines „Digitalen Bodens“ erstellt werden, das entscheidend zur Einschätzung des von Kontaminationen ausgehenden Gefährdungspotentials und möglicher Konsequenzen für eine Sanierung beiträgt.

von Messexperimenten für umweltrelevante Fragestellungen, da viele Experimente unter speziellen Gas-Atmosphären durchgeführt werden müssen, z.B., wenn es darum geht, die Wirkung von Mikroorganismen unter Ausschluss von Sauerstoff in wässriger Umgebung auf die Schad-

stoffbindung an Oberflächen zu untersuchen oder unter reaktiven Gasatmosphären die Freisetzung von Schadstoffen aus Materialien (z.B. Baustoffen) zu ermitteln.

Die Entscheidung, den Schwerpunkt der Einrichtung von Messplätzen für Röntgendiffraktion

und Röntgenabsorption auf mikrofokussierter Strahlung zu konzentrieren, trägt der Erkenntnis Rechnung, dass in zunehmendem Maße auch die kleinräumige Variabilität des Verhaltens von Schadstoffen in der Umwelt erfasst werden muß, damit Maßnahmen zur Schadstoffminderung maßgeschneidert gestaltet und eingesetzt werden können (Abb. 8).

Dieses Konzept bietet den Instituten des Forschungszentrums und den beteiligten Partnern einen infrastrukturellen Vorteil gegenüber der bisherigen Situation der langen Wege von der Probe zur Messung. Die gesamte labor-technische Einrichtung in räumlicher Nähe zur Synchrotronquelle erhöht die Variationsbreite und Effektivität bei der Durchführung von Experimenten unter Einsatz von Synchrotronstrahlung. Hierin sehen wir eine gute Perspektive des Forschungszentrums Karlsruhe in der Analytik mit Synchrotronstrahlung unter „Realbedingungen“ eine führende Rolle einzunehmen.

Literatur

- [1] *Canadian Light Source CLS: Report on the Workshop January 23, 1998, British Columbia:*
<http://saskatoon.about.com/about/canada/saskatoon/gi/dynamic/offsite.htm?site=http%3A%2F%2Fwww.cisr.ca%2F>
- [2] *Information über SLS:*
http://www1.psi.ch/www_sls_hn/
- [3] H.O. Moser,
Nachrichten – Forschungszentrum Karlsruhe
Jahrg. 28 4/96 (1996), 269
- [4] H.O. Moser,
B. Krevet,
H. Holzapfel,
(1991) *Mikroundulator*,
Patentschrift DE 4101094
- [5] R.B. Neder, M. Burghammer,
T. Grasl, H. Schulz, A. Bram,
S. Fiedler, Ch. Riekel,
Zeitschrift für Kristallographie,
211 (1996) p. 763
- [6] R.B. Neder, M. Burghammer,
Th. Grasl, H. Schulz, A. Bram,
S. Fiedler,
Clays and Clay Minerals, 47
(1999) p. 487

