

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

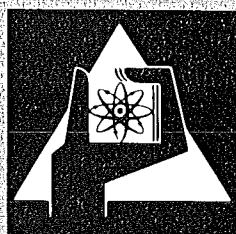
November 1976

KFK 2358

Institut für Material- und Festkörperforschung

**Technik und Apparatur zur Bestrahlung metallischer
Proben mit Ionen der Energie unterhalb der Coulomb-
Schwelle**

D. Kaletta, G. Przykutta



**GESELLSCHAFT
FÜR
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK-2358

Institut für Material- und Festkörperforschung

Technik und Apparatur zur Bestrahlung metallischer Proben mit
Ionen der Energie unterhalb der Coulomb-Schwelle

D. Kaletta und G. Przykutta

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

Zusammenfassung

Die Technik und der Aufbau einer Ultrahochvakuum-Bestrahlungskammer für verschiedene Bestrahlungsexperimente wie Ionenimplantation, Oberflächenimplantation und Strahlenschäden wird diskutiert und beschrieben. Der Einsatz der Kammer erfolgt im Temperaturbereich 100 - 800°C. Die verwendeten Methoden der Temperaturkontrolle und der Strahldiagnostik wie Dosimetrie werden im Detail angegeben.

Techniques and apparatus for irradiating metallurgical specimens with ions of energies below the Coulomb-barrier

Abstract

The techniques and apparatus for different types of experiments: ion implantation, surface implantation and radiation damage, are discussed and described. The experiments are conducted in a UHV-chamber at temperatures of 100 - 800°C. The methods used by the authors for controlling temperature and determining beam profile and irradiation dose are presented in detail.

Inhaltsverzeichnis

	Seite	
I.	Einleitung	1
II.	Konzeptbetrachtungen zum experimentellen Aufbau	2
II.1	Kühlung und Temperaturkontrolle	3
II.2	Strahldiagnostik	4
II.3	Strahldosimetrie	7
III.	Beschreibung der gegenwärtig benutzten Apparatur	8
III.1	Die Bestrahlungskammer	8
III.2	Die Versorgungs- und Nachweiselektronik	12
IV.	Betriebserfahrungen	15
V.	Zusammenfassung	16
	Literaturverzeichnis	16
	Verzeichnis der Abbildungen	17
	Abbildungen	18

I. Einleitung

Mit dem Wachstum der Beschleunigertechnologie setzte eine rasche Entwicklung der Implantationstechniken für die Halbleiterdosierung, für die Oberflächenphysik und für die Untersuchung von Strahlungsschäden in Festkörpern ein. Voraussetzung für diese Techniken war die Existenz von Teilchenbeschleunigern, die Energien von 1 keV/Nukleon bis 1 MeV/Nukleon bei Teilchenflüssen von $6 \cdot 10^{11}$ - $6 \cdot 10^{14}$ Teilchen/cm²s (entspricht 0.1 - 100 μ A/cm²) zur Verfügung stellen konnten. Die Reichweite der eingeschossenen Teilchen beträgt damit einige 100 Å bis einige μ m. In dieser Arbeit wird die Anwendung und der Gebrauch solcher Teilchenstrahlen für Materialuntersuchungen und die dafür erforderliche experimentelle Ausrüstung beschrieben, wie sie von den Autoren konzipiert und eingesetzt wurde.

Die Experimente lassen sich grob in drei Klassen gruppieren:

1. Ionenimplantation, wo Atome "tief" in das atomare Gitter des Targetmaterials gebracht werden. Diese Ionen können Edelgasionen sein, so daß die Bildung und das Wachstum von Gasblasen und ihr Einfluß auf mechanische Eigenschaften untersucht werden kann. Es können ebenfalls Ionen fester Elemente sein, um die Effekte interstitieller Fremdatome zu untersuchen (z.B. B und C in austenitischen Stählen, Donatoren und Akzeptoren in Halbleitern).
2. Oberflächenimplantation, wo die Atome in die Nähe der Oberfläche des Targets deponiert werden. Auch hier werden Edelgasionen (speziell Helium) für die Untersuchung von strahlungsinduzierten Oberflächenveränderungen (blistering) benutzt oder Gasatome wie O, N, wenn in Ultrahochvakuumkammern die Beschaffenheit "sauberer" Oberflächen untersucht wird. Ein relativ junger Forschungszweig ist die Oberflächenimplantation mit mittelschweren und schweren Metallionen, um katalysatorische Effekte (Ni) oder metallkundliche Effekte wie Oberflächenvergütung zu untersuchen.

3. Strahlungsschäden, wo hochenergetische Ionen als Projektile benutzt werden, um Atome von ihren Plätzen im Kristallgitter des Targetmaterials irreversibel zu verlagern. Da bei der elektrostatischen Wechselwirkung zwischen stoßendem Atom und gestoßenem Atom die Streuquerschnitte sehr groß sind ($\sim 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) im Vergleich zu den Stoßquerschnitten bei einer Neutron-Atomwechselwirkung ($\sim 10^{-22} \text{ cm}^{-2}$) ist dieses Verfahren sehr wirksam, um hohe Frenkelpaarkonzentrationen (Frenkelpaar = Leerstelle + Eigenzwichengitteratom) relativ zur thermischen Leerstellenkonzentration zu erzeugen. Der Schaden verteilt sich inhomogen entlang der Eindringtiefe des eingeschossenen Teilchens und erreicht sein Maximum am Ende der Reichweite (das absolute Maximum liegt bei einer Teilchenenergie von $E_{\text{ion}} \sim A_{\text{ion}} [\text{keV}]$, wenn A die Massenzahl des Ions ist). Die Benutzung hochenergetischer Ionen hat damit vor allem den Zweck, den Schaden soweit wie möglich von der Oberfläche weg im Materialinnern zu erzeugen.

II. Konzeptbetrachtungen

In Anbetracht der unterschiedlichen Anforderungen der Experimente an die Bestrahlungskammer ist die UHV-Experimentierkammer in Modul-Bauweise konzipiert worden. Der Rezipient besteht damit im wesentlichen aus einem Edelstahlgehäuse mit Normflanschen, auf die die Module (Komponenten) montiert werden können.

Die drei Hauptprobleme bei der Konstruktion von Bestrahlungseinsätzen für den Einsatz an Beschleunigern mit Arbeitsenergien unterhalb 1 MeV/Nukleon liegen in der Temperaturkontrolle des Targets und in der Diagnostik sowie Dosimetrie des Ionenstrahls. Bei den bisher von uns benutzten Beschleunigern, dem Van-de-Graaff des Kernforschungszentrums Karlsruhe und dem Testinjektor der Gesellschaft für Schwerionenforschung in Darmstadt, liegen die durch den Strahl aufgebrauchten Heizleistungen bei $50 - 200 \text{ Wcm}^{-2}$ bzw. bei $20 - 50 \text{ Wcm}^{-2}$. Die Ionenenergien für den einfachen Ladungszustand sind variierbar zwischen 0,5 und 3 MeV bzw. 50 und 300 keV.

II.1 Kühlung und Temperaturkontrolle

Das Konzept der Temperaturkontrolle hängt wesentlich von dem Temperaturbereich ab, bei dem das Experiment stattfindet. Die drei gebräuchlichsten Temperatur-Einsatzbereiche sind $T < 77$ K, $T \approx 300$ K und $T > 500$ K.

In Anlehnung an unsere Experimente haben wir uns auf die Entwicklung eines Moduls für den Hochtemperaturbereich 500-T-1300 K beschränkt. Für die Targetaufheizung stehen prinzipiell zwei Verfahren, die direkte und indirekte Aufheizung zur Verfügung. Bei der direkten Heizung wird das Target durch einen im Target fließenden Heizstrom auf die gewünschte Solltemperatur gebracht, bei der indirekten Heizung durch Ankopplung an eine externe Heizquelle (ohmisch, induktiv, Elektronenbeschuß, Laserheizung).

Obgleich von unserer experimentellen Seite keine Einschränkung für die Wahl der Heizung vorliegt, haben wir uns aus folgenden Gründen für eine indirekte Heizung mit mechanischer Ankopplung zwischen Target und Wärmeblock entschlossen:

- (1) Die indirekte Heizung mittels koaxialer Heizleiter erlaubt die kontinuierliche Registrierung des einfallenden Ionenstrahls.
- (2) Bei geeigneter Heizblockdimension und mechanischer Ankopplung lassen sich radiale wie axiale Temperaturgradienten über ein Probenvolumen von $10 \times 10 \times 0,2$ mm in den Grenzen der Temperaturstabilität halten.
- (3) Die Temperaturmessung kann mittels Mantel-Thermoelementen am Heizblock mit hoher Genauigkeit ($< 1^{\circ}\text{C}$) registriert werden. Mantel-Thermoelemente können praktisch an jeder Stelle und in beliebiger Zahl zur Temperaturprofilausmessung im Wärmeblock und an der Probe (für Eichmessungen) angebracht werden. Bei der Verwendung von Thermoelementen lassen sich Target wie Wärmeblock aus strahlungswärmetechnischen und aus dosimetrischen Gründen vollständig bis auf das Strahlloch von Reflektoren umgeben, was bei pyrometrischer Temperaturkontrolle nicht möglich ist.

