

Systematische Untersuchung und Reduktion der Elektronenfeldemission von metallischen Oberflächen in Teilchenbeschleunigern

Dissertation

zur Erlangung des Doktorgrades
des Fachbereichs Mathematik und Naturwissenschaften

Fachgruppe Physik

der

Bergischen Universität Wuppertal

vorgelegt von

Stefan Lagotzky

September 2015

Die Dissertation kann wie folgt zitiert werden:

urn:nbn:de:hbz:468-20151109-105045-5

[<http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn=urn%3Anbn%3Ade%3Ahbz%3A468-20151109-105045-5>]

Abstract

Systematic field emission (FE) measurements on flat Nb, Cu and Mo surfaces relevant for typical accelerating structures or photocathode substrates of linear accelerators are reported. The emitter activation and the resulting emitter number density of such surfaces as function of the applied electric activation field E_{act} were measured with a field emission scanning microscope. Furthermore, a statistical model for the activation of typical emitters on metallic surfaces is developed and shows good agreement with the obtained results. Finally the FE of the emission sites were characterized by local $I(E)$ measurements. Correlated surface analysis techniques (e.g. scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray spectroscopy, optical profilometry, atomic force microscopy) were used to identify the origin of the FE.

Measurements on dry-ice-cleaned (DIC) single crystal Nb after electropolishing (EP) and buffered chemical polishing (BCP) showed first FE at $E_{act} \geq 120 \text{ MV m}^{-1}$ with onset fields of $E_{on} \geq 50 \text{ MV m}^{-1}$. Conditioning of typical emitters up to $1 \mu\text{A}$ did not weaken the FE significantly. An alternative polishing with a combination of centrifugal barrel polishing and light BCP resulted in first FE at $E_{act} = 175 \text{ MV m}^{-1}$ with $E_{on} \geq 80 \text{ MV m}^{-1}$. Heat treatments (HT) of single crystal and large grain Nb after high-pressure rinsing showed strong FE activation at $T_{HB} \leq 400^\circ\text{C}$ with $E_{on} \geq 40 \text{ MV m}^{-1}$ due to the dissolution of the native Nb_2O_5 -layer. Accordingly, thermal oxidation of single crystal Nb in air after DIC led to a reduction of FE and finally to an activation at $E_{act} \geq 150 \text{ MV m}^{-1}$. The implications of these results for the superconducting accelerating structures of a future International Linear Collider are discussed.

FE measurements on diamond-turned and partially etched Cu surfaces relevant for the future Compact Linear Collider accelerating structures showed FE at $E_{act} \geq 30 \text{ MV m}^{-1}$ with $E_{on} \geq 20 \text{ MV m}^{-1}$ caused by particulates. Cleaning with ionized N_2 (DIC) reduced the FE with activation at $E_{act} \geq 130 \text{ MV m}^{-1}$ ($E_{act} \geq 140 \text{ MV m}^{-1}$) and $E_{on} \geq 30 \text{ MV m}^{-1}$ caused by surface defects. Furthermore, a strong activation effect was observed. A possible breakdown mechanism based on this effect is discussed.

Comprehensive investigations of the FE of annealed single crystal and polycrystalline Mo plugs used as substrates for actual photocathodes revealed no FE up to $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$, but HT at $T_{HB} \geq 400^\circ\text{C}$ activated FE with $E_{on} \geq 20 \text{ MV m}^{-1}$. O_2 loading into the Mo surface, however, partially weakened these emitters. X-ray photoelectron spectroscopy of comparable Mo samples showed the dissolution of the native oxide layer during such HT. These results reveal the suppression of FE by native Mo oxides.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung.....	1
2.	Theoretische Grundlagen der Elektronenfeldemission (EFE)	5
2.1.	Modellvorstellungen zur EFE von realen Metalloberflächen.....	8
2.1.1.	Geometrische Feldüberhöhung an mikroskopischen Defekten.....	9
2.1.2.	EFE-Aktivierung von Oberflächendefekten	11
2.1.3.	Aktivierung von Partikelemittern.....	15
2.1.4.	Resonanter Tunneleffekt	16
2.1.5.	Einfluss des elektrischen Feldes auf Metalloberflächen	19
2.2.	Statistisches Modell für die EFE-Aktivierung auf metallischen Oberflächen.....	20
3.	Parasitäre Feldemission in Teilchenbeschleunigern.....	25
3.1.	Supraleitende Beschleunigungsstrukturen.....	25
3.2.	Normalleitende Beschleunigungsstrukturen	29
3.3.	Elektronenstrahlerzeugung in Beschleunigern	31
4.	Probenpräparation und Messtechniken	33
4.1.	Oberflächenpräparation	34
4.1.1.	Politurverfahren.....	34
4.1.2.	Reinigungsverfahren	38
4.1.3.	Trockeneisstrahlen	40
4.2.	Messtechniken	43
4.2.1.	Feldemissionsrastermikroskop.....	43
4.2.2.	Rasterelektronenmikroskop und energiedispersive Röntgenspektroskopie..	49
4.2.3.	Optisches Profilometer.....	50
4.2.4.	Rasterkraftmikroskop.....	52
4.2.5.	Röntgenphotoelektronenspektroskopie.....	53
4.2.6.	Relokalisierung der Messstellen in verschiedenen Messapparaturen	54
5.	Resultate und Diskussion der EFE-Messungen auf Nb.....	57
5.1.	Stromkonditionierung von Feldemittern auf chemisch polierten Einkristallen.....	57
5.1.1.	Proben und topographische Untersuchungen.....	58
5.1.2.	EFE-Messungen und statistische Auswertung	61
5.2.	EFE-Untersuchungen von trommelpolierten Nb-Oberflächen.....	70
5.2.1.	Proben und Topographische Messungen	70
5.2.2.	EFE-Resultate	73
5.3.	Einfluss von Heizbehandlungen auf parasitäre Emitter auf Nb-Oberflächen	78
5.3.1.	Durchgeführte Heizbehandlungen	78
5.3.2.	Proben und topographische Untersuchungen.....	80
5.3.1.	Ergebnisse der EFE-Untersuchung nach verschiedenen HB	81
5.4.	EFE-Messungen nach künstlicher Oxidation	91
5.4.1.	Probenpräparation	91
5.4.2.	EFE-Messungen	92
5.5.	Bedeutung der Ergebnisse für supraleitende Beschleunigungsstrukturen.....	98

6.	Emitteraktivierung auf flachen Cu-Oberflächen	102
6.1.	Verwendete Proben und topographische Untersuchungen.....	102
6.2.	Messungen der Emitteranzahldichten.....	106
6.3.	Einzelanalyse der lokalisierten Emissionsstellen	113
7.	Untersuchung des Einflusses von Oxiden auf die EFE von Mo-Substraten	120
7.1.	Proben.....	120
7.2.	Messungen der Emitteranzahldichten.....	120
7.3.	Analyse der lokalisierten Emissionsstellen	126
7.4.	XPS-Messungen auf Mo-Oberflächen nach Heizbehandlungen bis 600°C	129
8.	Zusammenfassung und Ausblick	132
	Literaturverzeichnis	139
	Abbildungsverzeichnis	149
	Tabellenverzeichnis	156
	Danksagungen.....	157

Wichtige Abkürzungen und Symbole

AFM	Rasterkraftmikroskop, <i>atomic force microscope</i>
A_{profil}	Profilfläche
BCP	Gepufferte chemische Politur, <i>buffered chemical polishing</i>
BD	Spannungsdurchschlag, <i>breakdown</i>
BDR	Spannungsdurchschlagsrate, <i>breakdown rate</i>
bERLinPro	Berlin Energy Recovery Linac Project
CBP	Trommelpolieren, <i>centrifugal barrel polishing</i>
CLIC	Compact Linear Collider
DIC	Trockeneisstrahlen, <i>dry ice cleaning</i>
d_{ox}	Oxidschichtdicke
d_{pol}	Poliertiefe
DT	Diamantpolieren, <i>diamond turning</i>
e	Elementarladung
E	Elektrisches Feld
E_{acc}	Beschleunigungsgradient einer Beschleunigungsstruktur
E_{act}	Aktivierungsfeldstärke
EDS	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EFE	Elektronenfeldemission
EK	Einkristallin
E_{lim}	Grenzfeldstärke eines isolierenden Oxids
E_{on}	Einsatzfeldstärke
EP	Elektropolitur
E_{peak}	Spitzenfeldstärke innerhalb einer Beschleunigungsstruktur
XFEL	European X-ray Free Electron Laser
FEL	Freie-Elektronen-Laser
FERM	Feldemissionsrastermikroskop
FN	Fowler-Nordheim
GK	Großkristallin
HB	Heizbehandlung
HPR	Hochdruckwasserspülen, <i>high pressure rinsing</i>
I_{FE}	Feldemissionsstrom
ILC	International Linear Collider
IOS	Isolierende Oxidschicht

LK	Leitungskanal in einem Oxid
MIM	Metall-Isolator-Metall
MIV	Metall-Isolator-Vakuum
N	Emitteranzahldichte
OP	Optisches Profilometer
PSD	Power spectral density
Q	Güte
R_a	Lineare Rauheit
REM	Rasterelektronenmikroskop
R_q	Quadratische Rauheit
SK	Stromkonditionierung
$V(x,y)$	Regulierte Spannungsmessung
V_{eff}	Überlagerung aus elektrischem Potential und Spiegelladungspotential
XPS	Röntgenphotoelektronenspektroskopie, <i>X-ray photoelectron spectroscopy</i>
ϵ_0	Permittivität des Vakuums
ρ	Aktivierungsstärke von Emittern

1. Einleitung

Teilchenbeschleuniger sind ein wichtiger Bestandteil sowohl der modernen Teilchenphysik als auch der Materialforschung. Mit ihnen werden geladene Teilchen typischerweise auf Energien von 20 GeV bis einigen TeV beschleunigt, bevor sie in Kollisionsexperimenten oder zur Erzeugung hochbrillanter Röntgenstrahlung verwendet werden. Herausragende aktuelle Beispiele sind die Linearbeschleunigerprojekte „*International Linear Collider*“ (ILC) [1] und „*Compact Linear Collider*“ (CLIC) [2] sowie der Freie-Elektronen-Laser „*European X-ray Free Electron Laser*“ (XFEL) [3] und das „*Berlin Energy Recovery Linac Project*“ (bERLinPro) [4]. In all diesen Maschinen werden Elektronen in sogenannten Beschleunigungsstrukturen bzw. Kavitäten durch resonant angeregte elektromagnetische Wechselfelder mit hohen elektrischen Feldstärken von $E_{acc} = 20\text{--}100\text{ MV m}^{-1}$ beschleunigt. Häufig bestehen diese Kavitäten aus Nb (XFEL, ILC, bERLinPro) und werden durch He-Kühlung im supraleitenden Zustand betrieben, um die auftretenden Hochfrequenzverluste zu minimieren. Da die dabei induzierten magnetischen Felder allerdings unterhalb des kritischen magnetischen Feldes für supraleitendes Nb gehalten werden müssen und somit die erreichbaren Beschleunigungsfeldstärken begrenzt sind, werden für manche Beschleuniger Kavitäten aus normalleitenden Cu verwendet (CLIC), die gepulst viel höhere E_{acc} auf Kosten viel größerer Verluste erreichen können.

In beiden Arten von Kavitäten entstehen durch das Beschleunigungsfeld hohe elektrische Felder auf der Strukturwand, deren Spitzenwert um $E_{peak} = (1,98\text{--}2,4) \times E_{acc}$ höher ist als der eingestellte Gradient. Dies kann zur Emission von Elektronen aus dem Wandmaterial führen, der sogenannten Elektronenfeldemission (EFE). Diese wurde von R. W. Wood im Jahr 1897 [5] zum allerersten Mal gemessen und beschrieben. Dabei können signifikante Emissionsströme bereits ab elektrischen Feldstärken von $\geq 1\text{ MV m}^{-1}$ entstehen [6–8], die sowohl für Strukturen aus Nb als auch Cu die Leistung des gesamten Beschleunigers negativ beeinflussen. So haben Qualitätsprüfungen während der Massenproduktion der Kavitäten des XFEL gezeigt, dass 20% aller Strukturen bei $E_{acc} \leq 20\text{ MV m}^{-1}$ ($E_{peak}/E_{acc} \approx 1,98$) EFE aufwiesen, was zu hohen zusätzlichen Verlusten führte und somit eine nachträgliche Reinigung für diese Strukturen nötig machte [9]. Mit dem erhöhten Gradienten des ILC von $E_{acc} = 35\text{ MV m}^{-1}$ wird sich dieses Problem sogar noch weiter verstärken. In den normalleitenden Cu-Strukturen des CLIC führt die EFE zu Spannungsdurchschlägen (sog. *breakdowns*, BD), die einen Verlust des zu

beschleunigenden Teilchenpakets verursachen. Ebenso kann es zu unerwünschten EFE-Strömen von der Oberfläche der Photokathode kommen, die zur Elektronenstrahlerzeugung verwendet werden. Solche Dunkelströme gelangen in den Beschleuniger, was für FEL einen zusätzlichen Hintergrund zum Röntgenspektrum bedeutet. In jedem Fall ist eine Minimierung der EFE-Belastung für einen zuverlässigen Betrieb der Teilchenbeschleuniger elementar.

Eine bis heute angewandte theoretische Beschreibung der EFE wurde 1928 von R.H. Fowler und L. Nordheim mit der Fowler-Nordheim-Theorie (FN-Theorie) für ideal glatte Metalloberflächen bei $T = 0$ K entwickelt [10]. Diese basiert auf einer quantenmechanischen Betrachtung, bei der die Elektronen eine vom elektrischen Feld induzierte Barriere durchtunneln. Da die auf realen Metalloberflächen gemessenen Einsatzfeldstärken der EFE um den Faktor ≤ 250 niedriger liegen als von der FN-Theorie vorhergesagt [11–14], wird diese üblicherweise um einen Feldüberhöhungsfaktor β erweitert. Diese modifizierte FN-Theorie berücksichtigt eine lokale Überhöhung des elektrischen Feldes, z.B. durch mikroskopische Unebenheiten, deren Stärke von Form und Größe abhängt [15].

Messungen an für Beschleunigungsstrukturen relevanten Proben haben zu einer stetigen Verbesserung des Verständnisses und damit zur Unterdrückung der EFE beigetragen. Die starke EFE von glatten Metalloberflächen mit durch die modifizierte FN-Theorie bestimmten $\beta \leq 500$ [16–19] kann hauptsächlich durch die Emission von Kratzern sowie Partikeln mit unregelmäßiger Form begründet werden, was zur Entwicklung des Mikrospitzenmodells führte [20]. Durch Überlagerung von zwei oder mehreren kleiner werdenden Spitzen können sehr hohe Feldüberhöhungsfaktoren erreicht werden. Darüber hinaus werden Emissionsströme durch resonante Tunneleffekte an Adsorbaten [21] oder Oxiden [22] stark beeinflusst, was durch die modifizierte FN-Theorie nicht mehr beschrieben wird. Für die parasitäre EFE in Beschleunigungsstrukturen ist vor allem der auf Nb-Oberflächen gefundene Aktivierungseffekt von Kratzer- und Partikelemittlern wichtig [23,24]. Ein messbarer EFE-Strom setzt hierbei erst ein, wenn ein Aktivierungsfeld E_{act} erreicht wurde. Anschließend kann ein Strom bei einer deutlich niedrigeren Einsatzfeldstärke E_{on} gemessen werden. Dieser Effekt wird mit der Präsenz eines isolierenden Oberflächenoxids erklärt, das eine Metall-Isolator-Vakuum (MIV) an Oberflächendefekten bzw. eine Metall-Isolator-Metall-Mikrostruktur (MIM) an Partikeln bildet [25]. Durch Entstehung eines Leitungskanals im Oxid, vergleichbar mit einem Spannungsdurchschlag, wird die Struktur aktiviert. Alternativ kann diese Aktivierung durch

Reduktion des Oberflächenoxids mittels Heizbehandlungen bei Temperaturen $\leq 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ verursacht werden [26].

Ziel dieser Arbeit ist es, durch systematische Untersuchungen der EFE auf für Beschleuniger relevanten Metalloberflächen das Verständnis der parasitären EFE über die bestehenden Erkenntnisse hinaus weiter zu verbessern sowie Strategien zur Reduktion der Elektronenbelastung zu entwickeln. Zu diesem Zwecke wird die EFE verschiedener Proben aus Nb, Cu und Mo analysiert, deren Oberflächen denen von Beschleunigungsstrukturen bzw. Photokathodensubstraten in aktuellen Teilchenbeschleunigerprojekten möglichst genau entsprechen. Dafür wurde die Probenpräparation in enger Zusammenarbeit mit Forschungszentren (DESY, CERN, HZB), die an der Entwicklung von zukünftigen Beschleunigern beteiligt sind, durchgeführt sowie die Messabläufe auf aktuelle Problemstellungen angepasst. Die Analyse der EFE erfolgte mit einem Feldemissionsrastermikroskop (FERM), mit dem Emitter auf Oberflächen lokalisiert sowie ihre EFE charakterisiert werden können. Ergänzende Rasterelektronenmikroskopie (REM), energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDS), topographische Untersuchungen sowie Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) wurden zur Identifikation der Emissionshintergründe verwendet.

Die folgenden Kapitel fassen die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Ergebnisse zusammen. Nach der Einleitung (Kapitel 1) werden im zweiten Kapitel die wichtigsten theoretischen Grundlagen der EFE präsentiert, die für das Verständnis der Ergebnisse wichtig sind. In diesem Kapitel wird außerdem ein statistisches Modell entwickelt, das erstmals die Anzahl aktivierter Emitter in Abhängigkeit von E_{act} sowie des Oberflächenzustands beschreibt und mit dem die später erzielten Messergebnisse verglichen werden. Im dritten Kapitel wird detailliert auf die durch EFE induzierten Probleme in aktuellen Beschleunigerprojekten eingegangen, um die Bedeutung der Messergebnisse für die Anwendung richtig einordnen zu können. In den nachfolgenden drei Kapiteln werden schließlich die Ergebnisse der Untersuchungen präsentiert. Dabei unterteilen sich die Abschnitte in die Untersuchungen auf Nb (Kapitel 4) für supraleitende Kavitäten, auf Cu (Kapitel 5) für normalleitende Kavitäten sowie auf Mo (Kapitel 6) für Photokathodensubstrate. Abschließend folgt eine Zusammenfassung dieser Arbeit mit einem Ausblick auf noch zu klärende Fragestellungen.

2. Theoretische Grundlagen der Elektronenfeldemission (EFE)

Die Emission von Elektronen aus Metallen unter hohen elektrischen Feldern wurde zum ersten Mal 1897 von R. W. Wood während Untersuchungen zur Herstellung einer sowohl intensiven als auch kompakten Röntgenquelle beobachtet und beschrieben [5]. Wood benutzte zwei Titanelektroden mit einem Durchmesser von 1,5 mm in einem variablen Abstand bis zu 5 mm. Durch Anlegen einer Spannung wurde ein unregelmäßiger, feiner und hell leuchtender Lichtbogen zwischen den Elektroden gezündet, der an der Anode intensive Röntgenstrahlung erzeugte. Darüber hinaus zeigten sich ein Materialabtrag durch den Lichtbogen an der Anode und eine gleichzeitige Materialanlagerung an der Kathode. Vergleichbare Versuche mit kleinen Elektrodenabständen unterhalb von 280 nm zeigten bereits bei einer Potentialdifferenz von 1 V einen messbaren Strom I in der Größenordnung von 10^{-14} A, dessen Größe zusätzlich abhängig vom Material der flachen Elektroden war [6]. Da sich die Ergebnisse unter verschiedenen Drücken (10 Pa sowie atmosphärischer Druck) nicht messbar unterschieden und Ionisationsvorgänge bei den kleinen Elektrodenabständen sowie geringen Spannungen von maximal 9,72 V ausgeschlossen sind, konnte es sich nur um eine Stromleitung durch die Metallelektronen handeln. Weitere Experimente an polierten Metalloberflächen zeigten, dass es eine für das verwendete Metall charakteristische kritische Feldstärke gibt, bei der ein messbarer Strom einsetzt. Diese hängt ebenfalls stark von der Reinheit der Metalloberfläche ab [7]. Bei Elektrodenabständen von 100–600 nm und Spannungen zwischen 40–200 V waren Emissionsströme von $3 \cdot 10^{-17}$ A mit einem Elektrometer im Vakuum (0,1 Pa) nachweisbar. Dabei trat eine starke Abhängigkeit des Emissionsstroms vom gewählten Abstand auf.

Die erste theoretische Erklärung der beschriebenen Messergebnisse wurde 1923 von W. Schottky veröffentlicht [27]. Die EFE wird dabei als klassischer Prozess beschrieben, bei der die Überlagerung von äußerem elektrischen Feld E und der durch ein Elektron influenzierten Spiegelladung zu einer Reduzierung der Austrittsarbeit ϕ führt, dem Schottky-Effekt. Sobald ϕ auf $1/3$ seines ursprünglichen Wertes verkleinert wurde, sollte es demnach einen messbaren Emissionsstrom geben. Die für eine messbare EFE benötigten Feldstärken lagen laut Schottky bei $E \sim 1 \text{ GV/m}$, was experimentell nur teilweise beobachtet werden konnten [7,8]. Die Abweichung zu manchen Messergebnissen wurden mit der Feldüberhöhung an Oberflächenunregelmäßigkeiten in den Größenordnungen bis zu 100 nm erklärt. Allerdings konnte die sich aus diesem Ansatz ergebende Abhängigkeit $I \sim \sqrt{E}$ in späteren Messergebnissen nicht bestätigt werden [28,29]. Vielmehr wurde aus weiteren Messungen ein Zusammenhang der Art $\log(I) \sim E^{-1}$ abgeleitet [30].

R. H. Fowler und L. Nordheim haben 1928 mit Hilfe der Quantenmechanik eine neue theoretische Beschreibung entwickelt, die auf einen Tunnelprozess der Leitungselektronen basiert [10,31]. Bei dieser sogenannten Fowler-Nordheim-Theorie (FN-Theorie) wird ein Potentialverlauf V_{eff} analog zu [27] verwendet – unter Berücksichtigung des Spiegelladungspotentials

$$V_s(x) = -\frac{e^2}{16\pi\epsilon_0 x} \quad (2.1)$$

mit der Elementarladung e sowie der Permittivität des Vakuums ϵ_0 , und des elektrischen Potentials resultierend aus dem äußeren elektrischen Feld E

$$V_E(x) = -eEx. \quad (2.2)$$

Demnach kann das effektive Oberflächenpotential, dass in Abbildung 2-1 schematisch dargestellt ist, mit

$$V_{eff}(x) = \varphi + V_E(x) + V_s(x) = \varphi - eEx - \frac{e^2}{16\pi\epsilon_0 x} \quad (2.3)$$

angegeben werden. Die Vakuum-Metall-Grenzschicht liegt dabei bei $x = 0$. Die Reduzierung der Austrittsarbeit $\Delta\varphi$ ist durch das Maximum der Funktion (2.3) im Bereich $x > 0$ gegeben und kann zu

$$\Delta\varphi = \sqrt{\frac{e^3 E}{4\pi\epsilon_0}} \quad (2.4)$$

bestimmt werden. Fowler und Nordheim berechneten den resultierenden Tunnelstrom durch den entstehenden Potentialwall für eine ideal glatte Metalloberfläche und eine Temperatur $T = 0$ K durch Lösen des Integrals

$$j(E) = e \cdot \int_0^{\infty} D(W, E) \cdot N(W) dW \quad (2.5)$$

mit der Stromdichte $j(E)$, der Tunnelwahrscheinlichkeit der Elektronen $D(W, E)$ (abhängig von ihrer Energie W und des angelegten Feldes E) und der Anzahldichte $N(W)$ der Elektronen, die auf die Potentialbarriere pro Zeiteinheit und Flächeneinheit treffen. Unter Berücksichtigung der Spiegelladung kann man (2.5) zu der FN-Gleichung

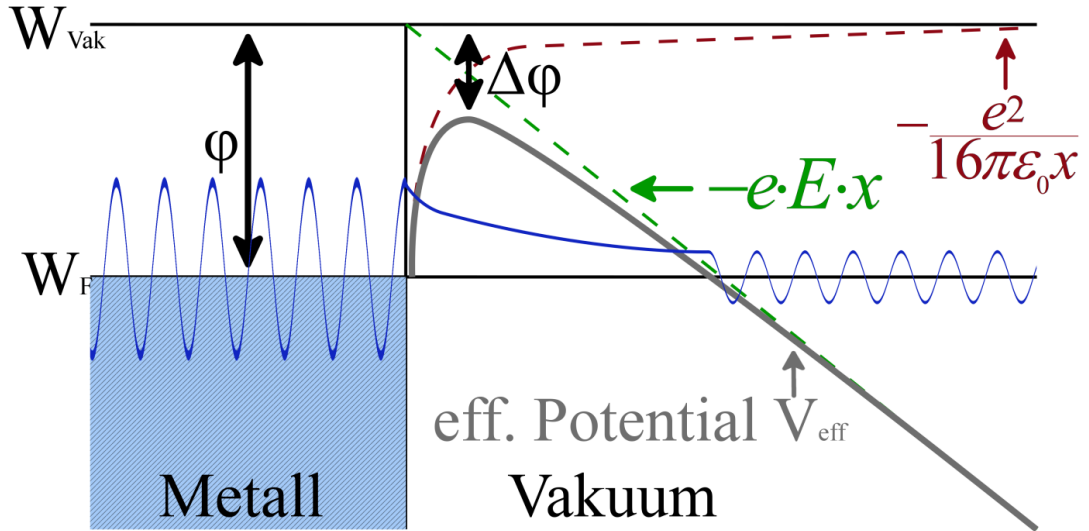


Abbildung 2-1: Darstellung einer Elektronenwellenfunktion mit der Energie $W = E_F$ für einen Tunnelprozess durch das Oberflächenpotential V_{eff} (grau), das aus Überlagerung von elektrischem Potential (grün) und Spiegelladung (rot) entsteht.

$$\begin{aligned}
 I_{FN}(E) &= \frac{e^3 S \cdot E^2}{8\pi h \varphi t^2(y)} \cdot \exp\left(-\frac{4\sqrt{2m_e} \varphi^{3/2}}{3\hbar e E} \nu(y)\right) \\
 &= \frac{AS \cdot E^2}{\varphi t^2(y)} \cdot \exp\left(-\frac{B\varphi^{3/2}}{E} \nu(y)\right)
 \end{aligned} \tag{2.6}$$

berechnen [32,33]. Dabei sind $A = \frac{e^3}{8\pi h}$ und $B = \frac{4\sqrt{2m_e}}{3\hbar e}$ zusammenfassende Konstanten mit der Elektronenmasse m_e , dem Planckschen Wirkungsquantum h bzw. dem reduzierten Planckschen Wirkungsquantum \hbar . Die Größe S ist die emittierende Fläche, aus der die Elektronen austreten. Für I_{FN} in A, E in MV m^{-1} , S in cm^2 und φ in eV ergibt sich $A = 154 \text{ A eV V}^{-2}$ und $B = 6830 \text{ eV}^{-3/2} \text{ V m}^{-1}$ [33]. Die Korrekturfunktionen $t(y)$ und $\nu(y)$ berücksichtigen den Spiegelladungseffekt abhängig von der relativen Verringerung der Austrittsarbeit $y = \frac{\Delta\varphi}{\varphi} = (3.795 \cdot 10^{-5} \text{ A s V}^{-1/2} \text{ m}^{-1/2}) \cdot \frac{\sqrt{E}}{\varphi}$ für E in V m^{-1} und φ in eV. Die Funktionswerte für $0 \leq y \leq 1$ sind in der Literatur tabelliert [34,35] und eine stetige Approximation für die Korrekturfunktionen ist $t^2(y) = 1.1$ bzw. $\nu(y) = 0.95 - y^2$ [36]. Für Feldstärken $E \leq 300 \text{ MV m}^{-1}$ kann diese Korrektur allerdings ignoriert werden ($t(y) = \nu(y) \equiv 1$), da $y \leq 0.165$ und der Fehler für $\nu(y)$ somit kleiner als 5% und für $t(y)$ kleiner als 1% ist.

2.1. Modellvorstellungen zur EFE von realen Metalloberflächen

Man kann leicht ausrechnen, dass man für messbare EFE-Ströme ($I_{FN} \sim 1 \text{ nA } \mu\text{m}^2$) bei einer Austrittsarbeit von $\varphi = 4 \text{ eV}$ nach (2.6) eine Feldstärke von $E \geq 2.5 \text{ GV m}^{-1}$ erreichen muss. Dies ist zwar um den Faktor 2 größer als bei der klassischen Theorie nach Schottky, jedoch zeigen bis heute Messungen an realen Metalloberflächen messbare Werte für I_{FN} bei weitaus kleineren Feldstärken bis hinunter zu $E \leq 10 \text{ MV m}^{-1}$ [11–13,23,24,37]. Das weist darauf hin, dass die ursprüngliche Annahme von Fowler und Nordheim eines ideal glatten Metalls bei einer Temperatur von $T = 0 \text{ K}$ zum Verständnis der EFE von realen Metalloberflächen nicht mehr unverändert anwendbar ist.

Die Temperaturabhängigkeit des EFE-Stroms wird bei Temperaturen bis $T \approx 500 \text{ K}$ durch

$$I(E, T) = I(E, T = 0 \text{ K}) \cdot \frac{\pi kT/a}{\sin(\pi kT/a)} \quad (2.7)$$

ausdrückt [11,32]. Dabei ist k die Boltzmann-Konstante in eV K^{-1} und $a = (9,76 \times 10^{-11}) \cdot E / (\varphi^{1/2} t^2(y))$. Für $E = 1 \text{ GV m}^{-1}$, $\varphi = 4 \text{ eV}$, $t(y) = 1$ und $T = 500 \text{ K}$ erhält man eine relative Stromerhöhung um einen Faktor 7,71. Dies zeigt, dass das Einsetzen von EFE bei niedrigeren Feldstärken als durch Gleichung (2.6) vorhergesagt nicht durch die endliche Temperatur der realen Metalloberflächen verursacht werden kann. Vielmehr sind Abweichungen von der ideal glatten Metalloberfläche, z.B. Oberflächenrauheit oder partikuläre Verschmutzung, dafür verantwortlich, dass das Feld lokal erhöht wird. Ein Maß für diese Feldüberhöhung ist der Feldüberhöhungsfaktor β , mit dem das lokale Feld durch

$$E_{\text{lokal}} = \beta \cdot E \quad (2.8)$$

beschrieben wird. Setzt man (2.8) in die FN-Gleichung (2.6) mit $t(y) = \nu(y) = 1$ ein, erhält man die modifizierte FN-Gleichung

$$I_{FN}(E) = \frac{AS(\beta E)^2}{\varphi} \cdot \exp\left(-\frac{B\varphi^{3/2}}{\beta E}\right), \quad (2.9)$$

mit der sich die EFE von Feldemittern auf realen Metalloberflächen beschreiben lässt. Durch die Linearisierung von (2.6) mittels $\ln(I/E^2) \sim E^{-1}$ ergibt sich der sogenannten FN-Plot, in dem Daten aus Messungen, entsprechend aufgetragen, eine Gerade ergeben sollten, sofern Feldemission vorliegt. Aus der Geradensteigung

$$m_{FN} = -\frac{B\varphi^{3/2}}{\beta} \quad (2.10)$$

und dem y-Achsenabschnitt

$$b_{FN} = \ln\left(\frac{AS\beta^2}{\varphi}\right) \quad (2.11)$$

können die Parameter β und S bestimmt und zur Charakterisierung von einzelnen Emittern verwendet werden. Zur Erklärung der EFE bei den beobachteten Feldstärken sind β -Werte im Bereich 10–250 nötig. Für den Ursprung der Feldüberhöhung gibt es in der Literatur verschiedene Erklärungen. In den folgenden Abschnitten sollen die wichtigsten Modelle vorgestellt werden.

2.1.1. Geometrische Feldüberhöhung an mikroskopischen Defekten

Mikroskopische Unebenheiten oder Partikel auf Metalloberflächen können zu einer Verdichtung der elektrischen Äquipotentiallinien an deren Spitze führen, wie in Abbildung 2-2a für einen Zylinder mit einer sphärischen Spitze dargestellt. Das elektrische Feld wird über solch einer Spitze lokal überhöht. Die Stärke der Feldüberhöhung hängt sowohl von der Höhe h solcher Mikrostrukturen als auch vom Krümmungsradius r ihrer Spitze ab. Für eine kegelförmige Spitze mit dem Öffnungswinkel Θ (Abbildung 2-2b) lässt sich der Feldüberhöhungsfaktor allgemein zu [15]

$$\beta = \frac{h}{r} + 3\cos(\Theta) \quad (2.12)$$

berechnen bzw. für $h \gg r$ weiter vereinfachen zu

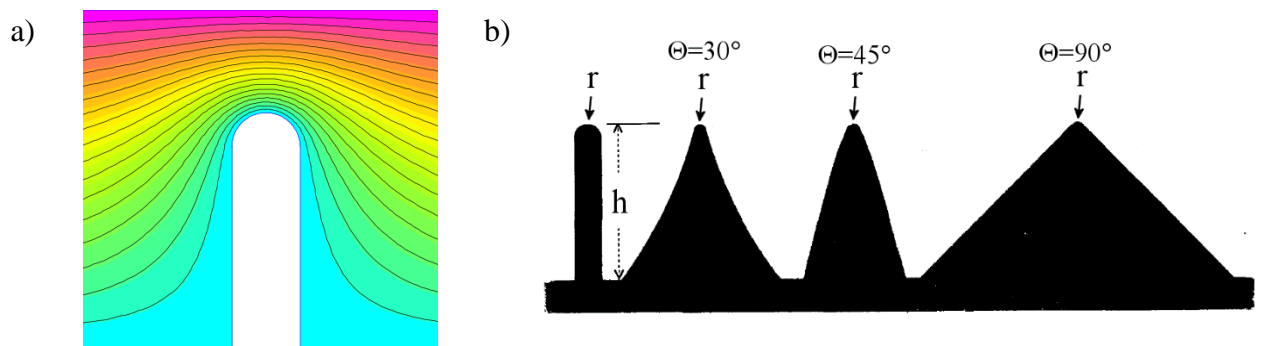


Abbildung 2-2: a) Schematische Darstellung der Verdichtung von Äquipotentiallinien an der runden Spitze eines Zylinders und b) verschiedene Formen kegelförmige Emitter mit unterschiedlichen Öffnungswinkeln Θ [15].

$$\beta \approx \frac{h}{r} . \quad (2.13)$$

Für solche Emittter entspricht S der Fläche der Halbkugel an der Spitze und korreliert mit β gemäß

$$S = 2\pi r^2 \approx 2\pi \frac{h^2}{\beta^2} . \quad (2.14)$$

Messungen von Feldemissionsströmen haben jedoch Werte für β im Bereich von 100-500 ergeben [16–19], die auf Strukturen hinweisen, die im Vergleich zu ihrem Durchmesser sehr hoch sein müssten. Dies konnte nicht immer am Emissionsort gefunden werden [38,39]. Vielmehr haben Messungen an künstlichen Partikeln gezeigt, dass eine unregelmäßige Partikelform starke Feldemissionströme unterhalb von $E = 50 \text{ MV m}^{-1}$ liefert, wogegen bei einer glatten, runden Partikelform keine EFE bis zu $E = 120 \text{ MV m}^{-1}$ auftrat [20].

Diese Diskrepanz der β -Werte der unterschiedlichen Partikelformen führte zur Entwicklung des Mikrospitzenmodells. Dabei wird das makroskopische Feld durch Überlagerung von Spitzen abnehmender Höhe mehrfach überhöht, wie in Abbildung 2-3 dargestellt. Der resultierende Gesamtfeldüberhöhungsfaktor solcher Strukturen kann gemäß $\beta \approx \beta_1 \cdot \beta_2$ abgeschätzt werden, wobei β_i der Feldüberhöhungsfaktor der jeweiligen großen bzw. kleinen Spitze ist. Weitere Überlagerungen von noch kleineren Strukturen würden als zusätzlicher Faktor in der Berechnung auftauchen. Die Abschätzung ist umso genauer, je stärker der Größenunterschied zwischen den Spitzen ist. Dennoch war es mit diesem Modell hinreichend möglich, die am Emissionsort gefundenen Oberflächendefekte mit den gemessenen β -Werten in Verbindung zu bringen.

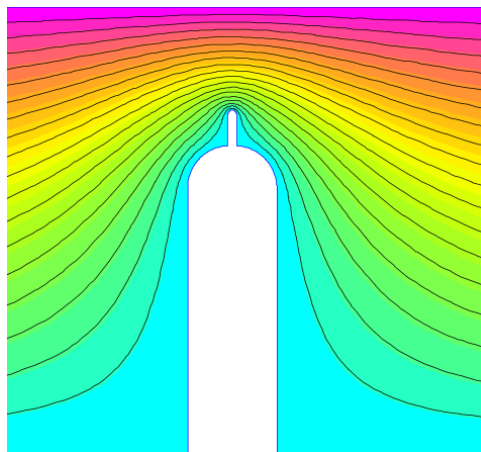


Abbildung 2-3: Äquipotentiallinien für eine Überlagerung zweier Mikrostrukturen, deren Höhe sich um den Faktor 10 unterscheiden.

2.1.2. EFE-Aktivierung von Oberflächendefekten

Die Aktivierung von einzelnen Feldemittern („switch-on“) auf Metalloberflächen wurde zum ersten Mal von T. Habermann während EFE-Messungen auf metallischen Oberflächen beobachtet [23], welche üblicherweise auf isolierende Oxidschichten zurückgeführt wird [40]. Oberflächen von unedlen Metallen wie Niob, Kupfer und Molybdän sind bei Raumtemperatur von einem dünnen Oxid bedeckt, welches typischerweise eine Dicke d_{ox} von einigen nm hat [41–43]. Diese natürlichen Oxide haben üblicherweise isolierende (z.B. auf Nb [44] und Mo [45]) bzw. halbleitende (z.B. auf Cu [46]) Eigenschaften. Untersuchungen zur Energieverteilung von feldemittierten Elektronen auf großflächigen Kathoden haben gezeigt, dass solch isolierende Schichten am Emissionsort eine wichtige Rolle spielen können [47,48]. Eine erste Theorie zu einem solchen EFE-Vorgang wurde von R.V. Latham et al. entwickelt [25,49,50], bei der die Emission durch Anlegen eines elektrischen Feldes an eine Metall-Isolator-Vakuum-Mikrostruktur (MIV-Mikrostruktur) verursacht wird. Abbildung 2-4a zeigt das Banddiagramm einer solchen Mikrostruktur ohne äußeres elektrisches Feld. Legt man an einen solchen Kontakt ein Feld an, werden zunächst die wenigen bei Raumtemperatur freien Ladungsträger im Isolator bewegt. Elektronen, die in Richtung IV-Übergang beschleunigt werden, füllen entweder freie Zwischenbandzustände im Isolator auf, verursacht z.B. durch Korngrenzen oder Kristallfehler, oder sammeln sich am IV-Übergang. Positive freie Ionen sowie Elektronenfehlstellen häufen sich dagegen am MI-Übergang. Wird das elektrische Feld weiter erhöht, können Elektronen aus dem Metall in den Isolator injiziert werden, welche die verbleibenden Zwischenbandzustände auffüllen. Durch die sich so aufbauende Raumladung

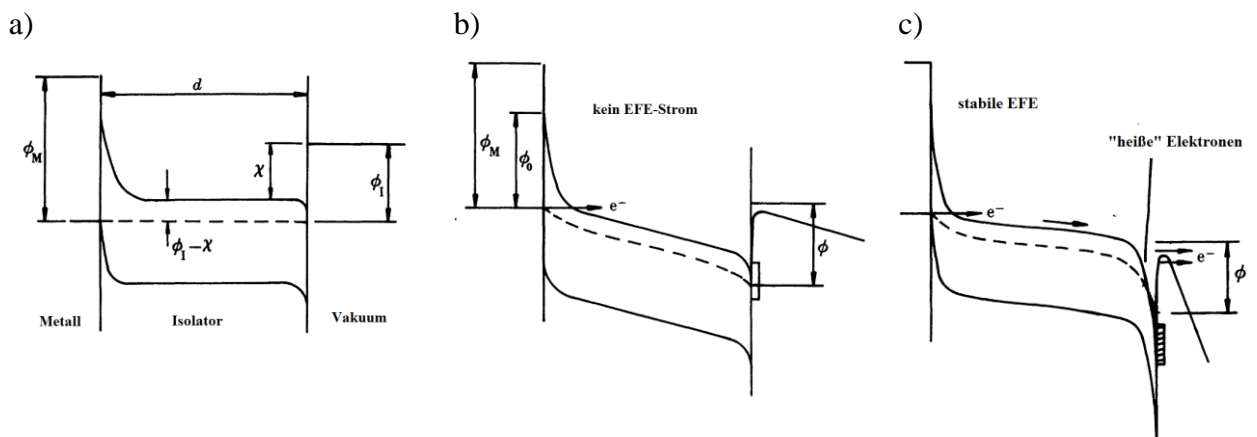


Abbildung 2-4: Banddiagramm einer MIV-Mikrostruktur ohne äußeres elektrisches Feld (a), während der Injektion von Elektronen in den Isolator bei „kleinen“ Feldern (b) und während der Emission von beschleunigten, „heißen“ Elektronen durch die Vakuumbarriere (c) [50].

wird das äußere Feld zunächst geschwächt und der Prozess kommt zum Erliegen. Erst eine weitere Erhöhung des elektrischen Feldes führt dazu, dass die Potentialbarriere am MI-Übergang so dünn wird, dass Elektronen aus dem Metall in das Leitungsband des Isolators tunneln können (Abbildung 2-4b). Für eine Potentialbarrierenhöhe $\varphi_0 = 1 \text{ eV}$ bei einem elektrischen Feld innerhalb der isolierenden Schicht von $E/\varepsilon_r = 100 \text{ MV m}^{-1}$ liegt die Tunnelstromdichte in der Größenordnung $j \sim 1 \text{ pA } \mu\text{m}^{-2}$ [25]. Dabei ist ε_r die relative Permittivität des Isolators.