- [7] R.B. Neder, M. Burghammer, T. Grasl, H. Schulz, *Zeitschrift für Kristallographie*, 211 (1996) p. 365
- [8] T. Grasl, R.B. Neder, H. Schulz, M. Burghammer, *Zeitschrift für Kristallographie, Supplement* 15, (1998) p. 136
- [9] D. R. Roberts, A. C. Scheinost, G. M. Lamble, D. L. Sparks *Environmental Science & Technology*, submitted. (2000)
- [10] M.D. LaGrega, P.L. Buckingham, J.C. Evans, *Hazardous waste management. – 1146 S., McGraw-Hill, Inc. 1994.*
- [11] J.J.J.M Goumans, H.A. van der Sloot, Th. G. Aalbers (Hrsg.), *Environmental aspects of construction with waste materials.-988 S., Elseviers, 1994.*
- [12] I.G. Richardson, G.W. Groves, *Cem.Con.Res.*, 23 (1993) p.131
- [13] H.F.W. Taylor, *Cement Chemistry.-Academic Press, 475 S., London, 1990.*
- [14] P. Stemmermann, *Terra Nova*, 9, Suppl 1, (1997) p. 637
- [15] P.G. Allen, J.J. Bucher, S.B. Clark, M.A. Denecke, N.M. Edelstein, C.A. Langton, H. Nitsche, T. Reich, D.K. Shuh, G.S. Siemering, *Stanford Synchrotron Radiation Laboratory 1996 Activity Report*, (1997) p. A-276
- [16] P.G. Allen, G.S. Siemering, D.K. Shuh, J.J. Bucher, N.M. Edelstein, C.A. Langton, S.B. Clark, T. Reich, M.A. Denecke, *Radiochimica Acta* 76, (1997) p. 77
- [17] D.K. Shuh, N. Kaltsoyannis, J.J. Bucher, N.M. Edelstein, S.B. Clark, H. Nitsche, T. Reich, E.A. Hudson, I. Al Mahamid, P. Torretto, W. Lukens, K. Roberts., B.C. Yee, D.E. Carlson, A. Yee, B.B. Buchanan, T. Leighon, W.-S. Yang, J.C. Bryan, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 344, (1995) p. 323
- [18] S. Thomas, K. Meise-Gresch, W. Müller-Warmuth, *J. Am. Ceram. Soc.* 76[8], (1993) p. 1998
- [19] R.B. Heimann, D. Conrad, L.Z. Florence, M. Neuwirth, D.G. Ivey, R.J. Mikula, W.W. Lam, *J. Haz. Mat.*, 31, (1992) p. 39
- [20] G. Beuchle, P. Stemmermann, *Beihefte zum European Journal of Mineralogy*, Vol. 11, (1999)
- [21] G.H. Bolt, M.F. De Boedt, M.H.B. Hayes, M.B. McBride, *Interactions at the Soil Colloid — Soil Solution Interface. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht/Boston/London. NATO ASI Series, Series E: Applied Science - Vol. 190 (1991)*
- [22] M. Franz, M. Franzreb, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 34, No. 6, (1998) p. 3902
- [23] M. Franzreb, W.H. Höll, K.P. Jüngst, S.H. Eberle, *Investigations on the Magnetic Proceedings of the International Conference on Electromagnetic Devices and Processes in Environment Protection ELMECO '94, Poland, Lublin 8th - 9th September (1994).*
- [24] F. Funk, G.J. Long, D. Hautot, R. Büchi, Iso Christl, P.G., Weidler, *Journal of Material Chemistry*, submitted (2000)
- [25] P.G. Weidler, H. Stanjek, *Clay Minerals*, 33, (1998) p. 277
- [26] P.G., Weidler, G. Degovics, P. Laggner, *Journal of Colloid and Interface Science*, 197(1)}, (1998) p. 1
- [27] T. Hiemstra, W.H. van Riemsdijk, *Journal of Colloid and Interface Science*, 179, (1996) p. 488
- [28] P. Venema, T. Hiemstra, P.G. Weidler, W.H. van Riemsdijk, *Journal of Colloid and Interface Science*. 198(2), (1998) p. 282
- [29] V. Arregui, A. Gordon, G Steintveit, *Lead-Zinc-Tin*, 80, AIME 1980, S. 97-123, (1980)
- [30] J.E. Dutrizac, *Lead-Zinc-Tin*, 80, AIME 1980, S. 532-564, (1980)
- [31] S. Sudhölter, J. Krüger, K Neumann, *Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Oberflächennahe umweltrelevante Prozesse*, 27./28.11.1997, Tagungsband, V.1, 1-15, (1997)
- [32] J. Göttlicher, B. Gasharova, M. Pohlmann, *Schriftenreihe des Universitätszentrums für Umweltwissenschaften, Halle, im Druck, (2000)*
- [33] H.-Y. Holman, D. Perry, M. Martin, G. Lamble, W. McKinney, J. Hunter-Cevera, *Geomicrobiology Journal*, 16, 307-324, (1999)
- [34] B. Gasharova, J. Göttlicher, *Chemical Geology, in Vorbereitung*