- (4) Der Wärmeübergang zwischen Wärmeblock und Probe läßt sich durch einen hohen Preßdruck der Lochmaske auf die dem Wärmeblock aufliegenden Proben und bei geeignetem Verhältnis aus Proben- und Lochfläche, ≥ 3 , so optimieren, daß der Temperaturgradient senkrecht zur Probenfläche $< 4^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ ist (Probindicke 0,2 mm!). Dieser Wert wird auch nicht mehr meßbar durch hochleitende Verbundmaterialien (kolloid gelöstes Silber) zwischen Targethalter und Target verbessert.
- (5) Die Verwendung einer indirekten Heizung läßt neben der Gaskühlung ebenfalls die Flüssigkeitskühlung zu.

Die Auslegung des Wärmeblocks ist so beschaffen, daß die aufgebrachte elektrische Heizleistung etwa 5 bis 10 mal größer ist als die durch den Strahlerzeugte Heizleistung. Bei dieser Relation ist eine gute Temperaturregelung möglich.

II.2 Strahldiagnostik

Im Unterschied zur Strahldosimetrie (s.u.), die den Absolutwert des Strahlstromes als Funktion der Zeit mißt, interessiert bei der Strahldiagnostik nur die relative räumliche Verteilung des Strahlstromes. Die Kenntnis der räumlichen Stromverteilung, die Strahlprofilanalyse, wird immer dann erforderlich, wenn man eine Strahlfläche von mehr als ≈ 2 mm Durchmesser benötigt. Von den beiden grundsätzlichen Diagnostikmethoden, der quasi-zerstörungsfreien und Strahlstop-Methode, wird im allgemeinen die erstere bevorzugt, da sie eine permanente Strahlkontrolle bei nur wenigen Prozenten Stromverlust erlaubt.

Bei der gebräuchlichsten Form der Beam-Stop-Methode wird ein Leuchttarget (Spiegel) in die Strahlachse gebracht, auf das der Strahl abgebildet wird. Diese visuelle Analyse der Strahlform ist allerdings nur für eine qualitative Beurteilung geeignet und mehr im Sinne einer Justierhilfe zu verstehen, um den Strahl durch die Strahlrohre zu "fädeln". Der von uns konstruierte quantitative Detektor besteht aus einem Keramikbett,

in das in Gitterpunkt-Anordnung Metalldrähte mit definiertem Querschnitt eingelassen sind. Die sequentielle Abfragung der Meßpunkte mit einer automatischen Meßdaten-Erfassungsanlage (s.u.) liefert dann die lokalen Stromdichten. Dieser Strahlprofilanalyse-Typ ist besonders für die Messung hoher Stromdichten geeignet. Ein allgemeiner Vorteil der Beam-Stop-Detekoren besteht darin, daß sie sich leicht auf die Strahlachse justieren lassen. Damit kann die Gitterpunkt-Anordnung unmittelbar mit dem Strahlleck auf dem Target selbst korreliert werden, wenn das Target entsprechend zentriert ist.

Bei der quasi-zerstörungsfreien Strahldiagnostik lassen sich zwei Verfahren unterscheiden, die auf der kontinuierlichen bzw. diskontinuierlichen Abtastung des Strahlquerschnittes beruhen. Bei der kontinuierlichen Abfrage wird ein Draht mit einer Frequenz von 10 - 30 Hz durch den Strahl gefahren und das auf dem den Strahl intersektierenden Drahtstück empfangene Stromsignal oszillographisch mit der Schwingfrequenz des Drahtes aufgezeichnet. Wird die Strahlfläche nur in einer Richtung (x der y-Koordinate) durchfahren, so kann dieses Verfahren "Schein"-profile liefern, da die Höhe des Stromsignals sowohl von der Stromdichte als auch von der intersektierenden Drahtlänge abhängt. Daher werden in der Regel bei diesem Verfahren zwei Drähte oder ein geeignet geformter Draht (z.B. vom V-Typ) benutzt, die nacheinander in zwei verschiedenen Richtungen von nahezu 90° die Strahlfläche durchqueren. Der wesentliche Nachteil dieser sonst sehr eleganten Methode, die nur Stromverluste von $\sim 1\%$ besitzt, liegt in der schwierigen räumlichen Korrelierung der oszillographischen Aufzeichnung mit einer (x, y)-Position auf der Targetoberfläche.

Der von uns aus Gründen der besseren räumlichen Korrelation zwischen ortsabhängigem Scanner-Signal und Targetposition gebaute Strahlprofilanalysator benutzt ein stationäres Detektorsystem, das bzgl. der Targetposition fixiert ist. Der Detektor selbst ist ein Drahtgitter, das aus zwei um 90° versetzten Parallel-Leiter-Anordnungen besteht. Jeder Leiter wird einzeln nach seinem Stromwert sequentiell mit einer automatischen Meßverarbeitungsanlage abgefragt und der Kreuzungspunkt zweier um 90° ver-

setzter Leiter definiert eine diskrete (x, y)-Position.

Der Isolierwiderstand der Detektor-Anordnung ist sehr hoch, $< 100 \text{ M}\Omega$, so daß selbst Potentiale bis 10 V (bzgl. Erde) keine Verfälschungen der Ströme im Bereich 1 nA bis 10 μA pro Leiter verursachen. Die Ströme fließen durch Präzisionswiderstände (100 - 10.000 Ω), die klein gegen den unendlichen Innenwiderstand der Strahlstromquelle sind. An den Widerständen wird eine Spannung im Bereich 10 - 1000 μV abgegriffen, die von einem Präzisionsdigitalvoltmeter mit $\approx 10 \text{ G}\Omega$ Eingangsimpedanz abgefragt wird. Die Abfragefrequenz beträgt gegenwärtig 10 Hz bei einer Spannungsauflösung von $\Delta V = 1 \mu\text{V}$, sie kann auf 25 Hz ($\Delta V = \pm 10 \mu\text{V}$) bzw. 100 Hz ($\Delta V = 100 \mu\text{V}$) erhöht werden.

Aus Gründen thermischer (Strahlheizung) und mechanischer Belastbarkeit sowie aus fertigungstechnischen Gründen lassen sich Drähte unter 0,1 mm Durchmesser bei 1 mm Abstand nicht mehr verwenden. Der "Stromverlust" für dieses Detektorsystem beträgt dann etwa 10 % bzw. 5 % (bei 2 mm Raster). Er ist lokalisiert und führt dazu, daß die bestrahlte Fläche in 1 bzw. 4 mm^2 große Implantationsbereiche segmentiert wird. Damit ist der "Stromverlust" für dieses System eigentlich ein Flächenverlust, nämlich ein Verlust an bestrahlter Fläche, da für das implantierte Flächensegment natürlich kein Strahlstrom verloren geht. Kommt man von experimenteller Seite mit kleinen Implantationsflächen aus (z.B. bei der Analyse mittels Durchstrahlungselektronenmikroskopie), so ist dieser Strahlprofilanalysator einsetzbar, benötigt man größere geschlossene Flächen, so muß man entweder unter Informationsverlust das Raster vergrößern oder auf einen kontinuierlichen Scanner übergehen.

Der prinzipielle Nachteil der beiden beschriebenen quasi-zerstörungsfreien Strahlprofilanalysatoren besteht darin, wie oben erwähnt, daß sie wegen der nicht erfaßbaren, vom Strahl wirklich getroffenen Drahtlänge Scheinprofile liefern können. Unter bestimmten Bedingungen, z.B. Rechteckstrahl, der nicht parallel, sondern gedreht zur y-Achse läuft (nicht ausgeleuchteter Spalt), werden sogar Stromwerte an (x-y)-Orten signalisiert, wo realiter kein Strahlstrom fließt. Diesem Nachteil kann man jedoch entgehen, wenn man

periodisch die Spaltausleuchtung mittels eines Beam-Stop-Detektors kontrolliert und damit die Strahlfleckgröße unmittelbar bestimmt.

II.3 Strahldosimetrie

Die Strahlströme betragen im allgemeinen 10^{-7} bis 10^{-4} A/cm² und werden mit Instrumenten gemessen, deren Eingangsimpedanz oberhalb 10 GΩ liegt. Eine genaue Strommessung ist nur möglich, wenn der Isolationswiderstand > 100 MΩ ist. Aus diesen Gründen wurde auf eine Wasserkühlung des Targethalters verzichtet und der Targethalter vollisoliert aufgehängt (gemessen > 50 MΩ). Da der Targethalter Heizleiter wie Thermoelemente enthält, müssen sowohl die Heizader wie das Thermopaar gut gegen den Mantel isoliert sein. Bei Koaxleitern mit MgO (Reinheitsgrad > 99,5 %) als Isolationsmaterialien sind die Raumtemperatur-Widerstände kaum meßbar (Werksangabe: > 1000 MΩ bei U = 250 V und 1 m Länge); sie fallen jedoch drastisch mit steigender Temperatur. So beträgt z.B. in einem 1,5 mm dicken Mantel-Heizleiter bei 750°C die Durchschlagspannung 220 V, bei 850°C 127 V. Die Messungen zeigten, daß bereits oberhalb 575°C bei Betriebsspannungen von ca. 50 V spontan Kriechströme mit 0,3 µA einsetzten. Da diese Leckströme bei konstanter Temperatur und Betriebsspannung konstant blieben, konnten sie bei der Strommessung berücksichtigt werden.