Da alle Zwischenzustände besetzt sind, können die Elektronen im Leitungsband im Isolator beschleunigt werden, ohne dass sie an diesen gestreut werden, was zu einer Erhöhung der Elektronentemperatur $T_e \sim E/\varepsilon_r$ führt. Die Ansammlung dieser heißen Elektronen an der Vakuumgrenzfläche senkt die Oberflächenbarriere weiter, sodass diese in einem Schwall emittiert werden (Abbildung 2-4c). Durch den teilweisen Abbau der Raumladung kann das elektrische Feld einfacher in den Isolator eindringen und den Injektionsstrom am MI-Übergang erhöhen sowie die Elektronen stärker beschleunigen, was zu einer erneuten Erhöhung des Emissionsstroms am IV-Übergang führt. Schlussendlich kommt es zu einem dynamischen Gleichgewicht, bei dem sich die dynamische Ladungsverteilung so einstellt, dass die größte Ladungsdichte die kürzeste Distanz im Isolator zurücklegen muss. Es bildet sich ein Leitungskanal (LK) in der isolierenden Oxidschicht (IOS) aus, durch den der EFE-Strom zur Vakuumpotentialbarriere fließt und dort emittiert wird. Den $I(E)$ -Zusammenhang für die MIV-EFE berechnete Latham aus der Richardson-Dushman-Gleichung. Es ergibt sich für die EFE solcher Strukturen ebenfalls eine Gerade im FN-Plot. Der resultierende Feldüberhöhungsfaktor $\beta \sim d_{ox}/(\chi\varepsilon_r)$ hängt von den Materialkonstanten ab (χ : Höhe der Oberflächenpotentialbarriere) und nicht von der Emittergeometrie. Die Emission tritt anschließend bei elektrischen Feldern auf, die deutlich kleiner sind als die Feldstärke, die benötigt wurde, um den beschriebenen Prozess in Gang zu setzen.

Der Zustand der Aktivierung hält unter Ultrahochvakuumbedingungen (UHV-Bedingungen) auch dann weiter an, wenn das äußere Feld ausgeschaltet wird. Bei erneuter Anlegung eines elektrischen Feldes kann kein weiterer Aktivierungsprozess festgestellt werden. Dies führte Latham auf stöchiometrische Änderungen innerhalb des LK zurück, die durch Joulesche Erwärmung hervorgerufen wird. Die im Isolator erzeugte Temperaturerhöhung im Leitungskanal berechnete er zu [25]

$$\Delta T = \frac{2I}{\pi K} \cdot \frac{E}{\varepsilon_r} \log\left(\frac{l}{a}\right), \quad (2.15)$$

wobei I der Emissionsstrom ist, K die thermische Leitfähigkeit, l die Dicke des Isolators und a der Durchmesser des Leitungskanals. Für eine dicke Oxidschicht von $l = 1 \mu\text{m}$ und mit $a = 5 \text{ nm}$, $K = 1 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, $E = 150 \text{ MV m}^{-1}$, $\varepsilon_r = 5$ und $I = 15 \mu\text{A}$ erhält man eine Temperaturerhöhung von $\Delta T = 660 \text{ K}$, bei der, sofern die Oberfläche ursprünglich Raumtemperatur hatte, isolierende metallische Oxide reduziert werden können [51]. Die deutlich geringere Dicke von natürlichen metallischen Oxiden sowie EFE-Ströme im Bereich von $I = 1 \text{ nA}$ reichen jedoch nicht für eine signifikante Temperaturerhöhung aus ($\Delta T < 1 \text{ K}$ für $a = 1 \text{ \AA}$). Dennoch wurde die feldinduzierte Aktivierung von Emittern auf solchen Oberflächen mit vergleichbaren EFE-Strömen bei Feldstärken von $E = 50 - 150 \text{ MV m}^{-1}$ nachgewiesen [24,26]. Beobachtungen von Aktivierungen von Feldemittern in supraleitenden Resonatoren [52], bei denen bereits eine leichte Temperaturerhöhung zum lokalen Zusammenbruch der supraleitenden Eigenschaften führen würde (vergleiche Kapitel 3.1), bestätigen ebenfalls, dass die Bildung eines permanenten LK nicht durch eine lokale Erwärmung erklärt werden kann. Vielmehr reicht die kinetische Energie der „heißen“ Elektronen für eine Reduktion der IOS aus. Die mittlere freie Weglänge λ_L der Elektronen in Festkörpern liegt für Energien $E < 10 \text{ eV}$ bei $\lambda_L \sim 10 - 100 \text{ \AA}$ [53] und damit im Bereich von d_{ox} natürlicher metallischer Oxide. Bei Feldern der Größenordnung $E/\varepsilon_r = 100 - 500 \text{ MV m}^{-1}$ erhalten die Elektronen im Mittel damit Energien von einigen eV, die an die Atome im IOL abgegeben wird [54]. Dieser Energiebereich entspricht der Aktivierungsenergien E_a die typischerweise zur Reduktion von metallischen Oxiden notwendig ist [51]. Damit muss das von außen angelegte Feld abhängig von der Permittivität der IOS eine Grenzfeldstärken von $E_{lim} \approx 200 \text{ MV m}^{-1} - 1 \text{ GV m}^{-1}$ zur Bildung eines LK erreichen. Dass eine permanente Aktivierung dennoch bei kleineren Feldstärken erreicht werden kann, liegt an Defekten bzw. Kratzern auf der Oberfläche. Diese sind in der Regel ebenfalls von einer dünnen Oxidschicht bedeckt und bilden eine MIV-Struktur, an der das Feld gemäß der geometrischen Feldüberhöhung

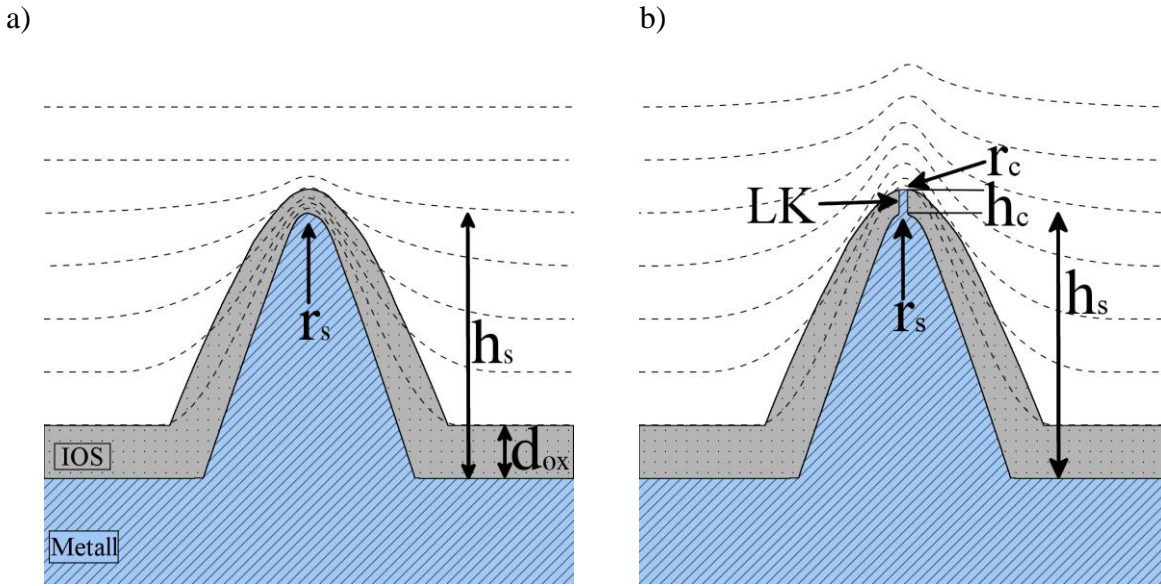


Abbildung 2-5: Äquipotentiallinien für eine MIV-Mikrostruktur mit Höhe h_s und Krümmung r_s (a), die durch Bildung eines Leitungschanals (LK) in einer isolierenden Oxidschicht (IOS, Dicke d_{ox}) mit Höhe h_c und Krümmung r_c an der Spitze aktiviert wird. (b).

$$\beta_{MIV}^{act} = \frac{h_s}{r_s} \quad (2.16)$$

verstärkt wird (Abbildung 2-5a). Dadurch kann die Grenzfeldstärke E_{lim} früher erreicht und der Oberflächendefekt aktiviert werden (Abbildung 2-5b). Das von außen angelegte Feld, bei dem die Bedingung

$$\beta_{MIV}^{act} \cdot E_{act} \geq E_{lim} \quad (2.17)$$

erfüllt ist, nennt man Aktivierungsfeldstärke E_{act} . Der Wert von β_{act}^{MIM} ist eine transiente Größe, die sich durch EFE-Messungen nicht direkt bestimmen lässt, da die Aktivierung unverzüglich erfolgt. Anschließend ändert sich der Feldüberhöhungsfaktor gemäß des Mikrospitzenmodells zu

$$\beta_{MIV}^{on} = \frac{h_s}{r_s} \cdot \frac{h_c}{r_c} \quad (2.18)$$

Mit diesem β_{MIV}^{on} liefert der Emittor gemäß Gleichung (2.9) einen EFE-Strom und der Wert für β_{MIV}^{on} kann aus der Steigung des FN-Plots bestimmt werden. Die Feldstärke, für die nach der Aktivierung eine gewisse Stromstärke I erreicht wird, nennt man die Einsatzfeldstärke E_{on} . Diese liegt niedriger als E_{act} und ein Maß für die Stärke der Aktivierung ist der Feldreduzierungsfaktor [26]

$$\rho = \frac{E_{act}}{E_{on}} . \quad (2.19)$$

Dieser ist per Definition größer als 1. Experimentell können jedoch Abweichungen auftreten, z.B. falls der Emittor durch den EFE-Strom morphologisch verändert wurde und β_{MIV}^{on} sich dadurch von (2.18) unterscheidet.

2.1.3. Aktivierung von Partikelemittoren

Einen ähnlichen Aktivierungseffekt kann man bei metallischen Partikelverschmutzungen auf einer metallischen Oberfläche beobachten, die mit einer natürlichen IOS bedeckt ist. Bei Messungen an künstlichen Kohlefaseremittoren auf flachen Kupfer- und Niob-Oberflächen wurde festgestellt, dass leitende Partikel wie eine Antenne für die elektrischen Feldlinien wirken [55,56]. Diese Partikel bilden auf der Oberfläche eine Metall-Isolator-Metall-Mikrostruktur (MIM-Mikrostruktur) [57] und verstärken das äußere angelegte elektrische Feld in der IOS (Abbildung 2-6a) um den Faktor

$$\beta_{MIM}^{act} = \frac{h_p}{d_{ox}} , \quad (2.20)$$

der experimentell ebenfalls nicht direkt aus EFE-Messungen bestimmt werden kann. Dabei ist h_p die Höhe und d_{ox} die Dicke der IOS unterhalb des Partikels. Diese Feldüberhöhung führt

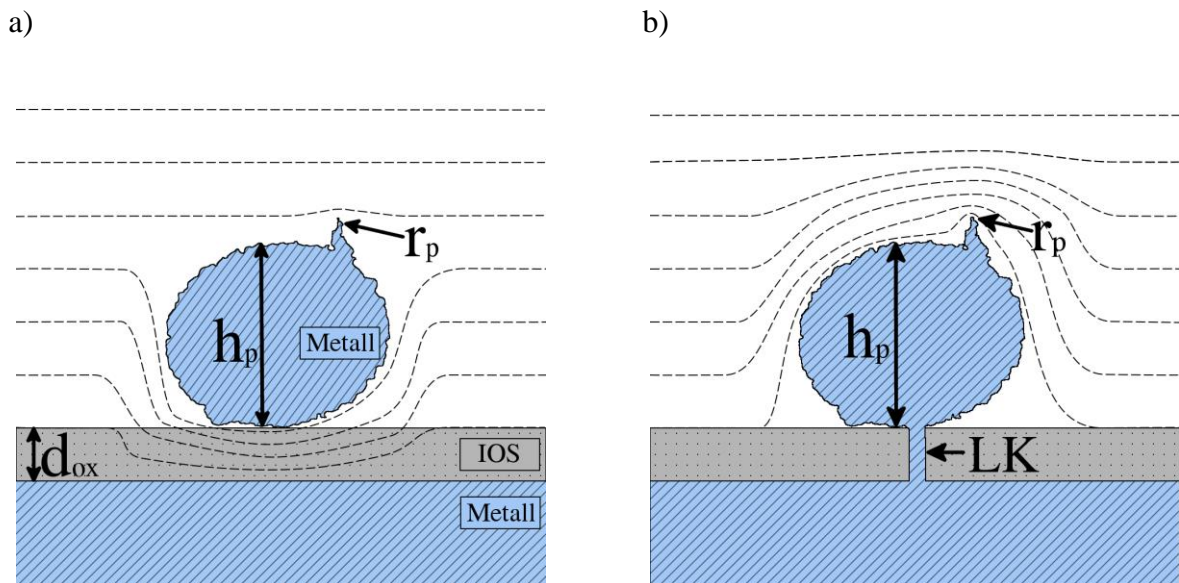


Abbildung 2-6: Äquipotentiallinien für eine MIM-Mikrostruktur (metallisches Partikel) mit Höhe h_p und Krümmung r_p (a), welche durch Bildung eines Leitungskanals (LK) in einer isolierenden Oxidschicht (IOS, Dicke d_{ox}) aktiviert wird (b).

dazu, dass Elektronen aus dem metallischen Festkörper in den Isolator injiziert werden. Diese verursachen die gleichen Mechanismen wie bei der MIV-Aktivierung und führen ebenfalls zur Bildung eines LK in der IOS. Dadurch wird das metallische Partikel leitend mit dem metallischen Festkörper verbunden. Das äußere Feld muss für die Aktivierung hierbei analog zum MIV-Modell für β_{MIM}^{act} die Ungleichung (2.17) erfüllen. Solchen MIM-Mikrostrukturen kann analog zu Kratzern eine Aktivierungsfeldstärke E_{act} zugeordnet werden. Anschließend ändert sich der Feldüberhöhungsfaktor gemäß der geometrischen Feldüberhöhung zu

$$\beta_{MIM}^{on} = \frac{h_p}{r_p} \quad (2.21)$$

und das Partikel liefert gemäß Gleichung (2.9) Strom.

Nach der Aktivierung hat die Oxidschichtdicke d_{ox} für die EFE keine Bedeutung mehr, was experimentell bestätigt wurde [58]. Allerdings wird das Emissionsverhalten von Partikeln stark von ihrem Material beeinflusst. Isolierende Partikel können nur selten zu aktiven Feldemittern werden (< 4%), wogegen leitende Partikel (Ag, Au und Fe) starke EFE zeigen. Einen zusätzlichen Einfluss hat ein isolierendes Oxid, welches nicht das Metallsubstrat, sondern das Partikel bedeckt. Solche Partikel (Ti und Nb) zeigten eine schwächere EFE als Partikel ohne oder mit leitendem Oxid.

Im Gegensatz zu Kratzern gilt für Partikel nicht immer $\rho \geq 1$, da es vorstellbar ist, dass der kleinste Krümmungsradius r_p größer ist als d_{ox} , gerade bei dünnen IOS. Außerdem wurde beobachtet, dass nur ca. 5% aller Partikel auf einer Oberfläche EFE zeigen, ohne dass ein klares Kriterium dafür formuliert werden konnte, wann ein Partikel einen Feldemissionstrom liefert [59]. Eine mögliche Ursache könnte sein, dass bei dünnen IOS (~ einige nm) nur wenige Partikel Werte für r_p aufweisen, die zu einem ausreichend hohen β_{MIM}^{on} nach der Aktivierung führen.

2.1.4. Resonanter Tunneleffekt

Da die EFE auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt basiert, können resonante Tunneleffekte einen signifikanten Einfluss auf den EFE-Strom haben. Der resonante Tunneleffekt tritt in Anwesenheit mehrerer dünner (20–50 Å) Potentialbarrieren auf. Dabei kommt es zu einer Erhöhung des Transmissionskoeffizienten der Elektronen durch alle Barrieren für bestimmte Energien in Abhängigkeit von Art und Anzahl der Barrieren [60]. Auf realen

Metalloberflächen kann dies z.B. durch Adsorbate entstehen, welche üblicherweise die häufigste Erklärung für resonantes Tunneln sind. Selbst unter UHV-Bedingungen ($p \sim 10^{-10}$ mbar) bildet sich auf einer sauberen Oberfläche nach einer Stunde eine Monolage adsorbierter Restgasatome [61], deren Adsorptionsgeschwindigkeit stark von einem angelegten elektrischem Feld beeinflusst wird [62]. Die Adsorption eines einzelnen Sr-Atoms auf einer W-Spitze führte bei EFE-Messungen zu einem Stromanstieg um einen Faktor 5 [63] ohne den geometrischen Feldüberhöhungsfaktor signifikant zu verändern. Adsorbate können in EFE-Messungen zu nicht-linearen FN-Plots, starken Stromschwankungen und unrealistischen Werte für β und S führen [21], die sich während einer Messung gemäß

$$S \sim \exp(\eta / \beta) \quad (2.22)$$

durch schlagartiges Umschalten des Emissionsverhaltens verändern können [64].

Den größten Einfluss haben Adsorbate auf den präexponentiellen Faktor der FN-Gleichung (2.9) und damit auf die Berechnung von S . Der Einfluss von Adsorbaten wurde ursprünglich auf eine Änderung der Austrittsarbeit φ zurückgeführt [32,65]. Simulationen von adsorbierten Einzelatomen auf einer Kupfer(110)-Oberfläche haben eine um $\sim 6\%$ verkleinerte Austrittsarbeit ergeben [66]. Bei konstanter Steigung m_{FN} des FN-Plots und einem um Δb veränderten Achsenabschnitt b_{FN} können die veränderten β_{FN}^{mod} sowie S_{FN}^{mod} aus Gleichung (2.10) und (2.11) mit der relativen Änderung $\varphi^{\text{mod}}/\varphi$ der modifizierten Austrittsarbeit zu

$$\beta_{FN}^{\text{mod}} = \beta_{FN} \cdot \left(\frac{\varphi^{\text{mod}}}{\varphi} \right)^{3/2} \quad S_{FN}^{\text{mod}} = S_{FN} \cdot \exp(\Delta b) \cdot \left(\frac{\varphi}{\varphi^{\text{mod}}} \right)^2 \quad (2.23)$$

berechnet werden. Diese Betrachtung zeigt, dass eine Änderung der Austrittsarbeit nicht ausreichen kann, um S über mehrere Größenordnung zu verändern, wie es experimentell beobachtet wurde [23,24,37]. Somit kann ein alleiniger Einfluss der durch Adsorbate veränderten Austrittsarbeit φ ausgeschlossen werden [67].

Dies zeigt deutlich, dass die modifizierte FN-Gleichung (2.9) mit einer einfachen Feldüberhöhung auf einer metallischen Oberfläche für den Fall einer Adsorbatbedeckung nicht mehr angewendet werden darf. Eine erste alternative theoretische Erklärung der EFE durch ein Adsorbatatom wurde von C.B. Duke und M.E. Alferieff entwickelt [68]. Der Potentialverlauf

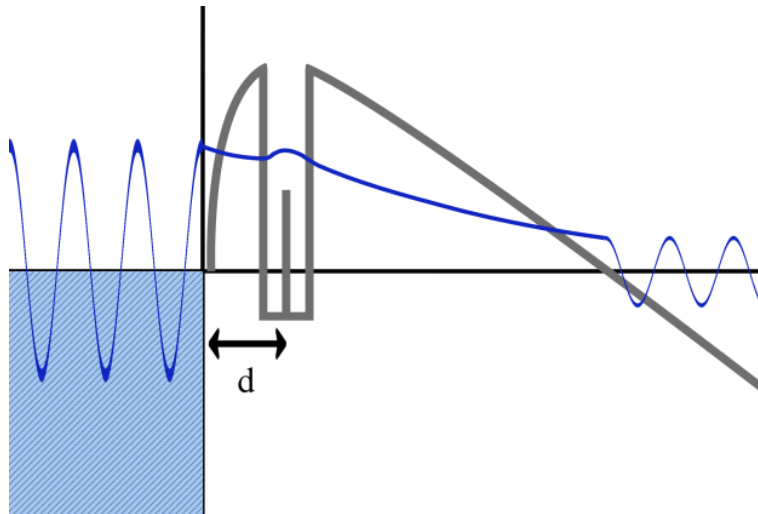


Abbildung 2-7: Schematische Darstellung des durch ein Adsorbatatom im Abstand d zur Oberfläche veränderten Potentialverlaufes aus Abbildung 2-1 (nach [68]).

der FN-Theorie wird dabei dadurch modifiziert, dass ein Adsorbatatom auf der Oberfläche platziert wird, wodurch ein Potentialtopf im Abstand d entsteht. In der Mitte dieses Topfes befindet sich ein abstoßendes δ -Potential des positiven Ionenkerns (Abbildung 2-7). Berechnungen der Transmissionswahrscheinlichkeit durch ein solches Potential ohne Berücksichtigung des Spiegelladungseffekts haben gezeigt, dass breite Resonanzen in der Tunnelwahrscheinlichkeit abhängig von der Elektronenenergie entstehen. Liegen die Zustände im Potential des Adsorbates im Bereich der Fermi-Energie W_F , führt dies zu einer Verstärkung des EFE-Stroms und im umgekehrten Fall bzw. wenn das Potential des Adsorbates keine gebundene Zustände hat, zu einer Reduzierung. Die Änderung der Fitparameter β und S , basierend auf der theoretischen Betrachtung durch Duke und Alferieff, wurde für verschiedene Bedeckungsgrade von Adsorbaten durch numerische Berechnungen bestätigt [23].

Allerdings können ähnliche Potentialbarrieren ebenfalls durch Oberflächenoxide entstehen. Fehlstellen erzeugen lokalisierte Elektronenzustände, die im Falle ausreichend dünner Oxidschichten (1–3 nm) mit den Leitungselektronen im metallischen Festkörper hybridisieren. Dies führt zu einer resonant verstärkten Zustandsdichte, die sogar höher als im Metall ist und einen starken resonanten Tunnelstrom verursacht. Dieser weist neben der erwarteten Feldstärkenabhängigkeit auch eine starke Abhängigkeit von der Temperatur auf [22].

2.1.5. Einfluss des elektrischen Feldes auf Metalloberflächen

Setzt man Metalloberflächen hohen elektrischen Feldern aus, kann dies zu topographischen Änderungen führen, die unter Umständen die Bildung von zusätzlichen Feldemittern verursacht. Bereits ab Oberflächenfeldstärken von $E = 60 \text{ MV m}^{-1}$ treten elastische Deformationen an Nb-Oberflächen auf [69]. Diese führen mit einer Höhe von $\leq 15 \text{ nm}$ und einem Krümmungsradius von $r \sim 500 \mu\text{m}$ jedoch nicht zu signifikanten Feldüberhöhungsfaktoren. Nach Ausschalten des elektrischen Feldes verschwinden diese Deformationen wieder. Simulationen der Molekulardynamik von Kupfer haben gezeigt, dass sich permanente Oberflächendefekte durch den von Oberflächenladungen induzierten Stress erst ab sehr hohen Feldstärken im Bereich von $E > 20 \text{ GV m}^{-1}$ bilden können [70–72]. Voraussetzung ist die Anwesenheit eines Hohlraums (Durchmesser $\sim 30 \text{ \AA}$) nahe der Oberfläche (Tiefe $\sim 10 \text{ \AA}$), an dem sich Kristallfehlstellen durch Nukleation ansammeln können. Des Weiteren können Veränderungen in der Form einer Spitze auf einer Oberfläche auftreten, die durch das elektrische Feld verursacht werden. Die Simulation einer Oberflächenspitze (Höhe und Breite = 1 nm) auf einer Cu-Oberfläche hat bei einer Feldstärke von $E = 8 \text{ GV m}^{-1}$ zu einer Verkleinerung des Krümmungsradius um den Faktor 10 durch Abdampfung einzelner Atome geführt [70].

Ein weiterer Effekt tritt auf, wenn das elektrische Feld einen EFE-Stromfluss mit hohen Stromdichten verursacht. Dabei kann es zur Elektromigration kommen, d.h. ein Massetransport an der Oberfläche [73–75]. Diese kann bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur der meisten Metalle beobachtet werden, also bevor ein Spitzenemitter seine Form durch Aufschmelzen verändert. Die dafür benötigte Stromdichte ($j \sim 10^8 \text{ A m}^{-2}$) kann von scharfen Emittlern mit $S = 10^{-5} \mu\text{m}^2$ bereits bei $I_{FN} = 1 \text{ nA}$ erreicht werden. Da sich die Metallionen bei der Elektromigration in Stromrichtung bewegen, können Spitzenemitter sowohl höher als auch dünner werden. Der vergrößerte β -Wert führt wiederum zu einer Stromerhöhung, die die Mobilität der Metallionen steigert. Dieser selbstverstärkende Prozess kann zur Zerstörung des Emitters führen [76].

2.2. Statistisches Modell für die EFE-Aktivierung auf metallischen Oberflächen

Feldemissionsmessungen mit anschließender Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDS) haben gezeigt, dass die EFE von metallischen Oberflächen hauptsächlich von aktivierbaren Oberflächendefekten und Partikeln dominiert wird [26,77–79]. Auch wenn die Emitteranzahldichte pro Flächeneinheit N merklich durch verschiedene Oberflächenreinigungen reduziert werden kann [14,80,81], steigt N stark mit zunehmendem Aktivierungsfeld E_{act} . Messungen auf polykristallinem Nb zeigen einen exponentialartigen Anstieg von $N(E_{act})$ [24].

Solche EFE-Messungen werden typischerweise an kleinen Flächen ($< 1 \text{ cm}^{-2}$) und bei hohen Feldstärken durchgeführt. Deshalb wird ein Skalierungsgesetz für $N(E_{act})$ benötigt, um die Anzahl von aktiven Feldemittern in Beschleunigungsstrukturen basierend auf Probenmessungen abschätzen zu können. Das erste statistische EFE-Modell wurde von H. Padamsee für die Simulation der Elektronenbelastung in supraleitenden Beschleunigungsstrukturen eingeführt, basierend auf empirischen Verteilungsfunktion für β und S [82,83]. Dabei werden ein exponentiell abfallendes $N(\beta)$ und ein gaußförmiges $N(\log S)$ angenommen. Für ein konstantes N wurden Feldemitter zufällig auf der inneren Oberfläche einer Beschleunigungsstruktur platziert. Die sich daraus ergebenden Elektronentrajektorien sowie die in die Wände abgegebene Leistung konnten mit Hilfe der Feldverteilung innerhalb der Struktur abhängig vom Beschleunigungsgradienten E_{acc} berechnet werden. Jedoch berücksichtigte dieses Modell weder den Aktivierungseffekt noch gibt es die benötigte Skalierungsfunktion $N(E_{act})$ an.

Zur Berechnung von $N(E_{act})$ für aktivierbare Oberflächendefekten und Partikel betrachtet man zunächst analog zu (2.17) die Bedingung

$$\beta^{act} \cdot E_{act} \geq E_{lim}, \quad (2.24)$$

die für beide Typen von Emitttern gültig ist. Berücksichtigt man alle Emitter, die diese Bedingung für ein bestimmtes E_{act} erfüllen, kann der Wert von N durch Lösen des Integrals

$$N(E_{act}) = \int_{E_{lim}/E_{act}}^{\infty} N(\beta^{act}) d\beta^{act} \quad (2.25)$$

berechnet werden. Die Verteilungsfunktion $N(\beta^{act})$ für reale Oberflächendefekte und Partikel auf einer Metalloberfläche ist unbekannt, jedoch ist es zunächst realistisch, zwei unabhängige Funktionen $N(\beta_{MIV}^{act})$ und $N(\beta_{MIM}^{act})$ anzunehmen. Die zur Berechnung von β^{act} benötigten Größen aller relevanten Oberflächenmerkmale (h_s , r_s , h_p und d_{ox}) können nur schwer ermittelt werden, was eine direkte Bestimmung der Verteilungsfunktionen unmöglich macht. Dennoch können diese, basierend auf der Rauheit und Sauberkeit der Oberfläche, zumindest abgeschätzt werden.

Ein Maß für die Verteilung von Oberflächendefekten verschiedener lateraler Ausdehnungen ist durch die spektrale Leistungsdichte (engl.: *power spectral density, PSD*) gegeben, die eine Funktion der Ortsfrequenz f_x ist [84–86]. Für flache Oberflächen kann die PSD in drei verschiedene Anteile (fraktal, K-Korrelation und Gaußförmig) zerlegt werden, von denen für scharfe Strukturen ($r_s < 10 \mu\text{m}$) nur der fraktale Anteil dominiert [87]. Unter den Annahmen $r_s^{-1} \sim f_x$ und $h_s \approx \text{const.}$ erhält man

$$N(\beta_{MIV}^{act}) \sim \text{PSD}(r_s^{-1}) = N_s^{tot} \cdot \frac{K}{(\beta_{MIV}^{act})^n} \quad (2.26)$$

mit den von der Rauheit abhängigen Parametern K und n sowie der Normalisierungskonstante N_s^{tot} .

Die Höhenverteilung von Partikeln $f_p(h_p)$ auf einer Oberfläche wird von der Sauberkeit der Luft während ihrer Präparation bestimmt. Für die Beschreibung der Partikelgrößen in der Luft wird üblicherweise die logarithmische Normalverteilung angenommen [88]. Unter der Annahme eines konstanten d_{ox} und der Substitution $h_p = \beta_{MIM}^{act} \cdot d_{ox}$ gemäß (2.20) erhält man

$$N(\beta_{MIM}^{act}) \sim f_p(h_p) = \frac{N_p^{tot}}{\sqrt{2\pi\sigma_p} \cdot \beta_{MIM}^{act} \cdot d_{ox}} \exp\left(-\frac{(\ln(\beta_{MIM}^{act} \cdot d_{ox}) - \mu_p)^2}{2\sigma_p^2}\right) \quad (2.27)$$

mit den Parametern μ_p und σ_p , die durch die Oberflächensauberkeit bestimmt werden, sowie der Normalisierungskonstante N_p^{tot} .

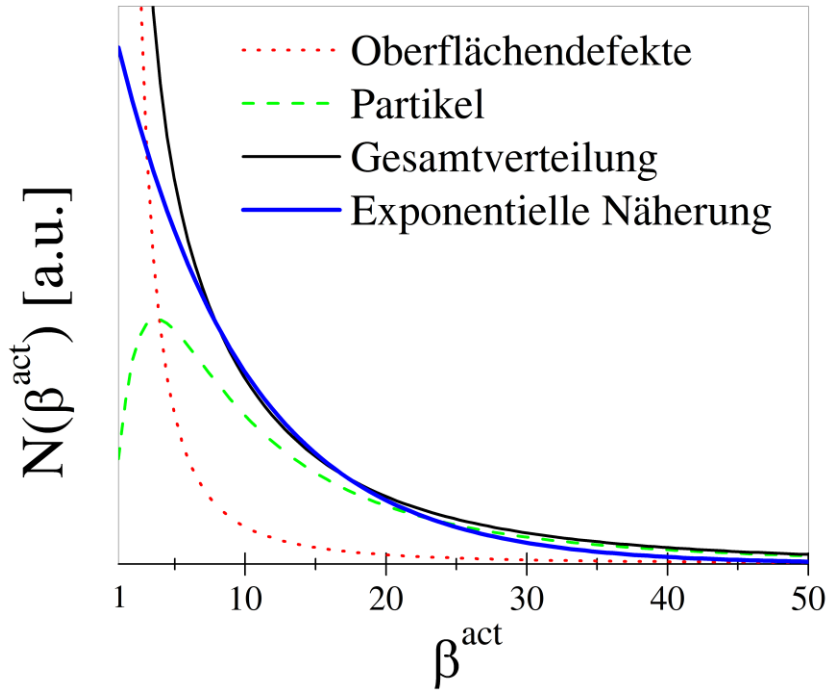


Abbildung 2-8: Schematischer Verlauf der abgeschätzten Verteilungsfunktion des Aktivierungsfeldüberhöhungsfaktor $\beta^{act} \geq 1$ für Oberflächendefekte sowie für Partikel. Die gleichgewichtete Gesamtverteilung $N(\beta^{act})$ kann durch eine Exponentialverteilung angenähert werden.

Sofern sowohl Oberflächendefekte als auch Partikel gleichermaßen als Grund für EFE gefunden werden, kann man die gleichgewichtete Summe von (2.26) und (2.27), die in Abbildung 2-8 gezeigt ist, zur Lösung des Integrals (2.25) verwendet werden. Eine ausreichend gute Näherung für den resultieren Gesamtverlauf ist die Exponentialverteilung

$$N(\beta^{act}) = N_0 \cdot \exp(-c_s \cdot \beta^{act}), \quad (2.28)$$

wie in Abbildung 2-8 gezeigt. Hier ist N_0 eine von beiden Typen von Emittoren beeinflusste Normalisierungskonstante. Der Exponentialfaktor c_s hängt stark von der Rauheit und Sauberkeit der Oberfläche ab. Dass die Annahme einer solchen Exponentialverteilung vernünftig ist, zeigen die Resultate des Modells von H. Padamsee, das gute Übereinstimmung mit Messungen von supraleitenden Hohlraumresonatoren liefert [82]. Darüber hinaus haben direkte Messungen von $N(\beta)$ auf zufällig gewachsenen, dünnen Schichten von Kohlenstoff-Nanoröhrchen einen exponentiellen Verlauf für $\beta > 100$ bestätigt [89].

Die Kombination von (2.25) mit (2.28) führt zu

$$N(E_{act}) = N_{tot} \cdot \exp(c_s) \cdot \exp\left(-c_s \frac{E_{lim}}{E_{act}}\right) \quad (2.29)$$

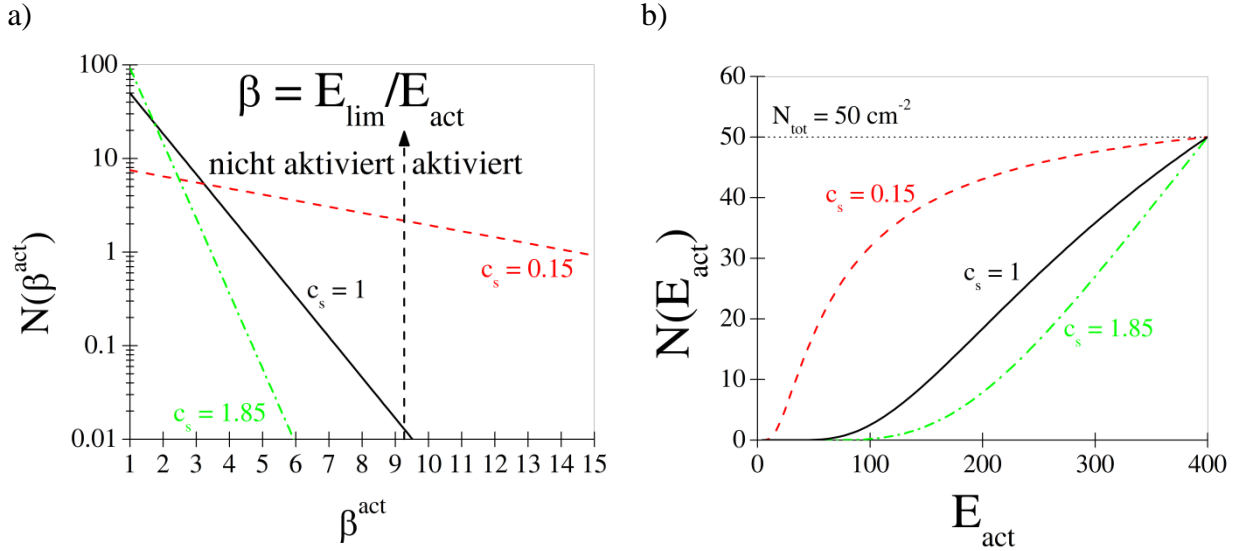


Abbildung 2-9: Abhängigkeit der Emitteranzahldichte N vom Aktivierungsfeldüberhöhungsfaktor β^{act} (a) und der Aktivierungsfeldstärke E_{act} (b) für verschiedene Werte des Parameters c_s des statistischen Modells und für $N_{tot} = 50 \text{ cm}^{-2}$ und $E_{lim} = 400 \text{ MV m}^{-1}$.

mit der Gesamtdichte N_{tot} aller potentiell aktivierbaren Emitter, die mit N_0 und c_s gemäß

$$N_{tot} = N_0 \int_1^{\infty} \exp(-c_s \beta^{act}) d\beta^{act} = \frac{N_0}{c_s} \cdot \exp(-c_s) \quad (2.30)$$

verknüpft ist. Die resultierenden Verläufe von (2.28) und (2.29) für vorgegebene feste Werte von E_{lim} und N_{tot} sowie verschiedene c_s sind in Abbildung 2-9 gezeigt. Bei kleinen Feldstärken beginnt $N(E_{act})$, wie erwartet, bei $N=0$, was ein klarer Vorteil gegenüber einer rein exponentiellen Feldabhängigkeit ist. Mit wachsender Feldstärke steigt $N(E_{act})$ ähnlich stark wie eine Exponentialfunktion, sättigt aber nach dem Wendepunkt bei $E_{act}^W = c_s \cdot E_{lim} / 2$, bis N_{tot} bei $E_{act} = E_{lim}$ erreicht ist. An diesem Punkt sind alle potentiellen Emitter aktiviert. Abhängig von den Parametern c_s und E_{lim} kann es passieren, dass $E_{act}^W \geq E_{lim}$ und die Sättigung bis zur Aktivierung aller Emitter in EFE-Messungen nicht beobachtet werden kann. Messungen von $N(E_{act})$ sollten mit der durch die Linearisierung von (2.29) erhaltenen Funktion

$$\log_{10}(N(E_{act})) = A + B \cdot E^{-1} \quad (2.31)$$

mit

$$A = (\ln(N_{tot}) + c_s) / \ln(10) \quad (2.32)$$

und

$$B = -c_s \cdot E_{lim} / \ln(10) \quad (2.33)$$

gefittet werden.

Diese Fitparameter können genutzt werden, um die Oberflächenbedingungen von verschiedenen Proben zu vergleichen. Da parasitäre EFE erst bei so hohen Feldstärken wie möglich auftreten soll, lässt sich direkt aus Abbildung 2-9b ableiten, dass die Gesamtanzahldichte aller potentiell aktivierbaren Emitter N_{tot} klein sein sollte. Dies kann man durch Minimierung der potentiellen Emissionsstellen erreichen, z.B. durch gründliche Reinigungsverfahren und Oberflächenpolituren. Die Emitter, die sich trotz solch gründlicher Oberflächenbehandlung nicht vermeiden lassen, sollten einen möglichst kleinen Aktivierungsfeldüberhöhungsfaktor β^{act} aufweisen. Demnach ist für die parasitäre EFE ein großer Exponentialfaktor c_s günstig (Abbildung 2-9a), was zu einer kleinen Steigung B führt. Für den y-Achsenabschnitt A ist eine solche Angabe schwieriger, da sich ein großes c_s und eine kleines N_{tot} gegensätzlich auf A auswirken und sich selbst starke Änderungen dieser Parameter aufheben könnten. Kennt man jedoch den Wert für die Grenzfeldstärke E_{lim} des relevanten Oberflächenoxids, kann man N_{tot} aus (2.32) und (2.33) direkt bestimmen. Schlussendlich kann man den Verlauf der Verteilung $N(\beta^{act})$ durch Berechnung von N_0 mit (2.30) angeben und für Vergleiche von verschiedenen Oberflächen heranziehen.

3. Parasitäre Feldemission in Teilchenbeschleunigern

Die Forschung im Bereich der Elementarteilchenphysik und die damit einhergehende Suche neuer Teilchen und Kräfte bei Energien zwischen 100 GeV und einigen TeV erfordert die Entwicklung neuer Teilchenbeschleuniger, die entsprechende Schwerpunktsenergien S_E erreichen. Bemerkenswerte Beispiele für diese Entwicklung sind die Linearbeschleunigerprojekte „*International Linear Collider*“ (ILC, $S_E \approx 200-1000$ GeV) [1] und „*Compact Linear Collider*“ (CLIC, $S_E \approx 3$ TeV) [2], die sich zur Zeit in der Entwicklungsphase befinden. Eine weitere bedeutende Anwendung sind Freie-Elektronen-Laser (FEL) [90] zur Produktion hochbrillanter Röntgenstrahlung für Forschungszwecke. Zwei bemerkenswerte Beispiele sind der „*European X-ray Free Electron Laser*“ (EXFEL) [3] und der Energie-Rückgewinnungs-Linearbeschleuniger „*Berlin Energy Recovery Linac Project*“ (bERLinPro) [4].

Es ist wohlbekannt, dass die parasitäre EFE die erreichbaren Beschleunigungsfeldstärken sowohl in supraleitenden [91] als auch in normalleitenden [92] Beschleunigern limitiert. Diese können entweder in den Beschleunigungsstrukturen oder bei der Elektronenstrahlerzeugung auftreten. Die feldstärkebegrenzenden Folgen der EFE sind dabei grundverschieden. In den folgenden Abschnitten soll kurz auf grundlegende Eigenschaften der unterschiedlichen Beschleunigerkomponenten und die daraus resultierende Bedeutung der parasitären EFE für diese beschrieben werden.

3.1. Supraleitende Beschleunigungsstrukturen

Für die Beschleunigung geladener Teilchen (z.B. Elektronen), die sich bereits mit einer Geschwindigkeit $v \approx c$ nahe der Lichtgeschwindigkeit fortbewegen werden Hohlraumresonatoren (oder Kavitäten) mit einer Resonanzfrequenz im Mikrowellenbereich verwendet [93]. Ein Beispiel für die Form einer solchen rotationssymmetrischen Struktur ist in Abbildung 3-1a gezeigt. Typischerweise werden mehrzellige Kavitäten benutzt, bei denen das elektromagnetische Feld in benachbarten Zellen gegenphasig schwingt - der sogenannte π -Mode. Durch korrekte Wahl der Länge und Frequenz der Kavitäten erreicht man, dass die Elektronen ausschließlich ein beschleunigendes Feld E_{acc} erleben und erhält so einen permanenten Energiezuwachs.