Ausblick und Visionen für ANKA

V. Saile, IMT;

D. Einfeld, K. Hesch, R. Rossmanith, R. Steininger, FGS;

H. O. Moser, Singapore Synchrotron Light Source (Singapur)

Einleitung

Die ANKA-Anlage wird zur Zeit mit acht Strahlrohren in Betrieb genommen. Damit ist das Potenzial der Anlage bei weitem nicht ausgeschöpft. Unter den Vorschlägen für zusätzliche Experimentiereinrichtungen stellen insbesondere neue Konzepte für Insertion Devices eine erhebliche technische Herausforderung dar. Beispiele hierfür sind die Entwicklung eines supraleitenden Mini-undulators für ein Synchrotron-Umweltlabor oder eine Bestrahlungseinrichtung für die direkte Fertigung von Mikrobauteilen.

Erweiterungspotenzial

Zur Erstausrüstung von ANKA gehören 8 Strahlrohre und Messplätze, die alle mit Strahlung aus den Ablenkmagneten von ANKA versorgt werden. Hinzu kommt ein weiteres Strahlrohr der Max-Planck-Gesellschaft in Stuttgart, das ebenfalls an einen Ablenkmagneten angeschlossen ist. Damit ist die Kapazität der Anlage bei weitem noch nicht ausgeschöpft. Zukünftige Erweiterungen lassen einen Ausbau auf etwa 20 Strahlrohre zu, wobei diese Obergrenze durch den verfügbaren Platz in der Experimentierhalle bestimmt wird; der Speicherring selbst hat 32 Auslassflansche für den Anschluss von Strahlrohren. Neben Ablenkmagneten als Strahlungsquellen, die ausschließlich in der ersten Phase der Anlage genutzt werden, bietet ANKA aber auch die Möglichkeiten zum Einbau sogenannter „Insertion Devices“ wie Wiggler und Undulatoren. Dazu verfügt ANKA über vier knapp 5 m lange, gerade Driftstrecken und

eine weitere etwa 2 m lange, die zum Einbau der speziellen Magnetanordnungen der Insertion Devices geeignet sind. Solche Insertion Devices sind dadurch gekennzeichnet, dass der Elektronenstrahl am selben transversalen Ort und mit derselben Richtung aus dem Insertion Device herauskommt wie er hineinläuft, so dass es für die Elektronenbahn außerhalb des Insertion Device keine Rolle spielt, ob dieses eingeschaltet ist oder nicht. Mit der Struktur des Magnetfeldes im Insertion Device können die spektralen Eigenschaften der erzeugten Synchrotronstrahlung gezielt eingestellt werden. Die Möglichkeit, in einem Speicherring die Spektralverteilung der Synchrotronstrahlung gezielt den Bedürfnissen des Experimentes anzupassen sowie die Leuchtdichte für bestimmte Wellenlängen um Größenordnungen im Vergleich zu einem Ablenkmagneten zu erhöhen, hat zu einer breiten Anwendung von Insertion Devices innerhalb der letzten Dekade geführt. Die modernsten Speicherringe, Ringe der sogenannten 3. Generation, sind für den Einbau von Insertion Devices konzipiert und optimiert. Ziel dabei ist es, eine möglichst große Zahl von geraden Driftstrecken in den Ring zu integrieren und Emittanz (Dimension \times Divergenz) des Elektronenstrahls zu minimieren. Man unterscheidet Insertion Devices nach dem Verhältnis K des maximalen Ablenkwinkels der Elektronenbahn zum Öffnungswinkel der Synchrotronstrahlung des einzelnen Elektrons bei einer charakteristischen Wellenlänge (der sogenannten kritischen Wellenlänge). Dieses Verhältnis ist proportional

zum Produkt aus Periodenlänge in einer periodischen Magnetanordnung und dem Magnetfeld. In praktischen Einheiten ist K durch

$$K = 0.934 \cdot B(T) \lambda_u(\text{cm})$$

gegeben.