Der am Target gemessene Strom I_T ist damit ein effektiver Teilchenstrom. Neben dem oben genannten Leckstrom, I_L , führt der Aufprall des Ionenstrahles auf die Targetoberfläche zu elektrostatischen Wechselwirkungsprozessen, die zu einer Verfälschung des Ionenstromes I_T führen. Die einzelnen Anteile dieser Wechselwirkung sind (1) die Sekundärelektronenemission, I_S , (2) die Ejektion positiv oder negativ geladener Sekundärionen infolge reiner Ionenreflexion, I_R , (3) Ejektion von der auf der Oberfläche absorbierten Fremdatomen, I_F und (4) die Zerstäubung der Targetatome, I_Z , soweit sie zu geladenen Target-Ionen führt. Damit schreibt sich der Targetstrom zu

$$I_T = I_I + I_S \pm I_R \pm I_F \pm I_Z \pm I_L$$

Soweit experimentelle Ergebnisse vorliegen, sind die Koeffizienten für die Sekundärinnenemission klein und von der Größenordnung 10^{-2} [Ion/Ion], so daß sie hier nicht weiter berücksichtigt werden. Der signifikante Stromanteil neben dem Primärstrom kommt von der Sekundärelektronenemission. Dieser Beitrag wird experimentell durch einen bzgl. des Targets negativ aufgeladenen Faradaykäfigs kompensiert. Die Erfahrung mit schweren Ionen bis zu 200-keV-Energie und He-Ionen bis zu 2 MeV auf Ni oder V hat gezeigt, daß bei Käfigspannungen von - 100 V bereits die Sättigung einsetzt und bei - 300 V ein Stromplateau vorliegt, das bis zu - 1000 V Spannung unverändert bleibt.

III. Beschreibung der gegenwärtig benutzten Apparaturen

Die beiden gegenwärtig benutzten Bestrahlungskammern unterscheiden sich im wesentlichen nur durch ihre Rezipienten, während die montierten Module austauschbar sind. Die ältere Rezipienten-Version ist für ein Vakuum von 10^{-6} mbar bei 700°C ausgelegt und benutzt noch zahlreiche O-Ring-Abdichtungen (Viton)[1], während der neuere Rezipient für ein Ultrahochvakuum von besser als 10^{-9} mbar bei 800°C ausgelegt ist und ausschließlich Metallabdichtungen (CF-Flansche) besitzt.

III.1 Die Bestrahlungskammer

Die typische Anordnung der einzelnen Komponenten entlang der Strahlachse zeigt schematisch das Übersichtsdiagramm Abb. 1. Die Rezipientenlänge beträgt 69 cm bei einem Innendurchmesser von 15 cm. An den Stirnseiten befindet sich ein drehbarer NW 150 CF-Flansch. Über der 200-L-Pumpe sitzt ein mit flüssigem Stickstoff gekühlter UHV-Pumpkörper mit einer integrierten Titan-Sublimationspumpe.

Unmittelbar vor dem Targethalter, der von einem gekühlten Wärmereflektor umgeben ist, befindet sich auf der Strahlachse die Strahl-Diagnostik-Komponente. Das Diagnostik-System besteht aus einem kontinuierlichen Beam-Scanner, der Gittermatrix des Strahlprofilanalysators, dem ebenfalls als

Profilanalysator ausgelegten Beamstop und der Schlitzblenden-Einheit, bestehend aus 2 senkrecht gegeneinander angeordneten Spaltpaaren mit justierbarer Spaltbreite. Da der Targethalter selbst als Faradaytasse ausgelegt ist, kann der durch das Schlitzfenster transmittierte Strom bzgl. der x-y-Position des Schlitzes ebenfalls registriert werden. Diese Form der Strahlprofil-Ausmessung wird in Harwell, England, verwendet [2]. Wegen seiner zeitraubenden Prozedur, das Fenster muß jedes Mal neu eingestellt werden, ist dieses Verfahren für eine Analyse während der Messung jedoch nicht geeignet.

Die Diagnostik-Einheit

Die Diagnostik-Einheit benutzt alle unter II.2 beschriebenen Detektorsysteme. Für die kontinuierliche Strahlprofilanalyse wird das Monitor-System der Firma Danfysik, Roskilde, benutzt, das mit einem bei 11 Hz schwingenden V-förmig gebogenen Draht arbeitet (Schwingsonde). Die Anordnung der Drahtschenkel ist dabei so gestaltet, daß der eine Schenkel den Strahlfleck in Nord-Süd-Richtung durchfährt (x-Komponente) und der andere in West-Ost-Richtung (y-Komponente). Mittels zweier elektrooptischer Markengeber, symmetrisch in definiertem Abstand zur Stabachse angeordnet, läßt sich dann die Strahlgröße bestimmen, wenn bekannt ist, in welcher Höhe die Drahtschenkel den Strahl intersektieren (s. Abb. 2).

Der Beamstop-Detektor besteht aus einem Keramik-Bett (Al_2O_3), in das 16 W-Metalldrähte von 1 mm \varnothing in Gitterpunkt-Anordnung eingelassen sind (Metall-Keramik-Lötung). Die Querschnittflächen der Drähte sind planpoliert, und die Flächen sind bezüglich des Querschnittes zur Festlegung, der Stromdichte (A/cm^2) vermessen worden. Die 16 Drähte sind in 4 x 4-Anordnung auf einer Breite von 10 x 10 mm untergebracht. Die Meßleitungen werden sequentiell abgefragt. Der Beamstop läßt sich elektropneumatisch ein- und ausfahren, und seine ON-OFF-Position wird durch einen kontinuierlichen IST-SOLL-Vergleich der Dosis im Strom-Integrator bestimmt. Die Abdichtung des Beamstops erfolgt wie bei allen hier verwendeten Schiebedurchführungen über einen metallischen Membranbalg, der an die Stabachse und an den CF-Flansch geschweißt wird. Die Abb. 3 zeigt den Beamstop-Detektor.

Für das stationäre Detektorsystem des quasi-zerstörungsfreien Strahlprofilanalysators wurde eine Drahtmatrix aus 2×9 (W-26%Re)-Drähten gespannt. Die Drahtdicke beträgt 0,1 mm und der Drahtabstand 1 mm. Dauerbelastungen bis zu 10 W wurden bisher ohne Schädigungen der Drahtmatrix überstanden. Zur Vermeidung von gegenseitigen Drahtberührungen der isoliert liegenden Drähte infolge thermischer Ausdehnung sind alle Drähte mittels eigens dafür hergestellter Drahtfedern vorgespannt. Das Isolationsbett besteht aus Lavagrade der Firma 3M-Company. Die W-26 % Re-Drähte sind über quetschbare Ni-Hülsen mit kaptonisolierten Kupferdrähten verbunden. Die Signalleitungen werden dann über eine 19-polige UHV-Steckdose der Firma Companie-Deutsch, München, nach außen geführt. Sämtliche Signalleitungen laufen über diese in CF-Blindflansche eingeschweißten mehrpoligen hermetischen Schottwanddurchführungen. Der Strahlprofilanalysator ist wie der obige Beamstop-Detektor elektro-pneumatisch ein- und ausfahrbar. Die Abb. 4 zeigt eine von uns modifizierte Form dieses quasi-zerstörungsfreien Detektortyps, der ursprünglich bei der Gesellschaft für Schwerionenforschung, Darmstadt, entwickelt worden ist.

Die Schlitzblendeneinheit zur Definierung des Eichspaltes für die Dosisbestimmung besteht aus zwei um 90° gedrehten Spaltbackenpaaren. Jede Spaltbacke ist einzeln um 25 mm mit einer Auflösung von 0,125 mm/Teilstrich verschiebbar, so daß ein beliebiges Fenster im Bereich 25×25 mm einstellbar ist. Die Spaltbacken sind isoliert aufgehängt und stellen im Zusammenhang mit dem davor befindlichen Faradayzylinder ein weiteres Strahldiagnostik-Element dar. Das Backenmaterial besteht aus Wolfram (hohe Ordnungszahl), um das Kantensputtering zu reduzieren. Eine Kühlung der Spaltbacken ist vorgesehen.

Der Probenhalter

Die Proben werden auf den drehbaren Targethalter, der die Form eines regulären Prismas mit zwölfseitiger Grundfläche besitzt, mittels Lochmasken auf die plangeschliffenen Prismaseitenflächen gepreßt. Die Verwendung von Titan-Schrauben zur Erzeugung des Preßdruckes auf die Edelstahlteile gewährleistet selbst nach hoher Temperaturbelastung der Kom-

ponenten eine leichte Demontage. Die Prismaseitenfläche beträgt $15 \times 25 \text{ mm}^2$ und der/die Durchmesser das/der Maskenloches/löcher wurden stets so gewählt, daß das Verhältnis von angepreßter zu bestrahlter Fläche stets größer als 3 war. Der Targethalter sitzt elektrisch isoliert auf einer wassergekühlten Hohlwelle, durch die die Meß- und Versorgungsleitungen laufen. Die Hohlwelle wird über 3 Quad-Ringe (Viton) aus dem Rezipienten herausgeführt.

Der Targethalter selbst enthält zwei konzentrisch geführte Heizkreisspiralen aus Mantelheizleitern mit 1,5 mm Außendurchmesser der Firma Philips, Hamburg, die induktiv im Vakuum mit NiCrobraz 50 hart eingelötet (950°C) wurden, und die mit kalten Enden aus dem Targetkopf herausgeführt werden. Der Heizleiterwiderstand beträgt etwa $10 \Omega/\text{m}$. Die Verwendung zweier Heizkreise mit einer Einzelheizleistung von $\leq 600 \text{ W}$ besitzt den Vorteil, daß

- a) im Falle kleiner thermischer Strahlstrombelastung ($< 10 \text{ W}$) der innere Heizkreis als Grundlast dient und der äußere Heizkreis die Targetaufheizung von der Grundtemperatur auf den Temperatursollwert übernimmt. Damit erfolgt die Temperaturregelung unter kleiner Last, was die Regelungsempfindlichkeit erhöht.
- b) im Falle großer thermischer Strahlstrombelastung ($> 10 \text{ W}$) der innere Heizkreis als Lastkompensator dient und abgeschaltet wird, wenn der Strahl das Target trifft. Über den äußeren Heizkreis erfolgt wiederum die Regelung.