Ein Teil der Hochfrequenzleistung, die für die Anregung der resonanten elektromagnetischen Welle in die Kavität geführt wird, geht aus verschiedenen Gründen verloren. Ein Maß für diese

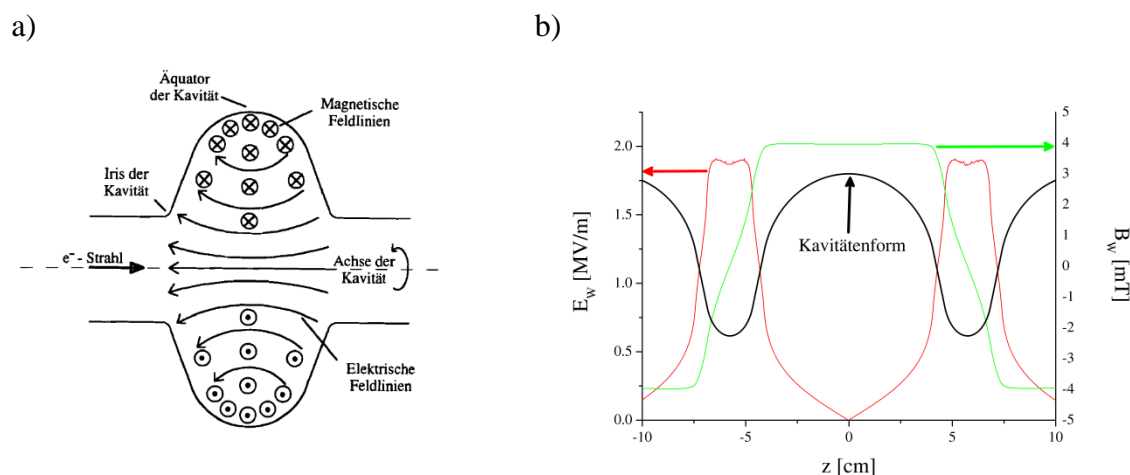


Abbildung 3-1: Typische Geometrie eines einzelligen supraleitenden Resonators mit elektrischen und magnetischen Feldlinien [94](a) sowie die Stärke des elektrischen Feldes (E_w , rot) und der magnetischen Flussdichte (B_w , grün) auf der Resonatoroberfläche einer EXFEL-Struktur mit einer Form wie in (a) in Abhängigkeit von der Strahlachse z normiert auf $E_{acc} = 1 \text{ MV m}^{-1}$ (b , berechnet mit SUPERFISH [95], $z = 0$ am Äquator).

Verluste ist die Güte Q . Betrachtet man ausschließlich die Verluste in der Resonatorwand, spricht man von der unbelasteten Güte

$$Q_0 = \frac{\omega U_L}{P_{diss}} = \frac{G}{R_s}, \quad (2.34)$$

die proportional zum Verhältnis des Produktes von gespeicherter Energie U_L und der Kreisfrequenz ω des elektrischen Feldes zum Leistungsverlustverlust P_{diss} ist. Alternativ kann Q_0 als Verhältnis einer frequenzunabhängigen Geometrie konstante G der Kavität zum Oberflächenwiderstand R_s beschrieben werden [94]. Aktuelle Strukturen zeigen üblicherweise $G = 200 - 300 \Omega$ [96,97]. Um hohe Güten zu erreichen, muss demnach R_s minimiert werden. Dabei zeigt sich deutlich der Vorteil supraleitender Strukturen, mit denen im Vergleich zu normalleitenden Strukturen sehr kleine Werte für R_s realisiert werden können.

Eine erste theoretische Beschreibung der Supraleitung und damit die Grundlage für das Verständnis von R_s wurde von J. Bardeen, L.N. Cooper und J.R. Schrieffer (BCS-Theorie) veröffentlicht [98]. Unterhalb einer Sprungtemperatur T_c beginnen ein Teil der Elektronen Cooper-Paare zu bilden, deren Anteil antiproportional zu T steigt, bis am absoluten Nullpunkt keine freien Elektronen mehr vorhanden sind. Diese Cooper-Paare tragen zum verlustfreien Stromfluss bei, während die bei endlichem T noch vorhandenen freien Elektronen inaktiv sind. Im Hochfrequenzfeld führt die Trägheit der Cooper-Paare allerdings dazu, dass das äußere Feld nicht vollständig abgeschirmt wird. Das magnetische Feld kann in die Oberfläche eindringen

(Eindringtiefe 40–100 nm [99]) und induziert ein elektrisches Feld, welches die „normalleitenden“ freien Elektronen beschleunigt oder verlangsamt. Dadurch entstehen elektrische Verluste in der Oberfläche, die zu einem endlichen $R_s = R_{BCS}(T) + R_{res}$ führen [100]. $R_{BCS}(T)$ entspricht dem beschriebenen Hochfrequenzwiderstand und R_{res} einem temperaturunabhängigem Restwiderstand, der durch normalleitende Defekte, Verluste in magnetischen oder dielektrischen Oberflächenschichten sowie während des Übergangs in die supraleitende Phase eingefrorenen magnetischen Fluss verursacht wird [94,101]. Aktuelle supraleitende Strukturen werden üblicherweise aus Nb hergestellt [1,3,4], das die höchste Sprungtemperatur $T_c = 9.09–9.465$ K [102] aller Metalle aufweist. Für typische Nb-Resonatoroberflächen erhält man bei $T = 2$ K und einer Frequenz von 1.5 GHz ein $R_s \approx 20$ n Ω [93,103], was eine Güte im Bereich von $Q_0 \sim 10^{10}$ für solche Strukturen erreichbar werden lässt.

Trotz dieser theoretisch erreichbaren hohen Güten kann E_{acc} für supraleitende Strukturen nicht beliebig erhöht werden. Abbildung 3-1b zeigt die durch das Hochfrequenzfeld induzierten elektrischen und magnetischen Felder auf der Oberfläche eines Resonators am Beispiel einer EXFEL-Struktur. Erreicht das magnetische Feld am Äquator einen kritischen Grenzwert, kommt es zu einem lokalen Zusammenbruch der Supraleitung. Der dadurch stark gestiegene Oberflächenwiderstand führt zu einer Erwärmung des Materials und zur Ausbreitung des normalleitenden Gebiets. Diese sukzessive Erhöhung der Verluste verursacht schlagartig einen Quench des Resonators, also einen Abfall von Q_0 um mehrere Größenordnungen. Der kritische magnetische Fluss für Nb bei $T = 0$ K liegt bei $B_c = 200$ mT [104], was für die Beschleunigungsstruktur aus Abbildung 3-1 zu einer theoretischen Begrenzung von $E_{acc} \leq 50$ MV m $^{-1}$ führt. Bei Beschleunigungsfeldstärken unterhalb dieser Grenze kann ein Quench durch magnetische Feldüberhöhung [105] oder normalleitenden Materialeinschlüssen in Äquatornähe verursacht werden, wo das magnetische Feld am stärksten ist. Letztere können durch Verwendung möglichst reinen Materials minimiert werden, das ein hohes Restwiderstandsverhältnis („*residual resistivity ratio*“, RRR) besitzt, definiert durch

$$RRR = \frac{\text{Widerstand bei } T = 300 \text{ K}}{\text{Widerstand bei } T = 4.2 \text{ K (Normalleitung)}} . \quad (2.35)$$

Typischerweise benutzt man aktuell Nb mit $RRR > 250$.

Der zweite E_{acc} -begrenzende Effekt ist die parasitäre EFE. Die Spitzenfelder E_{peak} an der Iris einer Kavität sind für aktuelle Designs um einen Faktor $E_{peak}/E_{acc} \approx 1.96-2.56$ höher als die Beschleunigungsfelder [106–108] (Abbildung 3-1b). Die emittierten Elektronen führen zu einer zusätzlichen Verlustleistung

$$P_{EFE} = I_{FN} \cdot \int E ds \quad (2.36)$$

entlang ihrer Trajektorie innerhalb der Kavität. Diese hängt vom Ort des Feldemitters auf der Resonatoroberfläche (Abbildung 3-2) und dem Zeitpunkt der Emission innerhalb der Hochfrequenzphase ab. Die Begrenzung von E_{acc} durch die EFE wird entweder durch Aufnahme der zur Verfügung stehenden Hochfrequenzleistung oder durch einen Quench verursacht [101], induziert von der Wärme am Aufprallort der Elektronen. Typischerweise erreichen die parasitär emittierten Elektronen Energien der Größenordnung $E \approx 10^7$ eV [109], was für $I_{FN} = 1 \mu A$ zu Verlustleistungen von $P_{EFE} \sim 10$ W führen kann. Für den EXFEL wird eine Hochfrequenzleistung von $P = 122$ kW [3] pro Kavität verwendet, was im Falle von EFE zu einer deutlich reduzierten Güte von $Q_0 \approx 10^4$ führt, die weit unterhalb der Designgüte von $Q_0 = 10^{10}$ liegt.

Qualitätsprüfungen während der Massenproduktion der Beschleunigungsstrukturen für den EXFEL haben ergeben, dass rund 20% aller Kavitäten bei $E_{acc} \leq 20$ MV m⁻¹ ($E_{peak}/E_{acc} \approx 1.98$) EFE aufwiesen, die außerhalb der Kavität zu einer messbaren Röntgenstrahlung von mehr als

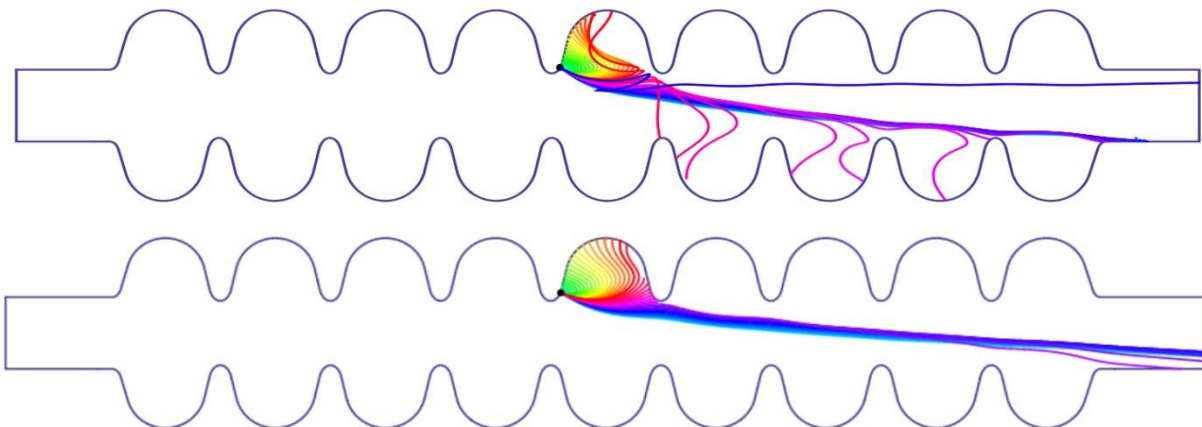


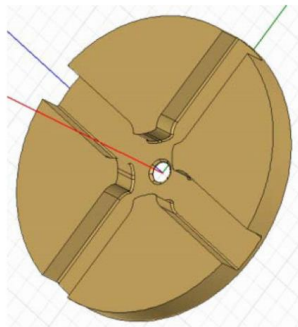
Abbildung 3-2: Berechnete Trajektorien feldemittierter Elektronen mit zwei leicht unterschiedlichen Emissionsorten. Der Emissionsort in der oberen Simulation liegt näher an der Iris [109].

$0,012 \text{ mGy min}^{-1}$ führte und dadurch eine nachträgliche Reinigung und somit einen zusätzlichen Produktionsschritt nötig machte [9]. Damit ist die parasitäre EFE die dominierende Feldstärkebegrenzung der aktuellen EXFEL-Beschleunigungsstrukturen. Der erhöhte Gradient für den ILC von $E_{acc} = 35 \text{ MV m}^{-1}$ bei gleicher Kavitätenform wie für den EXFEL wird das Problem noch verstärken. Darüber hinaus werden alternative Kavitätenformen mit reduziertem Magnetfeld diskutiert, um höhere Beschleunigungsgradienten erreichen zu können, was zu einem höherem E_{peak} führt [97]. Ein genaues Verständnis der EFE von für Beschleunigungsstrukturen typischen Oberflächen ist damit wichtig für die Reduzierung der EFE für aktuelle und zukünftige supraleitende Beschleuniger.

3.2. Normalleitende Beschleunigungsstrukturen

Normalleitende Beschleunigungsstrukturen erreichen aufgrund ihres höheren $R_s \sim \text{m}\Omega$ nur weitaus niedrigere Werte für $Q_0 \approx 10^4$. Die erhöhten Verluste führen zu einer Erwärmung der Resonatoroberfläche, die nur eine kurz gepulste Anwendung bei einer Wiederholrate von 50–100 Hz erlaubt. Allerdings entfällt für diese Kavitäten die fundamentale Begrenzung für E_{acc} durch das magnetische Feld. Deswegen werden normalleitende Kavitäten, die typischerweise aus Kupfer hergestellt werden, trotz der hohen Verluste vielfältig eingesetzt [2,110–112]. Ein wichtiges Beispiel ist die Wanderwellenbeschleunigungsstruktur des CLIC aus Abbildung 3-3, in der $E_{acc} = 100 \text{ MV m}^{-1}$ bei einer Resonanzfrequenz von 12 GHz und einer Pulsdauer von $t_{puls} = 240 \text{ ns}$ erreicht werden soll. Dabei entstehen extrem hohe elektrische Felder an der Irisoberfläche von $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$, die zu einer großen Anzahl an aktivierten Feldemittern führen kann.

a)



b)

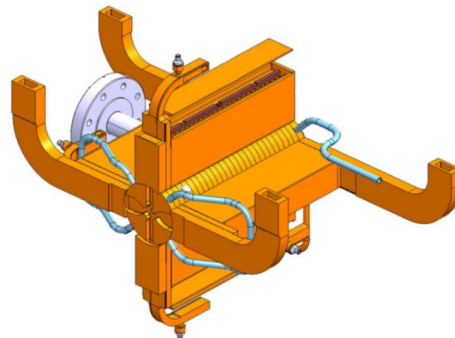


Abbildung 3-3: Zellgeometrie der CLIC-Beschleunigungsstruktur mit einem Irisdurchmesser $r_{Iris} = 2,35 - 3,15 \text{ mm}$ (a) und vollständige Beschleunigungsstruktur aus 26 Zellen (b) [2].

Die Verlustleistung, die diese Feldemitter verursachen, spielt für normalleitende Struktur aufgrund des geringen Q_0 keine Rolle. Vielmehr kann die EFE einen Spannungsdurchschlag (BD) verursachen, wie in Abbildung 3-4 im sog. klassischen BD-Modell dargestellt [113,114]. Der EFE-Strom erwärmt die Spitze eines Feldemitters soweit, dass Material von dieser abdampfen kann. Der Elektronenfluss durch dieses Material zündet ein Plasma und führt schließlich zum BD. Durch den Druck der positiven Ionen auf das durch den BD geschmolzene Material am Emissionsort entsteht anschließend ein Krater, der typischerweise neue potentielle Feldemitter aufweist und zu erneuten BDs führen kann.

Ein BD kann zu einem Verlust des anwesenden Strahls führen, wodurch die erreichbare Luminosität und damit die detektierbare Ereignisrate eines Beschleunigers begrenzt wird. Um eine ausreichende Luminosität zu erhalten, liegt der für CLIC festgelegte Grenzwert für durch BDs verlorene Pulse bei 1% [2]. Da die effektive Beschleunigungslänge $\sim 3 \cdot 10^4$ m beträgt, ist die Spannungsdurchschlagsrate (sog. *breakdown rate*, BDR) damit auf $3 \cdot 10^{-7}$ BDs(Puls \times m) $^{-1}$ begrenzt. Darüber hinaus können BDs zu ernsthaften Beschädigungen der Kavitäten führen. An der Iris einer CLIC-Struktur wurde z.B. ein Materialabtrag von bis zu 20 μ m beobachtet (Abbildung 3-5a), der zu einer fehlerhaften Phasenverschiebung in benachbarten Zellen von einigen 10° führte [92]. Solche Schäden an der Resonatoroberfläche treten während der Konditionierung solcher Strukturen auf. Dabei werden sowohl E_{acc} als auch die Pulsdauer

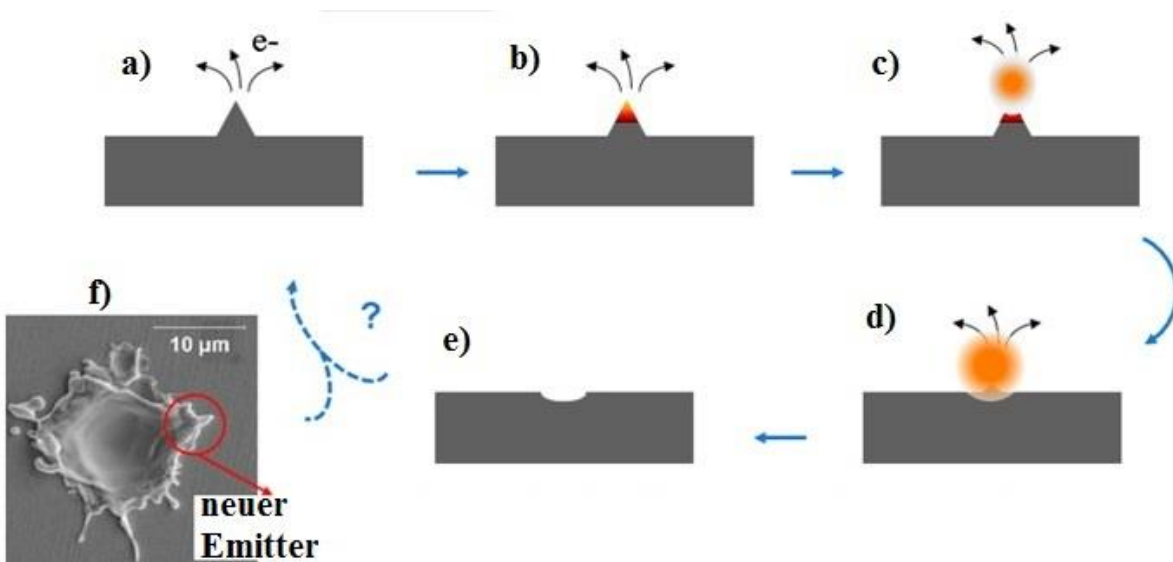


Abbildung 3-4: Klassisches Breakdown-Modell: Der EFE-Strom eines Feldemitters (a) erwärmt diesen (b), wodurch Material von seiner Spitze verdampft (c). Der Elektronenfluss zündet ein Plasma (d) und zerstört den Emitter, sodass ein Krater entsteht (e), der neue EFF verursachen kann (f) [114].

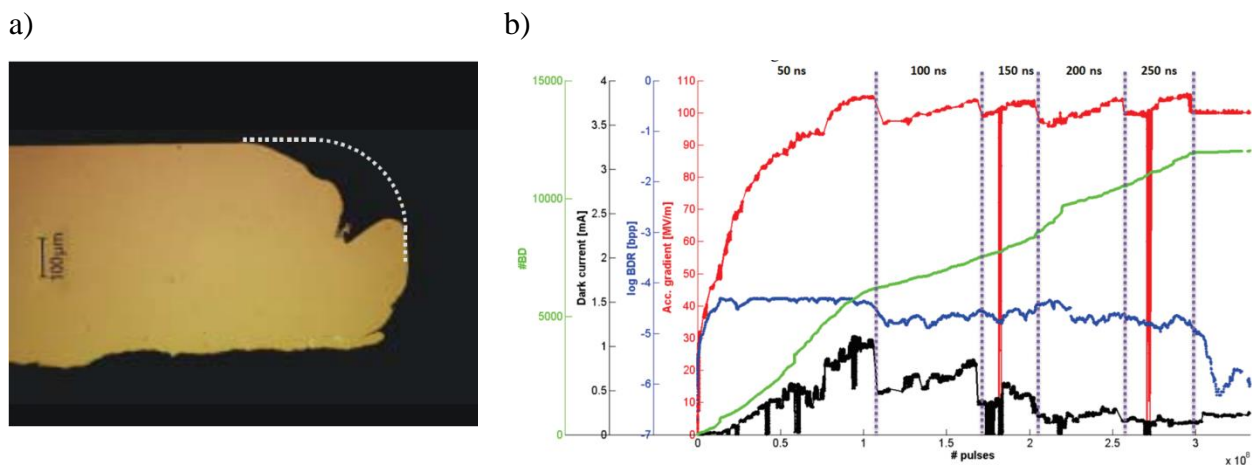


Abbildung 3-5: Querschnitt der Iris einer durch Spannungsdurchschlägen beschädigten CLIC-Beschleunigungsstrukturen mit ursprünglicher Form (a, gestrichelte Linie) [92]. Der Verlauf einer typischen Konditionierung solcher Strukturen erfolgt durch schrittweise Erhöhung des Gradienten E_{acc} (rot) sowie der Pulsdauer (50 – 250 ms, oben) bei Messung der Anzahl der Spannungsdurchschläge (grün, ≤ 12000), des Dunkelstroms (schwarz, $< 1,2$ mA) sowie der Spannungsdurchschlagsrate (blau, $\sim 10^{-5}$ BDs (Puls \times m) $^{-1}$) über 1800 h (b) [115].

schrittweise bis zu den gewünschten Werten schrittweise erhöht, sodass der durch EFE verursachte Dunkelstrom sowie die BDR nicht zu stark ansteigen (Abbildung 3-5b). Die für aktuelle CLIC-Strukturen erreichbare BDR liegt selbst nach einer Konditionierung von teilweise über 1000 h immer noch über dem Zielwert [2,115]. Deshalb ist für normalleitende Strukturen ein exaktes Verständnis der Ursachen der EFE sowie der Möglichkeiten der Reduzierung wichtig, um die daraus resultierende Anzahl der BD und damit die BDR so weit wie möglich zu minimieren.

3.3. Elektronenstrahlerzeugung in Beschleunigern

Die Emission von Elektronenpaketen in FEL ist eine Schlüsselkomponente für die Erzeugung hochbrillanter Röntgenstrahlung. Dafür werden Elektronen üblicherweise durch Laserbelichtung aus einer halbleitenden Schicht (z.B. Cs_2Te oder CsK_2Sb) emittiert und anschließend in einer normalleitenden oder supraleitenden Kavität beschleunigt [3,4,116], wie in Abbildung 3-6 dargestellt. Die Photoschicht ist typischerweise nur partiell in der Mitte auf ein Substrat aufgetragen [117], um die Produktion von ungewollten Elektronen durch Laserstreulicht zu vermeiden. Dadurch wird die Substratoberfläche den hohen elektrischen Feldern ausgesetzt, die die Injektorkavität erzeugt ($E = 20 - 60$ MV m^{-1}). Dies kann zu Feldemission führen, die als Dunkelstrom den Injektor zusammen mit dem Primärstrahl verlässt und in die angrenzenden Beschleunigerkomponenten gelangt. Dunkelströme sind eines der Hauptprobleme für Injektorkavitäten von FELs und können zu Strahlverlusten, Beschädigung der Hardware wie

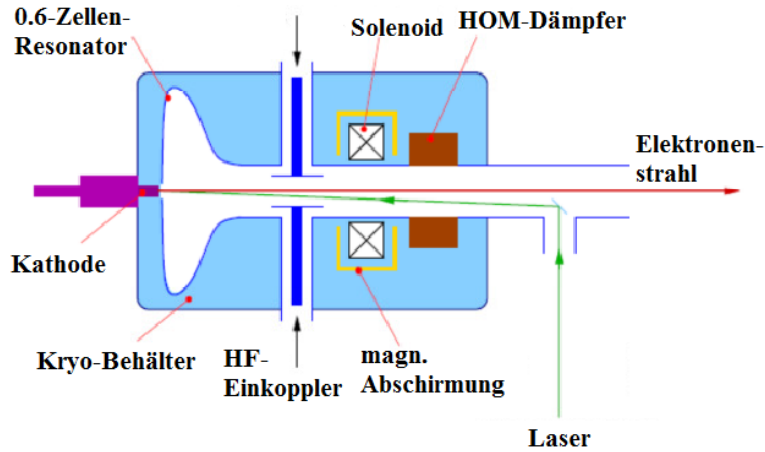


Abbildung 3-6: Schematische Darstellung der supraleitenden Elektroneninjektorkavität des bERLINPro (HOM: Moden höherer Ordnung) [4].

auch zu einem zusätzlichen Hintergrund im erzeugten Röntgenspektrum führen. Messungen von Dunkelströmen haben Stromstärken bis $100\ \mu\text{A}$ in normalleitenden [118] bzw. $300\ \text{nA}$ in supraleitenden [119] Injektoren ergeben. Visualisierungen des Dunkelstroms durch einen YAG-Kristall belegen, dass diese Dunkelströme von der Photokathode ausgehen [120], insbesondere von deren Rand [121] wie in Abbildung 3-7 gezeigt. Zur Reduktion dieser Dunkelströme ist es daher wichtig, die parasitäre EFE von Substratmaterialien zu untersuchen und zu verstehen. Außerdem müssen diese Substrate vor der Beschichtung bei hohen Temperaturen von $T \sim 400^\circ\text{C}$ im Ultrahochvakuum ausgeheizt werden, um adsorbierte Gase zu entfernen und Oberflächenoxide aufzulösen. Gerade der Einfluss solcher Präparationsschritte muss untersucht werden, um Strategien zur Reduktion von Dunkelströmen entwickeln zu können.



Abbildung 3-7: Abbildung des Dunkelstroms eines supraleitenden Injektors auf einen YAG-Bildschirm. Die hellen Ringe entsprechen parasitärer EFE vom Kathodenrand und der helle Punkt in der Mitte dem Photostrom [119].

4. Probenpräparation und Messtechniken

Für die systematische Untersuchung der EFE von metallischen Oberflächen in aktuellen Beschleunigerprojekten ist es notwendig, Proben zu verwenden, deren Oberfläche analog zu den entsprechenden Kavitäten und Photokathodensubstraten präpariert sind. Im Rahmen dieser Arbeit wurden daher Proben verwendet, deren Präparation entweder vollständig oder teilweise in Zusammenarbeit mit den an der Teilchenbeschleunigerentwicklung beteiligten Laboratorien durchgeführt wurden. Um die fertig präparierten Oberflächen während des Transportes zur BUW oder innerhalb der BUW zwischen den einzelnen Messapparaturen zu schützen, waren die Proben mit Schutzkappen versehen (Abbildung 4-1a). Diese liegen nur am Rand der Probe auf und werden mit zwei Schrauben zwischen Al-Platten fixiert (Abbildung 4-1b). Die Schutzkappen bestehen bis auf eine Ausnahme (Al) aus Teflon. Die Proben sind entweder durch Schweißen, Kleben mit einem leitfähigen Leit-Tab aus Polycarbonat oder Aufschrauben mittels einer Gewindestange auf einen Haltestempel fixiert, der in die verschiedenen Messapparaturen passt und der mit einem UHV-Manipulator gegriffen werden kann. Im Falle geklebter oder geschraubter Stempel erfolgte die Fixierung auf den Stempeln erst nach der Oberflächenpräparation.

Für die Politur und Reinigung von aktuellen Beschleunigungsstrukturen gibt es typische Techniken, die auf die untersuchten Proben angewandt wurden und im ersten Abschnitt vorgestellt werden. Im zweiten Teil dieses Kapitels werden die verwendeten Messtechniken zusammengefasst, die zur Untersuchung der EFE von diesen Proben verwendet wurden.

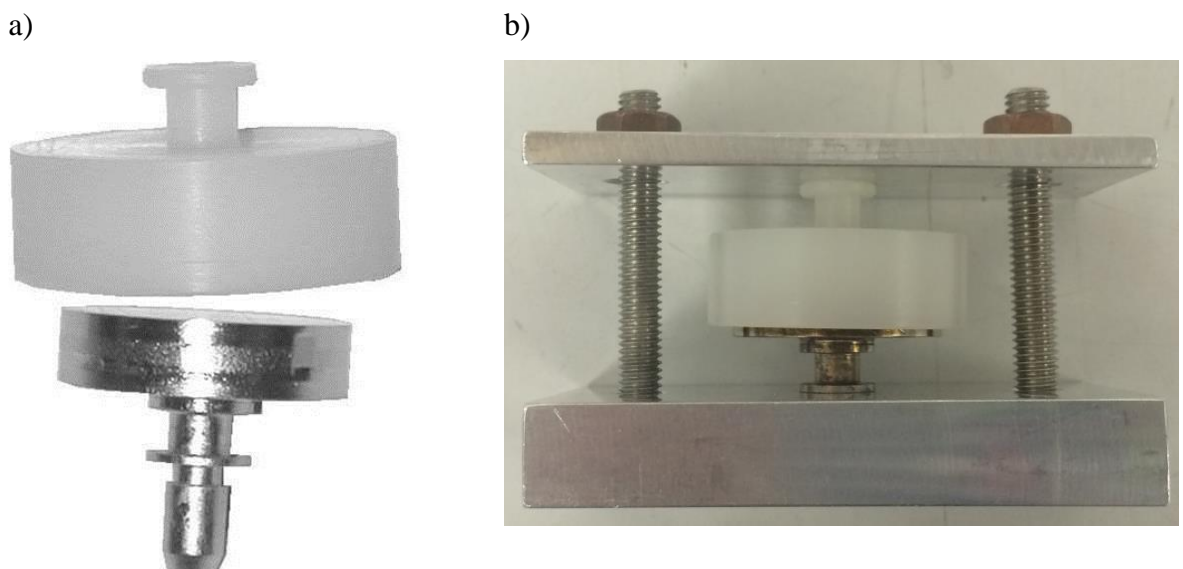


Abbildung 4-1: Typische Nb-Probe mit angeschweißtem Haltestempel mit Teflon-Schutzkappe (a) sowie Fixierung der Schutzkappe zwischen zwei Al-Platten während des Transports (b).

4.1. Oberflächenpräparation

Wie in Abschnitt 2 erwähnt, wird die EFE von metallischen Oberflächen hauptsächlich durch Kratzer und Partikel verursacht. Deshalb müssen Metalloberflächen zur Reduktion parasitärer EFE sowohl glatt als auch partikelfrei sein. Die entsprechende Präparation umfasst mindestens zwei verschiedene Schritte:

- mind. eine Politur zur Entfernung von Oberflächenunregelmäßigkeiten und Kratzern
- mind. eine Reinigung zur Entfernung von partikulärer Verschmutzung.

Die EFE-Charakteristik $(N(E_{act}), E_{on})$ hängt stark von der Qualität der jeweiligen Behandlung ab. Die nachfolgenden Präparationsschritte wurden für die in dieser Arbeit verwendeten Proben genutzt. Sie orientieren sich an der Präparation supraleitender (EXFEL und ILC) und normalleitender (CLIC) Kavitäten bzw. Photokathoden (bERLinPro).

4.1.1. Politurverfahren

Metallische Oberflächen können durch verschiedene Politurverfahren eingebnet werden. Ein Maß für die Unebenheit einer Oberfläche ist die Rauheit. In dieser Arbeit werden die lineare Flächenrauheit nach EN ISO 25178

$$R_a = \frac{1}{A_{profil}} \iint |z(x, y)| dx dy \quad (2.37)$$

mit der Profilhöhe $z(x, y)$ in der Oberfläche A_{profil} sowie die quadratische Rauheit

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{A_{profil}} \iint (z(x, y))^2 dx dy} \quad (2.38)$$

die die Streuung um die mittlere Profilhöhe angibt, verwendet.

Die Politurverfahren, die zu einer Reduktion von R_a und R_q verwendet werden, lassen sich in **mechanische Verfahren** und **chemisch-physikalischen Verfahren** unterteilen. Die mechanischen Polituren sind hierbei die einfacheren und somit kostengünstigeren Verfahren, da bei den chemisch-physikalischen starke Säuren eingesetzt werden müssen. Die Oberfläche wird zunächst schrittweise mit Schleifmittel mit zunehmend feinerer Körnung bearbeitet, bis man $R_a \sim 1 \mu\text{m}$ erreicht hat. Eine weitere Einebnung der Oberfläche erreicht man durch Feinpolituren. Hierfür werden entsprechende Poliermittel (z.B. Al_2O_3 -Partikel) auf Polierscheiben aufgetragen,

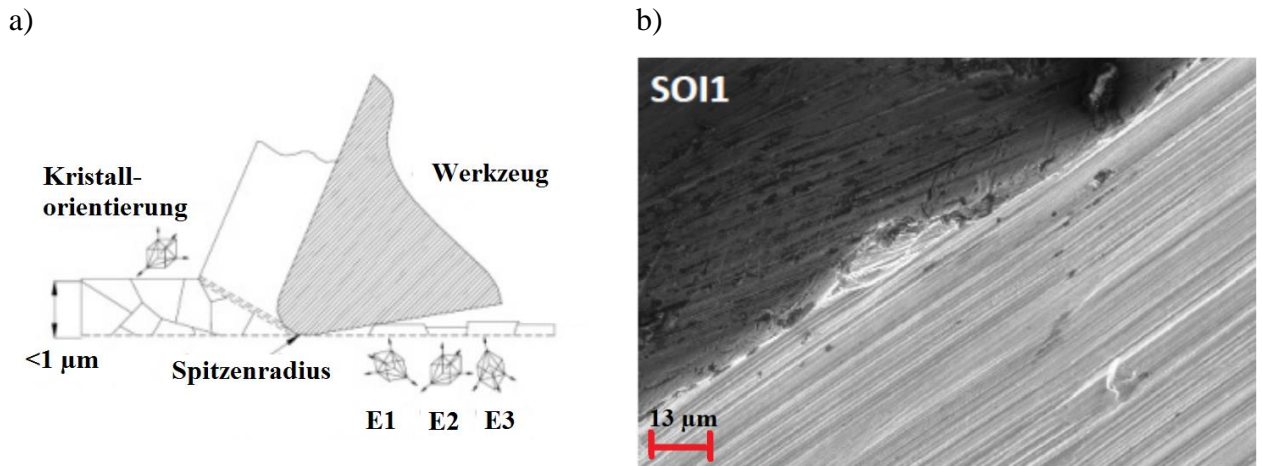


Abbildung 4-2: Schematische Darstellung des Diamantdrehens (a, DT) [122] und (b) Rasterelektronenmikroskopaufnahme einer mit DT bearbeiteten Kupferoberfläche einer CLIC-Beschleunigungsstruktur (b) [123].

die mit Geschwindigkeiten bis zu 50 ms^{-1} über die Oberfläche fahren [124]. Die final erreichbaren R_a und R_q hängen dabei von der Körnung des verwendeten Poliermittels ab.

Zwei für diese Arbeit relevante mechanische Polituren sind das **Diamantdrehen** (engl. *diamond turning*, DT) und das **Trommelpolieren** (engl. *centrifugal barrel polishing*, CBP). Beim DT wird der Werkstoff mit CNC-Drehmaschinen zunehmender Präzision bearbeitet, bis schließlich mit einem diamantbeschichteten Drehwerkzeug im letzten Arbeitsabschnitt eine glatte Oberfläche erzeugt wird. Die verwendete Diamantschicht ist typischerweise einkristallin und die Spitze des Drehwerkzeugs hat einen Durchmesser von $0,1\text{-}1 \mu\text{m}$ [122]. Auf polykristallinem Material ist der Abtrag durch die Kristallorientierung beeinflusst, wie in Abbildung 4-2a dargestellt. Dennoch lässt sich mit dem DT eine Rauheit von $R_a \leq 5 \text{ nm}$ erreichen [123]. Allerdings können Riefen entlang der Drehrichtung des Werkzeugs auftreten (Abbildung 4-2b), die Höhenunterschiede im Profil der Oberfläche von bis zu 36 nm zeigen.

Das CBP ist eine fortgeschrittene mechanische Poliermethode, bei der das Poliermittel direkt auf die Oberfläche eines zylindrischen Werkstücks, z.B. eines Hohlraumresonators, gegeben wird. Durch Rotation der Kavität um die eigene Achse bei $\sim 100 \text{ rpm}$ wird das Poliermittel mittels Fliehkraft auf die Innenfläche gedrückt, um einen polierenden Effekt zu erhalten. Optional kann die Rotation um eine weitere Achse erfolgen, um die Politureffizienz zu steigern, (s. Abbildung 4-3a). Für das CBP werden verschiedene Poliermittel mit steigender Feinheit in mehreren Stufen benutzt. Zunächst werden mit groben Poliermitteln aus Keramik oder Plastik ($d \sim 2 \text{ cm}$) bei Abtragraten von $r_{\text{removal}} = 1\text{-}10 \mu\text{m h}^{-1}$ Schweißnähte und andere große

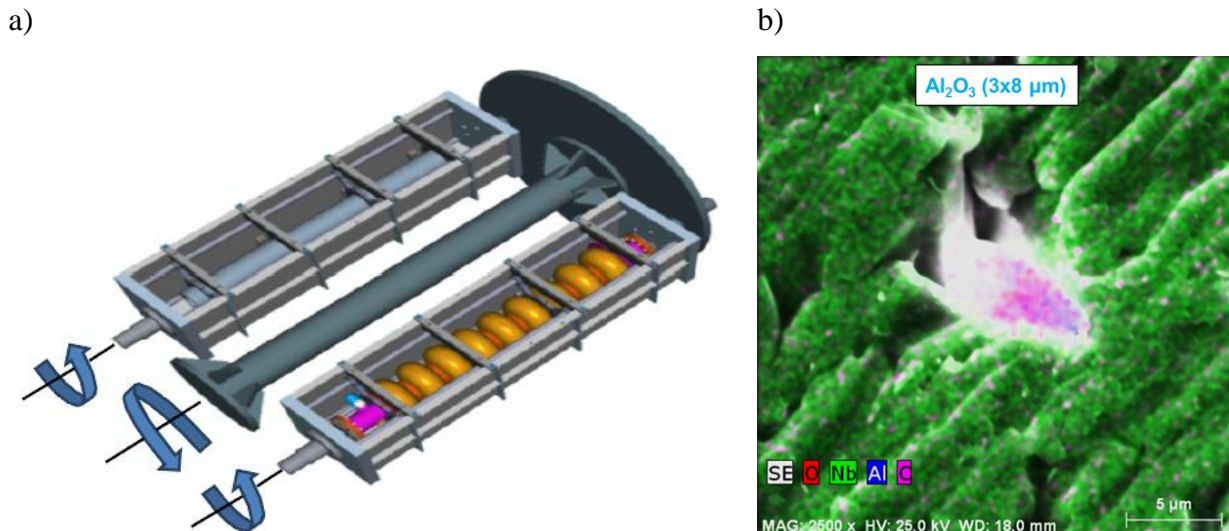


Abbildung 4-3: Schematische Darstellung des Trommelpolierens einer mit Poliermittel gefüllten Kavität (orange) um zwei Achsen mit Gegengewicht (a) [125] sowie ein durch Überlagerung von Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektroskopie dargestellter Al₂O₃-Einschluss in einer trommelpolierten Nb-Oberfläche (b) [126].

Unebenheiten auf der Oberfläche entfernt. Anschließend werden mit Mischungen aus Hartholzblöcken ($d = 4 \text{ mm}$) und Aluminiumpulver ($d = 15 \text{ }\mu\text{m}$) sowie Hartholzblöcken und kolloidalem Siliciumdioxid ($d = 40 \text{ nm}$) Feinpolituren durchgeführt [126]. Durch die geringe Abtragraten der Feinpoliturschritte von $r_{\text{removal}} \leq 0,7 \text{ }\mu\text{m h}^{-1}$ für das Aluminiumpulver bzw. $r_{\text{removal}} \leq 0,1 \text{ }\mu\text{m h}^{-1}$ für das Siliciumdioxid benötigt man für das CBP einer einzelnen Kavität bis zu 100 h. Prinzipiell ist es möglich glatte Oberflächen mit $R_q \sim 10 \text{ nm}$ zu erhalten [127].

Mechanische Polituren hinterlassen typischerweise eine beschädigte Oberflächenschicht mit einer Tiefe von bis zu $200 \text{ }\mu\text{m}$ [128]. Es kann darüber hinaus zu Einschlüssen des Poliermittels in der Metalloberfläche kommen (Abbildung 4-3b). Diese Grenzschicht kann in Beschleunigungsstrukturen zu niedrigen Q_0 -Werten durch parasitäre EFE oder hohe R_s -Werte führen, weshalb chemisch-physikalische Polituren eingesetzt werden. Dabei wird die Oberfläche durch Säuren bis zu Poliertiefen von $d_{\text{pol}} \leq 200 \text{ }\mu\text{m}$ abgetragen.

Für Nb-Oberflächen wird u.a. das gepufferte chemische Polieren (engl. *buffered chemical polishing*, BCP) verwendet, bei dem der Materialabtrag in einem Säurebad aus HF (40%), HNO₃ (65%) und H₃PO₄ (85%) im Verhältnis 1:1:2 geschieht. Das chemisch stabile Nb-Oberflächenoxid Nb₂O₅ wird durch die Flusssäure aufgelöst, während die freigelegte Nb-Oberfläche durch die Salpetersäure oxidiert wird. Da dieser exotherme Prozess sehr schnell

abläuft ($r_{removal} \leq 30 \mu\text{m min}^{-1}$) und thermisch instabil ist, gibt man Phosphorsäure als Puffer hinzu. Bei gleichzeitiger Kühlung des Säurebads auf 15°C erreicht man kontrollierte Politurraten von $r_{removal} \leq 1 \mu\text{m min}^{-1}$. Diese Rate hängt von der Kornorientierung ab, was zu einem verstärkten Ätzen an Korngrenzen [129] und zu Stufen auf der Oberfläche mit Höhenunterschieden von einigen μm führen kann [93]. Prinzipiell lassen sich nach einer BCP mit $d_{pol} \leq 100\text{--}120 \mu\text{m}$ flache Oberflächen mit einer Rauheit von $R_a = 100\text{--}600 \text{ nm}$ erreichen [130,131].