Für $K \gg 1$ spricht man von einem Wellenlängenschieber, wenn die Elektronenbahn eine einzige Beule mit engem Kurvenradius beschreibt und damit sehr kurzwellige Strahlung emittiert, und von einem Wiggler, wenn die Bahn mehrere, periodische Auslenkungen erfährt. Das Spektrum der dabei erzeugten Strahlung entspricht dem eines Ablenkmagneten mit einer um das N -fache erhöhten Intensität, wobei N die Zahl der Auslenkungen in dem Wiggler ist.

Undulatoren werden durch $K \leq 1$ gekennzeichnet. Sie emittieren nicht mehr ein Kontinuum wie ein Ablenkmagnet sondern im wesentlichen ein Linienspektrum mit einer Grundfrequenz und dominierenden ungeraden Harmonischen. Gerade Harmonische existieren ebenfalls, sind aber deutlich schwächer. Abb. 1 zeigt ein typisches Beispiel eines Undulatorspektrums.

Die Wellenlänge λ_n der Strahlungsmaxima der Grundschwingung und der höheren Harmonischen ist durch die Beziehung

$$\lambda_n = \frac{\lambda_u}{2 n \gamma^2} (1 + K^2/2 + (\gamma\vartheta)^2)$$

gegeben. Hier ist n die Harmonischenzahl, γ das Verhältnis von Gesamtenergie der Elektronen zu Ruheenergie des Elektrons und ϑ der Beobachtungswinkel bezogen

auf die Vorwärtsrichtung. Man erkennt, dass man bei einer Reduktion der Elektronenenergie im Speicherring, d.h. von γ , die Periodenlänge verkürzen muss, um dasselbe Spektrum zu produzieren. Der K-Parameter wird dazu benutzt, das vom Undulator produzierte Linienspektrum durchzustimmen. Dies erfolgt bei den meisten Undulatoren, die aus zwei Reihen von Permanentmagneten oberhalb und unterhalb der Bahnebene der Elektronen aufgebaut sind, durch eine mechanische Änderung des Abstandes zwischen den beiden „Magnet-Arrays“ und der damit verbundenen Änderung des Magnetfeldes am Ort der Elektronenbahn.

Supramini

Das Forschungszentrum Karlsruhe beschäftigt sich seit 1990 mit der Möglichkeit, einen supraleitenden Miniundulator [1] zu entwickeln. Ein Labormuster wurde gebaut und erfolgreich getestet [2]. Die Herstellung eines ersten Prototypen wurde in Zusammenarbeit mit einem Industriepartner aufgenommen. Die Bedeutung der Supraleitung liegt darin, dass im Gegensatz zu Geräten mit Permanentmagneten auch noch bei sehr kleinen Periodenlängen hohe Magnetfelder erzeugt werden können. Abb. 2 zeigt eine schematische Darstellung des Supramini.

Das weltweit große Interesse an der Supramini-Entwicklung des Forschungszentrums rührt daher, dass mit seiner Hilfe kurzwellige Undulator-Röntgenstrahlung auch an Speicherringen mittlerer Energie erzeugt werden kann.