Die geringe Wärmekapazität des Targetkopfs (240 Ws/Grad) und seine fehlende Kühlmöglichkeit (geringe Verluste durch Wärmestrahlung werden durch Reflektoren zusätzlich reduziert), erlauben zwar eine hohe Heizrate, bedingen jedoch andererseits eine wesentlich geringere Kühlrate, so daß innerhalb weniger Sekunden nur Temperaturschwankungen von einigen Grad ausregelbar sind. Durch die Verwendung eines Doppelheizkreissystems läßt sich diese Randbedingung erfüllen. Im Falle a) ist die maximale Abweichung vom Temperatursollwert durch Stromfluktuation und Strahlwärme in der Größenordnung der Temperaturstabilität von $\pm < 1^\circ\text{C}$ und im Falle b) maximal $\pm 5^\circ\text{C}$, meistens jedoch $< \pm 3^\circ\text{C}$.

Die Temperaturregelung und Kontrolle kann über jedes der 12 im Targethalter in Achsenrichtung eingebauten schnellen Thermoelementes mit 1.0 mm Durchmesser erfolgen. Der isolierte Thermoelementkopf sitzt im Zentrum der Prismaseitenfläche. Die Abb. 5 zeigt eine Gesamtansicht vom Probenhalter.

Der Probenhalter ist von einer isolierten, wassergekühlten Tasse umgeben, die sowohl als Kryofläche wie als Sekundärelektronen-Suppressor fungiert. In die Strahlöffnung der Tasse ist zusätzlich ein Zylinder in Strahlrichtung angeschweißt, der die Unterdrückung der Sekundärelektronen wegen der Kosinus-Verteilung um die Strahlachse [3] verbessert.

III.2 Die Versorgungs- und Nachweiselektronik

Die Elektronik umfaßt die drei Teilbereiche Vakuum-, Temperatur- und Beam-Kontrolle, die unabhängig voneinander arbeiten.

Das Kammervakuum ist infolge der kleinen gewählten Eintrittsblende (15 mm Durchmesser) an der Stirnseite der Kammer (s. Abb. 1) weitgehend unabhängig vom Betriebsvakuum ($\sim 10^{-7}$ mbar) der Beschleunigerseite und wird durch zwei Turbomolekularpumpen mit 200 bzw. 500 l/s Saugvermögen (N_2) der Firma Balzers Hochvakuum, Nordenstadt, erzeugt. Der erreichbare Enddruck liegt bei 10^{-11} mbar. Der Druck wird an drei Meßstellen, eine davon in einigen cm Abstand vom Probenhalter, kontrolliert. Die Meßröhren sind vom HiFi- bzw. Bayard-Alpert-Typ und für die Drücke bis 10^{-6} bzw. $5 \cdot 10^{-9}$ mbar einsetzbar. Die Messung erfolgt mittels zweier Glühkathoden-Ionisations-Vakuummeßgeräte der Firma Balzers. Die Geräte besitzen einen Analog-Ausgang, der eine kontinuierliche Registrierung des Meßdruckes erlaubt. Gleichzeitig steuern diese Ausgänge drei Relay-Driver, die der Vakuumkontrolle dienen und insbesondere beim Aufheizen des Probenhalters ein vorgegebenes Druckniveau aufrechterhalten. Diese Maßnahme ist bei sauerstoffempfindlichen Proben unerlässlich.

Die Temperaturmessung und Kontrolle erfolgt mit Chromel-Alumel-Thermoelementen. Die Referenztemperatur für die Meßelemente beträgt $50 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ (elektronisch geregelter Wärmeblock) und für das Kontrollelement $0 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Die Regelung erfolgt über einen PID-Regler im Phasenanschnittverfahren der Firma Industrielabor IEA, Bruchsal, so daß eine schnelle Ansprechung ermöglicht wird. Der Regler besitzt einen Schreiber Ausgang zur Aufzeichnung der vom Kontroll-Thermoelement in den Regler abgegebenen Meßspannung. Vom Regler geht es zu einer Thyristoreinheit und über einen Trenntrafo zu einem Ringtrafo, der die maximal abgebbare Ausgangsleistung für den äußeren Heizleiter im Bereich 0 - 600 W festlegt. Der innere Heizleiter wird in einem stabilisierten Netzgerät der Firma Hewlett & Packard, Böblingen, gespeist.

Die Elektronik für die Schwingsonde der Firma Danfysik, Roskilde, hat die beiden Funktionen, das Treibersignal für die Sonde bereitzustellen und den x-Input des angeschlossenen Oszillographen mit einer Spannung zu versehen, die der mechanischen Ablenkung der Sonde folgt, so daß der vom Sondendraht registrierte Strom (Y-Input) als Funktion der Position ausgewiesen werden kann. Zusätzlich besitzt die Elektronik einen Stromkreis, der die Rückbewegung der Sonde auslöscht, so daß die Sondenbewegung nur in einer Richtung ausgewiesen wird. Als Display dient ein 2-Kanal-Oszillograph der Firma Hewlett-Packard.

Von den drei statischen Strahlsonden (Gittersonde, Beam-Stop-Sonde und Schlitzblendensonde) laufen die Signalleitungen über Präzisionswiderstände zur Erde. An den Widerständen wird eine Spannung abgegeben, die an Reed-Relais-Kontakten der Meßdaten-Abfrageeinheit der Firma Schlumberger Meßgeräte GmbH, Sprendlingen/Frankfurt, anliegt. Der Eigenfehler der Anlage liegt nach Erreichen des thermischen Gleichgewichtes unter $1 \mu\text{V}$. Die Transfer-Einheit schaltet das Analog-Signal auf das Präzisions-Digital-Voltmeter A 213 (PDVM), das maximal mit einer Lesefrequenz von 100 Hz (ca. 1000 Zeichen/s arbeiten kann, und gibt das vom PDVM im BCD-Code abgegebene Signal über einen Ausgangstreiber im ASCII-Code wahlweise auf den Fernschreiber vom Typ Teletyp ASR 33 oder in einen Rechner vom Typ 9810 A der Firma Hewlett & Packard.

Der Fernschreiber arbeitet mit einer Schreibfrequenz von 10 Zeichen/s und druckt das Ergebnis gleichzeitig auf Papier und Lochstreifen aus. Über einem Lochstreifenleser werden die Daten dann in dem Rechner eingelesen. Infolge ihrer geringen Abfragegeschwindigkeit wird diese periphere Datentransfereinheit nur dann betrieben, wenn der Rechner während oder zwischen zwei Bestrahlungen zwecks längerer Rechnungen für den Dateninput/Output blockiert ist. Der Rechner selbst arbeitet mit einer Lesefrequenz von fast 1000 Zeichen/s, wenn es das Peripheriegerät zuläßt. Vom Rechner gehen die Daten auf eine Magnetband-Kassette und werden danach mittels eines Schnelldruckes (4 Zeilen à 80 Zeilen pro Sekunde) als Tabelle ausgedruckt. Mit der Digital-Plotter-Einheit ist eine graphische Darstellung der Ergebnisse möglich. Die Abb. 6 zeigt einen solchen Plotter-Ausdruck. Die 81 Koordinatensysteme für die Strahlprofilanalyse repräsentieren die 81 x-y-Position der 9 x 9 Gitterdrahtsonde. Die Koordinatenachsen selbst geben die zeitliche Entwicklung des Strahlstromes (t-I-Diagramm) an. Die diskreten Werte für die Zeitkoordinate sind separat als 000000 ausgedruckt. Dieser Wert gilt jeweils für alle 81 Diagramme. Der Plotter-Ausdruck indiziert einen bzgl. der Probenmitte lateral verschobenen Strahl. Der zeitliche Temperaturverlauf für die 12 Targetpositionen zeigt das Temperaturdiagramm in Abb. 6, wobei mit Ausnahme der Position 8 (Referenztemperatur 0°C) die Referenztemperatur für die übrigen Thermoelemente 50°C beträgt (Position 10 ist ausgefallen). Position 13 zeigt den radialen Temperaturabfall bzgl. der 12. Position. Die Flußanalyse gibt den zeitlichen Verlauf des gesamten Strahlstromes wieder, wie er auf dem Target gemessen wurde. Die korrespondierenden "Punkte" in den drei Diagrammen sind um ein konstantes Δt verschoben, so daß eine Dosisberechnung möglich ist. In den Druckanalysen-Diagrammen wird schließlich in einem Diagramm der zeitliche Druckverlauf und in dem anderen Diagramm der Wert einer Referenzspannungsquelle (10,000 ± 0,001 mV) registriert.