Eine Alternative zum BCP ist das Elektropolieren (EP). Dabei wird die zu bearbeitende Metalloberfläche als Anode in einem elektrolytischen Bad zusammen mit einer Aluminiumkathode betrieben. Als Elektrolyt wird ein Gemisch aus HF (40%) und H_2SO_4 (98%) im Volumenverhältnis von 1:10 verwendet [132]. Ähnlich wie beim BCP löst die Flusssäure das Oberflächenoxid auf. Die Oxidation der freigelegten Nb-Oberfläche erfolgt durch die Absorption von Sauerstoff sowie dem Stromfluss durch das Elektrolyt, was zu einem kontinuierlichen Poliervorgang führt. Dabei entsteht an der Metalloberfläche im Elektrolyt ein Polierfilm aus Oxiden und Salzen, der an den Spitzen einer Oberfläche dünner ist als auf der Fläche. An diesen dünnen Stellen des Films ist der Materialabtrag am größten. Darüber hinaus führt die Feldüberhöhung an Oberflächenunregelmäßigkeiten zu einer erhöhten Abtragsrate [124]. Beide Effekte sind für den einebnenden Effekt verantwortlich. Zur Kontrolle des Prozesses wird das

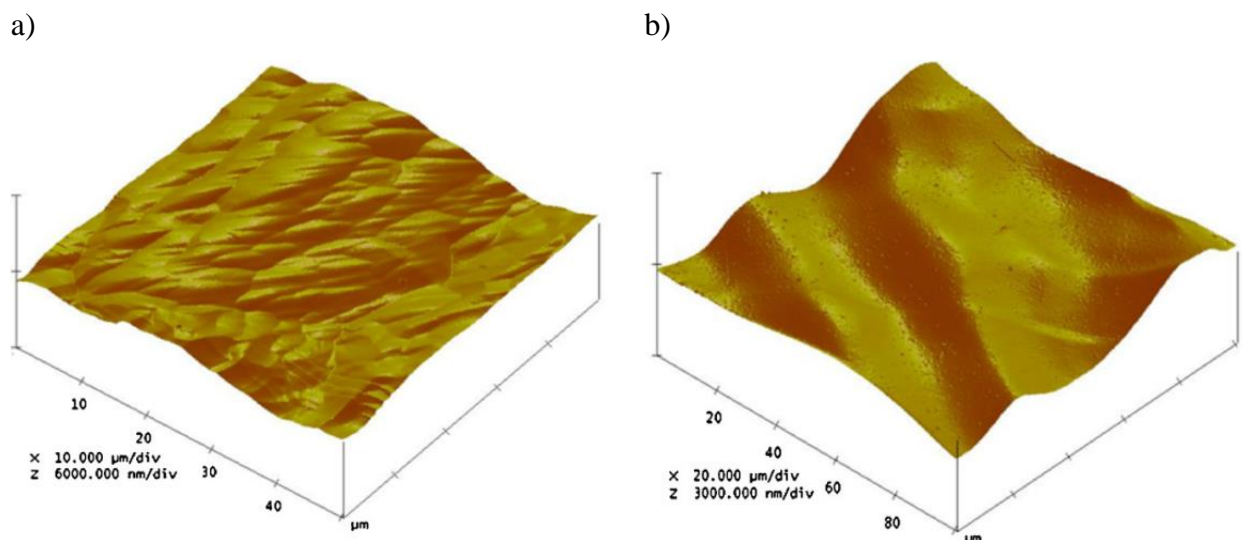


Abbildung 4-4: Rasterkraftmikroskopaufnahme einer Nb-Oberfläche nach einer gepufferte chemische Politur für 90 Minuten (a, $A_{profil} = 50 \times 50 \mu\text{m}^2$, z-Skala: $6 \mu\text{m/div}$) und einer Elektropolitur für 30 Minuten (b, $A_{profil} = 100 \times 100 \mu\text{m}^2$, z-Skala: $3 \mu\text{m/div}$) [133].

Elektrolyt während der EP auf $\leq 30^\circ\text{C}$ gekühlt, wodurch eine typische Politurrate von $r_{\text{removal}} \leq 1-2 \mu\text{mmin}^{-1}$ erreicht wird [134]. Im Gegensatz zur BCP hängt die Polierate der EP nicht von der Kornorientierung ab, wodurch die Bildung von Stufen auf der Oberfläche unterdrückt wird, wie in Abbildung 4-4 gezeigt. Auch lassen sich mit EP kleinere Rauheitswerte als mit BCP von $R_a < 100 \text{ nm}$ erreichen [87]. Allerdings ist die BCP prinzipiell einfacher und kostengünstiger in der Anwendung, weshalb sie nach wie vor für die Präparation von Beschleunigungsstrukturen verwendet wird.

Für die Politur der Cu-Oberflächen in den CLIC-Beschleunigungsstrukturen hat sich eine andere Methode etabliert, das sogenannte SLAC-Ätzen. Die Werkstücke werden zunächst entfettet und mit Wasser abgespült. Zur Entfernung des natürlichen Oxids wird die Oberfläche anschließend in HCl (50%) bei Raumtemperatur für 1 Minute gebeizt. Nach erneutem Abspülen wird das eigentliche Ätzen der Oberfläche in der sogenannten SLAC-Lösung vorgenommen. Diese besteht aus H_3PO_4 (70%), HNO_3 (23 %), $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ (6,6%) und HCl (0,4%). Dabei wird durch kurzes Eintauchen für 5 s bei Raumtemperatur eine Schichtdicke von typischerweise $d_{\text{pol}} \leq 600 \text{ nm}$ abgetragen [135]. Da dieses Verfahren ausschließlich in Kombination mit DT angewendet wird und der Entfernung der beschädigten Oberflächenschicht dient, sind solche geringen Abtragungen ausreichend.

4.1.2. Reinigungsverfahren

Für die Entfernung partikulärer Verschmutzungen von Metalloberflächen gibt es verschiedene Methoden, die sich vor allem in ihrer Effektivität unterscheiden. Partikel haften hauptsächlich durch Van-der-Waals- bzw. elektrostatische Kräfte sowie Adhäsion auf der Oberfläche und diese Haftung kann darüber hinaus von der Oberflächenrauheit beeinflusst werden. Die Entfernung solcher Partikel ist vor allem ab Durchmessern von $\leq 1 \mu\text{m}$ schwierig [136] und Reinigungstechniken, die solche Partikel entfernen sollen, müssen die entsprechenden Kräfte überwinden.

Zur groben Reinigung von Proben reicht ein Abblasen mit sauberen Gasen unter hohem Druck von einigen bar. Dazu wurde eine *Simco-Ion Top Gun* verwendet, die einen Stickstoffstrahl mit einem Druck von $p = 5 \text{ bar}$ erzeugt. Der aus einer Gasflasche entnommene Stickstoff wird zunächst durch einen Filter (Feinheit $0,01 \mu\text{m}$) geleitet und anschließend ionisiert. Dieser ionisierte N_2 -Gasstrahl kann geladene Partikel auf der Oberfläche neutralisieren

und somit die elektrostatische Anziehung aufheben. Die Reinigung der Oberfläche erfolgt durch die von den N_2 -Molekülen ausgeübten Kräfte auf die Partikel.

Erfahrungsgemäß lassen sich mit dieser Methode große Partikel ($d \geq 5 \mu\text{m}$) entfernen. Eine effektivere Reinigungsmethode bietet das Hochdruckspülen (engl. *high-pressure rinsing*, HPR) mit Reinstwasser ($>18 \text{ M}\Omega\text{cm}$), welches aktuell bei der Reinigung supraleitender Nb-Kavitäten nach der Oberflächenpolitur eingesetzt wird. Nachdem die Oberfläche entfettet wurde, wird sie mit einem Wasserstrahl bei einem typischen Druck von $p = 80\text{--}150 \text{ bar}$ und einem daraus resultierenden Wasserfluss von $5\text{--}20 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$ gespült. Das Reinstwasser wird zuvor zusätzlich durch einen Partikelfilter (Feinheit $0,2 \mu\text{m}$) geleitet. Systematische Untersuchungen ergaben für einen Strahldruck von $p = 100 \text{ bar}$ und einen Düsendurchmesser von $\varnothing_{\text{Düse}} = 0,55 \text{ mm}$ einen Strahldurchmesser von $\varnothing_{\text{HPR}} = 0,5 \text{ mm}$ in einem Abstand von 60 mm sowie eine ausgeübte Kraft von $F_{\text{HPR}} = 3,5 \text{ N}$ in einem Abstand von 100 mm [91]. Für die Reinigung wird die Düse entlang der Strahlachse der Kavität hoch und runter gefahren, während die Kavität rotiert, um die gesamte innere Oberfläche zu säubern.

Die HPR ist in der Lage, Partikel zu entfernen, die wenige μm groß sind. Um eine Rekontamination der Oberfläche mit Staubpartikeln zu vermeiden, muss die HPR in einem Reinraum der Klasse ISO4 oder ISO5 (ISO 14644-1 [137]) durchgeführt werden. Die Effizienz der HPR hängt stark von der Größe und Form der Partikel sowie der Art der Haftung an der Oberfläche ab, sodass kein optimaler Druckwert angegeben werden kann. Darüber hinaus kann es während der HPR zu elektrostatischen Aufladungsphänomenen der Oberfläche kommen, die



Abbildung 4-5: Hochdruckwasserspülanlage am DESY mit zwei entgegengesetzten Düsen, sowie einer rotierenden Platte, auf der die Proben installiert werden [138].

zu einer zusätzlichen Oxidierung der Oberfläche führen können. Das für diese Arbeit verwendete HPR-System steht am DESY und ist in Abbildung 4-5 gezeigt. Es wird für die Säuberung der EXFEL-Beschleunigungsstrukturen verwendet. In einem Reinraum (Klasse ISO 5) wurden die zu säubernden Proben zunächst entfettet und auf einem Adapter montiert. Die Probenoberfläche befindet sich im gleichen Abstand zur Düse wie die Oberfläche einer Beschleunigungsstruktur. Die Reinigungszeit für eine Probe beträgt einige Minuten, wobei die Geschwindigkeit, mit der der Wasserstrahl über die Oberfläche fährt, exakt der Geschwindigkeit bei der Reinigung kompletter Beschleunigungsstrukturen entspricht. Nach der HPR wurden die Proben zur Trocknung in Isopropanol getaucht und mit sauberem Stickstoff abgeblasen, um die Trocknungszeit zu minimieren. Anschließend wurden die Proben in der Reinraumumgebung mit ebenfalls gereinigten Schutzkappen versehen und in Folie eingeschweißt.

4.1.3. Trockeneisstrahlen

Das Trockeneisstrahlen (engl. *dry ice cleaning*, DIC) ist eine fortgeschrittene Reinigungstechnik, die für verschiedene Anwendungen eingesetzt wird [139–141]. Auf diese wird hier gesondert eingegangen, da sie noch nicht Teil der typischen Präparation von aktuellen Beschleunigungsstrukturen ist, obwohl sowohl erste EFE-Studien auf Proben [14] als auch $Q_0(E_{acc})$ -Messungen supraleitender Nb-Kavitäten [142] die Vorteile des DIC gegenüber der HPR bezüglich der parasitären EFE deutlich zeigen. Daher ist sie die im Rahmen dieser Arbeit hauptsächlich verwendete Reinigungsmethode.

Beim DIC wird ein Strahl aus Kohlenstoffdioxid erzeugt, welches aus der Flüssigphase verdampft, wodurch ein Gas-Trockeneis-Gemisch bei einer Temperatur von $T = -79^\circ\text{C}$ entsteht. Durch Beifügen von Stickstoff unter hohem Druck ($p = 8\text{--}12\text{ bar}$) wird dieses Gemisch fokussiert auf die zu reinigende Oberfläche beschleunigt. Außerdem begrenzt der N_2 -Druck eine Kondensation der Luftfeuchtigkeit auf der kalten Oberfläche. Die Reinigung erfolgt durch verschiedene Effekte: Partikel auf der Oberfläche werden durch den plötzlichen Temperatursturz schockgefroren und infolgedessen brüchig. Das Lösen dieser Partikel von der Oberfläche erfolgt durch den hohen Druck und die starken Scherkräfte, die durch den hohen Impuls des Strahls erzeugt werden. Darüber hinaus sorgt die starke Volumenzunahme des CO_2 (Faktor ~ 500) für ein effektives Spülen der Oberfläche, sodass die gelösten Partikel entfernt werden. Durch das DIC werden Partikel bis zu einer Größe von 100 nm beseitigt. Zusätzlich dienen geschmolzene

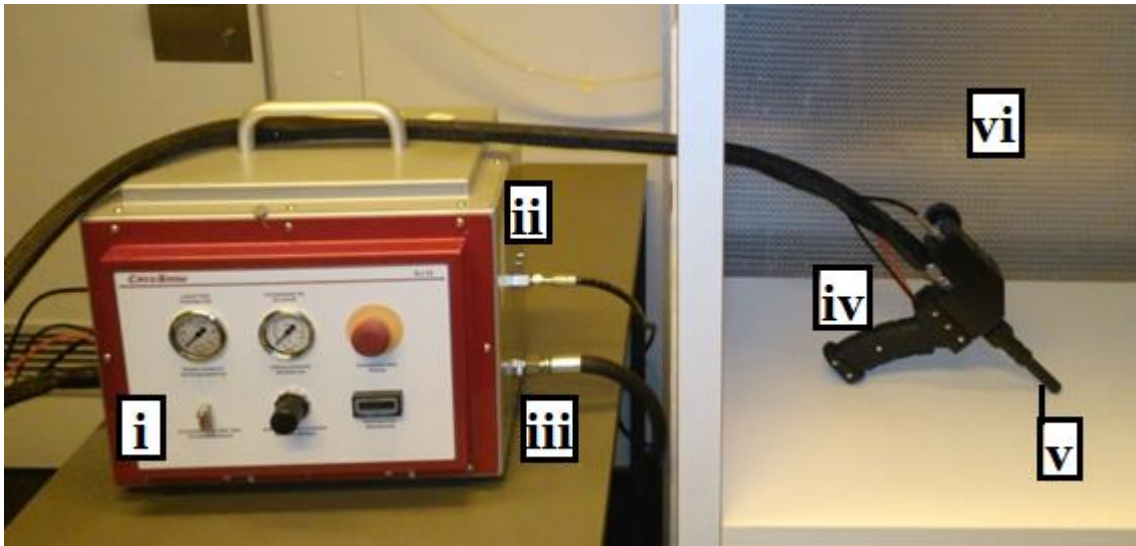


Abbildung 4-6: CO₂-Schneestrahlergerät (SJ-10) mit Bedienfeld (i), den angeschlossenen Versorgungsleitungen für CO₂ (ii) und N₂ (iii), sowie der Strahlpistole (iv) mit austauschbaren Düsen (v). Die Reinigung findet vor einem Reinluftmodul in staubfreien Umgebung (vi, Reinraumklasse ISO2) statt.

Trockeneispartikel in ihrer Flüssigphase als Lösungsmittel vor allem für Kohlenwasserstoffe und Silikone [143]. Die Effizienz des DIC hängt von der Stärke des Strahls ab, sowie der Temperatur der Partikel. Bei $T = -10^{\circ}\text{C}$ können große Partikel ($\geq 1 \mu\text{m}$) entfernt werden, wogegen kleinere Partikel erst bei $T = -70^{\circ}\text{C}$ von der Oberfläche gelöst werden. Um diese Temperatur zu erreichen muss das Partikel mindestens für 10 s dem CO₂-Jet ausgesetzt sein [144]. Darüber hinaus muss das DIC ähnlich wie beim HPR in einem Reinraum (ISO4 oder ISO5) durchgeführt werden, um eine Rekontamination der Oberfläche zu vermeiden. Ein wichtiger Vorteil des DIC, neben der Entfernung weitaus kleinerer Partikel im Vergleich zur HPR, ist die trockene Reinigung der Oberfläche. Vor allem bei normalleitenden Kupferkavitäten kann eine nasse Reinigung mit HPR zu einer oxidierten Oberfläche führen, die den Betrieb der Struktur negativ beeinflusst [145]. Eine solche Kondensation der Oberfläche nach Ausschalten des DIC ist entweder durch eine zusätzliche Erwärmung der Oberfläche mit IR-Lampen oder abschließendem Spülen mit reinem N₂ auf Proben leicht zu unterdrücken, bis die Oberfläche wieder ausreichend warm ist.

Für die Reinigung der untersuchten Proben mit DIC wurde ein kommerzielles CO₂-Schneestrahlergerät (SJ-10) der Firma CryoSnow [146] in einem Reinraum (ISO2) der Bergischen Universität Wuppertal installiert, wie in Abbildung 4-6 dargestellt. Die Versorgung mit flüssigem CO₂ ($p \geq 67 \text{ bar}$) und N₂ ($p = 8 \text{ bar}$) erfolgt über Gasflaschen, die über Leitungen

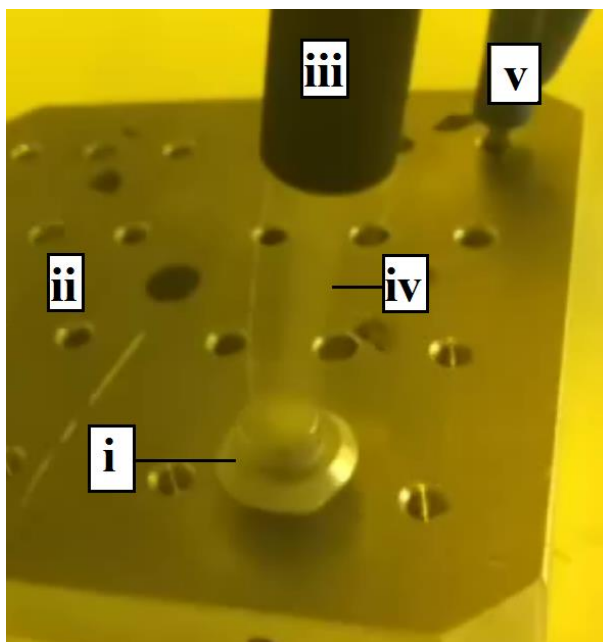


Abbildung 4-7: DIC einer Mo-Probe (i, $\varnothing = 10$ mm), die auf einer Al-Platte (ii) fixiert wurde. Die kreisrunde Düse (iii) erzeugt einen sichtbaren Trockeneisstrahl (iv), der die Oberfläche reinigt. Die Erdung der Probe über die Platte (v) verhindert eine Oxidation.

mit einem Kontrollpanel verbunden sind. Dieses verfügt neben einem Not-Aus-Schalter über zwei Druckanzeigen (CO_2 und N_2), ein Überdruckventil, eine Regelung des Strahlrucks sowie eine Messuhr zur Ermittlung der Strahlzeit in Minuten. Im Kontrollpanel werden CO_2 und N_2 gemischt und über eine Leitung an eine Strahlpistole weitergeleitet. Durch Betätigung eines Abzugs kann der Trockeneisstrahl durch eine austauschbare Düse auf die zu reinigende Probe geleitet werden. Die Reinigung erfolgt mit einer kreisrunden ($\varnothing = 6$ mm) oder flachen Düse ($12 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$) in einem typischen Abstand von ~ 5 cm von der Oberfläche. Die verwendete Düse wird mehrfach für ca. 5 Minuten über die gesamte Probe geschwenkt, um sicher zu stellen, dass alle Partikel ausreichend kalt geworden sind. Während dieser 5 Minuten fällt der Strahl abwechselnd in einem Winkel von 90° bzw. 45° relativ zur Probe auf die Oberfläche ein und diese wird dreimal um 90° gedreht, sodass die Reinigung aus vier Richtungen für beide Einfallswinkel erfolgt. Die Proben werden in einer Al-Platte mit einer M3-Schraube fixiert und über ein Kabel geerdet, da sich diese sonst elektrostatisch aufladen, was zu einer Oxidation führen kann. Nach Abschluss der Reinigung wird die CO_2 -Gasflasche zuge dreht und die Probe für ca. 1 Minute mit N_2 gespült, bis die Oberfläche ausreichend warm geworden ist, um Kondensation zu vermeiden. Die Schutzkappen der gereinigten Proben wurden ebenfalls für 3 Minuten mit DIC gereinigt, um eine Kontamination der Oberfläche durch Partikel zu vermeiden, die an der Kappe haften.

4.2. Messtechniken

Zur Untersuchung der Feldemission sowie von metallischen Oberflächen wurden verschiedene Messtechniken verwendet. Die Messung der EFE im UHV muss zerstörungsfrei durchführbar sein, damit eine nachträgliche Bestimmung des EFE-Ursprungs (Morphologie, Zusammensetzung) möglich ist. Zu diesem Zweck müssen die verschiedenen Messungen miteinander korrelierbar sein, d.h. die Emissionsorte auf der Oberfläche sind in verschiedenen Messsystemen zweifelsfrei wiederzufinden. Zusätzlich ist eine Kontrolle der Probentopologie nach der Politur nötig, um deren Einfluss auf die Oberfläche festzustellen. In den folgenden Abschnitten sollen die hierfür verwendeten Messtechniken vorgestellt werden.

4.2.1. Feldemissionsrastermikroskop

Das Feldemissionsrastermikroskop (FERM) ist ein nichtkommerzielles Mikroskop zur Untersuchung der Feldemissionseigenschaften von flachen Kathoden. Aufgebaut wurde es 1995 in Wuppertal von E. Mahner [12] und seitdem regelmäßig erweitert [23,147] bzw. aktualisiert [24,37]. Eine schematische Darstellung ist in Abbildung 4-8 gezeigt. Das FERM kann Feldemitter mit einer lateralen Auflösung von bis zu 1 μm auf Kathodenoberflächen mit einer maximalen Größe von $25 \times 25 \text{ mm}^2$ lokalisieren und charakterisieren. Es befindet sich innerhalb einer UHV-Analysekammer ($p \sim 10^{-7}$ Pa), in der die Proben aus einer mittels Schiebeventil abgeschotteten Präparationskammer ($p \sim 10^{-5}$ Pa) eingeschleust werden können ohne das Vakuum in der Hauptkammer zu unterbrechen. Die Proben werden auf einem xyz -Verschiebetisch unterhalb einer austauschbaren Anode installiert. Der Verschiebetisch besteht aus drei Lineartischen, die durch Schrittmotoren mechanisch bewegt werden (Schrittweite 63,5 nm), sowie drei spannungsgesteuerten Piezoelementen (maximaler Hub 40 μm , 40 nm/V). Die Kontrolle der Schrittmotoren erfolgt über ein Mehrkanal-Steuergerät (Newport MM4006), während die Piezoelemente über drei Einkanal-Spannungsversorgungen (PI E-107) bewegt werden, die über ein analoges Steuersignal von einem PC mit DAC-Schnittstelle gesteuert werden können. Die Anode ist an eine Spannungsquelle (FUG HCN100M-10000 [148]) angeschlossen, die maximal 10 kV bei einem Strom von ≤ 10 mA liefert. Der Feldemissionsstrom wird entweder mit einem analogen Elektrometer (Keithley 610C) oder einem digitalen Picoamperemeter (Keithley 6485) [149] gemessen. Der Abstand Δz zwischen Anode und Probenoberfläche wird mit einem langreichweitigen Mikroskop (Questar QM-100) kontrolliert, dessen Bild mit einer CCD-Kamera auf einem PC-Monitor dargestellt wird. Die Oberflächenneigung der Probe relativ zur Scanebene kann mit Hilfe eines Kippmechanismus‘

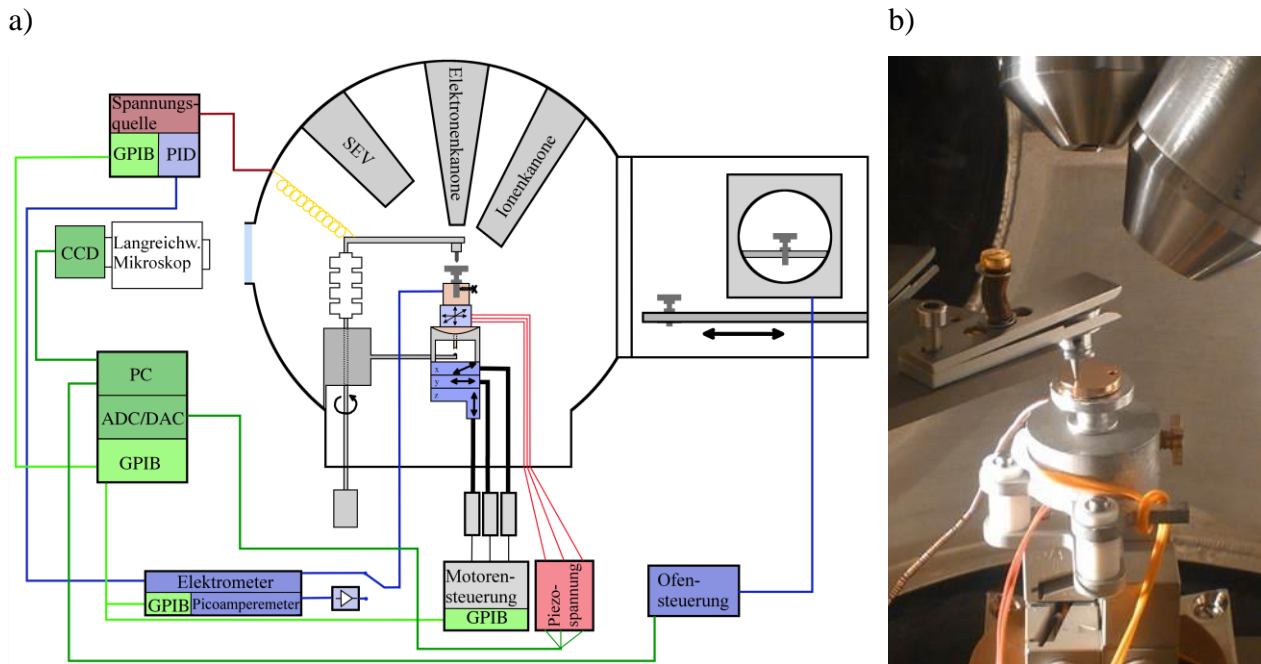


Abbildung 4-8: Schematische Darstellung der Komponenten des Feldemissionsrastermikroskops (a; SEV: Sekundärelektronenvervielfacher) und Foto einer im FERM installierten Cu-Probe unterhalb einer W-Anode (b).

bei einer Genauigkeit von $\pm 2 \mu\text{m}$ über eine Fläche von 1 cm^2 korrigiert werden, um ein homogenes Feld über die gesamte Probe zu erhalten.

Die einzelnen Komponenten des FERM werden mittels GPIB-Interface an einen Messcomputer angeschlossen und mit Hilfe eines LabVIEW-Programms gesteuert. Es existieren drei verschiedene Messmodi des FERM:

1. Regulierte Spannungsmessung $V(x,y)$ für einen maximalen EFE-Strom (CCM)
2. Strommessung $I(x,y)$ bei konstanter Spannung (CVM)
3. Strom-Spannungs-Charakterisierung von Einzelemittern (IV)

In den beiden ersten Modi wird die Probe mit Hilfe des Verschiebetisches durch die Anode abgerastert. Das resultierende elektrische Feld wird in beiden Fällen als $E = U/\Delta z$ angenommen, wobei U die angelegte Spannung ist (Fehler: $\pm 10 \text{ V}$). Im ersten Modus wird eine U_{max} vor der Messung an der Spannungsquelle eingestellt, die während des Rastervorgangs vom Elektrometer gesteuert wird. Steigt der EFE-Strom über einen voreingestellten Schwellwert I_{thr} an, wird U_{max} mittels PID-Regelung soweit reduziert, dass der EFE-Strom dem eingestellten Schwellwert entspricht. Die Software nimmt in diesem Modus die geregelten Spannungswerte in Abhängigkeit vom Ort auf und erstellt eine regulierte Spannungskarte $U(x,y)$ bzw. Feldkarte

$E(x, y) = U(x, y) / \Delta z$ der Messfläche. Aktive Feldemitter sowie ihre Stärke erkennt man daran, dass die aufgenommene Spannung kleiner als die voreingestellte Spannung ($U(x, y) < U_{\max}$) ist. Dieser Modus hat den Vorteil, dass I_{thr} so niedrig eingestellt werden kann, dass die Gefahr der Zerstörung von Emittern durch zu hohe Stromdichten weitestgehend reduziert wird. Lediglich Emitter mit sehr hohen ρ -Werten, für die die PID-Regelung zu langsam ist, werden gegebenenfalls zerstört. Für alle in dieser Arbeit gezeigten Feldkarten wurde $I_{thr} = 1 \text{ nA}$ gewählt. Nimmt man in diesem Modus mehrere Feldkarten bei schrittweise erhöhten Feldstärken auf, kann man die Feldemitterdichte $N(E_{act})$ der gewählten Messfläche bestimmen und auch die Position auf der Oberfläche und E_{act} für einzelne Emitter ablesen.

Im zweiten Messmodus wird die Spannungsregelung ausgeschaltet und der mit dem Piccoammeter gemessene Strom wird direkt aufgezeichnet. In diesem Modus besteht jedoch die Gefahr einer Zerstörung von einzelnen Feldemittern oder großflächigen Teilen der Probenoberfläche sowie der Anode. Aus diesem Grund wird dieser Messmodus in Kombination mit einer vorrangigen $V(x, y)$ -Messung im CCM angewendet. Der Vorteil dieses Modus ist, dass sich starke Emitter besser und genauer identifizieren lassen und man den Strombereich, den viele Feldemitter liefern, viel schneller bestimmen kann als mit Einzelmessungen. Da es in der vorliegenden Arbeit vorrangig um parasitäre EFE geht, bei der eine Zerstörung der Feldemitter zwecks nachträglicher Identifizierung vermieden werden soll, wurde dieser Messmodus nicht angewandt.

Die Ortsauflösung des FERM hängt von der gewählten Anode ab. Hauptsächlich werden nadelförmige Anoden (Spitzendurchmesser $d_{Anode} = 1 - 50 \mu\text{m}$) oder kegelstumpfförmige Anoden (Spitzendurchmesser $d_{Anode} = 50 - 1000 \mu\text{m}$) verwendet. Letztere haben den Vorteil, dass sie ein Kondensatorfeld erzeugen, wogegen Nadelanoden gemäß der geometrischen Feldüberhöhung ihrerseits das angelegte Feld um den sogenannten α -Faktor reduzieren [23], der von der Form der Anode abhängt. Die Anoden werden auf Grund des hohen Schmelzpunkts aus Wolfram hergestellt. Die Präparation erfolgt in zwei Schritten. Zunächst wird ein W-Stab ($\varnothing = 2,4 \text{ mm}$) mit einer Diamantschleifscheibe soweit angespitzt, dass der Spitzendurchmesser dem gewünschten entspricht. Anschließend wird die Anodenoberfläche durch elektrolytisches Ätzen in NaOH (10%) poliert. Die Kontrolle der Spitzen während der Herstellung erfolgt mit einem optischen Mikroskop. Nach der Herstellung werden die Anoden gekürzt und in einem Anodenhalter mit Hilfe einer Schraube fixiert. Der Anodenhalter passt in den schwenkbaren

Halterarm im FERM, sodass zerstörte Anoden *in situ* ausgetauscht werden können. Ein Nachteil dieser Anodenbefestigung ist, dass eine leichte Verkippung der kegelstumpfförmigen Anode in der Halterung gegenüber der Probenoberfläche nicht beliebig genau kontrolliert werden kann. Eine solche Verkippung kann sowohl präparationsbedingt als auch durch die Fixierung im Anodenhalter auftreten und gegebenenfalls einen starken Einfluss auf die Feldverteilung haben. Erfahrungsgemäß können Verkippungen über $\sim 5^\circ$ für kegelstumpfförmige Anoden mit $d_{Anode} = 300 \mu\text{m}$ durch sorgfältige Präparation und Kontrolle leicht ausgeschlossen werden. Allerdings können bereits kleinere Werte zu einer Verfälschung der Feldstärken führen wie in Abbildung 4-9 mit Hilfe einer Simulation der elektrischen Feldverteilung dargestellt. Dabei verursacht eine Verkippung um 5° gegenüber der parallelen Anordnung mit $d_{Anode} = 300 \mu\text{m}$ und $\Delta z = 50 \mu\text{m}$ ein inhomogenes Feld, bei dem die Feldstärke um $\pm 25\%$ vom nominell eingestellten Wert abweicht. Typischerweise entspricht die Schrittweite des Rasters im CVM dem halben Anodendurchmesser, da selbst im ideal parallelen Fall das Feld nur über $\sim 2/3 \times d_{Anode}$ homogen ist. Dadurch erleben Emitter in jedem Fall die erhöhte Feldstärke, was zu einem maximalen Fehler der gemessenen Aktivierungsfeldstärke E_{act} von 25% führt. Berücksichtigt man zusätzlich den Fehler der Korrektur der Probenverkippung relativ zur Scanebene, muss man den Fehler für in dieser Arbeit bestimmte E_{act} -Werte auf $\leq 30\%$ angeben.

Im dritten Messmodus werden durch Aufnahme einer $I_{FN}(E)$ -Kennlinie β , S und E_{on} für einzelne Emitter ermittelt. Um diese Parameter möglichst genau bestimmen zu können,

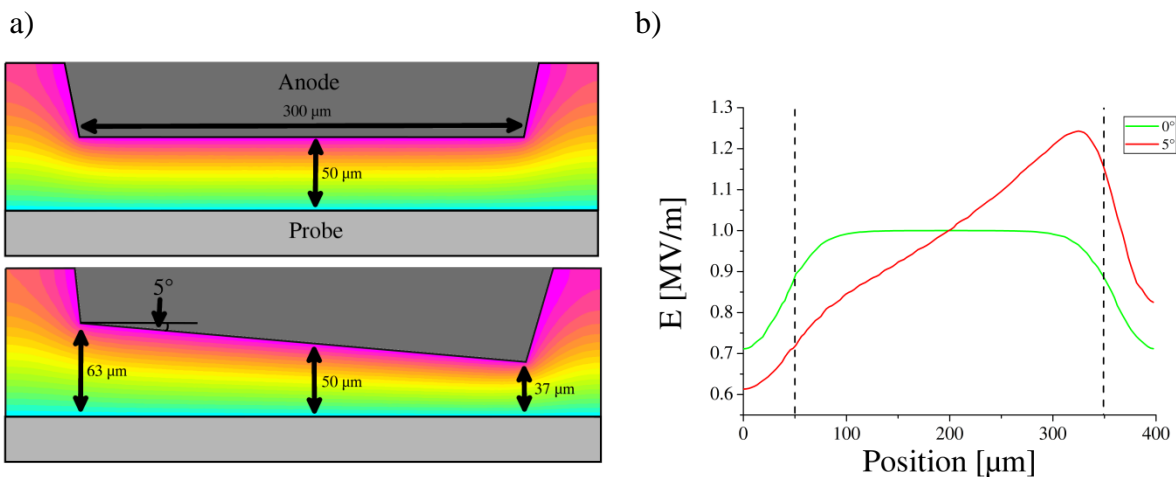


Abbildung 4-9: Simulation des Einflusses einer Anodenverkippung ($d_{Anode} = 300 \mu\text{m}$) um 5° relative zur Probe für einen Anoden-Proben-Abstand von $50 \mu\text{m}$ (a). Das elektrische Feld auf der Oberfläche wird um bis zu 25% erhöht bzw. verkleinert (b). Die gestrichelten Linien geben die Anodenposition im parallelen Fall an.

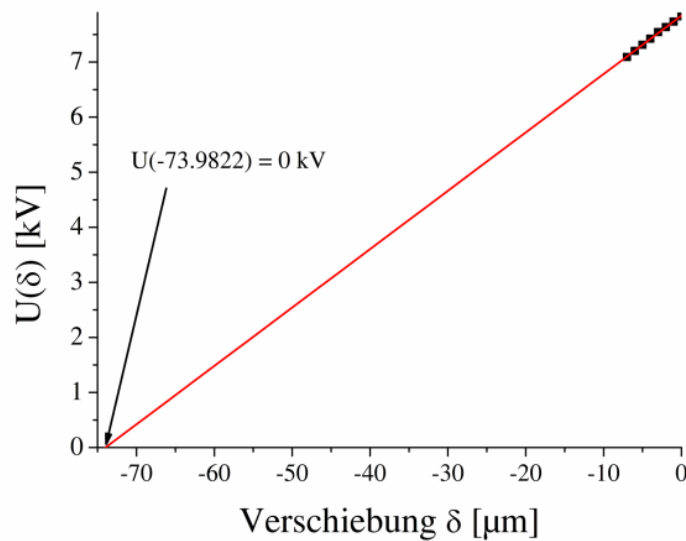


Abbildung 4-10: Geregelte Anodenspannung für $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ in Abhängigkeit einer z-Verschiebung der Probe in Richtung Anode zur Eichung des Proben-Anoden-Abstandes für $\Delta z = 73,9822 \mu\text{m}$.

wird das Feld in diesem Modus für jeden gemessenen Emitter individuell kalibriert. Für einen konstanten Emissionsstrom (typ. $I_{FN} = 1 \text{ nA}$) wird die geregelte Spannung $U(\delta)$ in Abhängigkeit von einer Verschiebung δ der Probenoberfläche in z-Richtung mittels der Piezoelemente aufgenommen, wie in Abbildung 4-10 gezeigt. Durch Extrapolation des linearen Zusammenhangs für $U(\delta)$ nach $U = 0 \text{ V}$ erhält man den wahren Abstand Δz des Emitters zur Anode. Die Aufnahme der $I_{FN}(E)$ -Kennlinie sowie deren Analyse erfolgen anschließend mit dem digitalen Picoamperemeter und einem PC mittels GPIB-Interface und einem LabView-Programm. Zum Schutz des Strommessgeräts ist ein Überspannungsschutz vorgeschaltet, der die Messergebnisse nicht verfälscht [24].

Das FERM ist zusätzlich mit einer Elektronenkanone (VG LEG 200), einer Ionenquelle (SPECS IQE 12/38) und einem Szintillationszähler ausgestattet. Damit können zum einen Rasterelektronenmikroskopaufnahmen der Probe (vgl. 4.2.2) erstellt werden, deren Auflösung konstruktionsbedingt auf $1 \mu\text{m}$ begrenzt ist. Darüber hinaus kann die Probenoberfläche mit Ionen (z.B. Ar) mit einer Energie von $\leq 5 \text{ keV}$ und einem Ionenstrahldurchmesser von $\leq 800 \mu\text{m}$ gesputtert werden. In der Präparationskammer ist ein resistiv geheizter Ofen installiert, mit dem Proben auf bis zu $T \leq 1200^\circ\text{C}$ erwärmt werden können. Die Temperatur wird mit einem Thermoelement (Pt10Rh-Pt S) gemessen und über einen mit dem PC verbundenen programmierbaren PID-Regler (JUMO cTRON 04) kontrolliert. Damit sind komplexe Heizprogramme inklusive kontrollierten Aufwärmphasen mittels Temperaturrampen

durchführbar. Der PID-Regelkreis ist für die Ofengeometrie so eingestellt dass die Temperaturschwankungen um einen konstanten Sollwert bei $<1^{\circ}\text{C}$ liegen. Da in der Präparationskammer das Vakuum häufiger unterbrochen wird als in der Hauptkammer, ist ein Ausheizen des leeren Ofens vor einem Heizschritt mit Probe nötig, womit sich der Druckanstieg für $T \leq 800^{\circ}\text{C}$ auf $p < 10^{-3}$ Pa in der Kammer begrenzen lässt. Der Druck im Ofen kann allerdings höher sein, da dieser während eines Heizschrittes mit einer Klappe verschlossen wird und keine direkte Druckmessung im Ofen möglich ist.

Da während der Installation der Proben in das FERM die Fixierung der Kappe auf der Probenoberfläche gelöst werden muss, ist die Gefahr der Kontamination mit Staub während dieses Vorgangs am größten, auch wenn die Kappe erst unter UHV-Bedingungen von der Probe mit einem UHV-Manipulator vollständig entfernt wird. Deshalb wurde über der Hauptschleuse des FERM zwischen Präparationskammer und Umgebungsluft während dieser Arbeit ein Reinstluftmodul (U15) mit austauschbaren Vor- und Hauptfiltern installiert, wie in Abbildung 4-11 gezeigt. Das Modul hängt ~ 1 m über der Schleuse und die saubere Umgebungsluft wird über zwei geschlossenen und zwei lamellenartigen Vorhängen von der übrigen Umgebung getrennt. Abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit lässt sich trotz konstruktionsbedingter Verwirbelungen im Luftstrom eine Reinraumklasse ISO 4–5 in Nähe der Hauptschleuse erreichen. Das bedeutet, dass eine Verschmutzung der Oberfläche durch Partikel mit $h_p \geq 1 \mu\text{m}$ während der Probeninstallation mit Sicherheit ausgeschlossen werden kann.

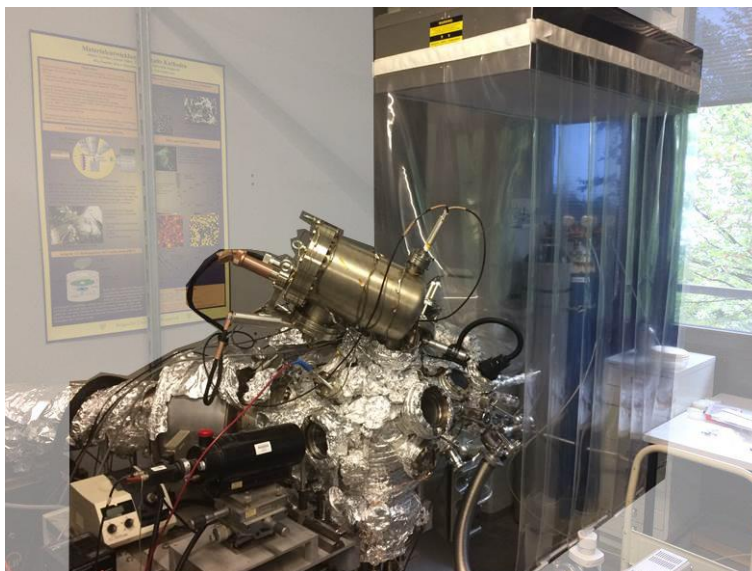


Abbildung 4-11: Das Feldemissionsrastermikroskop (links) mit Reinstluftmodul (rechts) über der Hauptschleuse des FERM.