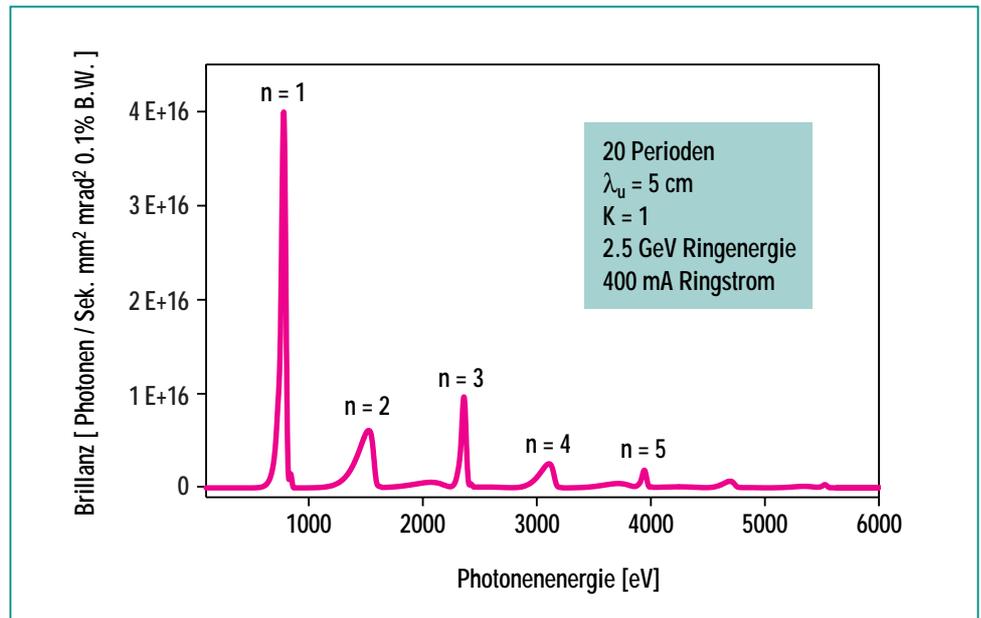


Abb. 1: Typisches Spektrum eines Undulators.

Dadurch kann der Anwendungsbereich solcher Anlagen mit moderaten Investitionskosten erheblich erweitert werden. Supraminis sind also nicht nur für ANKA, sondern für die ganze Klasse von Mittelenergie-Synchrotronstrahlungsquellen von großer Bedeutung. Allerdings sind für einen

Einsatz des supraleitenden Miniundulators in einem Speicherring wie ANKA noch beträchtliche Entwicklungsarbeiten zu leisten. Sind diese erfolgreich, dann wird der Supramini die Möglichkeit bieten, selbst bei niedrigen Elektronenenergien und, damit verbunden, niedrigen Investitions-

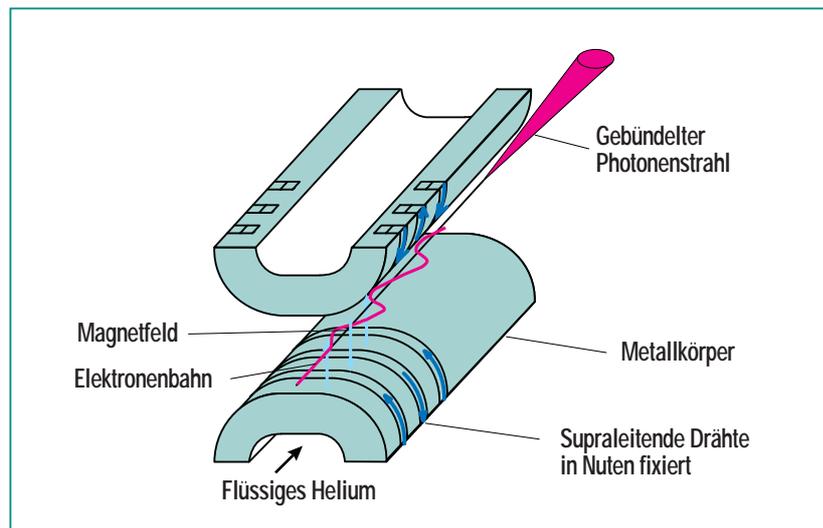


Abb. 2: Schematische Darstellung des supraleitenden Miniundulators.