Der auf das Target fallende Strahl wird kontinuierlich mit dem Digital-Voltmeter PM 2421 der Firma Philips gemessen. Das Gerät hat einen Analog-Ausgang (1 Digit $\hat{=}$ ± 3,5 mV), an dem das Signal als reines DC-Signal vorliegt. Vom Analog-Ausgang geht das Signal auf einen schnellen (250 ms/Schreiberbreite) 2-Kanal-Kompensationsschreiber, Kompensograph III, der

Firma Siemens, so daß eine kontinuierliche Stromkontrolle möglich ist, sowie in den Stromintegrator HV-H-6027 der Firma Danfysik, Roskilde. Die Integratoreichung erfolgt vor jeder Meßreihe mit einem Konstantstrom von $\pm 10 \text{ A}$ auf $\pm 1 \%$ Genauigkeit. Der Integrator besitzt eine Sollwerteinstellung; bei Erreichen des Sollwertes wird automatisch der Beamstop eingefahren und die Bestrahlungszeit gestoppt.

IV. Betriebserfahrungen

Die beschriebene Bestrahlungskammer ist über einen Zeitraum von drei Jahren entwickelt worden. Die Experimente haben gezeigt, daß die grundlegenden Konstruktionen richtig sind und daß selbst im Langzeitversuch eine hohe Zuverlässigkeit erreicht wird.

Schwierigkeiten treten verschiedentlich bei der Dosimetrie auf und sind im wesentlichen auf Strahlprofilverzerrungen oder Verschiebungen zurückzuführen. Wie das Plotter-Diagramm (Abb. 6) zeigt, ist eine lokale Dosimetrie (d.h. eine Dosisbestimmung für bestimmte Flächen einer bestrahlten Probe) im Falle eines nicht homogenen ausgeleuchteten Eichspaltes nicht fehlerfrei durchführbar. Eine lokale Dosimetrie ist z. B. jedoch immer dann von Bedeutung, wenn aus einer bestrahlten Fläche mehrere Pröbchen für durchstrahlungselektronenmikroskopische Untersuchungen ausgestanzt (2,3 mm ϕ) werden.

Die Bestrahlung an Metallfolien bei konstanter Temperatur ist in vielen Läufen sehr erfolgreich gewesen. Das signifikante Auftreten von Leckströmen bei Temperaturen oberhalb 700°C läßt jedoch eine kontinuierliche Targetstrommessung oberhalb dieser Temperatur nicht mehr zu. Gegenwärtig laufen Untersuchungen, speziell zum Temperaturprofil, wenn der zwölfeckige Targethalterring durch einen Spalt von den beiden Heizzyllindern separiert wird, um eine permanente Strahlstrommessung am Targethalterring bei $T > 700^{\circ}\text{C}$ zu ermöglichen.

V. Zusammenfassung

Es wird im Detail der Aufbau einer Ultrahochvakuum-Bestrahlungskammer beschrieben. Obgleich der Kammeraufbau im allgemeinen einfach ist, muß ein beträchtlicher experimenteller Aufwand betrieben werden, um die wahren Bestrahlungsbedingungen zu bestimmen. Dieses gilt besonders, wenn ein homogenes Strahlenprofil seitens der Beschleunigerseite nicht nachweisbar geliefert werden kann und wenn die Bestrahlung bei kontrollierter konstanter Temperatur stattfinden soll.

Literaturverzeichnis

- [1] D. Kaletta, KFK-Report 2282 (1976).

- [2] J.H. Worth, Techniques and Apparatus for irradiating metallurgical specimens on the Harwell variable energy cyclotron;
in: Uses of Cyclotrons in Chemistry, Metallurgy and Biology,
hrsg. v. C.B. Amphlett, London (1970), S. 282.

- [3] R.C. Abbott, H.W. Berry, J. Appl. Phys. 30, 871 (1959).

Verzeichnis der Abbildungen

- Abb. 1a: Schematische Darstellung der Bestrahlungskammer, ihrer Versorgungseinrichtungen und der Meßelektronik (in Klammern die Zahl der Signalleitungen zur Meßdaten-Abfrageeinheit).
- Abb. 1b: Fotografie der Hochvakuum-Bestrahlungskammer.
- Abb. 1c: Fotografie der Versorgungs- und Meßelektronik.
- Abb. 2: Funktionsprinzip der Schwingsonde und schematische Darstellung des oszillographischen Display.
- Abb. 3: Werkstatt-Zeichnung und Fotografie vom Beamstop-Detektor.
- Abb. 4: Werkstatt-Zeichnung und Fotografie vom Maschensonden-Strahlprofilanalysator.
- Abb. 5: Werkstatt-Zeichnung und Fotografie vom heizbaren Probenhalter.
- Abb. 6: Plotter-Diagramm einer Strahlprofil-, Temperatur-, Strahlfluß- und Druckanalyse. Analyse des Strahlprofils mittels der Gittersonde. Der Kreis zeigt die Lage des Strahlflecks (5 mm \varnothing).

Schematische Darstellung der Bestrahlungskammer, ihrer Versorgungseinrichtungen
und der Meßelektronik

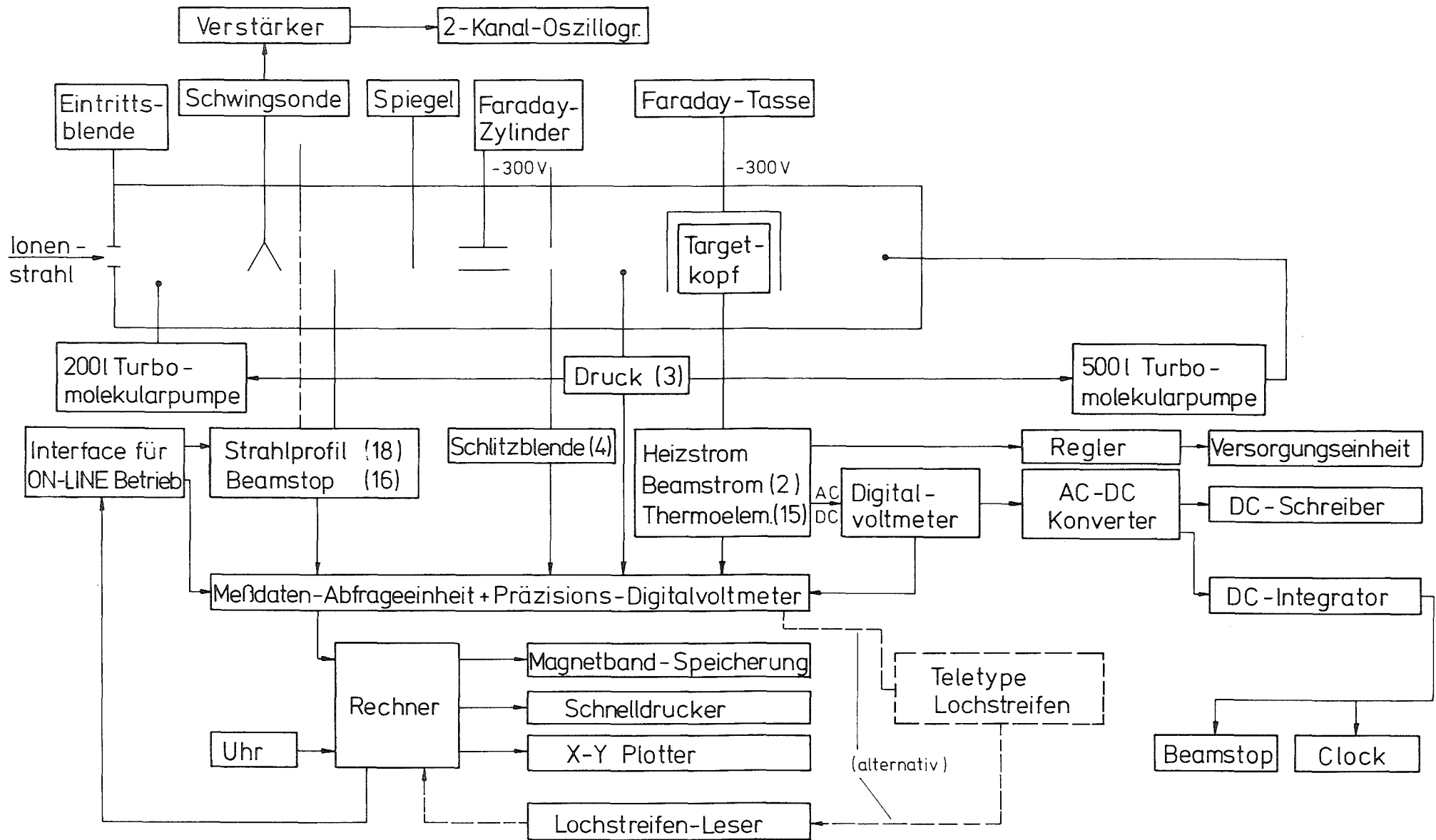


Abb. 1a: Schematische Darstellung der Bestrahlungskammer; ihrer Versorgungseinrichtungen und der Meßelektronik (in Klammern die Zahl der Signalleitungen zur Meßdaten-Abfrageeinheit).