4.2.2. Rasterelektronenmikroskop und energiedispersive Röntgenspektroskopie

Zur Bestimmung der Morphologie von Emittern, die mit dem FERM auf einer Oberfläche lokalisiert wurden, ist das Rasterelektronenmikroskop (REM) besonders geeignet. Im Hochvakuum ($p \sim 10^{-5}$ Pa) wird ein fokussierter Elektronenstrahl mittels einer Spannung $U_B = 1-40$ kV auf die Probenoberfläche beschleunigt. Dort erzeugen die Elektronen Sekundärelektronen, Augerelektronen, charakteristische Röntgenstrahlen des Targetmaterials sowie aus dem Primärstrahl rückgestreute Elektronen. Zur Abbildung der Morphologie werden die Sekundärelektronen verwendet. Ihre Anzahl hängt u.a. von der Neigung der Fläche relativ zum Elektronenstrahl sowie vom Sekundärelektronenfaktor des Targetmaterials ab. Durch Messung ihrer Intensität I_{SE} durch einen Szintillationszähler bei gleichzeitigem Abrastern der Oberfläche mit dem Elektronenstrahl erzeugt man eine Abbildung der Morphologie $I_{SE}(x,y)$ mittels sog. Flächenneigungskontrast. Dabei entsteht der Eindruck, die Oberfläche werde aus Richtung des Elektronenstrahls betrachtet und aus Richtung des Detektors belichtet. Da Sekundärelektronen auf Grund ihrer geringen Energie (\sim einige eV) nur aus den obersten Atomlagen austreten können, wird ihr Ursprungsort im Wesentlichen durch den Durchmesser des Elektronenstrahls bestimmt. Dadurch lassen sich in REM Auflösungen von wenigen nm erreichen.

Für die Materialanalyse auf Oberflächen können in REM zwei unterschiedliche Messmethoden eingesetzt werden. Sowohl die Intensität der rückgestreuten Elektronen als auch die charakteristischen Röntgenstrahlen hängen stark von der Ordnungszahl Z der Atome in der Wechselwirkungszone des Elektronenstrahls ab. Durch Messung der rückgestreuten Elektronen lässt sich analog zum Flächenneigungskontrast ein Materialkontrast erzeugen, der aber keine exakte Bestimmung der Elemente zulässt. Daher wurde zu diesem Zweck während dieser Arbeit die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDS) verwendet, bei der ein Halbleiterdetektor die erzeugte Röntgenstrahlung misst. Dadurch lässt sich die Materialzusammensetzung der mittels FERM und REM lokalisierten Emitter bestimmen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei verschiedene REM verwendet. Zum einen das JEOL JSM-6510 (Berg. Universität Wuppertal, FB C) und das Phillips XL30S (Berg. Universität Wuppertal, FB E), das zusätzlich über ein EDS-System verfügt. Das JSM-6510 konnte jederzeit verwendet werden, sodass dieses Mikroskop vor allem für schnelle, kurzfristige Oberflächenanalysen genutzt wurde. Die tatsächlich erreichbare Auflösung war auf Grund von außen auf das System übertragenen Schwingungen auf maximal ~ 50 nm begrenzt. Das XL30S

ist aufgrund des Standortes gegen solche Schwingungen besser abgeschirmt, wodurch bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV eine maximale Auflösung von 3 nm erreichbar ist. Daher wurde dieses System für Untersuchungen genutzt, bei denen höhere Auflösungen oder EDS-Analysen notwendig waren. Eine Nutzung war allerdings nicht jederzeit möglich und das EDS-System musste mit flüssigem Stickstoff zur Kühlung des Röntgendetektors versorgt werden.

Beide Systeme stehen in einer nicht staubfreien Umgebung und die Schutzkappen müssen vor der Installation in das jeweilige System von den Proben entfernt werden. Daher werden die untersuchten Oberflächen während der REM-Analysen mit Staub kontaminiert und eine erneute Untersuchung der ursprünglichen Probenoberfläche im FERM ist aktuell ohne zusätzliche Reinigung anschließend nicht mehr möglich.

4.2.3. Optisches Profilometer

Für die zerstörungsfreie Messung der Topographie von Oberflächen wurde das optische Profilometer (OP) MircoProf® der Firma *Fries Research & Technology GmbH* [150] aus Abbildung 4-12 verwendet, welches innerhalb einer mit einem Reinstluftmodul geschaffenen staubarmen Umgebung (ISO 7) steht. Über einen Lichtleiter wird weißes Licht durch eine konvexe Linse im Messkopf auf die Probe geführt. Durch die chromatische Aberration wird das Licht entlang der z -Achse relativ zur Probenoberfläche spektral aufgespalten, wie in Abbildung 4-13 dargestellt. In Abhängigkeit vom Abstand der Probenoberfläche zum Messkopf wird nur eine der Spektralfarben auf der Oberfläche fokussiert. Das von der Probe rückgestreute Licht wird über die gleiche Linse aufgesammelt und per Lichtwellenleiter und Faserkoppler in einen Spektrumanalysator geleitet. Die Wellenlänge λ_i der fokussierten Farbe weist die höchste Intensität auf, wodurch der Abstand der Probe zum Messkopf von einer Messsoftware ermittelt werden kann [151]. Durch Abrastern der Probe bei konstanter Höhe des Messkopfes kann die Topographie $z(x, y)$ der Probe ermittelt werden. Basierend auf diesen diskreten Ergebnissen können

$$R_a = \frac{1}{N \cdot M} \sum_{n=0}^{N-1} \sum_{m=0}^{M-1} |z(x_n, y_m) - \bar{z}| \quad (2.39)$$

bzw.

$$R_q = \frac{1}{N \cdot M} \sum_{n=0}^{N-1} \sum_{m=0}^{M-1} (z(x_n, y_m) - \bar{z})^2 \quad (2.40)$$

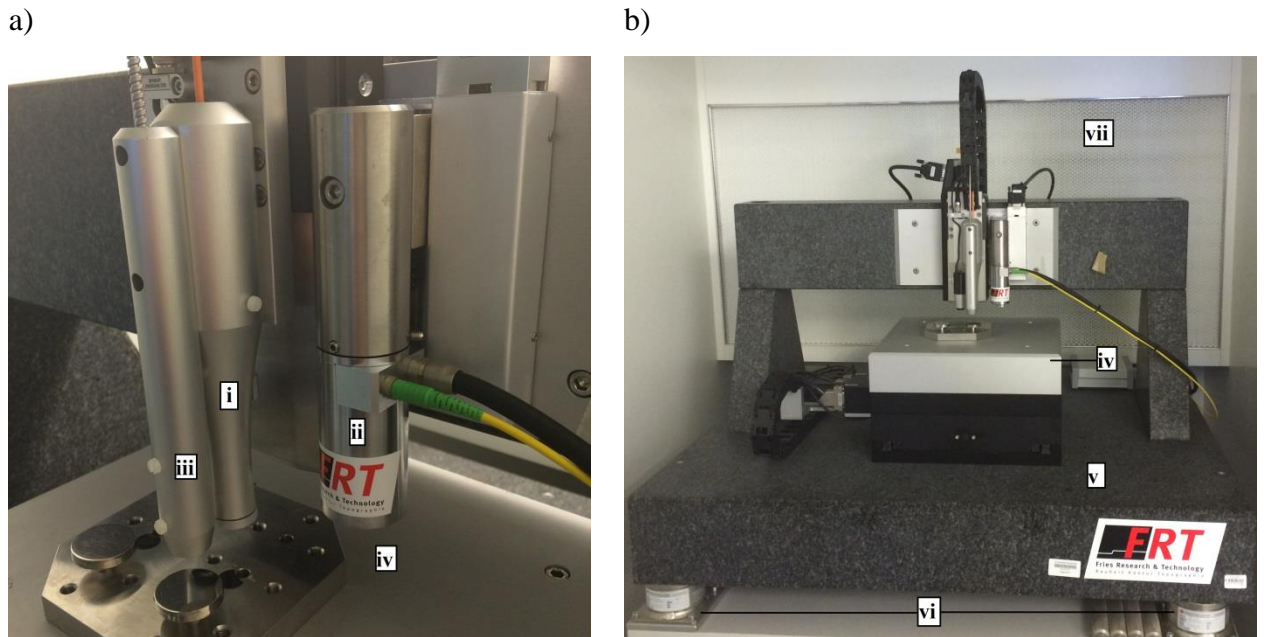


Abbildung 4-12: Messkopf des optischen Profilometers (i) sowie des Rasterkraftmikroskops (ii) und einem Schichtdickensensor (iii) über einem Rastertisch (iv) mit Proben (a). Der Rastertisch ist auf einer Granitplatte (v) mit hydraulischer Dämpfung (vi) vor einem Reinstluftmodul (vii) montiert (b).

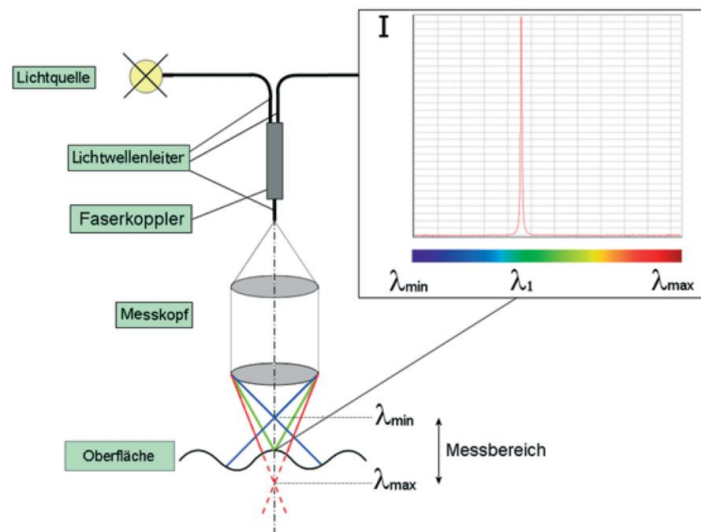


Abbildung 4-13: Schematische Darstellung des Messprinzips des optischen Profilometers [151].

aus dem Raster mit $M \cdot N$ Datenpunkten berechnet werden. Alternativ kann die PSD für ein Linienprofil aus

$$PSD(f_x)_N(k) = \frac{\Delta x}{N} \left| \sum_{n=0}^{N-1} z(x_n) \cdot \exp(-2\pi i \cdot n \cdot k/N) \right|^2 K(k) \quad (2.41)$$

berechnet werden. Dies gibt den k -ten Term der PSD eines Linienprofils $z(x_n)$ der Länge L mit N Datenpunkten an. Dabei ist $f_x = k/L$ die Ortsfrequenz, Δx die Schrittweite und $K(k)$ ein Korrekturterm, der nur für $K(\pm N/2) = 1/2$ von 1 verschieden ist [87]. Für die Charakterisierung einer Oberfläche wird üblicherweise die PSD aller M -Zeilen eines 3D-Profiles berechnet und anschließend gemittelt.

Zusätzlich zeichnet das OP die Gesamtintensität des rückgestreuten Lichts integriert über alle Wellenlängen auf und erstellt ein Intensitätsbild $i(x, y)$. Dieses gibt zusätzlich Informationen über die Stärke der diffusen Rückstreuung, die durch verschiedene Materialien oder Mikrorauheiten unterhalb der Messgrenze verursacht werden. In diesen Bildern kann häufig die Kristallinität der untersuchten Oberflächen sowie Kratzer besonders gut erkannt werden.

Der MicroProf® kann Messungen mit einer maximalen lateralen Auflösung von $2\ \mu\text{m}$ durchführen, die durch den Durchmesser des Lichtpunktes auf der Oberfläche begrenzt ist. Die Höhenauflösung der Topographie ist mit $3\ \text{nm}$ deutlich besser. Der maximale Messbereich in z -Richtung hängt von der Stärke der chromatischen Aberration der verwendeten Linse ab und liegt für das verwendete System bei $300\ \mu\text{m}$. Durch Messungen von mehreren Schichten in verschiedenen Höhen lässt sich dies erweitern, indem diese nachträglich durch die Messsoftware miteinander verknüpft werden. Das OP verfügt über einen Rastertisch mit einer Größe von $25 \times 25\ \text{cm}^2$, der auf einer Granitplatte sitzt und hydraulisch gegen Bodenschwingungen gefedert ist.

4.2.4. Rasterkraftmikroskop

Für topographische Aufnahmen mit einer lateralen Auflösung unterhalb der Limitierung des OP wurde ein Rasterkraftmikroskop (engl. *atomic force microscope*, AFM) der Firma *Fries Research & Technology GmbH* verwendet (Abbildung 4-12a). Das Profil einer Oberfläche wird durch eine dünne Nadel mit einem Krümmungsradius von wenigen nm aufgenommen, die an einer Biegefeder, der sogenannten Cantilever, befestigt ist. Die Spitze ist entweder in einem geringen Abstand über der Oberfläche (Nicht-Kontakt-Modus) oder direkt auf der Oberfläche (Kontakt-Modus) platziert. Die auftretenden Oberflächenkräfte (\sim einige nN) wirken anziehend auf die Spitze, sodass die Cantilever im Kontakt-Modus gebogen wird. Diese Biegung kann über einen Laser kontrolliert werden. Während eines Scans wird der Messkopf so in z -Richtung geregelt nachfahren, dass die Biegung der Cantilever und damit die wirkende Oberflächenkraft

konstant bleiben. Diese Bewegung wird als Topographiebild $z(x,y)$ aufgezeichnet. Im Nicht-Kontakt-Modus wird die Cantilever mit ihrer Eigenfrequenz resonant angeregt. In der Nähe der Oberfläche ist diese Eigenfrequenz sensitiv gegenüber den Oberflächenkräften, sodass in diesem Modus $z(x,y)$ ebenfalls durch Regelung des Messkopfes für eine konstante Resonanzfrequenz aufgezeichnet wird. Unabhängig vom Modus können mit diesen Daten analog zum OP R_a , R_q sowie die PSD berechnet werden.

Das verwendete AFM kann Messungen in einem Messbereich von maximal $95 \times 95 \mu\text{m}^2$ durchführen. Die erreichbare laterale Auflösung hängt stark vom Krümmungsradius r_{AFM} der verwendeten Spitze ab. Dabei sind die Messungen im Nicht-Kontakt-Modus unter den korrekten Bedingungen (UHV, saubere Oberfläche, schwingungsfreie Umgebung) bei kleinsten Abständen genauer und es ist theoretisch eine atomare Auflösung erreichbar. Unter den realen Bedingungen des MicroProf® (Messung an Luft) hat sich der einfachere Kontakt-Modus als ausreichend erwiesen, sodass ausschließlich dieser für die vorliegende Arbeit verwendet wurde. Für alle in dieser Arbeit präsentierten Ergebnisse wurden mit Aluminium beschichtete Nadeln mit $r_{AFM} < 7 \text{ nm}$ aus dotiertem Silizium (Typ: PPP-CONTR) der Firma *NanoAndMore* [152] verwendet.

4.2.5. Röntgenphotoelektronenspektroskopie

Für die ergänzenden Untersuchungen von Oberflächenoxiden wurde die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (engl. *X-ray photoelectron spectroscopy*, XPS) verwendet. Das zu untersuchende Material wird hierfür energiereicher Röntgenstrahlung ausgesetzt, welche wiederum Photoelektronen aus den inneren Orbitalen der Atome des Targetmaterials auslöst. Diese haben für das untersuchte Material charakteristische Energien, die neben der Bindungsenergie der Elektronen im Atom nur von vorher festgelegten Parametern (Anregungsenergie der Röntgenstrahlung, Austrittsarbeit des Spektrometers) abhängen. Durch Aufnahme eines Spektrums der Photoelektronen kann auf diese Weise die Zusammensetzung des Materials bestimmt und zwischen verschiedenen chemischen Bindungen unterschieden werden. Eine detaillierte Beschreibung der Röntgenelektronenspektroskopie findet sich u.a. in [153]. Die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen wurden in Zusammenarbeit mit dem HZB an der Synchrotronstrahlungsquelle BESSY II durchgeführt, die in [154] genauer beschrieben ist. Die Spektren wurden bei einer Energie des einfallenden Strahls von 650 eV mit einem Hemisphärischen Energieanalysator (PHOIBOS 150, Specs) aufgenommen. Der Basisdruck

während dieser Messungen lag bei $p = 4 \times 10^{-8}$ Pa. Die Größe des Messflecks betrug $\sim 1 \text{ cm}^2$ und die Analyse kammer verfügt zusätzlich über eine *in-situ* Heizstation analog zum FERM.

4.2.6. Relokalisierung der Messstellen in verschiedenen Messapparaturen

Ein wichtiger Aspekt bei der Untersuchung der EFE von metallischen Oberflächen ist die Relokalisierung der Emissionsstellen in den verschiedenen Messtechniken. Zu diesem Zweck werden Markierungen an den Proben benötigt, mit denen man die Orientierung der Probe sowie die Koordinatensysteme in den Messapparaturen abgleichen kann. Auf großen Nb-Proben ($\varnothing \geq 20 \text{ mm}$) werden dafür zwei Markierungen am Rand in einem Winkel von $\sim 90^\circ$ zueinander verwendet, wie in Abbildung 4-14a gezeigt. Die muldenförmige Markierungen haben eine maximale Breite von $\sim 200 \mu\text{m}$ und ihre Mitte kann im FERM mit Hilfe des langreichweitigen Mikroskops von der Anode mit einer Genauigkeit von $\sim 100 \mu\text{m}$ angefahren werden. Die Positionierungsgenauigkeit in anderen Messsystemen (OP, AFM, REM) ist deutlich besser, sodass die Grenze für die Relokalisierungsgenauigkeit der Messergebnisse durch das FERM zu $100 \mu\text{m}$ begrenzt ist.

Bei kleineren Proben wurde diese Art der Markierung nicht genutzt, da auf solchen Proben häufig bereits präparationsbedingt Merkmale existierten, die zur Orientierung verwendet werden konnten, wie Löcher auf der Oberfläche oder Markierungen auf dem Probenstempel. Beide

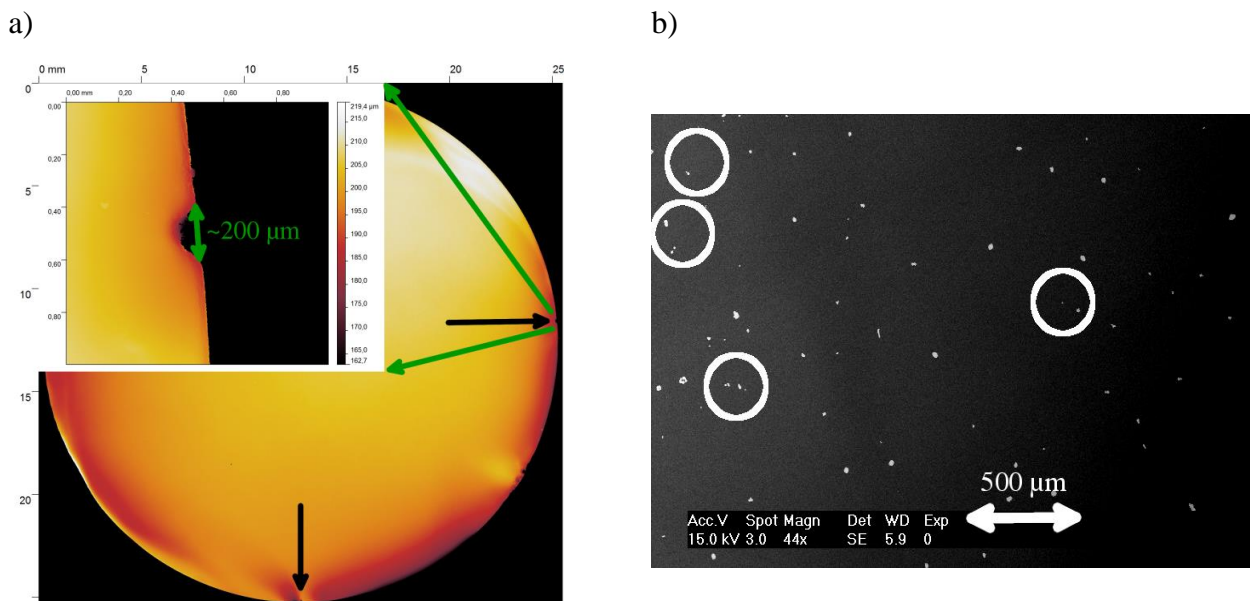


Abbildung 4-14: OP-Aufnahme des optischen Profils einer Probe mit zwei Markierungen zur Relokalisierung von Messstellen (a) sowie Beispiel für eine Unterschreitung der Relokalisierungsgenauigkeit durch zu starke Verschmutzung der Oberfläche (b, REM).

Arten der Markierung führen zu einer Relokalisierungsgenauigkeit von $\sim 500 \mu\text{m}$. Da die Löcher bei Ankunft an der BUW auf den entsprechenden Probenoberflächen bereits vorhanden waren, hätte eine zusätzliche Markierung am Rand den Scanbereich soweit eingeschränkt, dass die gestiegene Relokalisierungsgenauigkeit nur auf Kosten einer schlechteren Messstatistik erreichbar gewesen wäre. Die zweite Art der Markierung wurde auf den Proben angewandt, bei denen die gesamte Oberfläche inklusive des Rands mit dem FERM gemessen wurde. Eine Markierung am Rand hätte zu untypischer EFE geführt. Der Nachteil hierbei ist, dass die Position der Markierungen mit der Anode nicht direkt angefahren werden kann, da diese außerhalb des Sichtfeldes des langreichweitigen Mikroskops liegen.

In allen drei Fällen hängt die Möglichkeit zur Korrelierung von OP-, AFM- oder REM-Ergebnissen mit FERM-Resultaten zusätzlich stark vom Zustand der Probenoberfläche ab. Gibt es zu viele Oberflächendefekte oder Partikel, unterschreitet deren Abstand die Korrelationsgenauigkeit, wie in Abbildung 4-14b dargestellt. Dadurch lässt sich nicht mehr eindeutig bestimmen, welches Oberflächenmerkmal Ursache der EFE ist. Demnach ist es für ein vollständiges Verständnis der Ergebnisse wichtig, glatte und saubere Oberflächen zu untersuchen. Dies kann durch den Einsatz ausreichender Reinigungs- und Politurverfahren sowie einer Reduktion von Korngrenzen durch Messungen auf einkristallinen oder großkristallinen Oberflächen am besten erreicht werden.

5. Resultate und Diskussion der EFE-Messungen auf Nb

Für die Reduktion von Dunkelströmen in supraleitenden Strukturen aus Nb ist eine genaue Kenntnis der Einflüsse einzelner Präparationsschritte auf die EFE besonders wichtig. Die folgenden Kapitel fassen die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Ergebnisse der Untersuchung zur EFE von flachen Nb-Proben nach unterschiedlichen Präparationen zusammen. Diese enthalten systematische Messungen des Einflusses verschiedener Oberflächenpolituren (EP, BCP, CBP) sowie verschiedene Heizbehandlungen von Nb auf die EFE. Darüber hinaus wurden Strategien untersucht, mit denen die Anzahl auftretende Emitter durch Variation der Oberflächenpräparation reduziert werden könnte.

5.1. Stromkonditionierung von Feldemittern auf chemisch polierten Einkristallen

Partikel und Oberflächendefekte sind der Hauptgrund für die EFE von hochdruckwassergespülten Nb-Oberflächen [24]. Während die Partikelanzahl durch verbesserte Reinigungsmethoden, wie z.B. DIC, sowie sorgfältige Handhabung in Reinräumen reduziert werden kann, wird die richtige Wahl der Kristallinität und der Politur nach wie vor diskutiert [155]. Für die Kavitäten des ILC wird beispielsweise grobkristallines oder einkristallines Nb in Betracht gezogen, das mit einer Kombination aus BCP und EP poliert wird [1]. Daher werden in diesem Abschnitt die Ergebnisse zu EFE-Messungen auf Nb-Einkristallen zusammengefasst, die mit solch einer Kombination aus EP und BCP bei konstanter Gesamtpolieriefe d_{pol} mit variierendem Polierverhältnis ρ_{pol} behandelt wurden.

Die dabei gefundenen Emitter erhielten eine Stromkonditionierung (SK), die vergleichbar mit dem in Kavitäten angewendeten „*High peak power processing*“ ist [156]. Dabei werden hohe Hochfrequenzfelder in der Struktur erzeugt, die aktive Emitter durch einen hohen Stromfluss zerstören sollen. Diese Art der Deaktivierung parasitärer Emitter wird ohne eine Demontage der zusätzlichen Komponenten durchgeführt, z.B. Heliumtank oder Dämpfer für die Moden höherer Ordnung. Dadurch ist sie deutlich anwenderfreundlicher als das aktuell bei DESY durchgeführte „*retreatment*“ [9], bei dem Emitter durch zusätzliche Oberflächenbehandlungen wie Reinigung oder Polituren entfernt werden müssen. Allerdings ist nach wie vor unklar, welche Veränderungen die Emitter durch den erhöhten Stromfluss erfahren können und ob dies für alle Emitter durchführbar ist. Daher wurde an einem Teil der in den vorherigen Untersuchungen lokalisierten Emitttern eine SK mit Hilfe von lokalen Messungen bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ bzw. $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ durchgeführt. Die maximale Stromstärke wurde so gewählt, dass die in einer supraleitenden Kavität induzierten Verluste mit $P_{EFE} \sim 10 \text{ W}$ und die damit einhergehende Wärme in der

Strukturwand noch ausreichend von der Kryotechnik gekühlt werden könnte. Die typische Wärmebelastung des Kryosystems des EXFEL, das ein Modul für acht Strukturen versorgt, beträgt z.B. 9,78 W für eine Heliumbadtemperatur von $T = 2$ K [3], sodass höhere EFE-Ströme als $1 \mu\text{A}$ für das Prozessen nicht praktikabel wären.

5.1.1. Proben und topographische Untersuchungen

Insgesamt vier runde Nb-Proben wurden in Kooperation mit der *Thomas Jefferson National Accelerator Facility* (TJNAF) präpariert. Sie bestehen aus vier einkristallinen Nb-Scheiben ($\text{RRR} > 250$) mit einem Durchmesser von $\varnothing = 23-26$ mm. Die Oberfläche wurde in zwei Schritten am TJNAF mit einer Kombination aus BCP ($d_{pol}^{BCP} = 20-120 \mu\text{m}$) und anschließender EP ($d_{pol}^{EP} = 18-116 \mu\text{m}$) poliert. Dabei wurde eine konstante Gesamtpoliertiefe von $d_{pol} = d_{pol}^{BCP} + d_{pol}^{EP} = 136-138 \mu\text{m}$ für alle vier Proben gewählt, bei einem variablen Polierverhältnis $\rho_{pol} = d_{pol}^{EP} / d_{pol}^{BCP} = 0,15-5,80$. Tabelle 5-1 gibt eine Übersicht über alle präparierten Proben. Eine solche Kombination aus EP und BCP wird u.a. für die Produktion der aktuellen EXFEL-Strukturen verwendet [155]. Die Nb-Scheiben wurden nach der Politur auf jeweils einen Stempel geklebt und die Reinigung der Proben wurde mit DIC durchgeführt. Für die Probenpositionierung wurden zwei Markierungen am Rand jeder Probe verwendet.

Die Oberflächen aller vier Proben wurden mit dem OP in zwei Schritten untersucht. Zuerst wurden Messungen der vollständigen Probenoberfläche in einem Bereich von $\sim 26,0 \times 26,0 \text{ mm}^2$ mit moderaten Auflösungen zwischen $13-25 \mu\text{m}$ durchgeführt, wie in Abbildung 5-1a für die EK20-116-Probe nach der finalen EP gezeigt. Am Rand zeigten alle

Tabelle 5-1: Übersicht der Politur mit variiertem Politurverhältnisse ρ_{pol} der verwendeten einkristallinen Nb-Proben.

Probe	Poliertur			
	$d_{pol}^{BCP} [\mu\text{m}]$	$d_{pol}^{EP} [\mu\text{m}]$	$d_{pol} [\mu\text{m}]$	ρ_{pol}
PK20-116	20	116	136	5,80
PK40-96	40	96	136	2,40
PK80-58	80	58	138	0,73
PK120-18	120	18	138	0,15

Proben leichte Unregelmäßigkeiten in Form von Erhöhungen mit einem Höhenunterschied von bis zu 30 μm . Diese Randeffekte sind bei der EP im zweiten Politurschritt entstanden. Die Mitte ist in einem Bereich von $15 \times 15 \text{ mm}^2$ jedoch bei allen Proben für Untersuchungen mit dem FERM ausreichend glatt. In einem zweiten Schritt wurden je Probe mindestens 6 hochauflösende OP-Aufnahmen in einem Bereich von $1 \times 1 \text{ mm}^2$ vor und nach der finalen EP aufgenommen. Typische Ergebnisse sind in Abbildung 5-2 für alle vier Proben gezeigt. Gut sind auf allen Oberflächen nach der BCP kleine Ätzgruben mit einem typischen Durchmesser von $\varnothing \approx 50 \mu\text{m}$ zu erkennen. Die Tiefe dieser Gruben nimmt mit zunehmender BCP-Poliertiefe von 5 μm ($d_{pol}^{BCP} = 20 \mu\text{m}$) über 2 μm ($d_{pol}^{BCP} = 40 \mu\text{m}$) bzw. 1 μm ($d_{pol}^{BCP} = 80 \mu\text{m}$) auf 0,5 μm ($d_{pol}^{BCP} = 120 \mu\text{m}$) ab. Diese Einebnung der Oberfläche spiegelt sich auch in den gemessenen Rauheitswerten R_a bzw. R_q wieder. Tabelle 5-2 fasst die entsprechenden Mittelwerte inklusive Standardabweichung zusammen. Beide Werte verkleinern sich schrittweise mit zunehmender Poliertiefe.

Der zweite Politurschritt mit angepasstem d_{pol}^{EP} hat einen ähnlichen Effekt gezeigt. Die Tiefe der Ätzgruben auf der PK20-116 wurde auf 3 μm verringert. Auf den übrigen Proben konnte eine konstante Tiefe von 0,5 μm festgestellt werden, die nicht unterschritten werden konnte. Die ermittelten Rauheitswerte spiegeln dies wider, da für alle Polituren mit $\rho_{pol} \leq 2,40$ ähnliche

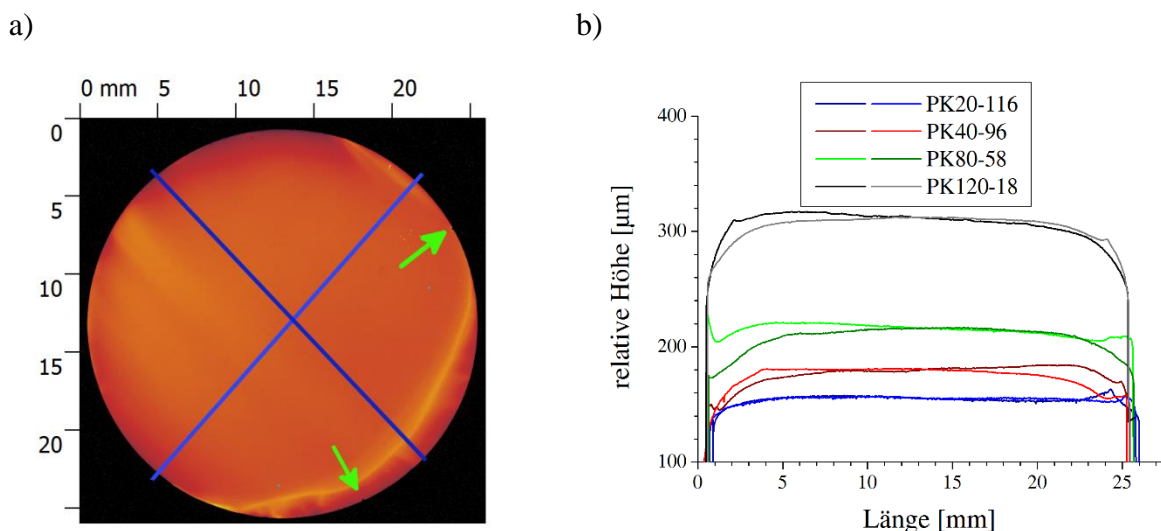


Abbildung 5-1: OP-Aufnahme einer vollständigen Nb-Probenoberfläche nach 20 μm chemischer und 116 μm Elektropolitur mit Markierungen (grüner Pfeil) in einem Messbereich von $A_{Porfil} = 26 \times 26 \text{ mm}^2$ und einer lateralen Auflösung von 13 μm (a). Je zwei Profilschnitte für alle vier Proben wie in (a) angedeutet zeigen die makroskopische Glattheit der Oberflächen (b).

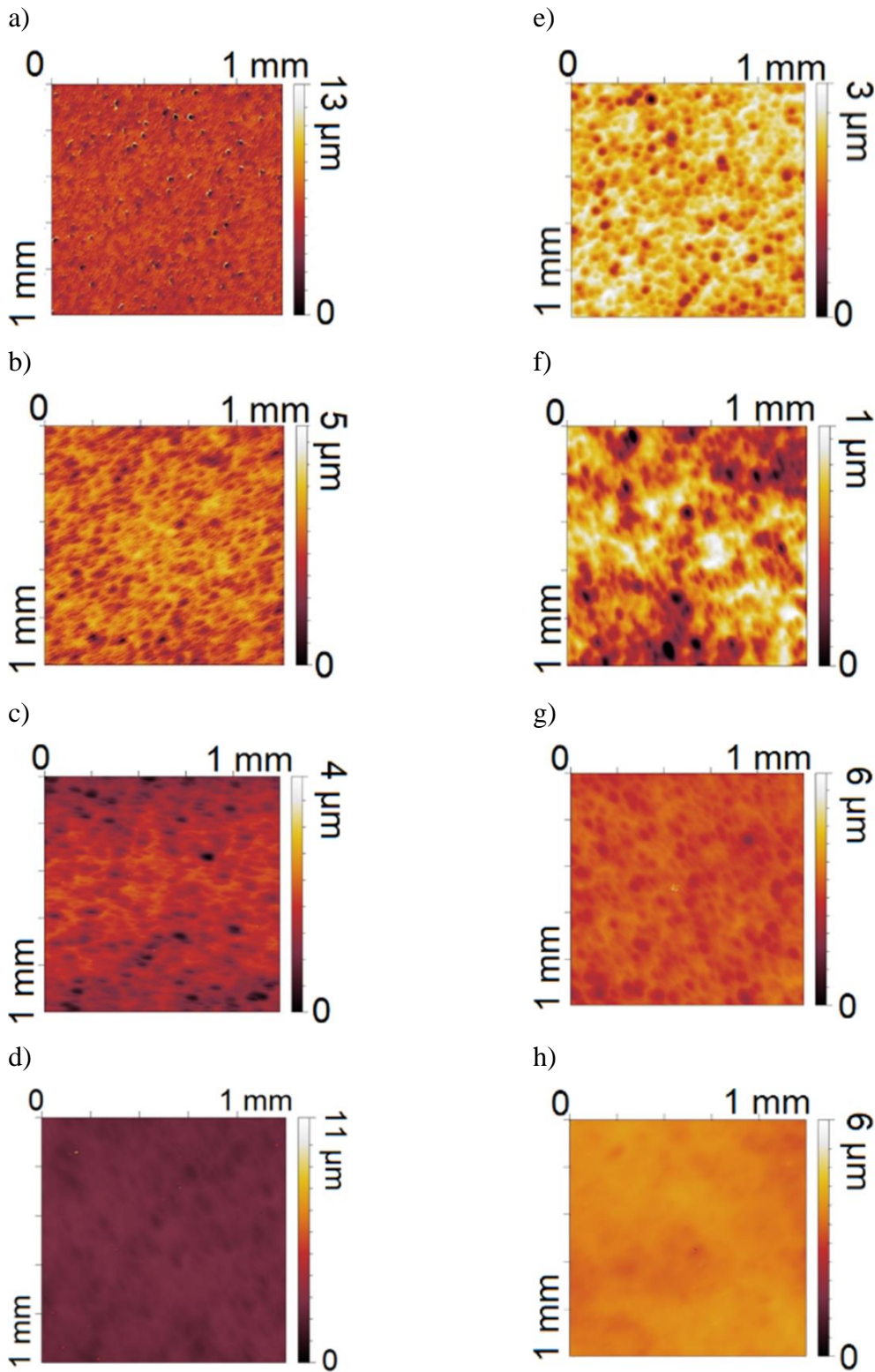


Abbildung 5-2: Typische Topographische Aufnahmen mit dem optischen Profilometer ($A_{Profil} = 1 \times 1 \text{ mm}^2$, Auflösung $2 \mu\text{m}$) aller chemisch und elektrolierter Proben mit $\rho^{pol} = 5,80$ (a, e), $\rho^{pol} = 2,40$ (b, f), $\rho^{pol} = 0,73$ (c, g) und $\rho^{pol} = 0,15$ (d, h) vor (a-d) und nach der finalen Elektropolitur (e-h).

Rauheitswerte gemessen wurden. Lediglich die Probe, die am meisten elektropoliert wurde, zeigte eine erhöhte Rauheit. Offensichtlich muss die Vorpolitur mit BCP ausreichend gut sein ($R_a \leq 0,5\mu\text{m}$), um eine glatte Oberfläche mit der EP zu erreichen. Bemerkenswert ist, dass für Oberflächen mit $R_a < 200\text{ nm}$ nach der BCP die Rauheit durch die finale EP nicht verbessert wurde. Für eine Politur mit BCP und EP sowie eine Gesamtpolieriefe von $d_{pol} = 136-138\mu\text{m}$ ist dies der bestmöglich erreichbare Wert.

Tabelle 5-2: Mit Hilfe der Topographiebildern aus Abbildung 5-2 bestimmten Rauheitswerte R_a und R_q vor bzw. nach der finalen EP.

$d_{pol}^{EP} / d_{pol}^{BCP}$	BCP		BCP + EP	
	R_a [nm]	R_q [nm]	R_a [nm]	R_q [nm]
ρ_{pol}				
5,80	717±22	1008±61	303±12	400±32
2,40	434±18	554±24	135±34	265±22
0,73	131±9	250±11	202±13	255±44
0,15	114±12	154±21	176±77	227±70

5.1.2. EFE-Messungen und statistische Auswertung

Für alle vier Proben wurden nach der finalen DIC-Reinigung Feldkarten zwischen $E = 100-240\text{ MV m}^{-1}$ in einem Bereich von $1 \times 1\text{ cm}^2$ in der Mitte jeder Probe aufgenommen. Es wurde eine kegelstumpfförmige Anode mit einem Durchmesser von $300\text{ }\mu\text{m}$ verwendet und die schrittweise bzw. Ortsauflösung der Scans betrug $150\text{ }\mu\text{m}$. Der Proben-Anoden-Abstand betrug $\Delta z = 40-50\text{ }\mu\text{m}$.

Die Feldstärken der Feldkarte mit dem ersten aktivierten Emitter waren auf allen Proben mit $E = 120-140\text{ MV m}^{-1}$ sehr ähnlich. Bis auf die Resultate auf der PK20-116-Probe gilt dies auch für die Emitteranzahldichte N bei höheren Feldstärken die bei $E = 200\text{ MV m}^{-1}$ zwischen $N = 4,00 \pm 2,24\text{ cm}^{-2}$ und $N = 9,00 \pm 2,83\text{ cm}^{-2}$ liegt. PK20-116 zeigte bei $E = 180\text{ MV m}^{-1}$ insgesamt 27 aktivierte Emitter, sodass diese Oberfläche ein weiteres Mal mit DIC gereinigt und erneut Feldkarten aufgenommen wurden. Im Anschluss an diese Nachbehandlung zeigte die Probe eine mit den anderen Oberflächen vergleichbare EFE mit dem ersten Emitter bei

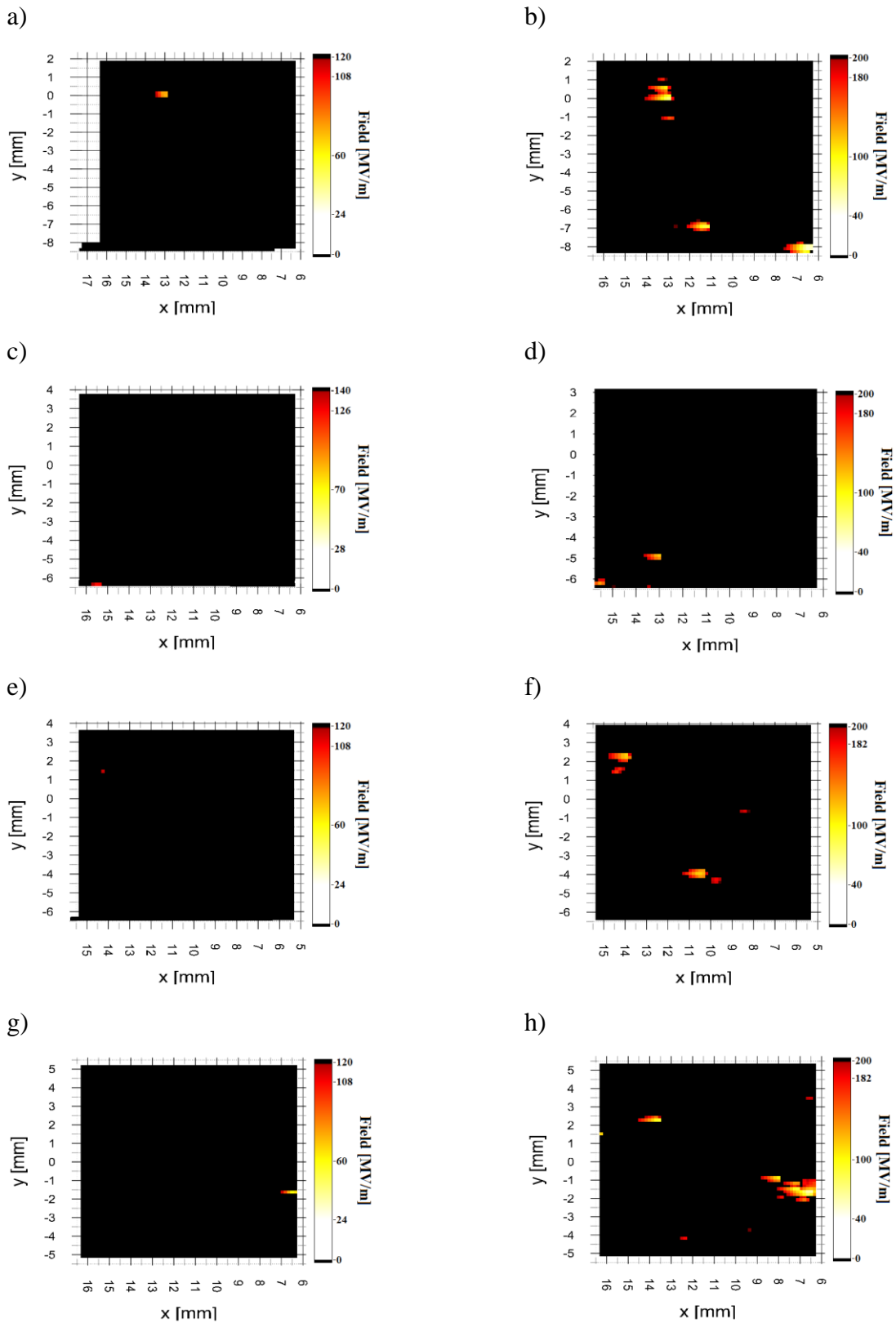


Abbildung 5-3: Feldkarten der Messung mit erstem stabilen Emitter (links) und bei $E_{act} = 200 \text{ MV m}^{-1}$ (rechts) für die chemisch und elektropolierten Proben mit $\rho^{pol} = 5,80$ (a, b), $\rho^{pol} = 2,40$ (c, d), $\rho^{pol} = 0,73$ (e, f) und $\rho^{pol} = 0,15$ (g, h).