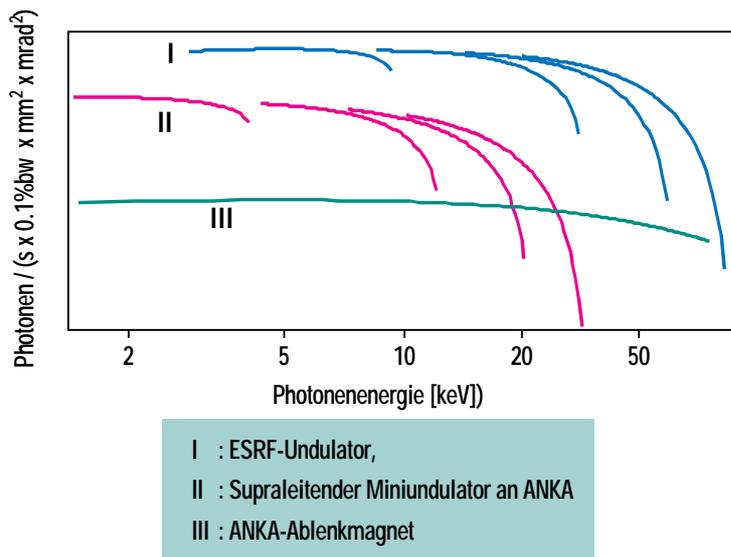


Abb. 3: Brillanz und Durchstimmbereich der Supramini-Strahlung an ANKA im Vergleich zum ANKA-Ablenkmagneten und zu einem typischen Undulator an der ESRF.

und Betriebskosten für die Anlage, hochenergetische Undulatorstrahlung zu erzeugen.

Synchrotron-Umweltlabor

Ein Supramini von 14 mm Periodenlänge und einer maximalen magnetischen Flussdichte von 1.5 T kann an ANKA (2.5 GeV) Strahlung im Spektralbereich von 1.4 keV bis über 20 keV erzeugen, wenn Strahlung bis zur 7. Harmonischen ausgenutzt wird. Die Brillanz dieser Strahlung liegt um bis zu vier Größenordnungen höher als in den Ablenkmagneten von ANKA und nur noch um zwei Größenordnungen niedriger als heutige typische Undulatorstrahlung an der 6 GeV ESRF-Anlage (Abb. 3). Diese Undulatorstrahlung ist insbesondere auch zur Fokussierung der Strahlung geeignet, mit Querschnitten im μm -Bereich.

Aufbauend auf eine solche Strahlungsquelle ist das Konzept des Synchrotronumweltlabors an ANKA entstanden, das die Möglichkeit bieten soll, an ein- und demselben Mikroflack auf einer Probe die drei Analytikverfahren Absorptionsspektroskopie, Fluoreszenzanalyse und Diffraktometrie nacheinander einzusetzen. Abb. 4 zeigt ein schematisches Layout dieser Mikrofokus-Kombinationsmesseinrichtung.

Zur Nutzung dieser Messmöglichkeiten, die themenbezogen durch einen Messplatz für die Infrarot-Spektroskopie und -mikroskopie abgerundet werden soll, haben sich zahlreiche Gruppen mit internationaler Beteiligung zu-