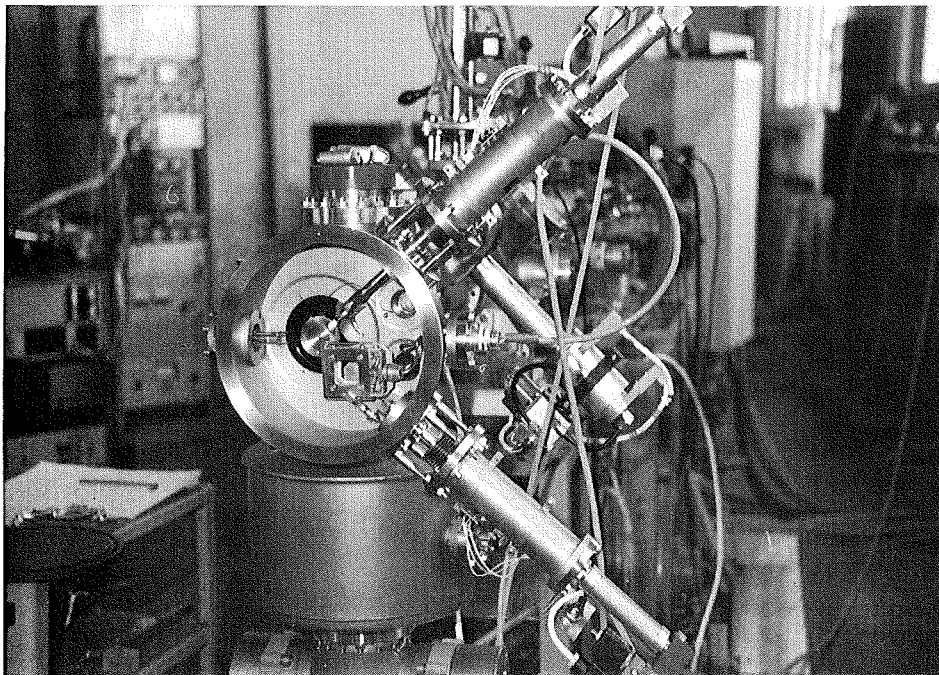
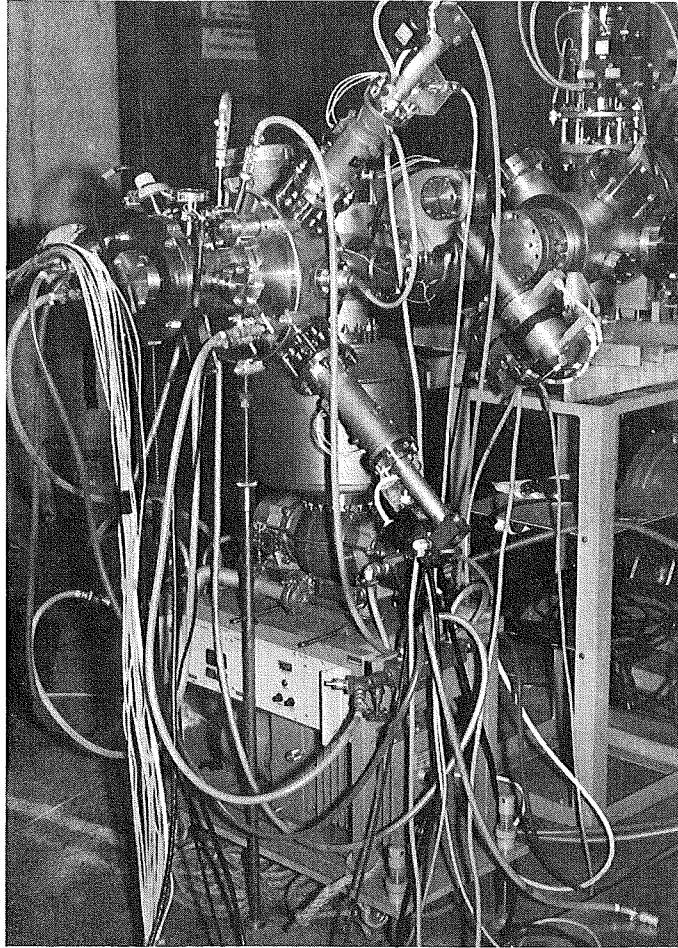


Abb. 1b: Fotografie der Hochvakuum-Bestrahlungskammer.

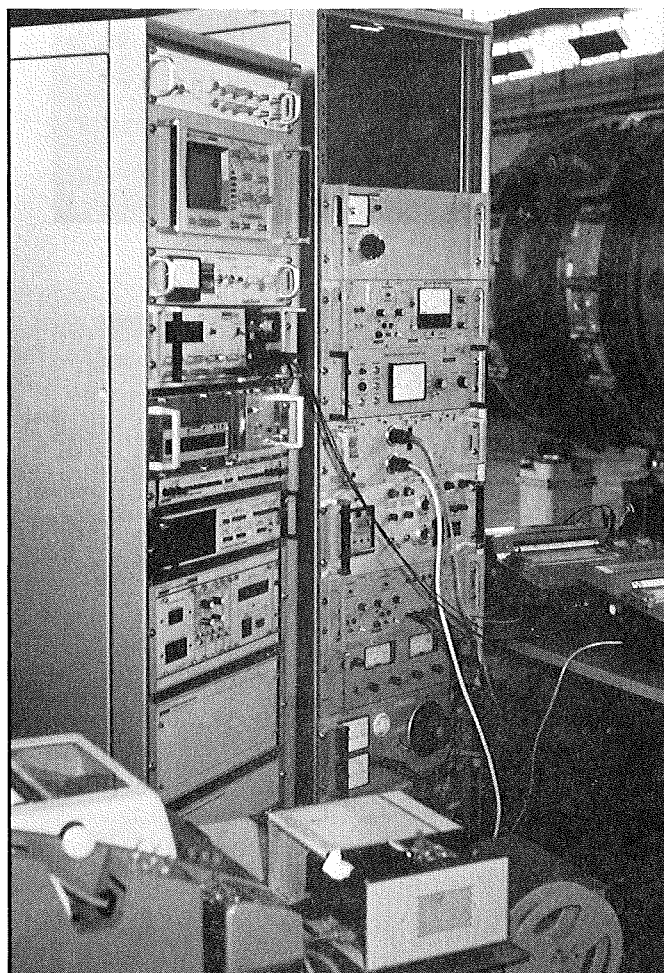
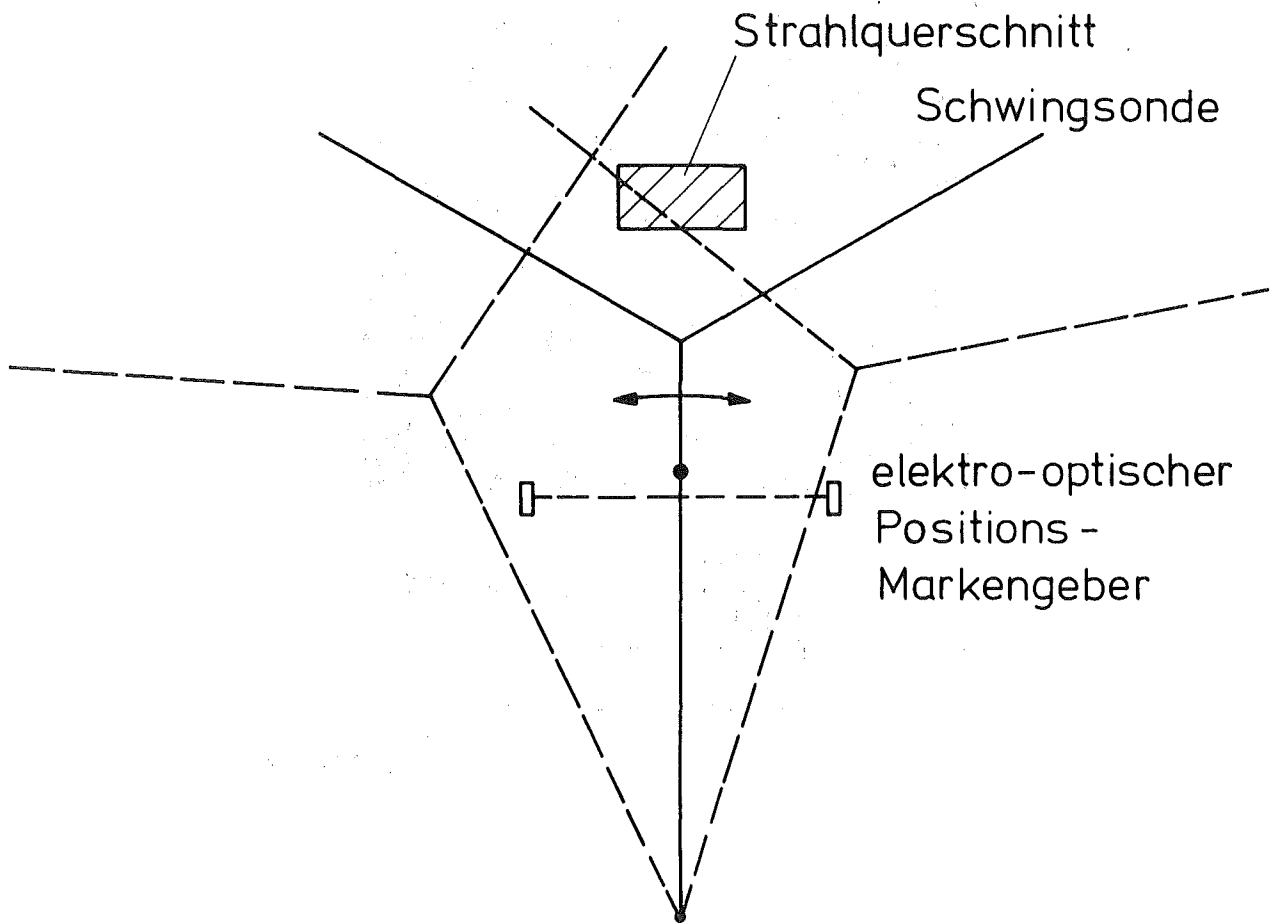


Abb. 1c: Fotografie der Versorgungs- und Meßelektronik



Marken -
geber

Strahl -
signal

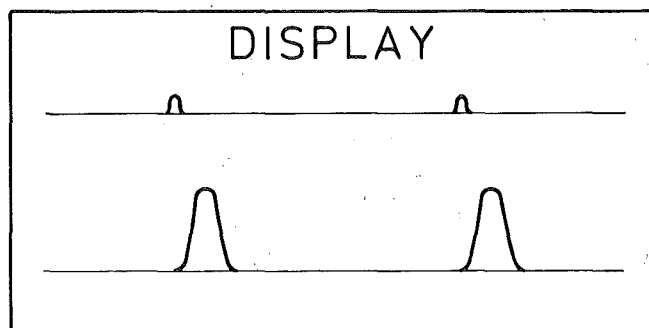


Abb. 2: Funktionsprinzip der Schwingsonde und schematische Darstellung des oszillographischen Display.