$E = 120 \text{ MV m}^{-1}$ und $N = 7,00 \pm 2,65 \text{ cm}^{-2}$ für $E = 200 \text{ MV m}^{-1}$, sodass die erste Reinigung wahrscheinlich fehlgeschlagen ist. Probe PK40-96 wies bei $E = 200 \text{ MV m}^{-1}$ ein niedrigeres N auf, weswegen die Messung auf dieser Probe bis $E = 240 \text{ MV m}^{-1}$ fortgesetzt wurde. Abbildung 5-3 zeigt ausgewählte Beispiele für Feldkarten aller vier Proben mit jeweils dem ersten stabilen Emitter sowie bei $E = 200 \text{ MV m}^{-1}$. Es ist bemerkenswert, dass an vielen Emissionsstellen innerhalb von $\sim 1 \text{ mm}$ mindestens ein weiterer Emitter zu finden ist. Tatsächlich treten bei $E = 200 \text{ MV m}^{-1}$ nur 7 von insgesamt 25 Emittern örtlich isoliert auf. Darüber finden sich große Flächen, in denen bis $E = 200 \text{ MV m}^{-1}$ keine EFE gemessen werden konnte.

Der Verlauf der Emitteranzahldichte $N(E_{act})$ in Abhängigkeit von der Aktivierungsfeldstärke kann aus den gezeigten Feldkarten für alle Proben der Probenserie ermittelt werden. Abbildung 5-4a zeigt die Emitteranzahldichte $N(E_{act})$ für alle Proben separat aufgetragen gemäß Gleichung (2.29) des statistischen Modells für die Emitteraktivierung. Zur Überprüfung des Modells wurde für alle Daten mit der Methode des kleinsten Quadrats eine Ausgleichsgerade berechnet. Die Fitparameter sind in Tabelle 5-3 zusammengefasst. Die Korrelationskoeffizienten der Ausgleichsgeraden liegen zwischen $R = -0,817$ und $R = -0,933$. Das bedeutet, dass das statistische Modell für die Ergebnisse auf alle vier Proben angewendet werden kann. Ein Einfluss der unterschiedlichen Polituren durch Variation von ρ_{pol} auf die

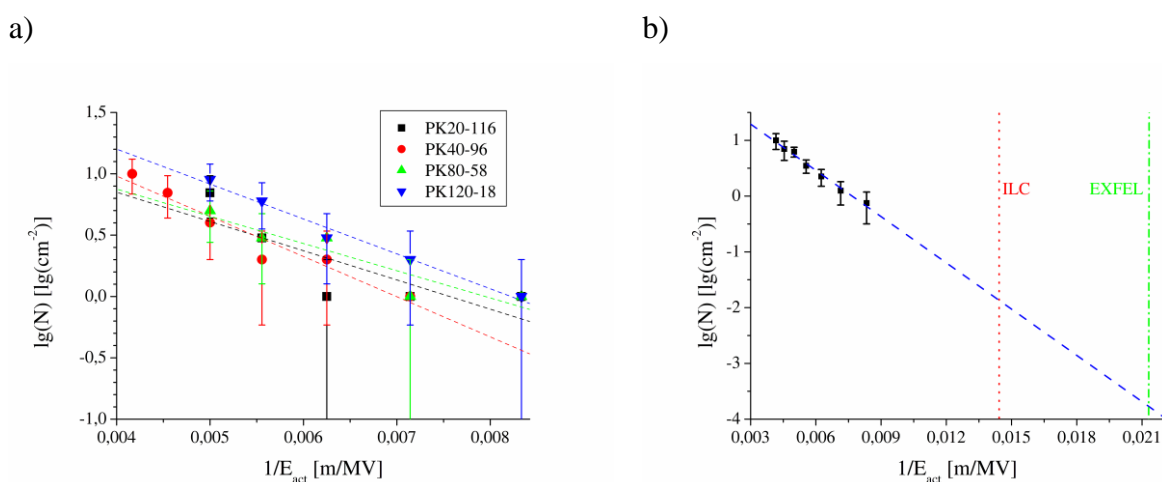


Abbildung 5-4: Die ermittelte Emitteranzahldichte $N(E_{act})$ in Abhängigkeit des Aktivierungsfeldes aller untersuchten Proben (a) sowie das arithmetische Mittel aller vier Proben (b) aufgetragen gemäß Gleichung (2.29) mit linearen Fits (gestrichelte Linien) und den Spitzenfeldern des EXFEL ($E_{peak} = 46,7 \text{ MV m}^{-1}$) und ILC ($E_{peak} = 70 \text{ MV m}^{-1}$).

Tabelle 5-3: Fitparameter A und B gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden aus Abbildung 5-4.

	PK20-116	PK40-96	PK80-58	PK120-18	$\bar{N}(E_{act})$
ρ_{pol}	5,80	2,40	0,73	0,15	-
A	$1,80 \pm 0,64$	$2,29 \pm 0,23$	$1,76 \pm 0,33$	$2,34 \pm 0,14$	$2,12 \pm 0,09$
B	$-238,3 \pm 96,9$	$-327,6 \pm 42,4$	$-221,9 \pm 50,9$	$284,5 \pm 21,7$	$-276,5 \pm 14,4$
R	-0,817	-0,968	-0,929	-0,991	-0.993

EFE-Aktivierung lässt sich weder in Abbildung 5-4a noch bei den Fitparametern A und B des statistischen Modells erkennen. Demnach spielt eine Variation der chemischen Politur von Kavitäten in Bezug auf die parasitäre EFE keine Rolle. Deswegen wurde zur Verbesserung der Statistik das arithmetische Mittel $\bar{N}(E_{act})$ aller vier Proben erstellt und ebenfalls gemäß dem statistischen Modell Abbildung 5-4b aufgetragen. Die Ausgleichsgerade beschreibt $\bar{N}(E_{act})$ mit einem Korrelationskoeffizienten von $R = -0.993$ sehr gut, was die Anwendbarkeit von Gleichung (2.29) auf Feldemissionsmessungen auf Nb-Oberflächen bestätigt. Abbildung 5-4b zeigt darüber hinaus Niveaulinien der elektrischen Spitzenfelder der aktuellen EXFEL-Kavitäten ($E_{peak} = 46.7 \text{ MV m}^{-1}$) sowie der zukünftigen ILC-Kavitäten ($E_{peak} = 70 \text{ MV m}^{-1}$). Durch Extrapolation der Daten mit Hilfe des statistischen Modells kann die Emitteranzahldichte bei den entsprechenden Feldstärken zu $N(E_{act} = 46,7 \text{ MV m}^{-1}) = 1,59 \times 10^{-4} \text{ cm}^{-2}$ bzw. $N(E_{act} = 70 \text{ MV m}^{-1}) = 1,48 \times 10^{-2} \text{ cm}^{-2}$ abgeschätzt werden. Des Weiteren können mit der Annahme $E_{lim} = 500 \text{ MV m}^{-1}$ als Durchschlagsspannung des natürlichen Nb-Oberflächenoxids Nb_2O_5 [157] die Modellparameter $c_s = 1,273$, $N_{tot} = 37 \text{ cm}^{-2}$ und $N_0 = 168 \text{ cm}^{-2}$ aus den Fitparametern sowie den Gleichungen (2.32) und (2.33) bestimmt werden. $N(E_{act} = 240 \text{ MV m}^{-1}) = 10 \text{ cm}^{-2} < N_{tot} < N_0$ bedeutet in diesem Zusammenhang, dass die meisten potentiellen Emissionsstellen bei $E = 240 \text{ MV m}^{-1}$ noch nicht aktiviert wurden.

Um die Stärke der gefundenen Emitter festzustellen, wurden insgesamt 41 Emissionsstellen auf allen vier Proben einzeln analysiert. An diesen wurde darüber hinaus der Einfluss der SK auf das Emissionsverhalten untersucht. Die Emitter wurden dafür in drei Gruppen eingeteilt:

1. $I(E)$ -Messung bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$
2. $I(E)$ -Messung bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$
3. $I(E)$ -Messung bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ und anschließender $I(t)$ -Stabilitätsmessung

Für Emittierer der Gruppe 1 wurde das elektrische Feld mit einer Rate $\sim 100 \text{ kV s}^{-1}$ soweit erhöht, bis eine EFE-Strom von $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ erreicht war. Wie erwartet, ließ sich durch die geringe Stromstärke kein Emittierer deaktivieren und die Stärke der Emission unterlag keinen starken Veränderungen. Abbildung 5-5a und -b zeigen zwei Beispiele für diese lokalen Messungen aus denen der Feldüberhöhungsfaktor β und die emittierende Fläche S für $\varphi = 4 \text{ eV}$ bestimmt wurden. An einem Partikelemittierer (a) änderten sich die FN-Parameter $\beta^A = 21$, $S^A = 4,9 \times 10^{-4} \mu\text{m}^2$ sowie $E_{on}^A = 171 \text{ MV m}^{-1}$ vor der SK leicht zu $\beta^E = 20$, $S^E = 3,5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ und $E_{on}^E = 171 \text{ MV m}^{-1}$. Das EFE-Verhalten des Kratzeremittierers (b) wurde von der SK nicht verändert.

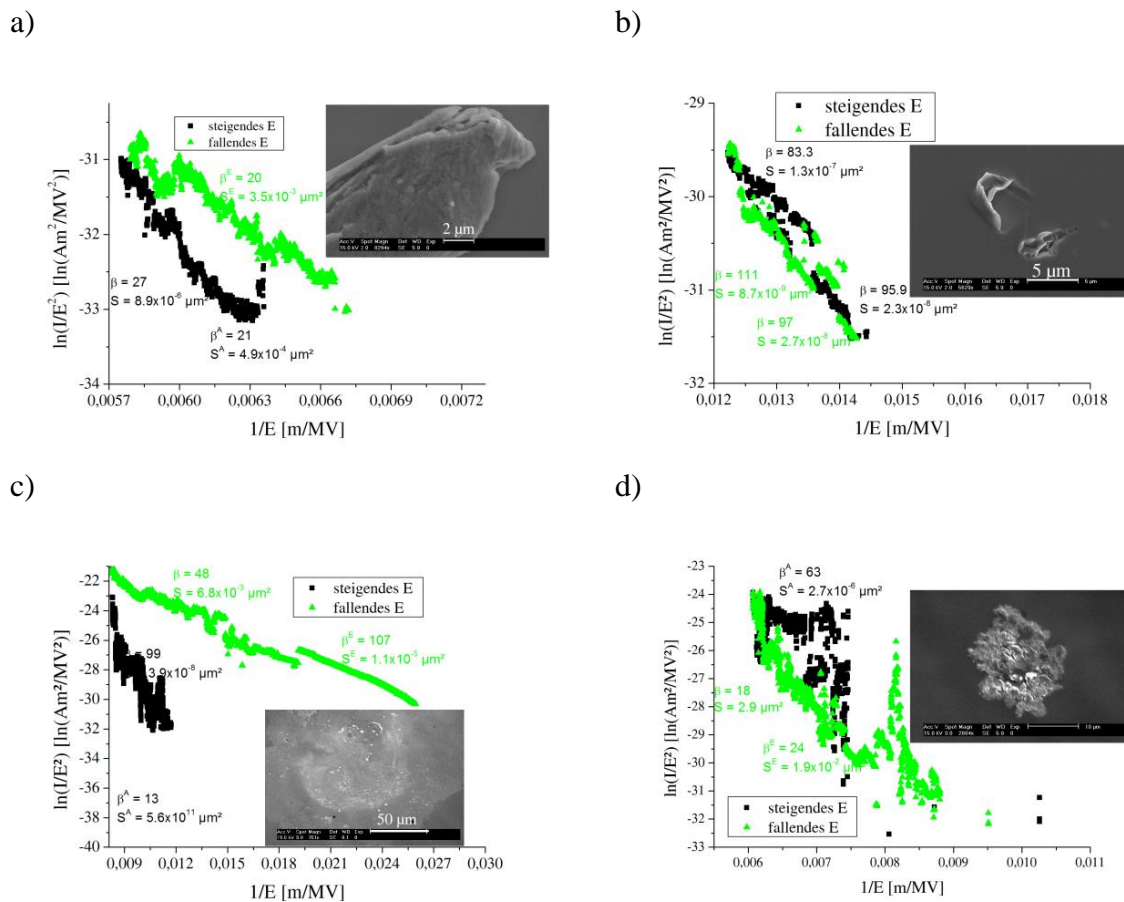


Abbildung 5-5: FN-Plot und REM-Bild von vier Emittierern nach einer SK bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ (a und b) bzw. bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ (c und d).

Gruppe 2 enthielt Ergebnisse von insgesamt 7 Emissionsstellen. Das elektrische Feld wurde hier analog zu den Emittern aus Gruppe 1 soweit erhöht, bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ erreicht wurde. Für diese Emittter konnte im Gegensatz zur Messung bis $I_{FE} = 1 \text{nA}$ eine deutliche Veränderung der Emissionsstärke beobachtet werden. Zwei typische Ergebnisse, jeweils für einen Emittter mit stärkerer sowie schwächerer EFE nach der SK, sind in Abbildung 5-5c und -d abgebildet. Im ersten Fall änderten sich die EFE-Parameter von $\beta^A = 13$, $S^A = 5,6 \times 10^{11} \mu\text{m}^2$ und $E_{on}^E = 99 \text{ MV m}^{-1}$ zu $\beta^E = 107$, $S^E = 1,1 \times 10^{-5} \mu\text{m}^2$ und $E_{on}^A = 44 \text{ MV m}^{-1}$. Die REM-Analyse hat an der Emissionsstelle eine geschmolzene bzw. zerstörte Struktur gezeigt. Der zweite Emittter wurde durch einen Kratzer verursacht und änderte seine EFE-Parameter von $\beta^A = 63$, $S^A = 2,7 \times 10^{-6} \mu\text{m}^2$ und $E_{on}^A = 77 \text{ MV m}^{-1}$ zu $\beta^E = 24$, $S^E = 1,9 \times 10^2 \mu\text{m}^2$ und $E_{on}^E = 118 \text{ MV m}^{-1}$. Die EFE einiger Emittter wurden während der SK stabilisiert. Eine Deaktivierung von Emittern konnte nicht beobachtet werden.

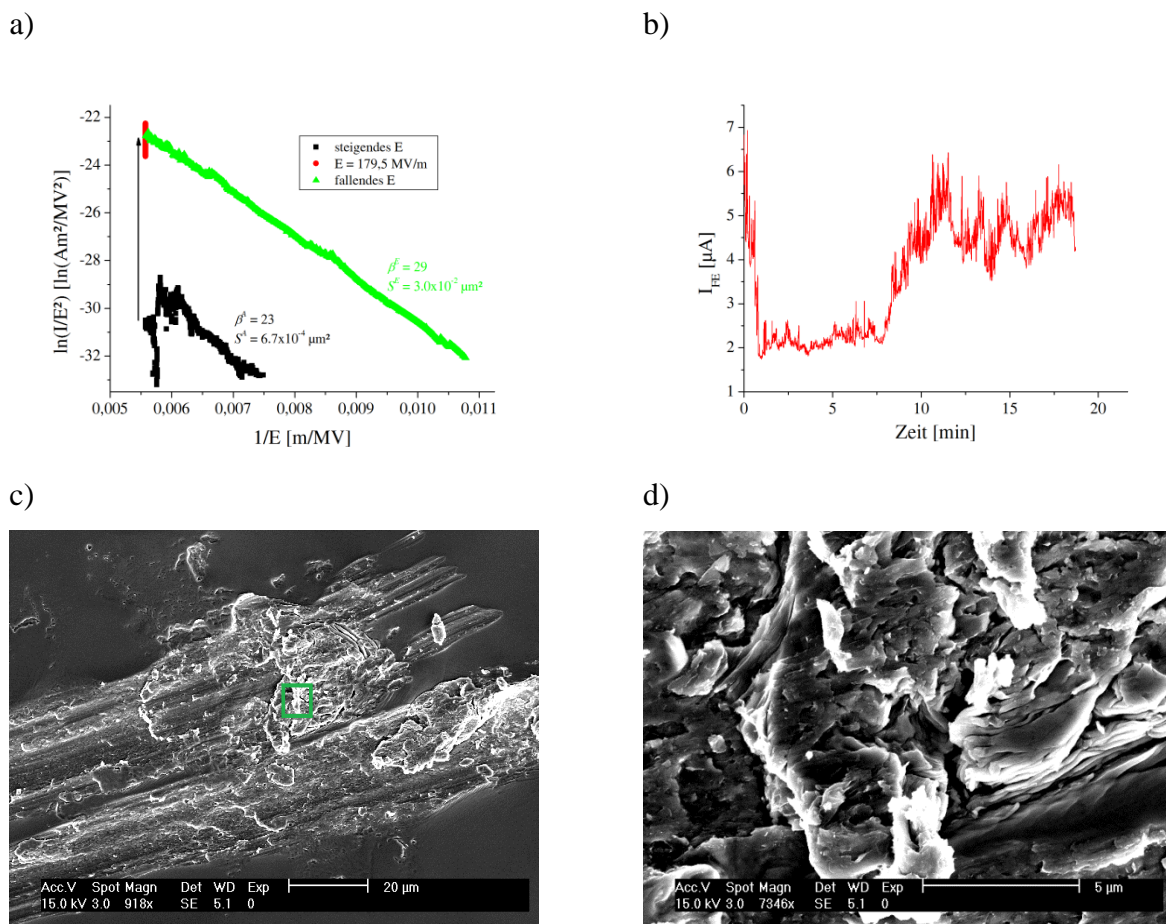


Abbildung 5-6: FN-Plot bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ (a) und $I(t)$ -Verlauf für $E = 179,5 \text{ MV m}^{-1}$ (b). REM-Übersichts- (c) und Detailaufnahme in der grünen Fläche (d) zeigen einen typischen Kratzeremittter.

Gruppe 3 enthält Messungen an insgesamt 10 Emittieren. Für diese wurde nach Erreichen eines EFE-Stroms von $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ zusätzlich eine $I(t)$ -Stabilitätsmessung für das konstante elektrische Feld über $\sim 9\text{--}23$ min durchgeführt. Abbildung 5-6 zeigt die Messergebnisse eines typischen Emitters, der bei $E_{act} = 160 \text{ MV m}^{-1}$ aktiviert wurde und mit $\beta = 23$ und $S = 6,7 \times 10^{-4} \mu\text{m}^2$ bis $I_{FE} = 9 \text{ nA}$ stabile EFE zeigte. Die REM-Analyse der Emissionsstelle hat einen länglichen Kratzer mit $\sim 50 \mu\text{m}$ Breite gezeigt, der viele scharfkantige Strukturen enthält. Nach einem kurzen Einbruch des Stroms auf 1 nA wurde eine starke Aktivierung registriert, in dessen Folge der Strom auf $I_{FE} = 6 \mu\text{A}$ bei $E = 179,5 \text{ MV m}^{-1}$ anstieg. Diese wurde möglicherweise durch Abdampfen von Adsorbaten auf Grund des Stromflusses, durch Veränderungen der Austrittsarbeit oder eventuell durch Elektromigration verursacht. Bei dieser Feldstärke wurde über 1120 s ($\sim 18,7$ min) die $I(t)$ -Messung aufgenommen. Innerhalb von 50 s sank der Strom auf $2 \mu\text{A}$ und blieb für 400 s mit $\Delta I_{FE} \approx \pm 0,5 \mu\text{A}$ konstant. Ab $t = 7,7$ min stieg der Strom wieder an und erreichte nach 3 min erneut $I_{FE} \leq 6 \mu\text{A}$. Für die restliche Messung blieb der Strom bei $I_{FE} = 4,5 \pm 1,0 \mu\text{A}$ konstant und der Emitter zeigte ein konstantes Emissionsverhalten mit $\beta = 29$ und $S = 3,0 \times 10^{-2} \mu\text{m}^2$. Durch die Messung wurde der Emitter deutlich stärker und die Einsatzfeldstärke E_{on} (1 nA) wurde von $157,4 \text{ MV m}^{-1}$ auf $103,4 \text{ MV m}^{-1}$ reduziert. Insgesamt

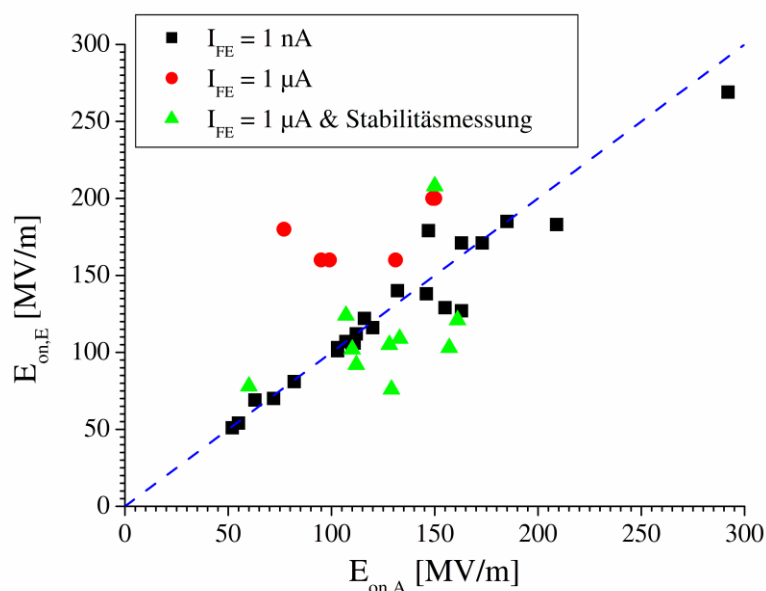


Abbildung 5-7: Nach der Stromkonditionierung (SK) bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ bzw. $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ mit und ohne Stabilitätsmessung erhaltene Einsatzfeldstärken $E_{on,E}$ aufgetragen gegen vor der SK erhaltenen Werte $E_{on,A}$. Die blau gestrichelte Linie entspricht $E_{on,E} = E_{on,A}$.

zeigten 7 der 10 untersuchten Emittoren ein ähnliches Verhalten. Auch bei diesen traten in den $I(t)$ -Messungen vergleichbare Stromsprünge im μA -Bereich zu höheren und niedrigeren Stromstärken auf. Jedoch konnte mit dieser SK ebenfalls kein Emittor deaktiviert werden.

Der Vergleich der Einsatzfeldstärken $E_{on,A}$ vor mit den Werten $E_{on,E}$ nach der SK aller untersuchter Emittoren in Abbildung 5-7 bestätigt den Eindruck, dass mit keiner der angewandten Konditionierungen eine deutliche Schwächung von Emittoren erzielt werden konnte. Die Einsatzfeldstärken der ersten sowie der dritten Gruppe lagen um die Niveaulinie $E_{on,E} = E_{on,A}$. Allerdings ist die Streuung der Daten für SK bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ mit $I(t)$ -Stabilitätsmessungen um diese Niveaulinie deutlich stärker als für eine SK bis $I_{FE} = 1 \text{nA}$. Es ist sogar ein leichter Trend zu niedrigeren $E_{on,E}$ zu erkennen, was mit den Aktivierungseffekten während der

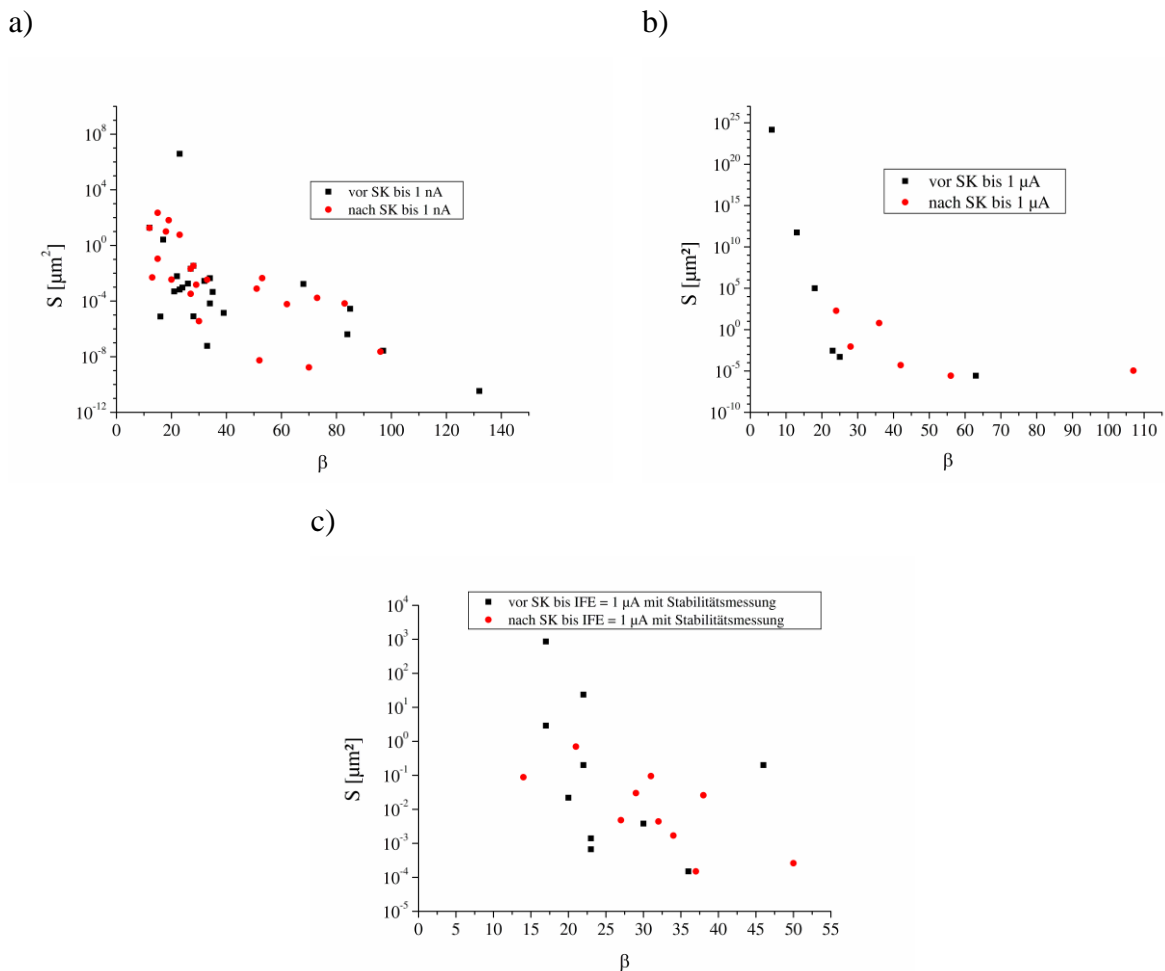


Abbildung 5-8: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktoren β vor und nach der Stromkonditionierung bis $I_{FE} = 1 \text{nA}$ (a) sowie $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ ohne (b) bzw. mit Stabilitätsmessung (c).

$I(t)$ - Messungen zu erklären ist. Allein die Emitter der zweiten Gruppe zeigen einen erkennbaren Trend zu höheren Einsatzfeldstärken mit Änderungen von $E_{on,A} = 77 - 150 \text{ MV m}^{-1}$ zu $E_{on,E} = 160 - 200 \text{ MV m}^{-1}$.

Eine Erklärung für diesen Effekt lässt sich durch Betrachtung der zugehörigen Feldüberhöhungsfaktoren β und emittierenden Flächen S finden, die aus den lokalen Messungen bestimmt wurden. Abbildung 5-8 zeigt S aufgetragen gegen β für alle Emitter vor bzw. nach der jeweiligen SK. Für die SK bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ ist die Verteilung der Wertepaare vor und nach der SK sehr ähnlich, d.h. EFE-Messungen bis zu dieser Stromstärke verändern die Emitter allenfalls leicht. Für die SK bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ zeigt sich dagegen ein Trend zu niedrigeren S - und höheren β -Werten. Dies ist bemerkenswert, da der Effekt einer SK darauf abzielt, durch Aufschmelzen der Emitterspitzen eine Abschwächung durch ein reduziertes β und eine dadurch bedingt größer werdende emittierende Fläche zu erhalten. Vor allem unvernünftig hohe S -Werte, die größer als die Anodenfläche ($\sim 7 \times 10^{-4} \mu\text{m}$) sind, werden durch die SK unterdrückt, sodass die Werte nach der SK mehrere Größenordnungen niedriger liegen. Da solch hohe S -Werte normalerweise durch resonantes Tunneln, bedingt durch Adsorbate oder Fehlstellen in Oxidschichten, erklärbar sind, wird die beobachtete Abschwächung der Emitter wahrscheinlich durch einen Reinigungseffekt des Stroms oder Veränderungen im Leitungskanal verursacht. Jedoch ist bemerkenswert, dass dieser Effekt nach einer zusätzlichen $I(t)$ -Messung nicht beobachtbar ist. Die β - S -Wertepaare liegen nach dieser SK innerhalb der Ausgangswerte. Allerdings traten bei keinem der untersuchten Emitter unvernünftig hohe S -Werte auf, sodass anhand der vorliegenden Daten nicht ausgeschlossen werden kann, dass hier ein ähnlicher Effekt auftritt. Die Feldüberhöhungsfaktoren zeigen einen leichten Trend zu höheren Werten, möglicherweise auf Grund der beobachteten Aktivierungen während der Stabilitätsmessungen. Dies ist auch der Grund, warum die Einsatzfeldstärken nach der SK eher zu höheren Werten tendieren. Folglich zeigt sich für die FN-Parameter β und S kein merklich positiver Einfluss der untersuchten SK.

5.2. EFE-Untersuchungen von trommelpolierten Nb-Oberflächen

Das Trommelpolieren bzw. CBP ist eine alternative Poliermethode für Resonatoroberflächen, die mit weniger Aufwand vergleichbare Rauheit wie nach typischen Polituren mit EP und BCP erzielt [125]. Nachdem das CBP in Kombination mit EP oder BCP bereits erfolgreich für Nb-Kavitäten angewandt wurde [158,159], wird das Trommelpolieren auch für die Präparation der Beschleunigungsstrukturen des ILC in Betracht gezogen [160,161]. Eine systematische Charakterisierung der EFE-Eigenschaften solcher Oberflächen steht aber noch aus. Daher wurde die EFE einer mit CBP präparierten Nb-Probe vor und nach einer zusätzlichen BCP charakterisiert und es wurde mit korrelierter REM/EDS-Analyse der Ursprung der Emission identifiziert. Zusätzlich wurde der Einfluss der BCP auf die Topographie von CBP-Oberflächen durch vergleichende OP-Messungen bestimmt. Die Ergebnisse dieser Untersuchung werden in den folgenden Abschnitten zusammengefasst.

5.2.1. Proben und Topographische Messungen

Die Messungen wurden auf einer polykristallinen Nb-Probe ($\varnothing = 8,6 \text{ mm}$) durchgeführt, die eine typische CBP am DESY erhalten hat [126]. Diese erfolgte in einer sog. Coupon-Kavität (Abbildung 5-9), bei der ausgesparte Löcher in der Oberfläche durch Proben verschlossen werden. Dadurch erhalten solche Proben dieselbe Politur wie die innere Oberfläche einer Kavität. Die hier untersuchte Probe stammt aus der Nähe der Iris, die dem höchstem elektrischem Feld ausgesetzt ist. In einem zweiten Schritt erhielt die Probe zusätzlich

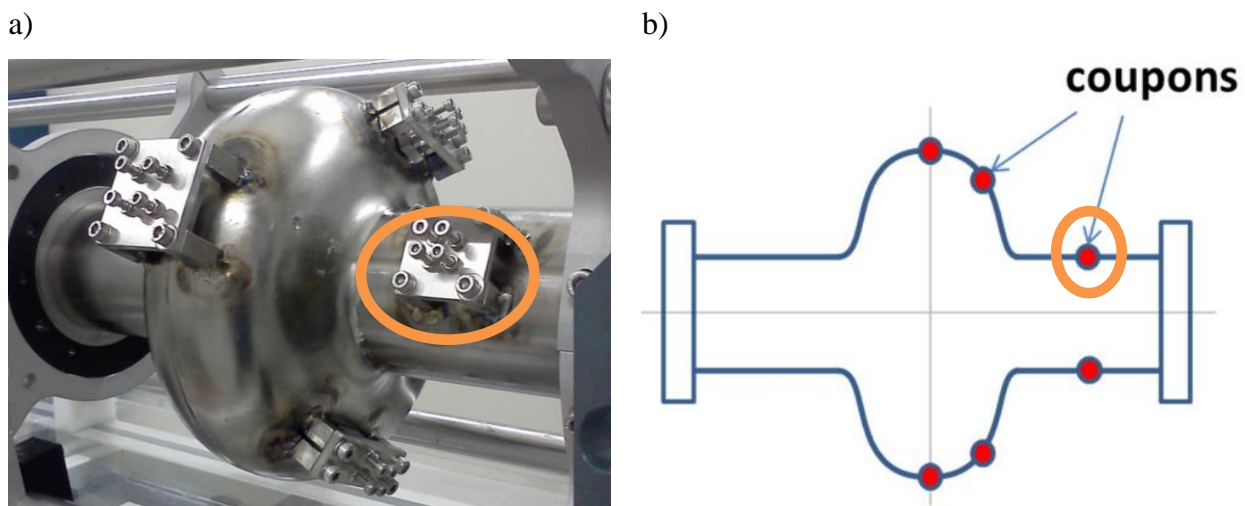


Abbildung 5-9: Foto [162] (a) und schematische Darstellung einer Coupon-Kavität mit markierter Stelle der Probe [126] (b).

eine BCP mit $d_{pol} = 20\mu\text{m}$. Die Reinigung der Oberfläche erfolgte an der BUW vor den EFE-Messungen mit DIC. Zur Kontrolle der Probenposition in den verschiedenen Messsystemen wurde ein präparationsbedingtes Loch verwendet.

Die Topographische Untersuchung der CBP-Proben erfolgte mit dem OP vor und nach der finalen BCP. Abbildung 5-10a zeigt eine Übersichtsaufnahme in einer Messfläche von $A_{Profil} = 8,6 \times 8,6 \text{ mm}^2$ mit einer moderaten lateralen Auflösung von $\sim 17 \mu\text{m}$. Gut sind darauf das präparationsbedingte Loch ($\varnothing \sim 1 \text{ mm}$) in der Oberfläche sowie die stark abgerundeten Kanten zu erkennen. Der maximale Höhenunterschied auf Grund dieser Kanteneffekte beträgt $> 100 \mu\text{m}$. Dadurch ist der Messbereich für das FERM auf $3 \times 3 \text{ mm}^2$ in der Mitte eingeschränkt, wo der maximale Höhenunterschied $\sim 5 \mu\text{m}$ beträgt. Anschließend wurden jeweils 5 hochauflösende Profile (lat. Auflösung $2 \mu\text{m}$, $A_{Profil} = 1 \times 1 \text{ mm}^2$) in ausgewählten Stellen aufgenommen. Die Basisrauheit beträgt in defektfreien Bereichen nach Abzug der Oberflächenkrümmung mit Hilfe eines Polynoms zweiter Ordnung $R_a = 130 \text{ nm}$ und $R_q = 180 \text{ nm}$ nach der CBP. Nach der BCP erhöhten sich diese Werte auf $R_a = 560 \text{ nm}$ $R_q = 730 \text{ nm}$. Die erhöhte Rauheit zeigt sich deutlich beim Vergleich von Linienprofilen der Oberfläche vor und nach der BCP (Abbildung 5-10b). Die *peak-to-peak*-Streuung um die mittlere Ebene ist nach der BCP mit bis zu $\pm 3 \mu\text{m}$ deutlich höher als vorher ($\pm 0,8 \mu\text{m}$). Dieser Anstieg der Rauheit ist typisch für die BCP, deren

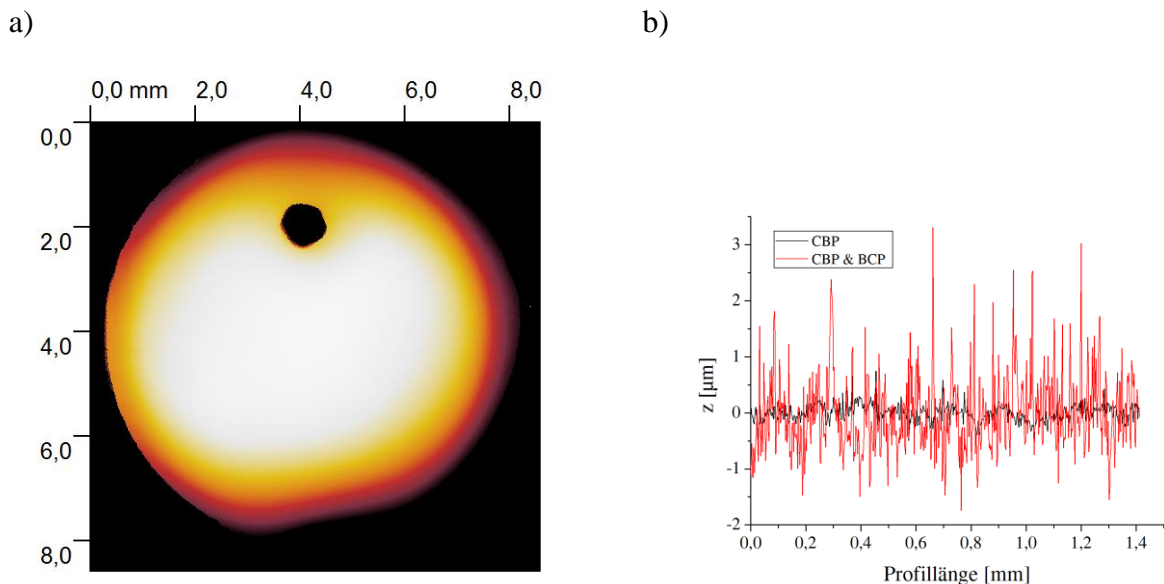


Abbildung 5-10: Übersichtsaufnahme mit dem Optischen Profilometer der trommelpolierten Probe mit $A_{Profil} = 8,6 \times 8,6 \text{ mm}^2$ sowie einer lateralen Auflösung von $\sim 17 \mu\text{m}$ (a) und Linienprofile vor und nach der abschließenden chemischen Politur mit einer lateralen Auflösung von $2 \mu\text{m}$ (b, Profillänge: $1,4 \text{ mm}$).

Poliergeschwindigkeit stark von Kristallfehlern und Kristallorientierungen beeinflusst wird. Besonders an Korngrenzen kann dies zu einer Verstärkung der Stufe zwischen zwei Körnern führen.

Darüber hinaus konnten zwei Oberflächendefekte nach beiden Politurschritten wiedergefunden und verglichen werden. Abbildung 5-11a zeigt einen solchen muldenartigen Defekt nach der CBP, der eine Tiefe von 6 μm und einen Durchmesser von $\sim 40 \mu\text{m}$ aufweist. Der Rand des Defekts ist im Vergleich zur restlichen Oberfläche um $\sim 2 \mu\text{m}$ erhöht. Nach der BCP (Abbildung 5-11b) wird dieser Defekt tiefer (10 μm) und breiter (70 μm). Die Höhe des Randes bleibt unverändert. Für einen weiteren ähnlichen Defekt konnte ein ähnliches Verhalten festgestellt werden. Dieser weist zunächst eine Tiefe von 6 μm bei einer Breite von 20 μm auf. Der Rand ist gegenüber der restlichen Oberfläche um 6 μm erhöht. Nach der BCP wird der Defekt mit einer Tiefe von 5 μm bei einer näherungsweise konstanten Breite von 24 μm etwas flacher. Die Höhe des Randes blieb mit 6 μm nach der BCP ebenfalls konstant. Für die Abschätzung der geometrischen Feldüberhöhung solcher Strukturen ist die Auflösung des OP nicht ausreichend. Allerdings ist es bemerkenswert, dass viele kleinere Defekte auf der Oberfläche nach der BCP auftauchen, wie für die rauere Oberfläche erwartet.