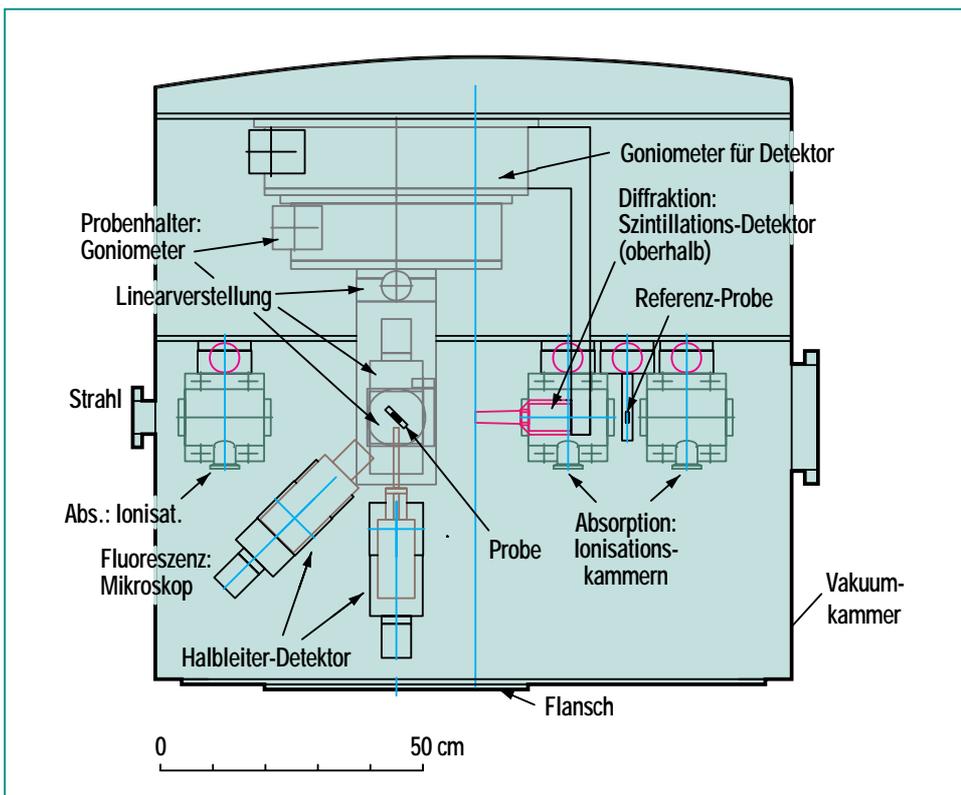


Abb. 4: Schematisches Layout (Draufsicht) der Mikrofokus-Kombinationsmesseinrichtung für das Synchrotron-Umweltlabor.

sammengefunden. Das Spektrum der geplanten Arbeiten, die durch die Analytik des Synchrotron-Umweltlabors ermöglicht bzw. unterstützt werden sollen, reicht von sehr grundsätzlichen Fragestellungen zur Schadstoffbindung und -mobilität in der Umwelt bis hin zur Verifizierung konkreter Sanierungsmaßnahmen. Der Aufbau der entsprechenden Strahlführungs- und Messeinrichtungen ist in Vorbereitung.

Fertigung von Mikrobauteilen mit Synchrotronstrahlung

Die LIGA-Technik [3] wurde in den 80er und 90er Jahren am Kernforschungszentrum bzw. Forschungszentrum Karlsruhe so weit entwickelt, dass mit dieser Methode heute Produkte hergestellt werden können. Das Verfahren umfasst die Schritte Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung, Galvanik und Abformung. Obwohl schon in den Anfängen der LIGA-Anwendungen klar wurde, dass eine räumliche und zeitliche Trennung der Prozessschritte, die durch die Belichtung der Substrate an weit entfernten Synchrotronstrahlungsquellen erforderlich war, Prozessstabilität und Reproduzierbarkeit nachhaltig beeinträchtigt, dauerte es noch viele Jahre, bis mit ANKA eine Bestrahlungseinrichtung in unmittelbarer Nähe der Prozesslabors errichtet wurde. Die ersten 3 Strahlrohre der Grundausstattung für LIGA an ANKA dienen der lückenlosen Weiterführung der bisherigen Arbeiten des IMT an BESSY in Ber-

lin und ELSA in Bonn, allerdings unter ungleich besseren Bedingungen. Ein wichtiger Aspekt dabei ist es, Industrieaufträge ohne technische Risiken abzuwickeln. Deshalb sind die LIGA-Strahlrohre nach dem bewährten Vorbild der bisher genutzten Einrichtungen konzipiert.