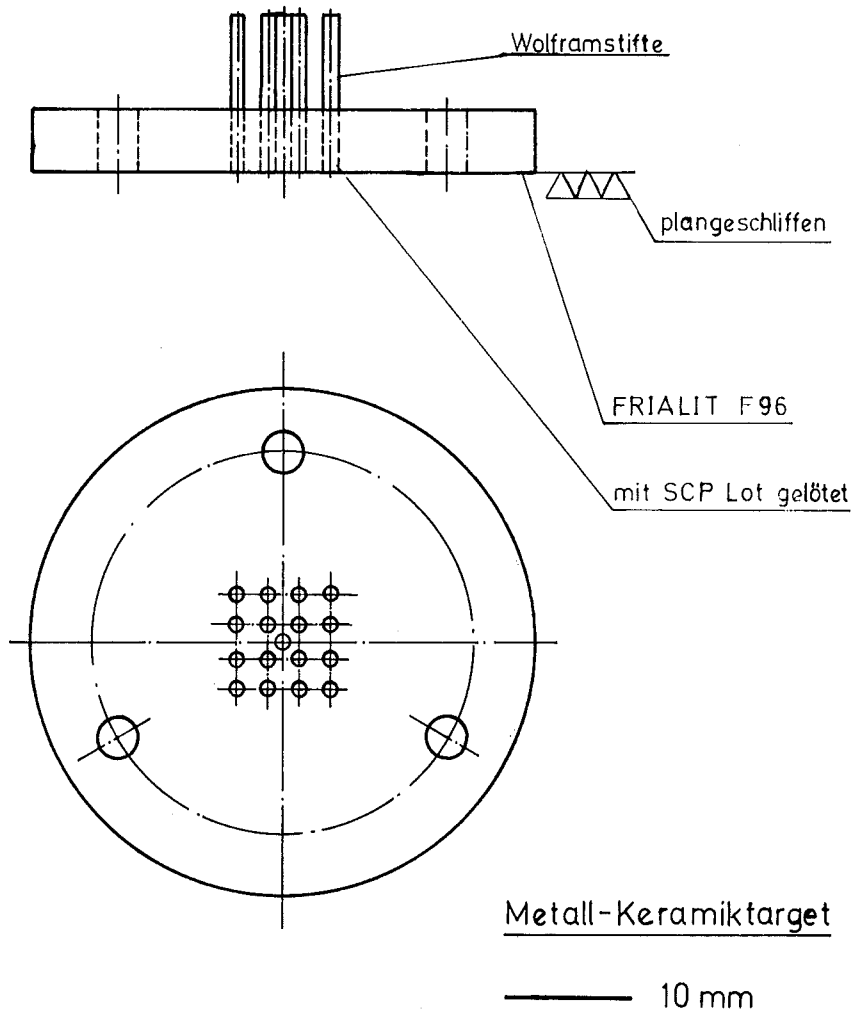
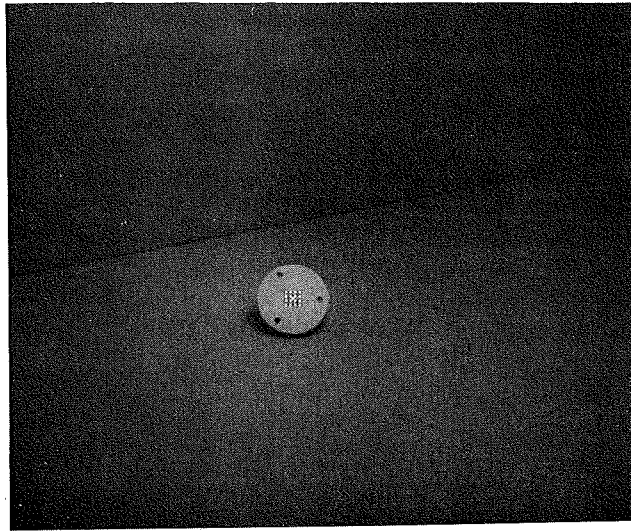
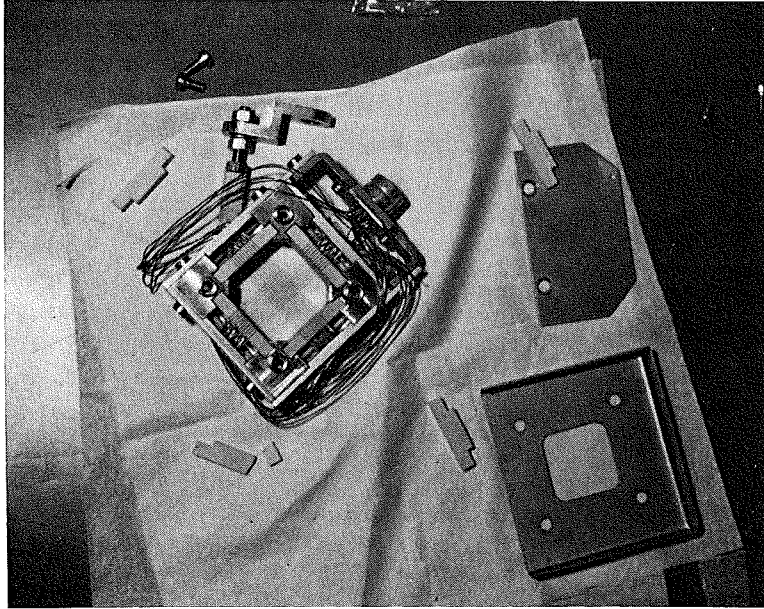
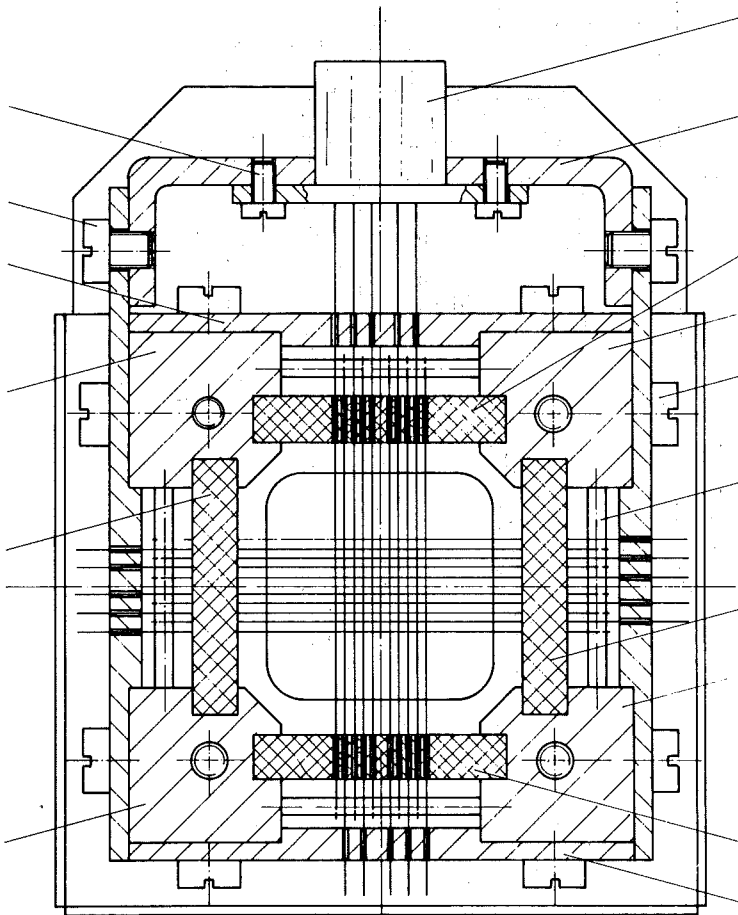


Abb. 3: Werkstatt-Zeichnung und Fotografie vom Beamstop-Detektor.



Schnitt E-F

— 10 mm



Strahlenprofil - Analysator

Abb. 4: Werkstatt-Zeichnung und Fotografie vom Maschensonden-Strahlprofilanalysator.