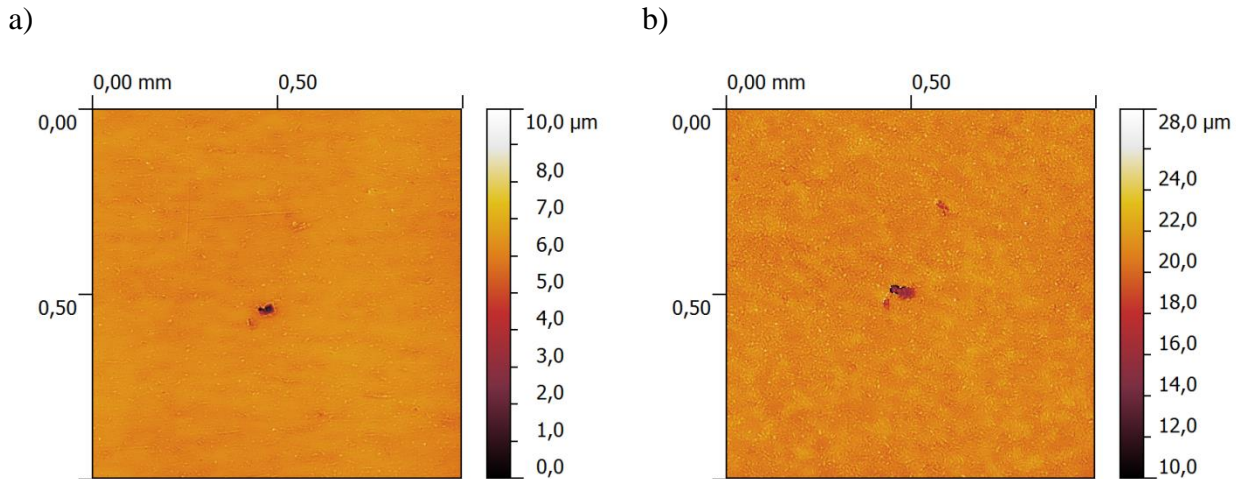


Abbildung 5-11: Hochauflösende OP-Aufnahmen ($A_{\text{Profil}} = 1 \times 1 \text{ mm}^2$, lat. Auflösung $2 \mu\text{m}$) eines muldenartigen Oberflächendefektes vor (a) und nach einer finalen chemischen Politur mit $d_{\text{pol}} = 20 \mu\text{m}$ (b).

5.2.2. EFE-Resultate

Auf beiden Oberflächen wurden Feldkarten zwischen $E = 20\text{--}110\text{ MV m}^{-1}$ vor bzw. $E = 25\text{--}225\text{ MV m}^{-1}$ nach der finalen BCP in einer Fläche von $3\times 3\text{ mm}^2$ in der Mitte der Probe mit einer Ortsauflösung von $50\text{ }\mu\text{m}$ bzw. $150\text{ }\mu\text{m}$ aufgenommen. In beiden Messungen konnte ein starker Anstieg der Emitteranzahldichte mit dem elektrischen Feld beobachtet werden, wie in Abbildung 5-12 gezeigt. Allerdings setzte die EFE auf der rein mechanisch polierten Oberfläche bei $E = 60\text{ MV m}^{-1}$ ein (Abbildung 5-12a) und zeigte bei $E = 110\text{ MV m}^{-1}$ insgesamt 32 Emitter (Abbildung 5-12c). Auf der zusätzlich chemisch polierten Oberfläche setzt die EFE trotz höherer Rauheit signifikant später ein. Erst bei einer Feldstärke von $E = 175\text{ MV m}^{-1}$ konnte der erste stabile Emitter beobachtet werden (Abbildung 5-12d). Auf dieser Oberfläche stieg die Anzahl aktivierter stabiler Emitter ebenfalls mit dem elektrischen Feld auf 10 Emitter bei $E = 225\text{ MV m}^{-1}$ an (Abbildung 5-12f). Die Messungen haben eindeutig gezeigt, dass eine rein mechanische Politur mit CBP zu starker EFE führt, welche durch eine leichte BCP ausreichend unterdrückt werden kann.

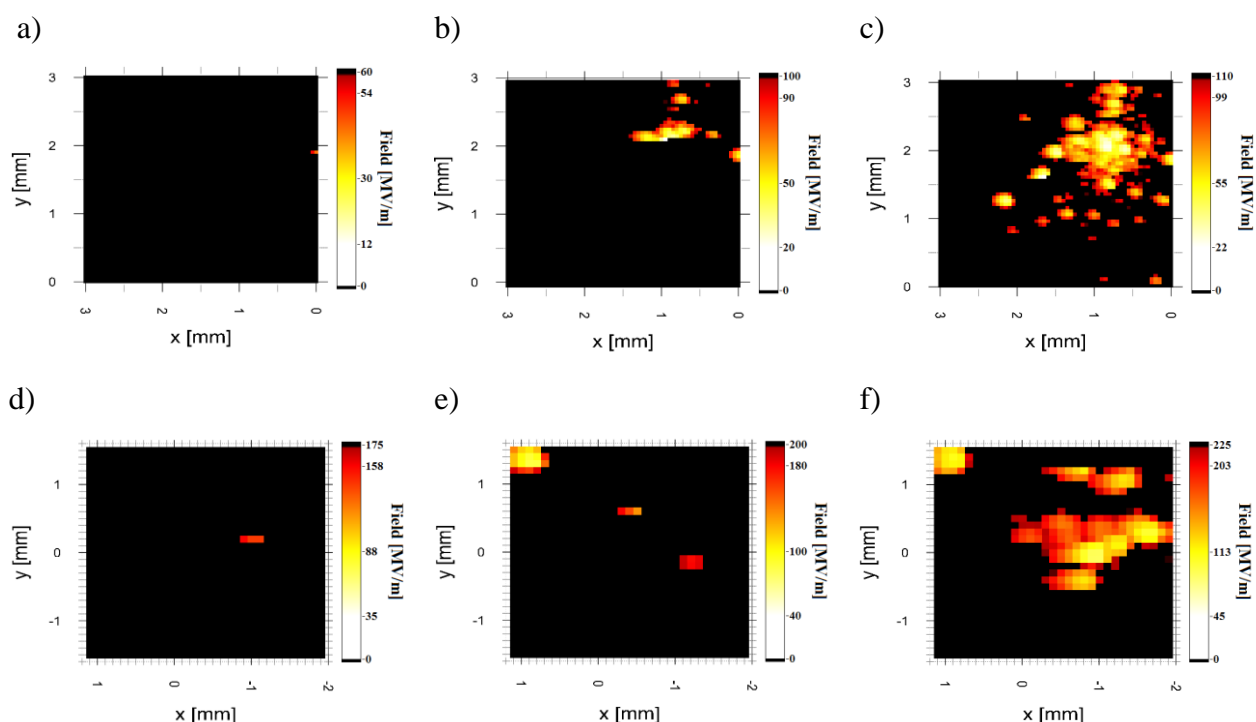


Abbildung 5-12: Feldkarten der trommelpolierten Probe bei verschiedenen Feldstärken in einer Fläche von $3\times 3\text{ mm}^2$ vor (a-c) und nach (d-f) einer BCP mit $d_{\text{pol}} = 20\text{ }\mu\text{m}$. Zu beachten sind die unterschiedlichen Feldstärken.

Auf beiden Oberflächen konnte in den Feldkarten ein Aktivierungseffekt der Emitter festgestellt werden. Daher wurden die $N(E_{act})$ -Daten dem statistischen Modell entsprechend in Abbildung 5-13 aufgetragen. Der Plot bestätigt den starken Einfluss der BCP auf die EFE-Charakteristik. Die chemische Politur verschiebt zum einen die Ausgleichsgerade zu niedrigen N und verändert zum anderen die Steigung deutlich. Die Ausgleichsrechnung für beide Messungen ergab $A = 6,43 \pm 0,35$, $B = -432,7 \pm 32,8$ und $R = -0,997$ vor bzw. $A = 5,61 \pm 0,29$, $B = -802,6 \pm 56,8$ und $R = -0,993$ nach der finalen BCP. Eine Anwendung des statistischen Modells zur Emitteraktivierung ist demnach auf trommelpolierte Nb-Oberflächen ohne bzw. mit finaler BCP möglich. Eine Bestimmung der Modellparameter ist für die Oberfläche ohne abschließende BCP jedoch nicht sinnvoll, da der Wert für E_{lim} durch die von der mechanischen Politur beschädigte Oberflächenschicht möglicherweise vom im vorherigen Abschnitt verwendeten Wert abweicht. Für die zusätzlich chemisch polierte Oberfläche kann erneut $E_{lim} = 500 \text{ MV m}^{-1}$ angenommen werden. Dadurch berechnen sich die Modellparameter zu $c_s = 3,696$, $N_{tot} \approx 10110 \text{ cm}^{-2}$ und $N_0 = 1,5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$. Bezieht man N_{tot} auf die untersuchte Messfläche von $0,3 \times 0,3 \text{ cm}^{-2}$, erhält man $N_{tot} \cdot 0,09 \text{ cm}^{-2} \sim 910$ potentielle Emitter in der untersuchten Fläche. Das bedeutet: Die bis E_{lim} aktivierbaren Emitter liegen im Schnitt $100 \mu\text{m}$ auseinander. Dieser Wert ist mit Hinblick auf die hohe Rauheit dieser Probe im Vergleich zu den rein chemisch polierten Proben aus Kapitel 5.1 realistisch. Der Vergleich der Werte für c_s

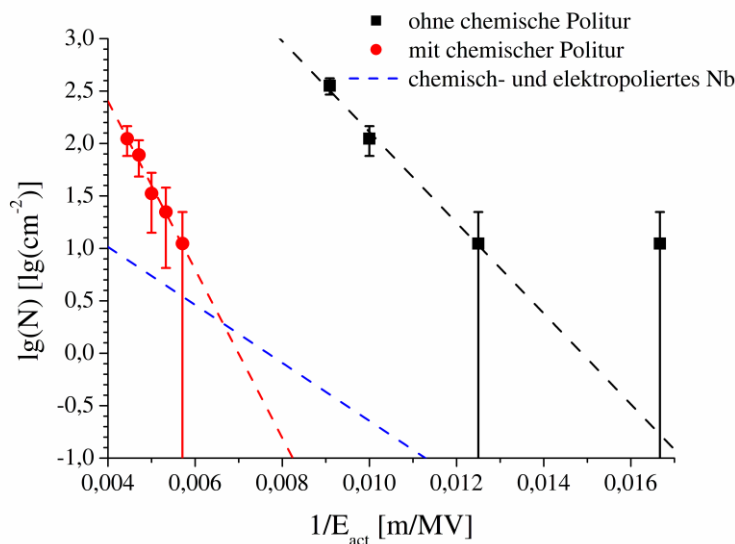


Abbildung 5-13: $N(E_{act})$ der Trommelpolierten Proben wie in Abbildung 5-4 vor und nach der finalen chemischen Politur mit linearen Fits (gestrichelte Linie). Zum Vergleich ist die Ausgleichsgerade aus Abbildung 5-4b eingezeichnet (blau gestrichelt).

sowie der $N(E_{act})$ -Kurven zwischen diesen Oberflächen zeigt, dass diese erhöhte Anzahl potentieller Emittoren nach der chemischen Politur erst bei hohen Feldstärken aktiviert wird. Die Extrapolation der für die Anwendung besseren Ergebnisse der zusätzlich chemisch polierten Probe zu den Spitzenfeldern des EXFEL und des ILC liefert mit $N(E_{act} = 46,7 \text{ MV m}^{-1}) = 2,7 \times 10^{-12} \text{ cm}^{-2}$ sowie $N(E_{act} = 70 \text{ MV m}^{-1}) = 1,4 \times 10^{-6} \text{ cm}^{-2}$ sehr niedrige Werte.

Die Analyse der typischer Emittoren auf beiden Oberflächen mit dem REM hat ergeben, dass die starke EFE der rein trommelpolierten Oberfläche durch Oberflächeneinschlüsse verursacht wurde, an deren Rand scharfe Kanten der Nb-Oberfläche entstanden sind. Die EDS-Analyse der Einschlüsse hat gezeigt, dass es sich dabei um Al_2O_3 handelt, das als Schleifmittel bei der CBP verwendet wird. Diese bildeten zwischen dem isolierenden Al_2O_3 , dem Nb-Festkörper und dem Vakuum sog. *triple junctions* [163], die typischerweise sehr gute Emittoren sind. Die Aufnahme

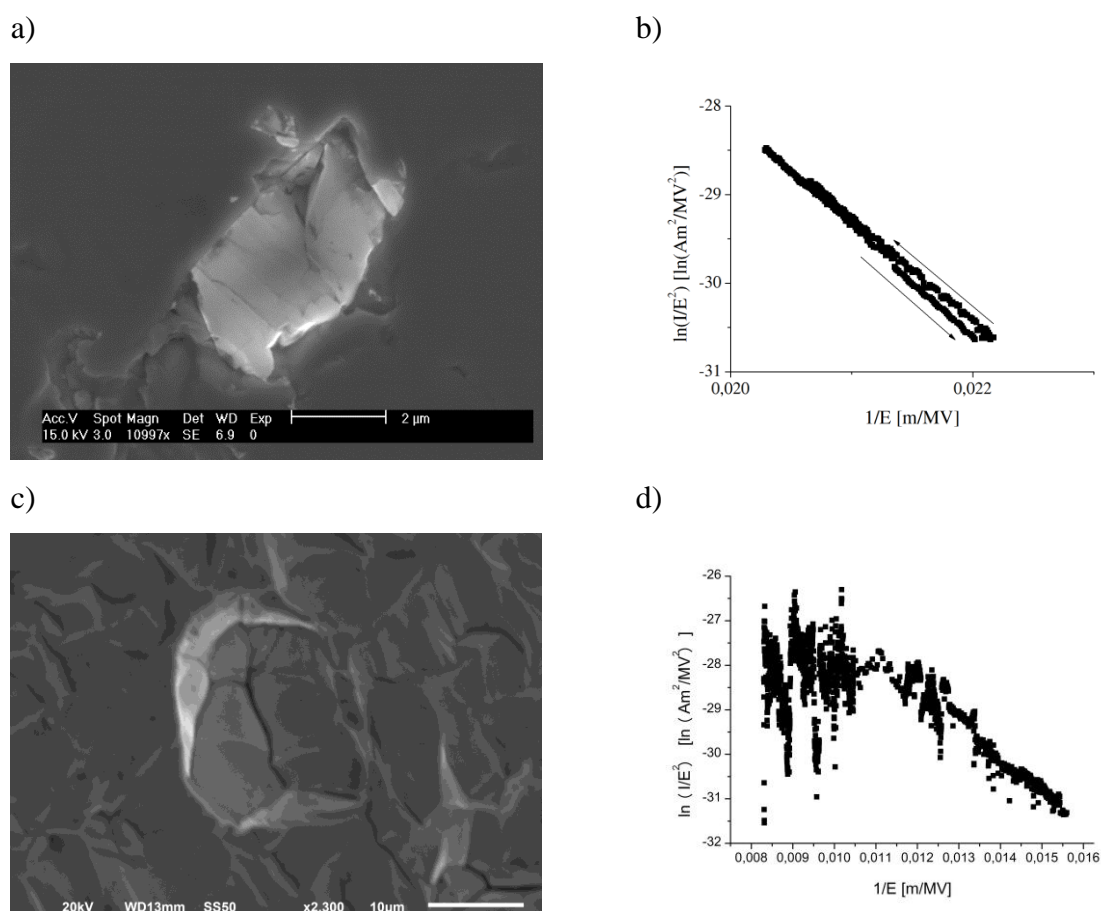


Abbildung 5-14: REM-Aufnahmen typischer Emittoren auf der trommelpolierten Oberfläche vor (a, Al_2O_3 -Einschluss) und nach (c) einer zusätzlichen BCP mit entsprechendem Emissionsverhalten (FN-Plots, b und d). Für FN-Parameter siehe Text.

mit dem REM sowie das das EFE-Verhalten eines typischen Emitters mit $E_{on} = 47,8 \text{ MV m}^{-1}$ sind in Abbildung 5-14a und -b dargestellt, für den sich die EFE-Parameter mit $\varphi = 4,0 \text{ eV}$ zu $\beta = 47$ und $S = 11,1 \mu\text{m}^2$ bestimmen lassen. Die Emission von solchen Stellen ist sehr stabil. Zwar konnte auf Grund der hohen Dichte der Einschlüsse ($\sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$) keine direkte Korrelation zwischen einzelnen Einschlüssen und lokalisierten Emissionsstellen festgestellt werden, doch ist es wahrscheinlich, dass diese Einschlüsse für die beobachtete EFE verantwortlich sind. Dafür spricht auch, dass diese durch die abschließende BCP entfernt wurden und die EFE anschließend von den scharfen Kanten lochartiger Strukturen auf der Oberfläche verursacht wird, wie in der REM-Aufnahme einer typischen Emissionsstelle auf der chemisch polierten Oberfläche in Abbildung 5-14c zu erkennen ist. Die Emissionsstellen sind dabei wahrscheinlich durch das Entfernen der Al_2O_3 -Einschlüsse entstanden, wodurch die Kanten freigelegt wurden, die vormals die *triple junctions* bildeten. Abbildung 5-14d zeigt die EFE-Messung der entsprechenden Emissionsstelle. Die Emission ist mit $E_{on} = 99,8 \text{ MV m}^{-1}$, $\beta = 81-104$ und $S = (0,5-3,9) \times 10^{-7} \mu\text{m}^2$ deutlich schwächer als die an den Al_2O_3 -Einschlüssen beobachtete.

Insgesamt wurden die $I(E)$ -Charakteristik der 12 (CBP) bzw. 8 (CBP und BCP) stärksten Emittter untersucht. Die erhaltenen Einsatzfeldstärken (Abbildung 5-15a) werden durch die BCP signifikant erhöht. Das bedeutet, dass die BCP zu einer Reduktion der aktivierbaren Feldemittter auf der Nb-Oberfläche führt und die verbleibenden Emittter deutlich schwächer sind. Dies ist vor allem auf die kleineren Feldüberhöhungsfaktoren auf der chemisch polierten Oberfläche zurückzuführen (Abbildung 5-15b). Außerdem konnte teilweise ein Umschalten des

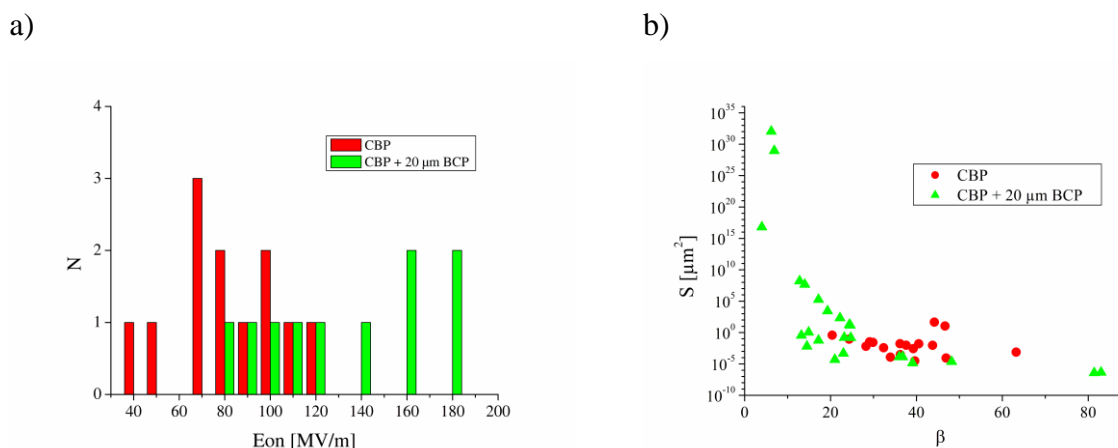


Abbildung 5-15: Histogramm der Einsatzfeldstärken E_{on} (a, Intervalllänge: $\Delta E_{on} = 10 \text{ MV m}^{-1}$) sowie die emittierende Fläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktor β (b) aller untersuchten Emittter vor (CBP) und nach (CBP & 20 μm BCP) der finalen chemischen Politur.

Emissionsverhaltens während der Messung in einen Zustand beobachtet werden, für den niedriger Feldüberhöhungsfaktoren mit unvernünftig große Emissionsflächen bestimmt wurden. Solch ein instabiles Emissionsverhalten konnte nur nach der BCP gefunden werden. Dies wird sehr wahrscheinlich durch resonante Tunneleffekte verursacht. Da beide Proben in der gleichen UHV-Analysekammer untersucht wurden, sollte die Adsorbatbedeckung in beiden Fällen gleich sein. Dies weist daher eher auf resonantes Tunneln aufgrund der Oberflächenoxidschicht hin, die sich auf Grund der unterschiedlichen Politur auf beiden Oberflächen unterscheiden sollte.

5.3. Einfluss von Heizbehandlungen auf parasitäre Emitter auf Nb-Oberflächen

Die EFE-Aktivierung von Partikeln und Oberflächendefekten auf glatten einkristallinen und grobkristallinen Nb-Oberflächen kann sowohl durch hohe elektrische Felder als auch durch Heizbehandlungen (HB) bei Temperaturen zwischen $T = 120 - 800^\circ\text{C}$ erfolgen [26]. In Kavitäten könnte diese Temperaturaktivierung durch zwei verschiedene Prozesse auftreten: Entweder auf Grund erhöhte Hochfrequenzverluste an normalleitenden Partikeln oder während HB der Kavitäten, die ein wichtiger Teil des Herstellungsprozesses solcher Strukturen sind [155].

Frühere EFE-Messungen auf polykristallinem [12,164], grobkristallinem und einkristallinem Nb [79] haben gezeigt, dass nach HB bei 400°C eine starke EFE-Aktivierung mit $E_{on} \geq 40 \text{ MV m}^{-1}$ auftritt, die von Partikel und Oberflächendefekten ausgeht. Darüber hinaus wurde ebenfalls eine erhöhte Aktivierung an Korngrenzen durch Heizbehandlungen vermutet. Da dieser Aktivierungseffekt für $T \leq 120^\circ\text{C}$ vergleichsweise schwach ist, wird eine Abnahme der natürlichen isolierenden Nb-Oxidschicht (Nb_2O_5) durch die HB angenommen. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit auf vergleichbaren Proben der Aktivierungseffekt im Temperaturbereich unterhalb 400°C genauer untersucht. Im folgenden Abschnitt sollen die dabei erzielten Messergebnisse zusammengefasst und diskutiert werden.

5.3.1. Durchgeführte Heizbehandlungen

Die im Rahmen dieser Messungen verwendeten HB wurden im Ofen des FERM durchgeführt. Sie setzten sich aus drei verschiedenen Phasen zusammen: Von der Aufwärmphase von Raumtemperatur bis zu einem Sollwert T_{HB} über die Aufwärmperiode t_{rise} und die Heizphase bei T_{HB} für die gewählte Heizperiode t_{HB} bis zur natürlichen Abkühlung. Diese kann für $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ bis zu 7 h andauern, bevor die Probe erneut Raumtemperatur erreicht hat. Das Temperaturprofil für eine HB mit $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$, $t_{HB} = 2 \text{ h}$ und $t_{rise} = 1 \text{ h}$ ist in Abbildung 5-16 gezeigt.

Zu Beginn der Untersuchung wurde eine HB mit $T_{HB} = 122^\circ\text{C}$, $t_{HB} = 24 \text{ h}$ und $t_{rise} = 3 \text{ h}$ verwendet. Diese HB122 ist Teil der Standardpräparation von supraleitenden Kavitäten. Um sinnvolle Temperaturschritte für die nachfolgenden HB zu erhalten, wurden T_{HB} und t_{HB} so

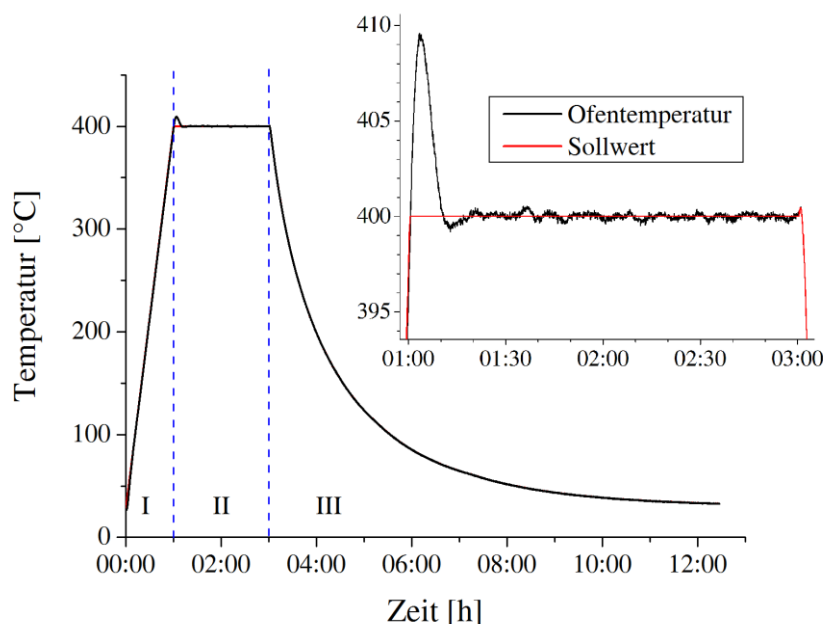


Abbildung 5-16: Temperaturprofil einer Heizbehandlung bei $T_{HB} = 400^{\circ}\text{C}$ mit linearen Aufwärmrampe (I) über $t_{rise} = 1\text{ h}$, Heizphase (II) über $t_{HB} = 2\text{ h}$ und natürlicher Abkühlung (III).

variiert, dass die relative Menge C_{ox} an im Oberflächenoxid freigesetzten Sauerstoffatomen systematisch erhöht wird. C_{ox} kann durch

$$C_{ox} \propto 1 - \exp(-k_{ox}(T_{HB}) \cdot t_{HB}) \quad (5.1)$$

abgeschätzt werden [165]. Der Sauerstoff wird durch die Umwandlung der IOS Nb_2O_5 , die üblicherweise eine Dicke von $d_{ox} = 50 - 64\text{ \AA}$ [41,166] hat, in das halbleitende Nb_2O und in das metallisch leitende NbO freigesetzt. Die dafür benötigte Reaktionsgeschwindigkeitskonstante berechnet sich aus

$$k_{ox}(T_{HB}) = A_{ox} \cdot \exp\left(\frac{E_a}{R \cdot T_{HB}}\right) \quad (5.2)$$

mit $A_{ox} \cong 3 \times 10^9\text{ s}^{-1}$ und $E_a \cong 135\text{ kJ mol}^{-1}$. Die Parameter der HB wurden so gewählt, dass C_{ox} zwischen den HB um einen Faktor 10 ansteigt, bis $C_{ox} = 1$ für $T_{HB} = 325^{\circ}\text{C}$ erreicht ist. Da XPS-Messungen von anodisierten und geheizten Nb-Oberflächen allerdings bei höheren Temperaturen noch eine dünne Oxidschicht zeigen, wurde eine weitere HB bei $T_{HB} = 400^{\circ}\text{C}$ durchgeführt. Tabelle 5-4 fasst die verwendeten Parameter aller HB sowie die berechneten Werte für C_{ox} zusammen. Zusätzlich sind die aus XPS-Messungen in [166] graphisch interpolierten

Oxidschichtdicken angegeben. Daneben listet Tabelle 5-4 den abgeschätzten C_{ox} -Wert auf, der durch Lagerung der Proben bei Raumtemperatur zwischen Präparation und Messung entstand.

Tabelle 5-4: Solltemperatur T_{HB} , Heizdauer t_{HB} und Aufwärmzeit t_{rise} aller verwendeten Heizbehandlungen sowie berechnete relative Menge C_{ox} an freigesetzten Sauerstoffatomen und aus [166] interpolierte Oxidschichtdicken d_{ox} .

HB	T_{HB} [°C]	t_{HB} [h]	t_{rise} [h]	C_{ox}	d_{ox} [Å]
Initial	22	672	-	$1,57 \times 10^{-8}$	64,0
HB122	122	24	3	$3,64 \times 10^{-4}$	45,0
HB150	150	12	1	$2,76 \times 10^{-3}$	39,4
HB175	175	9	1	$1,75 \times 10^{-2}$	34,5
HB200	200	8	1	0,101	30,0
HB250	250	10	1	0,971	20,7
HB325	325	6	1	1,000	11,0
HB400	400	2	1	1,000	6,6

5.3.2. Proben und topographische Untersuchungen

Insgesamt zwei großkristalline (GK) und zwei einkristalline (EK) Proben wurden in Zusammenarbeit mit DESY für die Untersuchung präpariert. Die Nb-Scheiben (RRR > 250, $\varnothing = 28$ mm) sind auf einen Stempel geschweißt und wurden in zwei Schritten mit BCP ($d_{pol}^{BCP} = 40$ μ m) und anschließender EP ($d_{pol}^{EP} = 140$ μ m) bei für alle Proben konstantem $\rho_{pol} = 3,50$ poliert. Die finale Reinigung wurde der aktuellen Präparation der EXFEL-Beschleunigungsstrukturen entsprechend mit HPR durchgeführt. Zur Probenpositionskontrolle wurden auf allen Proben zwei Markierungen am Rand verwendet.

Der Zustand der Oberflächen aller Proben wurde mit dem OP und dem AFM kontrolliert. Übersichtsaufnahmen der Proben mit dem OP (Abbildung 5-17a, $A_{profil} = 25 \times 25$ mm² 25 μ m laterale Auflösung) zeigen, dass die Oberfläche in der Mitte (1×1 cm²) mit einem maximalen Höhenunterschied von ± 2 μ m für Messungen mit dem FERM ausreichend glatt sind. An den großkristallinen Proben, die aus drei großen Kristallen besteht, reichen die Korngrenzen bis zum Rand und ihr Knotenpunkt liegt in der Mitte der Probe (Abbildung 5-17b). Die mittlere Rauheit

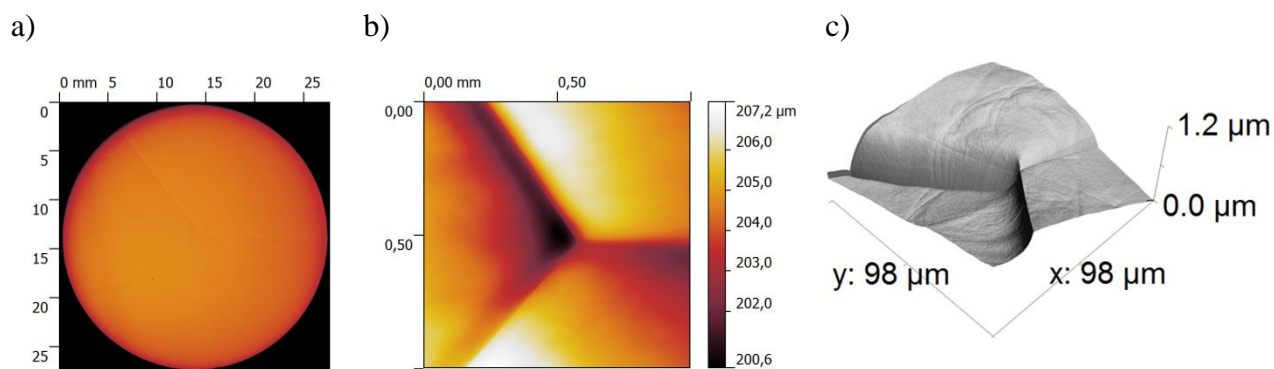


Abbildung 5-17: Übersichtsaufnahme (a, OP, 25 μm laterale Auflösung) einer großkristallinen Probe, sowie hochauflösende Aufnahme des Korngrenzenknotenpunktes in der Mitte der Probe mit dem OP (b, 2 μm laterale Auflösung) sowie dem AFM (c, 3D-Profil, 100 nm laterale Auflösung).

der Oberflächen wurde mit dem OP anhand von hochauflösenden Messungen mit einer lateralen Auflösung von 2 μm in $A_{\text{profil}} = 1 \times 1 \text{ mm}^2$ ermittelt. Für die beiden EK-Proben lag diese nach Abzug des Hintergrundes durch ein quadratisches Polynom bei $R_a = 80 \text{ nm}$ bzw. $R_q = 100 \text{ nm}$. Messungen mit dem AFM in kleineren Flächen ($A_{\text{profil}} = 98 \times 98 \mu\text{m}^2$, Auflösung 100 nm) ergaben $R_a = 11 \text{ nm}$ und $R_q = 14 \text{ nm}$. Die Rauheit der großkristallinen Proben hängt von der Kristallorientierung ab. Die aus den OP-Aufnahmen ermittelten Werte schwankten je nach Korn zwischen $R_a = 117 - 205 \text{ nm}$ bzw. $R_q = 149 - 248 \text{ nm}$ und in den AFM-Messungen zwischen $R_a = 7 - 11 \text{ nm}$ bzw. $R_q = 9 - 14 \text{ nm}$. Hochauflösende OP-Messungen zeigten neben den Korngrenzen einige wenige weitere Oberflächendefekte mit schwacher geometrischer Feldüberhöhung von $\beta_{\text{geo}} < 6$. Diese waren überwiegend kleine Gruben, die wahrscheinlich Rückstände von Kratzern sind und die durch die chemische Politur nicht vollständig entfernt wurden. Die Korngrenzen der großkristallinen Probe weisen einen maximalen Höhenunterschied von $\sim 500 \text{ nm}$ auf. Der Krümmungsradius wurde mit dem AFM zu $\sim 120 \text{ nm}$ bestimmt (Abbildung 5-17c). Demnach sollten die Korngrenzen mit $\beta_{\text{geo}} \approx 4$ keinen signifikanten Beitrag zur EFE leisten.

5.3.1. Ergebnisse der EFE-Untersuchung nach verschiedenen HB

Die EFE-Messungen auf allen Proben wurden in einer Fläche von $1 \times 1 \text{ cm}^2$ in der Mitte der Proben durchgeführt. Mit einer kegelstumpfförmigen Anode ($\varnothing = 300 \mu\text{m}$) in einem Abstand von $\Delta z = 50 \mu\text{m}$ wurden Feldkarten der Oberfläche mit einer Schrittweite von $150 \mu\text{m}$ bei

Feldstärken zwischen $E = 100 - 160 \text{ MV m}^{-1}$ aufgenommen. Das elektrische Feld wurde zwischen den Scans um 20 MV m^{-1} erhöht. Diese Messungen wurden nach jeder durchgeführten HB wiederholt. Lediglich HB325 wurde nur auf einer GK-Probe und HB250 sowie HB400 nur auf zwei GK- und einer EK-Probe angewandt. Abbildung 5-18 zeigt die Feldkarten bei $E = 160 \text{ MV m}^{-1}$ einer GK-Probe, die ohne HB keinen Emitter aufwies. Die HB122 aktivierte die ersten drei Emitter bei 160 MV m^{-1} , darunter einen starken Emitter. Die HB150 deaktivierte einen Emitter, die übrigen Emitter erscheinen in der Feldkarte stärker als zuvor. Dies gilt auch für die HB175, die ebenfalls keinen neuen Emitter auf Probe aktivieren konnte. Die HB200 ist die erste HB, nach der neue Emitter aktiviert werden konnten. Alle weiteren HB aktivierten jeweils zusätzliche Emitter. Die Zahl der Emissionsstellen stieg umso stärker an, je höher T_{HB} war. Die Messungen der anderen drei Proben, bei denen auch auf den ungeheizten Oberflächen Emitter gefunden wurden, zeigten vergleichbare Resultate. Hier fand sich eine Aktivierung von Emittlern bei der HB150 und HB175. Insgesamt zeigte sich auf allen Proben ein klarer Anstieg der Anzahl von Emittlern mit steigendem T_{HB} . Zwar kann es vereinzelt zur Deaktivierung von Emittlern durch die HB kommen, doch dominiert klar die Aktivierung von Emittlern durch HB. Für diese konnte in den Feldkarten keine Abhängigkeit von der Kristallinität oder der Korngrenzen gefunden werden.

Um den statistischen Fehler zu reduzieren, wurde die Emitteranzahldichte der feld- und temperaturaktivierten Emitter über alle vier Proben gemittelt und gemäß Gleichung (2.29) des statistischen Modells aufgetragen, wie in Abbildung 5-19 für die ungeheizte Oberfläche sowie drei ausgewählte Heizbehandlungen gezeigt. Auffällig ist die Verschiebung der Kurven zu höheren Emitteranzahldichten mit steigender Temperatur, was bedeutet, dass auf geheizten Oberflächen Emitter bei viel geringeren E_{act} aktiviert werden als auf ungeheizten. Darüber hinaus steigt $N(E_{act})$ für alle Heizbehandlungen wie erwartet an und es ist möglich, fast alle Ergebnisse gemäß dem statistischen Modell gegen E_{act}^{-1} aufzutragen. Die durch die Ausgleichsrechnung erhaltenen Fitparameter A und B sowie die Korrelationskoeffizienten R sind in Tabelle 5-5 für alle HB zusammengefasst. Für 5 von 8 HB liegt $|R| > 0,9$, für 2 weitere gilt $0,9 > |R| > 0,8$ und eine Messung (HB150) zeigt ein deutlich schlechteres $R = -0,691$. Es ist

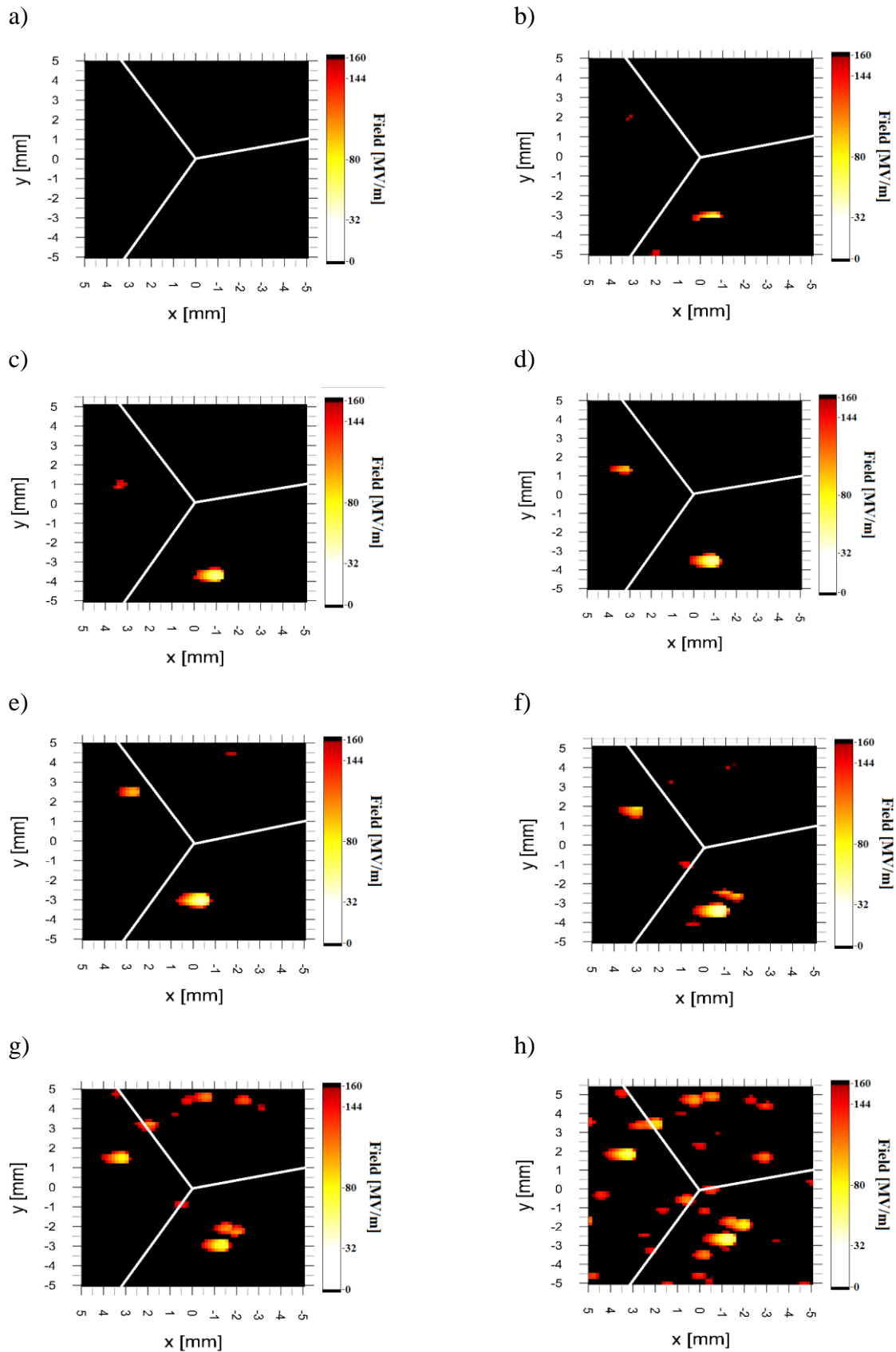


Abbildung 5-18: Feldkarten bei $E_{lim} = 160 \text{ MV m}^{-1}$ der gleichen Fläche ($1 \times 1 \text{ cm}^2$) einer großkristallinen Probe mit Kristallgrenzen (weiße Linien) ohne Heizbehandlung (a) sowie nach der HB122 (b), HB150 (c), HB175 (d), HB200 (e), HB250 (f), HB325 (g) und HB400 (h).

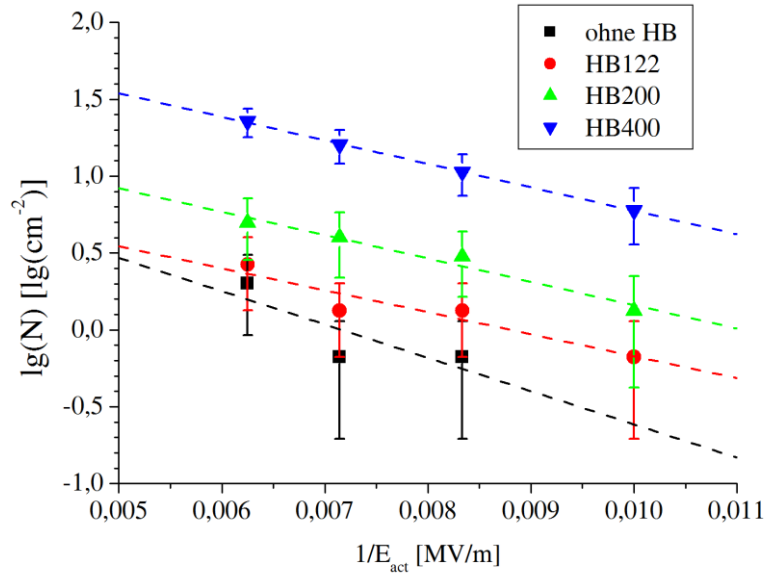


Abbildung 5-19: Über alle Proben gemittelter Verlauf von $N(E_{act})$ aufgetragen gemäß dem statistischen Modell mit Ausgleichsgeraden für Oberflächen vor sowie nach ausgewählten Heizbehandlungen.