Mit ANKA werden jedoch auch völlig neue Konzepte und Möglichkeiten denkbar, die realisiert werden sollen, nachdem der Routinebetrieb an ANKA fest etabliert ist. Eine dieser Visionen hat zum Ziel, Mikrobauteile in großer Zahl und kostengünstig direkt mit Synchrotronstrahlung zu fertigen (Direkt-LIGA), d.h. jede Komponente wird einzeln lithographisch hergestellt, ähnlich wie dies in der Fertigung von Halbleiterbausteinen der Fall ist [4]. Bisher wird dies durch die langen Bestrahlungszeiten und den damit verbundenen hohen Kosten verhindert. Deshalb wird die teure Synchrotronstrahlung nur zur Herstellung von metallischen Formeinsätzen eingesetzt, die als Werkzeuge zur Produktion von Bauteilen mit Spritzguss- oder Heißprägeverfahren dienen. Direkt-LIGA bietet entscheidende Vorteile hinsichtlich der Strukturtreue und Qualität der Komponenten, aber insbesondere könnte auch die Zahl der Fertigungsschritte drastisch reduziert werden. Um den Kostennachteil der direkten Bestrahlung zu überwinden, müssen größere Substratflächen in kürzerer Zeit belichtet werden. Dazu können in begrenztem Umfang empfindlichere Resistmaterialien und eine höhere Intensität der Synchrotronstrahlung eingesetzt werden,

aber auch erheblich größere Flächen der mit Resist beschichteten Substrate pro Zeiteinheit belichtet werden. Ideal für Direkt-LIGA wäre ein Insertion Device, das einen mehrere 10 cm breiten Stahl liefert, dessen mittlere Wellenlänge der Resistdicke angepasst ist und der vertikal über mehrere cm zum Überstreichen der Resistfläche ausgelenkt werden kann. Ob eine Magnetanordnung mit diesen Spezifikationen wirklich realisierbar ist und in eine Driftstrecke von ANKA integriert werden kann, ist zur Zeit noch nicht abschließend beantwortet. Die dramatischen Konsequenzen für die Fertigung von LIGA-Produkten kleiner und mittlerer Stückzahl legen es jedoch nahe, solche Konzepte mit Nachdruck zu verfolgen.

Schlussbemerkung

Der ANKA-Speicherring wird zur Zeit mit acht Strahlrohren in Betrieb genommen und optimiert. Die Kapazität der Anlage ist dabei bei weitem noch nicht ausgeschöpft. Es existieren neben den beschriebenen bereits eine ganze Reihe von weiteren Vorschlägen von Gruppen innerhalb und außerhalb des Forschungszentrums für Anwendungen, Strahlrohre und Experimentierstationen wie z.B. ein Strahlrohr des IFP für weiche Röntgenstrahlung, an dem die elektronische Struktur von Festkörpern und Oberflächen untersucht werden soll oder ein Strahlrohr unter Leitung des INE zur Charakterisierung von Aktiniden. An guten Projekten mangelt es nicht; die Grenzen für weitere Ausbaupläne von ANKA werden eher durch die

Verfügbarkeit von finanziellen und personellen Ressourcen definiert. Ab 2001 wird ANKA von dem wirtschaftlichen Geschäftsbetrieb ANKA GmbH übernommen. Für die ANKA GmbH ist ein reibungsloser und kontinuierli-

cher Betrieb der Anlage eine unerlässliche Voraussetzung für den wirtschaftlichen Erfolg. Dies hat auch zur Folge, dass die Installation zusätzlicher Strahlrohre ausschließlich in lang geplanten Betriebspausen erfolgen kann.

Literatur

- [1] H.O. Moser, B. Krevet, H. Holzapfel, *Mikroundulator, Deutsches Patent P 41 01 094.9-33, 1* 6. Januar 1991.
- [2] T. Hezel, M. Homscheidt, H.O. Moser, R. Rossmannith, Th. Schneider, H. Backe, S. Dambach, Th. Doerk, F. Hagenbuck, K.-H. Kaiser, W. Lauth, A. Steinhof, Th. Walcher, *Proc. 1999 Particle Accelerator Conference, March 29-April 2, 1999, New York, vol. 1, pp. 165-167, IEEE Catalog Number 99CH36366.*
- [3] E.W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, D. Münchmeyer, *Microelectronics Engineering (1986), 53-56.*
- [4] V. Saile, *Microsystem Technologies (1998), Potsdam, p. 25-30.*