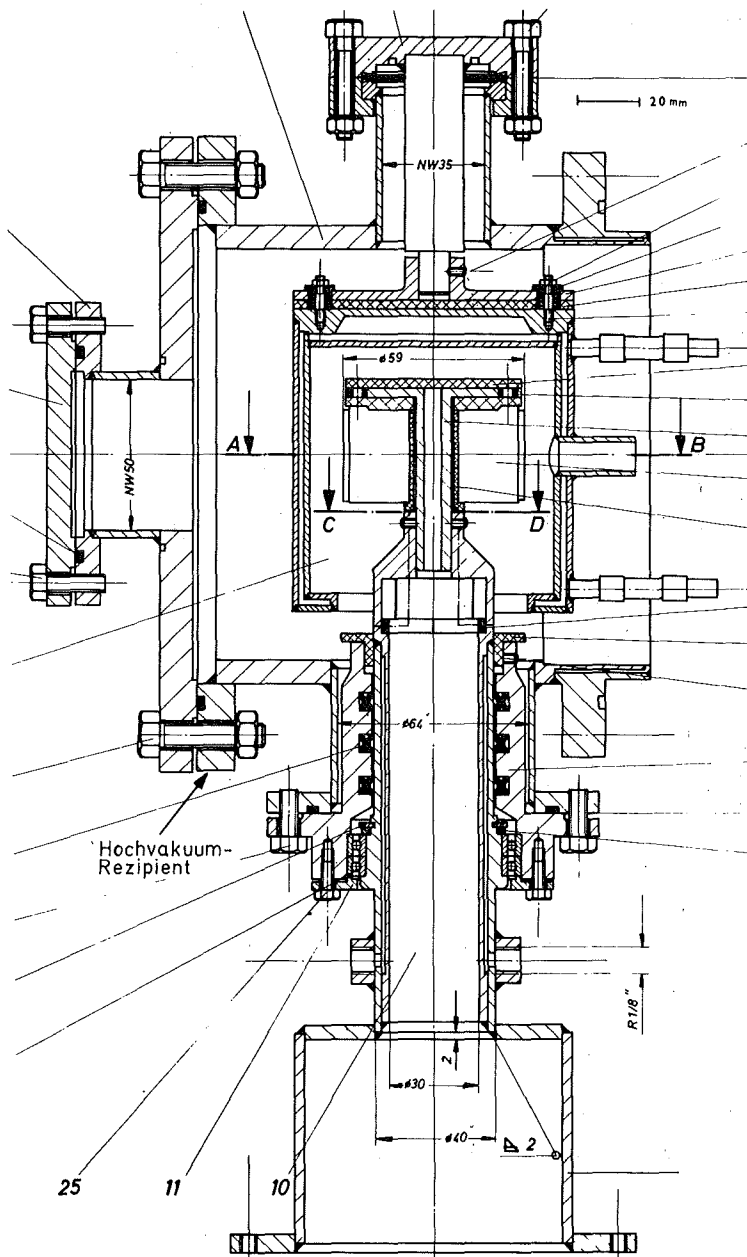
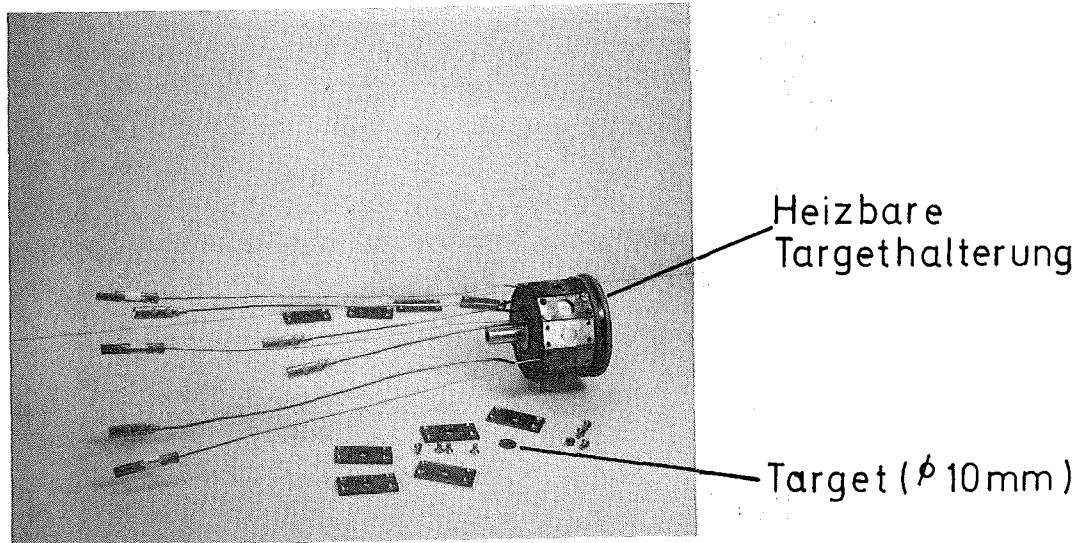
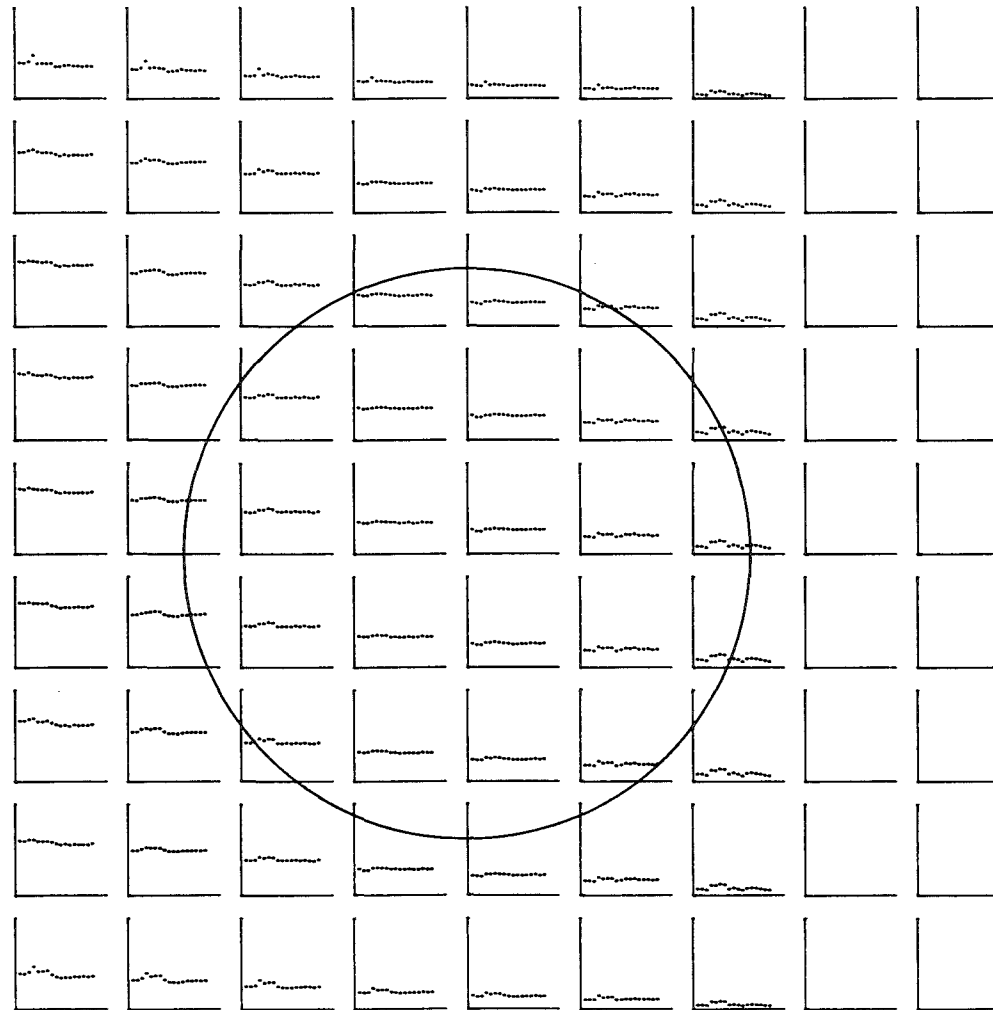


Abb. 5: Werkstatt-Zeichnung und Fotografie vom heizbaren Probenhalter.

STRAHLPROFIL
ANALYSE
VOM
240576.

RUN 0.-19.
1MM = 0.200MMA

153241. HMINS
153441. HMINS
153641. HMINS
153821. HMINS
180121. HMINS
180321. HMINS
180521. HMINS
180721. HMINS
180921. HMINS
181121. HMINS
181321. HMINS
181521. HMINS
181741. HMINS
182321. HMINS
182521. HMINS
182721. HMINS
182821. HMINS

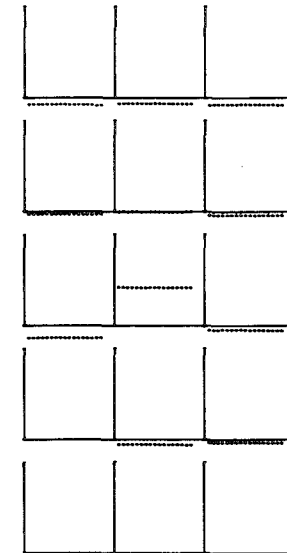


BAND 47600. FILE 3.-19.

TEMPERATUR
ANALYSE

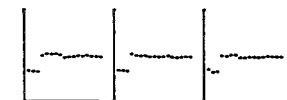
NP=20.00MV

1MM=0.25MV



FLÜSSANALYSE

RUN 0./19./38.
1MM=1.00MMA



DRUCKANALYSE

RUN 40.-42.
1MM=5.00MV

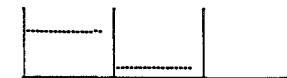


Abb. 6: Plotter-Diagramm einer Strahlprofil-, Temperatur-, Strahlfluß- und Druckanalyse. Analyse des Strahlprofils mittels der Gittersonde. Der Kreis zeigt die Lage des Strahlflecks (5 mm ϕ).