Tabelle 5-5: Fitparameter A und B des statistischen Modells gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden für $N(E_{act})$ aller durchgeführten Heizbehandlungen (HB).

HB	A	B	R
ohne	$1,55 \pm 1,09$	$-216,6 \pm 150,1$	$-0,822$
122	$1,26 \pm 0,28$	$-143,1 \pm 35,4$	$-0,944$
150	$0,62 \pm 0,26$	$-43,5 \pm 32,1$	$-0,691$
175	$1,10 \pm 0,38$	$-92,3 \pm 47,4$	$-0,810$
200	$1,68 \pm 0,16$	$-152,1 \pm 20,0$	$-0,983$
250	$1,63 \pm 0,27$	$-126,4 \pm 34,0$	$-0,934$
325	$1,49 \pm 0,17$	$-67,0 \pm 21,6$	$-0,910$
400	$2,30 \pm 0,02$	$-152,9 \pm 2,8$	$-0,999$

bemerkenswert, dass dieser niedrige Wert nicht bei den Messungen ohne HB auftrat, die die schlechteste Statistik aufweist. Möglicherweise treten im Temperaturbereich $122^{\circ}\text{C} < T_{HB} < 150^{\circ}\text{C}$ Effekte auf, die innerhalb des statistischen Modells nicht beschrieben werden können, z.B. eine Änderung des Wertes für E_{lim} oder die Erzeugung zusätzlicher Emitter durch Umwandlung von organischem in leitendes Material. Daher ist eine Berechnung der Modellparameter aus den Fitparametern für die Ergebnisse nach den verschiedenen HB nicht

sinnvoll. Allein für die ungeheizte Oberfläche können mit $E_{\text{lim}} = 500 \text{ MV m}^{-1}$ die Modellparameter zu $c_s = 0,998$, $N_{\text{tot}} = 13 \text{ cm}^{-2}$ und $N_0 = 36 \text{ cm}^{-2}$ berechnet werden. Es fällt auf, dass der Wert für c_s des HPR-gereinigten Nb ~30% kleiner ist als auf chemisch polierten Nb nach DIC (vgl. Abschnitt 5.1), da letzteres die effektivere Reinigungsmethode ist. N_{tot} und N_0 sind dagegen deutlich kleiner, was sich durch die glattere Oberfläche der geheizten Proben erklären lässt.

Bemerkenswert ist darüber hinaus, dass das statistische Modell auch auf die HB400 angewandt werden kann und den höchsten R -Wert liefert. Mehrere Untersuchungen des Nb-Oberflächenoxids haben gezeigt, dass dieses nach HB bei vergleichbaren T_{HB} hauptsächlich aus metallisch leitenden NbO besteht [167–169]. In den hier präsentierten Ergebnissen konnte nach der HB400 jedoch eine leichte Aktivierung durch das elektrische Feld festgestellt werden. Mögliche Erklärungen hierfür sind, dass die HB entweder zu kurz ($t_{\text{HB}} = 2 \text{ h}$) oder der Druck im Ofen zu hoch waren, sodass eine dünne isolierende (Nb_2O_5) oder halbleitende (NbO_2) Oxidschicht auf der Probe verblieb. Für letztere sollte ebenfalls eine mit IOS vergleichbare Emitteraktivierung beobachtbar sein, da Oberflächendefekte eine Metall-Halbleiter-Vakuum- und Partikel ein Metall-Halbleiter-Metall-Mikrostruktur bilden, analog zu den MIV/MIM-Strukturen. Die im Festkörper am Metall-Halbleiterübergang entstehende Schottky-Barriere wird durch ein von außen angelegtes elektrisches Feld verengt, wodurch Elektronen aus dem Metall in das bei Raumtemperatur fast unbesetzte Leitungsband des Halbleiters tunneln und emittiert werden. Durch die begrenzte Ladungsträgerdichte [170] in der Oxidschicht sättigt der EFE-Strom bereits bei niedrigen Feldstärken, was einen Spannungsabfall innerhalb der Oxidschicht bewirkt. Die Elektronen werden durch diesen beschleunigt und produzieren per Stoßionisation Sekundärelektronen, die den EFE-Strom erhöhen [171]. Schlussendlich bildet sich ein Leitungs kanal analog zum MIV/MIM-Modell und die Mikrostrukturen werden aktiviert. Eine Dotierung der halbleitenden Oxidschicht sollte nur E_{lim} beeinflussen, nicht aber den Aktivierungsprozess selbst.

Abbildung 5-20a zeigt die gemittelte Emitteranzahldichte, aufgetragen gegen die gemäß Gleichung (5.1) berechnete relative Menge C_{ox} an freigesetzten Sauerstoffatomen für ein konstantes $E_{\text{act}} = 160 \text{ MV m}^{-1}$. Bis $C_{\text{ox}} = 0,975$ ist ein linearer Anstieg zu erkennen, jedoch steigt N noch weiter an, nachdem $C_{\text{ox}} = 1$ für die Heizbehandlung bei $T = 325^\circ\text{C}$ erreicht ist, sodass

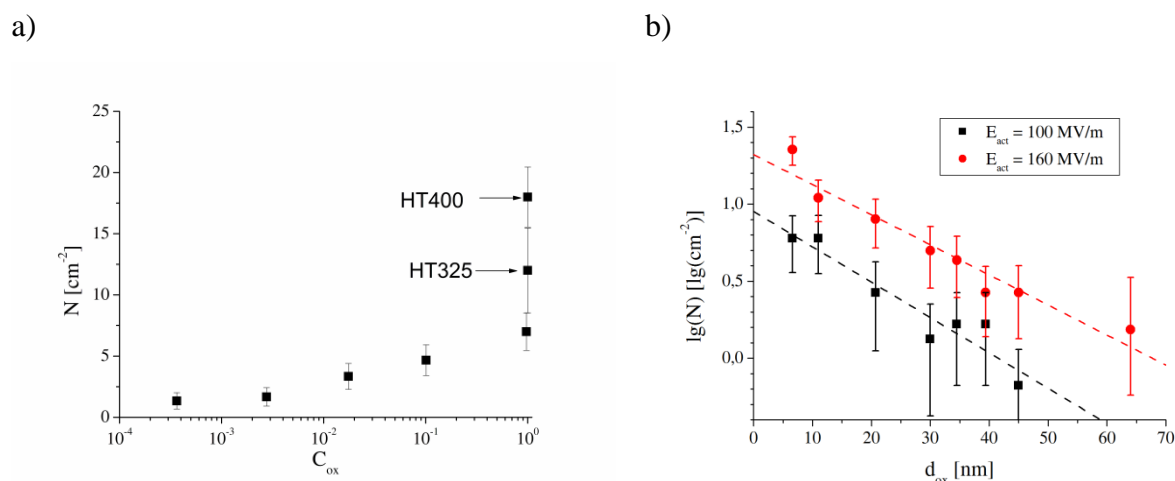


Abbildung 5-20: Emitteranzahldichte $N(d_{ox})$ für konstante E_{act} linear aufgetragen gegen C_{ox} (a, $E_{act} = 160 \text{ MV m}^{-1}$) sowie halblogarithmisch aufgetragen gegen die Oxidschichtdicken d_{ox} (b, $E_{act} = 100 \text{ MV m}^{-1}$ und $E_{act} = 160 \text{ MV m}^{-1}$).

Tabelle 5-6: Y-Achsenabschnitt A_{ox} und Steigung B_{ox} sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden für $N(d_{ox})$ wie in Abbildung 5-20 für alle angewandten E_{act} .

E_{act} [MV m^{-1}]	A_{ox}	B_{ox}	R
100	$0,95 \pm 0,10$	$-0,023 \pm 0,003$	-0,950
120	$0,99 \pm 0,14$	$-0,016 \pm 0,004$	-0,863
140	$1,14 \pm 0,14$	$-0,019 \pm 0,004$	-0,892
160	$1,32 \pm 0,07$	$-0,020 \pm 0,002$	-0,969

ein direkter Zusammenhang von N mit C_{ox} ausgeschlossen werden kann. Vielmehr hängt die Emitteranzahldichte für eine konstante Aktivierungsfeldstärke exponentiell von der Oxidschichtdicke d_{ox} ab, wie Abbildung 5-20b zeigt. Dabei wird offensichtlich, dass die Aktivierung stetig mit der Zersetzung des Oberflächenoxids zusammenhängt, d.h. es gibt keine Schwellentemperatur für HB, bei der die Aktivierung plötzlich einsetzt. Die Fitparameter der Ausgleichsgeraden im halblogarithmischen Plot sind in Tabelle 5-6 zusammengefasst. Die Steigungen aller Gerade stimmen im Rahmen der Fehler gerade noch überein, d.h. durch Erhöhung von E_{act} verschiebt sich die Ausgleichsgerade parallel zu höheren N .

Die 10 stärksten der in dieser Messreihe aktivierten Emissionsstellen konnten mit dem REM untersucht werden. Es ergaben sich insgesamt 30% Oberflächendefekte, 30% Partikel und bei 40% der untersuchten Stellen konnte keine eindeutige Ursache der EFE gefunden werden. Die gefundenen Partikel bestanden aus W, welches vermutlich von der Anode stammt, sowie Al und

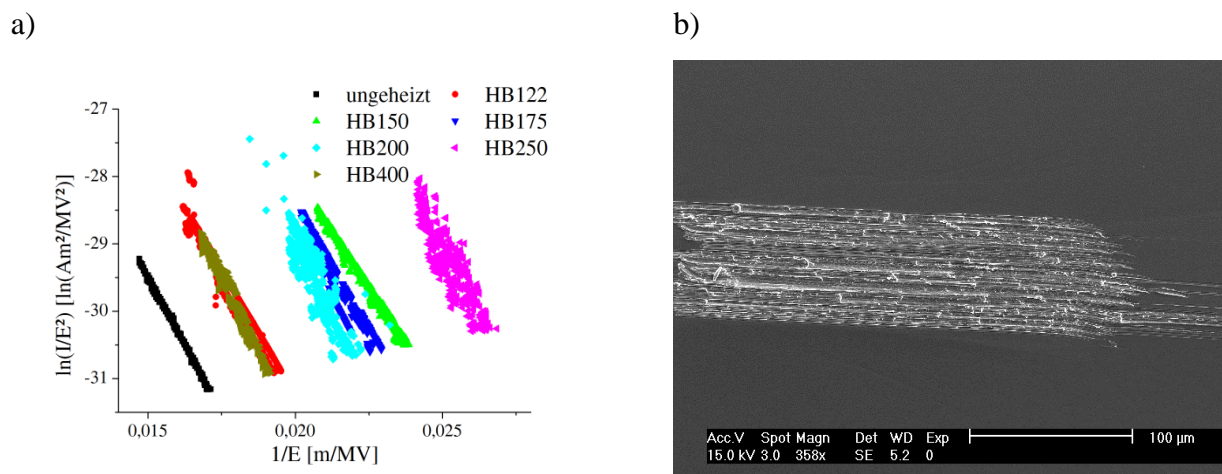


Abbildung 5-21: FN-Plots nach verschiedenen Heizbehandlungen (a) sowie REM-Aufnahme eines Kratzeremitters (b). Die EFE-Parameter sind in Tabelle 5-7 zusammengefasst.

Tabelle 5-7: Gemessene Einsatzfeldstärken E_{on} , Feldüberhöhungsfaktoren β und Emissionsflächen S des Emitters aus Abbildung 5-21 nach allen Heizbehandlungen.

	Ohne HB	HB122	HB150	HB175	HB200	HB250	HB400
E_{on} [MV m^{-1}]	72,00	60,85	48,28	50,15	50,15	42	60,85
β	68	77	81	71	78	73	61
S [μm^2]	$1,0 \times 10^{-5}$	$1,5 \times 10^{-5}$	$1,4 \times 10^{-4}$	$1,1 \times 10^{-3}$	$9,9 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-2}$	$5,2 \times 10^{-4}$

Nb. Oberflächendefekte zeigten hauptsächlich ein stabiles EFE-Verhalten mit parallelen Geraden im FN-Plot, wie in Abbildung 5-21 gezeigt. Dieser wurde auf der ungeheizten Oberfläche bei $E_{act} = 160 \text{ MV m}^{-1}$ aktiviert. Die FN-Parameter wurden für $\varphi = 4 \text{ eV}$ aus den lokalen Messungen bestimmt und sind in Tabelle 5-7 zusammengefasst. Bis zur HB150 wird die EFE des Emitters zunächst deutlich stärker. Während die folgenden HB175 und HB200 keinen messbaren Einfluss auf die EFE haben, wird diese bei höheren T_{HB} zunächst leicht stärker (HB250), bevor sie nach der letzten HB400 wieder abgeschwächt wird. In diesem Zustand sind β , S und E_{on} mit den Ergebnissen nach der HB122 vergleichbar. Alles in allem verändert sich die EFE nicht monoton mit der angewandten HB. Bemerkenswert ist, dass der Strom nach der HB200 und der HB250 am instabilsten ist. Dies wird eventuell durch das veränderte Oberflächenoxid nach diesen HB ausgelöst. Eventuell wird auch der Stromfluss im Leitungskanal des Emitters durch freie Sauerstoffatome gestört, die während der HB in ebendiesen diffundiert sind.

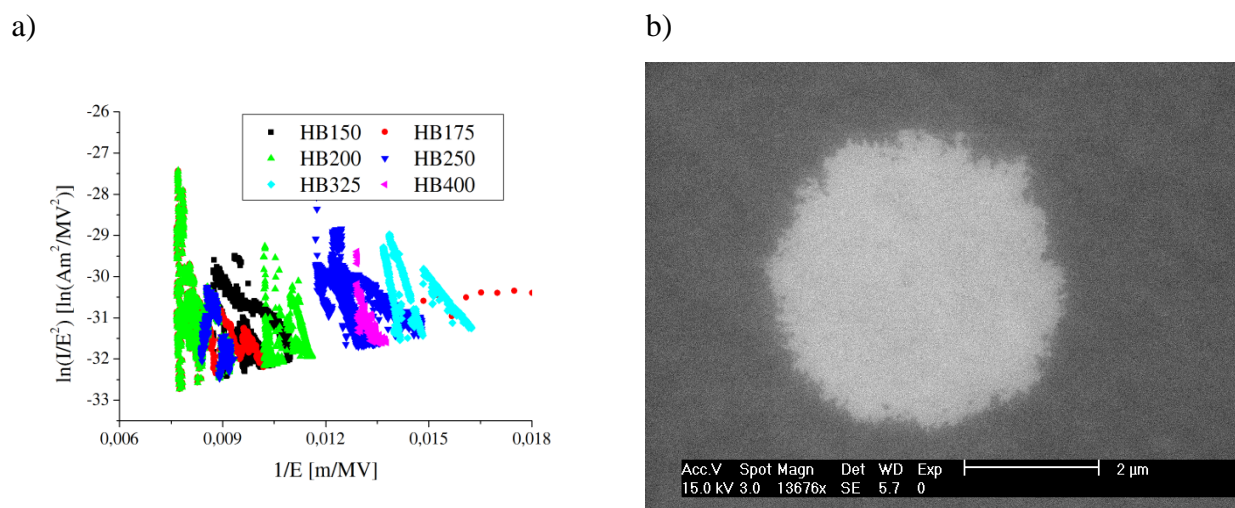


Abbildung 5-22: Instabile FN-Plot (a) sowie REM-Aufnahme eines zerstörten Al-Partikels (b) nach verschiedenen HB. Die EFE-Parameter sind in Tabelle 5-8 zusammengefasst.

Tabelle 5-8: Gemessene Einsatzfeldstärken E_{on} , Feldüberhöhungsfaktoren β und Emissionsflächen S des Emitters aus Abbildung 5-22 nach allen Heizbehandlungen.

	HB150	HB175	HB200	HB250	HB325	HB250
E_{on} [MV m ⁻¹]	114,56	129,72	95,59	81,52	70,38	85,86
β	29 - 157	11 - 43	15 - 66	21 - 112	21 - 58	17 - 120
S [µm ²]	$1,4 \times 10^{-10}$ – $7,8 \times 10^{-3}$	$7,8 \times 10^{-6}$ – $1,2 \times 10^{10}$	$1,1 \times 10^{-7}$ – $6,7 \times 10^7$	$8,0 \times 10^{-9}$ – $5,0 \times 10^4$	$1,0 \times 10^{-4}$ – $1,4 \times 10^7$	$2,9 \times 10^{-9}$ – $4,6 \times 10^8$

Die Emission von Partikelemittlern ist im Vergleich komplexer und weist große Instabilitäten auf, wie in Abbildung 5-22 für ein Al-Partikel gezeigt, welches durch die HB150 aktiviert wurde. Bemerkenswert ist, dass sich die EFE nach der HB325 zunächst stabilisiert, was sich nach der HB400 wieder umkehrte. Diese instabile EFE resultiert in unvernünftig hohen Werten ($S \geq 7 \times 10^4 \mu\text{m}^2$) für die emittierende Fläche (Tabelle 5-8). Darüber hinaus ist es schwierig, auf einen genauen Einfluss der HB auf die EFE aus den stark streuenden Ergebnissen zu schließen. Möglicherweise spielt für Partikel auch eine Oxidation desselben (z.B. Al_2O_3) eine Rolle.

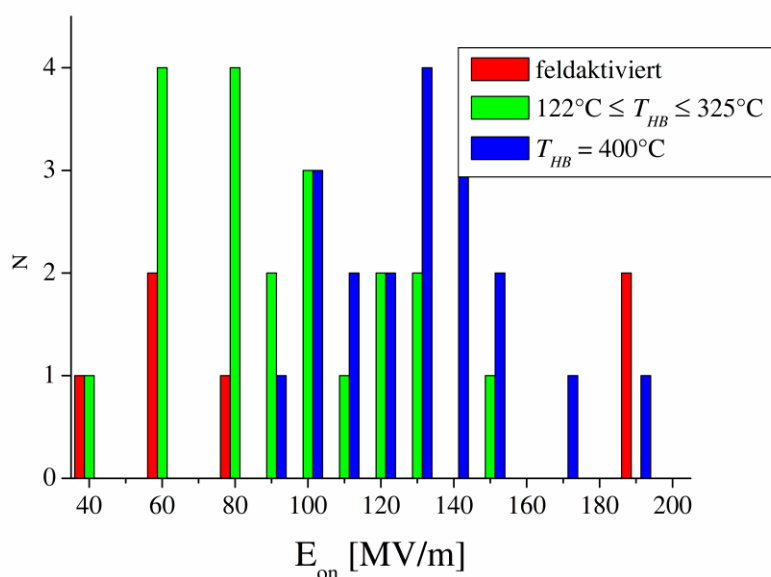


Abbildung 5-23: Histogramm der Einsatzfeldstärken E_{on} (Intervalllänge: $\Delta E_{on} = 10 \text{ MV m}^{-1}$) bestimmt anhand der lokalen Messungen für rein feldaktivierte Emittoren sowie bei $122^\circ\text{C} \leq T_{HB} \leq 325^\circ\text{C}$ und bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ aktivierte Emittoren.

Insgesamt wurde die $I(E)$ -Charakteristik von 39 Emissionsstellen auf allen vier Proben untersucht. Abbildung 5-23 zeigt die gemessenen Einsatzfeldstärken für die feldaktivierten Emittoren sowie die Emittoren, die bei $122^\circ\text{C} \leq T_{HB} \leq 325^\circ\text{C}$ und bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ aktiviert wurden. Auffällig ist, dass für letztere die Einsatzfeldstärken merklich höher und damit im Bereich von E_{act} liegen als für die anderen beiden Gruppen. Dies weist darauf hin, dass im Falle des fast vollständig aufgelösten Oberflächenoxids die Feldaktivierung entfällt und Emittoren direkt bei ihrer Einsatzfeldstärke beobachtet werden können. Vergleicht man die gemessenen β - S -Wertepaare aller Emittoren nach den verschiedenen HB (Abbildung 5-24), lässt sich kein deutlicher Trend erkennen. Zwar zeigen die Messungen für $T_{HB} \geq 200^\circ\text{C}$ mehr höhere β -Werte und vor allem mehr unvernünftig hohe S -Werte. Dies kann mit der höheren Anzahl Emittoren und der dadurch bedingten, besseren Statistik zusammenhängen. Auffällig ist, dass auf den bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ geheizten Oberflächen kein einziger unvernünftig hoher S -Wert gemessen werden konnte, obwohl für diese Oberflächen die meisten Emittoren untersucht wurden. Da die Desorption von adsorbierten Fremdatomen bereits bei niedrigeren Temperaturen als 400°C einsetzt [172,173] ist es wahrscheinlich, dass das beobachtete resonante Tunneln, das für die unvernünftig hohen S -Werte verantwortlich ist, wie in Kapitel 5.2 vermutet durch das verbleibende Oxid verursacht wird. Da dieses bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ ausreichend aufgelöst ist, verschwinden die durch resonantes Tunneln erhöhten S -Werte. Dadurch wird deutlich, dass

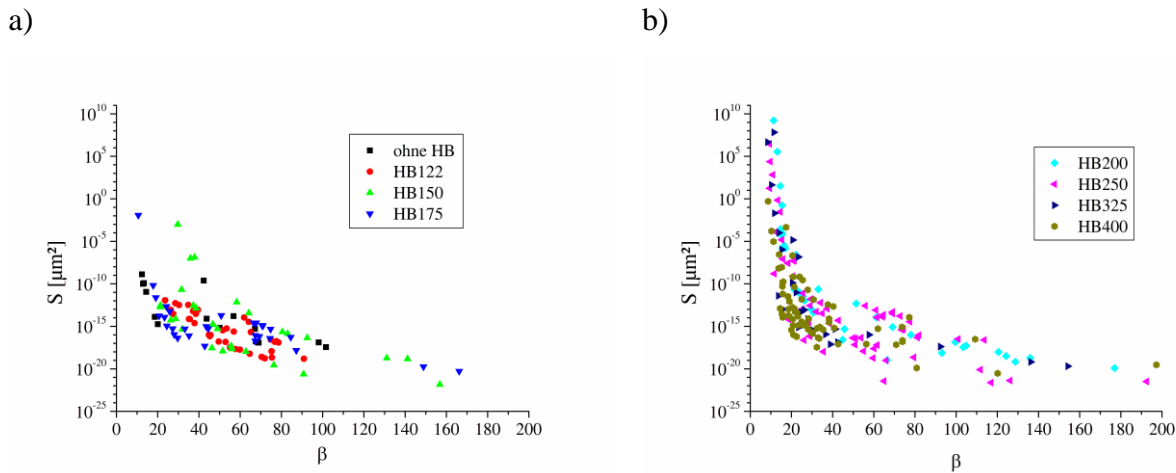


Abbildung 5-24: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktoren β für die untersuchten Emittter auf den geheizten Oberflächen für HB bis $T_{HB} \leq 175^\circ\text{C}$ (a) und ab $T_{HB} \geq 200^\circ\text{C}$ (b).

das EFE-Verhalten parasitärer Emittter nicht allein durch Form und Größe der Oberflächenmerkmale bestimmt wird, sondern analog zur Aktivierung durch die Eigenschaften der Oberflächenschicht darunter.

5.4. EFE-Messungen nach künstlicher Oxidation

Die EFE-Messungen nach Heizbehandlung von Nb im vorherigen Kapitel haben deutlich gezeigt, dass ein dünneres Oberflächenoxid bei konstanter Feldstärke zu einer deutlich erhöhten Anzahl aktivierter Emitter führt. Eine Anwendung für diesen Zusammenhang besteht darin, die EFE durch künstlich dickere Oxide zu unterdrücken. EFE-Untersuchungen auf anodisch oxidierten Nb-Oberflächen haben Hinweise auf eine Reduktion von Emittern bis $E_{act} = 95 \text{ MV m}^{-1}$ geliefert [174]. Messungen an Nb-Kavitäten mit anodisch oxidierten inneren Oberflächen ($d_{ox} = 0,1 \mu\text{m}$) haben darüber hinaus einen Anstieg der Güte solcher Strukturen ergeben – durch Unterdrückung parasitärer EFE [106,175,176]. Daher wurde die Feldemission einer thermisch oxidierten Nb-Probe nach zwei unterschiedlichen Reinigungsmethoden (ionisierter Stickstoff, DIC) untersucht. Die Ergebnisse werden in den folgenden Abschnitten zusammengefasst.

5.4.1. Probenpräparation

Eine einkristalline sowie eine grobkristalline Nb-Probe der Probenreihe aus Abschnitt 5.3 wurde zunächst in H_2SO_4 (10%) bei einer Spannung von $U_A = 25 \text{ V}$ mit einem Nb-Blech ($\sim 8 \text{ cm}^2$) als Gegenelektrode anodisiert. Auf beiden Proben konnte keine über die gesamte Probe homogene Oxidschicht erreicht werden was sich durch unregelmäßige bläuliche Farbverläufe auf der Oberfläche äußerte. Die REM-Analyse einer dieser Proben hat verschiedene runde Strukturen ($\varnothing \sim 10 \mu\text{m}$) auf der ursprünglich glatten Oberfläche gezeigt, die darauf hindeuten,

dass das Anodisieren nicht homogen stattgefunden haben kann (Abbildung 5-25).

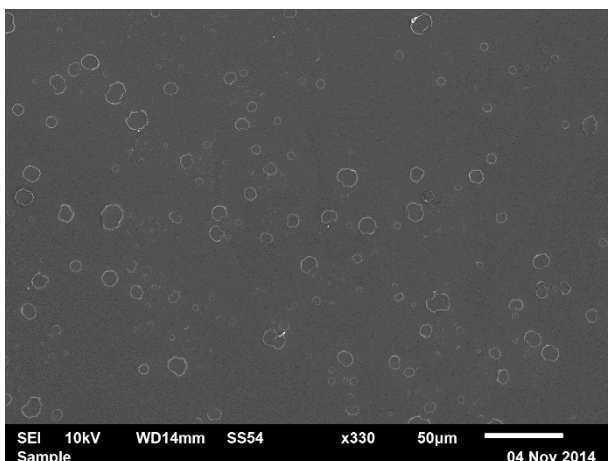


Abbildung 5-25: REM-Aufnahme einer bei einer Spannung von $U_A = 25 \text{ V}$ in H_2SO_4 (10%) anodisierten Nb-Oberfläche mit kreisförmigen Strukturen.

Daher wurde eine weitere einkristalline Probe nach einer Entfettung mit Aceton sowie einer Reinigung mit ionisiertem Stickstoff in einem Muffelofen bei $T_{HB} = 360^\circ\text{C}$ für eine Dauer von $t_{HB} = 40 \text{ min}$ und einer Aufwärmphase von $t_{rise} = 5 \text{ min}$ in Luft mit anschließender natürlicher Abkühlung thermisch oxidiert. Eine solche thermische Oxidation könnte auch während der

Präparation von supraleitenden Beschleunigungsstrukturen umgesetzt werden, da vergleichbare HB aktuell bereits angewendet werden. Nach der Oxidation wurde die Probenoberfläche erneut mit Aceton entfettet und mit ionisiertem Stickstoff gereinigt. Die Probenoberfläche zeigte nach der Oxidation eine deutlich homogene gelbe Verfärbung, was darauf hinweist, dass das Oberflächenoxid deutlich dicker geworden ist. Durch Vergleiche mit anodisierten Nb-Oberflächen [174] lässt diese Verfärbung auf eine Oxidschichtdicke von $d_{ox} \approx 100$ nm schließen. Nach einer ersten N₂-Reinigung mit dem FERM und REM wurde das Oxid durch eine HB400 (vgl. Kapitel 5.3) in der Präparationskammer des FERM entfernt, wodurch die gelbliche Färbung der Oberfläche verschwand und höchstens nur noch eine dünne Oxidschicht auf der Oberfläche verbleibt. Anschließend wurde die Probe erneut oxidiert und mit dem FERM und REM untersucht. Allerdings wurde als Reinigungsmethode im zweiten Schritt DIC anstatt ionisiertem Stickstoff verwendet. Die Probe wurde während der zweiten thermischen Oxidation durch eine Al-Kappe geschützt, welche ebenfalls DIC erhielt, um eine Verschmutzung der Oberfläche im Ofen zu vermeiden.

5.4.2. EFE-Messungen

Die EFE-Messungen auf beiden Oberflächen erfolgten bei Feldstärken von $E_{act} = 75 - 225$ MV m⁻¹ in einer Fläche von 1×1 cm² in der Mitte der Probe. Es wurde eine kegelstumpfförmige Anode mit einem Durchmesser von 300 μm in einem Abstand von $\Delta z = 40$ μm zur Probenoberfläche mit einer Schrittweite von 150 μm verwendet. Die untersuchte Fläche betrug 10×10 mm² und konnte mit einer Genauigkeit von ~500 μm reproduzierbar wiedergefunden werden. Der erste Emitter auf der N₂-gereinigten Oberfläche wurde bei $E_{act} = 100$ MV m⁻¹ gefunden (Abbildung 5-26a). Bis $E_{act} = 150$ MV m⁻¹ wurde kein zusätzlicher Emitter aktiviert. Bei höheren Feldstärken stieg die Emitteranzahldichte über $N = 6,0 \pm 2,5$ cm⁻² bei $E_{act} = 175$ MV m⁻¹ (Abbildung 5-26b) auf $N = 30,0 \pm 5,5$ cm⁻² bei $E_{act} = 225$ MV m⁻¹ (Abbildung 5-26c). Auf der DIC-gereinigten Oberfläche trat der erste Emitter bei einer deutlich höheren Feldstärke von $E_{act} = 150$ MV m⁻¹ auf (Abbildung 5-26d). Die übrigen Feldkarten bei höheren Feldstärken sind denen der N₂-gereinigten Oberfläche ähnlich (Abbildung 5-26e & f). Da zwischen beiden Reinigungsmethoden kein erkennbarer Unterschied feststellbar ist, erscheint die N₂-Reinigung für einkristallines Nb als ausreichend, um Partikel-

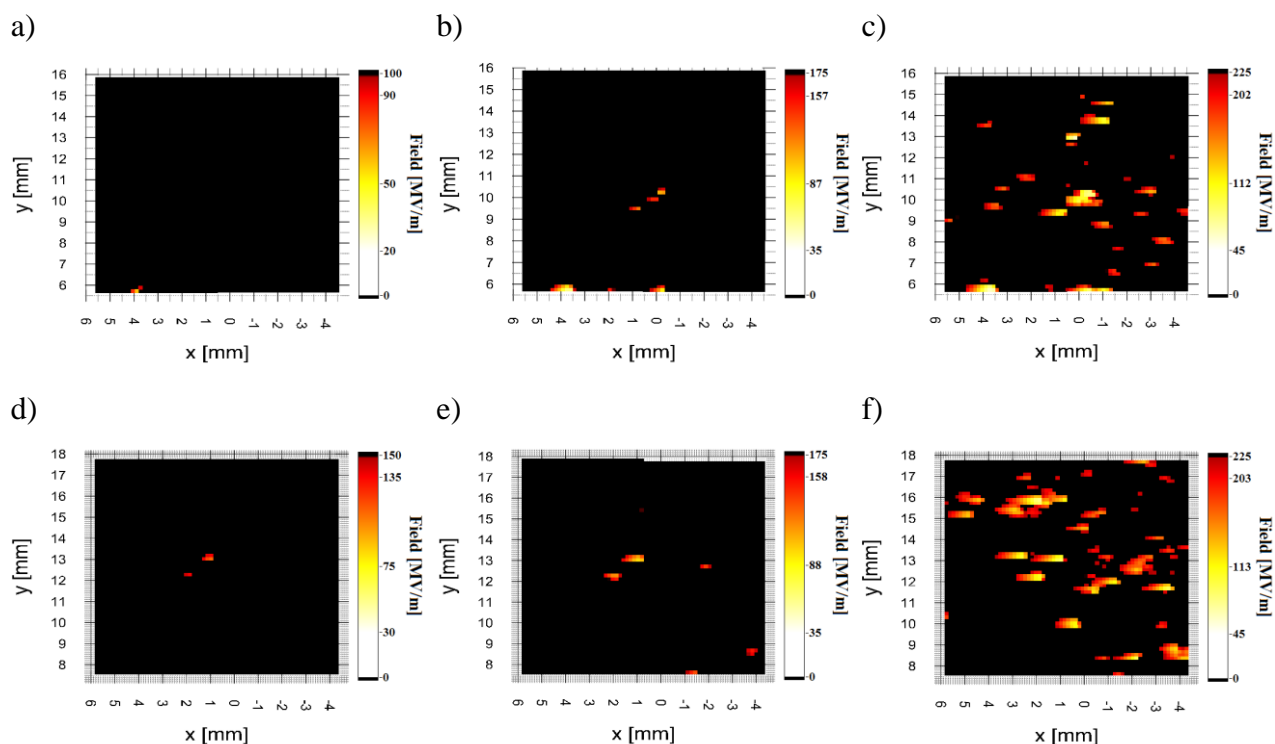


Abbildung 5-26: Feldkarten der künstlich oxidierten einkristallinen Nb-Oberfläche nach N₂-Reinigung (a-c) sowie nach DIC (d-f).

emitter bis 225 MV/m zu unterdrücken. Es ist bemerkenswert, dass nach dem zweiten Oxidationsschritt meist verschiedene Emissionsstellen im Vergleich zur N₂-gereinigten Oberfläche auftauchen, obwohl die gleiche Messfläche untersucht wurde. Ein Einfluss des DIC auf die Oberflächenrauheit kann zumindest auf der μm -Skala ausgeschlossen werden. Daher kann die Aktivierung von unterschiedlichen Emissionsstellen nur durch eine lokal leicht unterschiedliche Oxidation erklärt werden, bei der die Grenzfeldstärke E_{lim} z.B. durch inhomogen verteilte Fehlstellen im Oxid in der Fläche variiert und die nicht durch eine erneute thermische Oxidation reproduzierbar ist.

Die Emitteraktivierung und damit $N(E_{act})$ in Abhängigkeit der Feldstärke ist auf beiden Oberflächen im Rahmen des statistischen Fehlers reproduzierbar (Abbildung 5-27) und die Parameter des statistischen Modells stimmen im Rahmen der Fehler für beide Oberflächen überein (Tabelle 5-9). Vergleicht man die erhaltenen Ergebnisse mit denen auf einkristallinem Nb nach EP, BCP und DIC (Kapitel 5.1), fällt die deutlich steilere Steigung der Gerade auf. Dies führt besonders bei niedrigen Feldstärken von $E_{act} \leq 125 \text{ MV m}^{-1}$ zu einem reduzierten N . Dieser Effekt wird mit kleineren Aktivierungsfeldern stärker. Dies führt vor allem bei den elektrischen Spitzenfeldern des ILC zu einer drastischen Reduktion von N um einen Faktor ~ 20 von $1,5 \times 10^{-2} \text{ cm}^{-2}$ zu $7,8 \times 10^{-4} \text{ cm}^{-2}$.

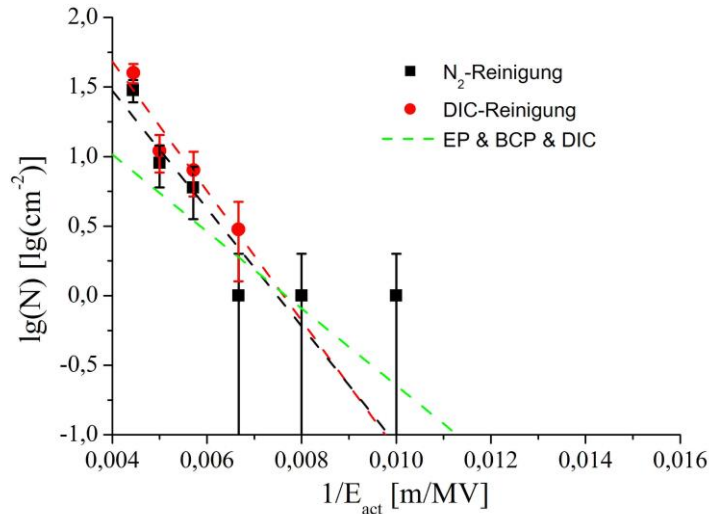


Abbildung 5-27: $N(E_{act})$ der thermisch oxidierten, einkristallinen Nb-Oberfläche nach N_2 sowie DIC-Reinigung mit Ausgleichsgerade. Zum Vergleich ist der Verlauf der auf einkristallinem Nb nach EP, BCP und DIC erhaltenen Ergebnisse eingezeichnet (Kapitel 5.1).

Tabelle 5-9: Fitparameter A und B gemäß Gleichung (2.31) des statistischen Modells sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden aus Abbildung 5-27.

Reinigung	A	B	R
N_2	$3,17 \pm 0,57$	$-423,2 \pm 94,3$	$-0,933$
DIC	$3,54 \pm 0,52$	$-465,3 \pm 93,6$	$-0,962$

Zur Überprüfung, ob die Reduktion von $N(E_{act})$ wirklich durch die künstliche Oxidschicht verursacht wird, wurde die Oberfläche nach der Entfernung des Oxids erneut untersucht. Die Feldkarten wurden mit denselben Messparametern wie zuvor aufgenommen. Die Heizbehandlung führt wie erwartet zu einer Aktivierung zusätzlicher Emitter bei Aktivierungsfeldstärken von 75 MV m^{-1} bzw. 100 MV m^{-1} nach N_2 -Reinigung bzw. DIC, welche vorher offensichtlich durch das künstliche Oxid unterdrückt wurden. Die Emitteranzahldichte wurde dadurch deutlich gegenüber den oxidierten Oberflächen erhöht, wie in Abbildung 5-28 für $E_{act} = 225 \text{ MV m}^{-1}$ zu erkennen ist. Vergleicht man die Feldkarten mit und ohne künstliches Oxid, erkennt man, dass bereits auf der oxidierten Oberfläche aktivierte Emitter normalerweise auch nach der Entfernung des Oxids wiedergefunden werden können. Einige Emitter wurden jedoch scheinbar deaktiviert, was wahrscheinlich durch die Entfernung der Leitungskanäle verursacht wird, die im künstlichen Oxid durch die Aktivierung entstanden sind. Dadurch reduziert sich der β^{on} -Wert der entsprechenden Emitter, wodurch dieser in den Feldkarten

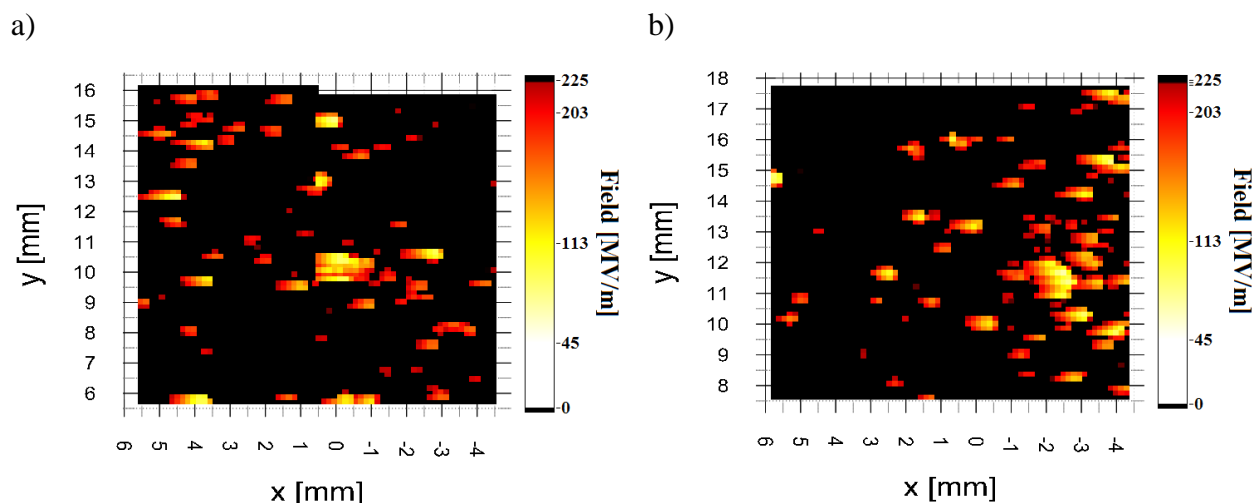


Abbildung 5-28: Feldkarten bei $E_{act} = 225 \text{ MV m}^{-1}$ der N_2 -gereinigten (a) und DIC-gereinigten (b) Nb-Oberfläche nach Entfernung des Oxids durch eine Heizbehandlung bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$.

bis 225 MV m^{-1} nicht wiedergefunden werden kann. Dies zeigt deutlich, dass die für die Aktivierung wichtigen Leitungskanäle auch für das Emissionsverhalten nach der Aktivierung eine entscheidende Rolle einnehmen.

Auch auf den geheizten Oberflächen ergab sich kein erkennbarer Unterschied zwischen den Reinigungsmethoden. Die Emitteranzahldichte N ist auf der DIC-gereinigten Oberfläche sogar leicht höher als auf der N_2 -gereinigten Oberfläche, was die Effektivität der N_2 -Reinigung auf einkristallinen Oberflächen bestätigt. Für polykristallines Nb, das für die Anwendung relevanter ist, wird sich dieses Ergebnis durch die Korngrenzen wahrscheinlich unterscheiden. Die Untersuchung des Einflusses des Oxids auf die EFE ist allerdings ohne eventuelle Korngrenzeneffekte besser zu verstehen, weshalb für diese Untersuchung die Wahl einer einkristallinen Probe sinnvoller war.

Um die Stärke und den Ursprung der gefundenen EFE zu bestimmen, wurden an insgesamt 9 bzw. 10 Emissionsstellen der N_2 -gereinigten bzw. DIC-gereinigten Oberfläche die $I(E)$ -Charakteristik gemessen sowie korrelierte REM-Untersuchungen durchgeführt. Auf beiden Oberflächen wurden vor allem Kratzer und Oberflächendefekte als Emissionsgrund der oxidierten Oberfläche ausgemacht, während nur ein Fremdpartikel gefunden werden konnte. Abbildung 5-29a zeigt ein typisches Beispiel für einen Defektemitter, der auf länglichen Kratzern gefunden wurde. Die EFE mit künstlichem Oxid war instabil mit $\beta = 22\text{-}53$, $S \sim 10^{-4}\text{-}10^4 \mu\text{m}^2$ und $E_{on} = 95 \text{ MV m}^{-1}$ (Abbildung 5-29b). Nach Entfernung des Oxids wurde

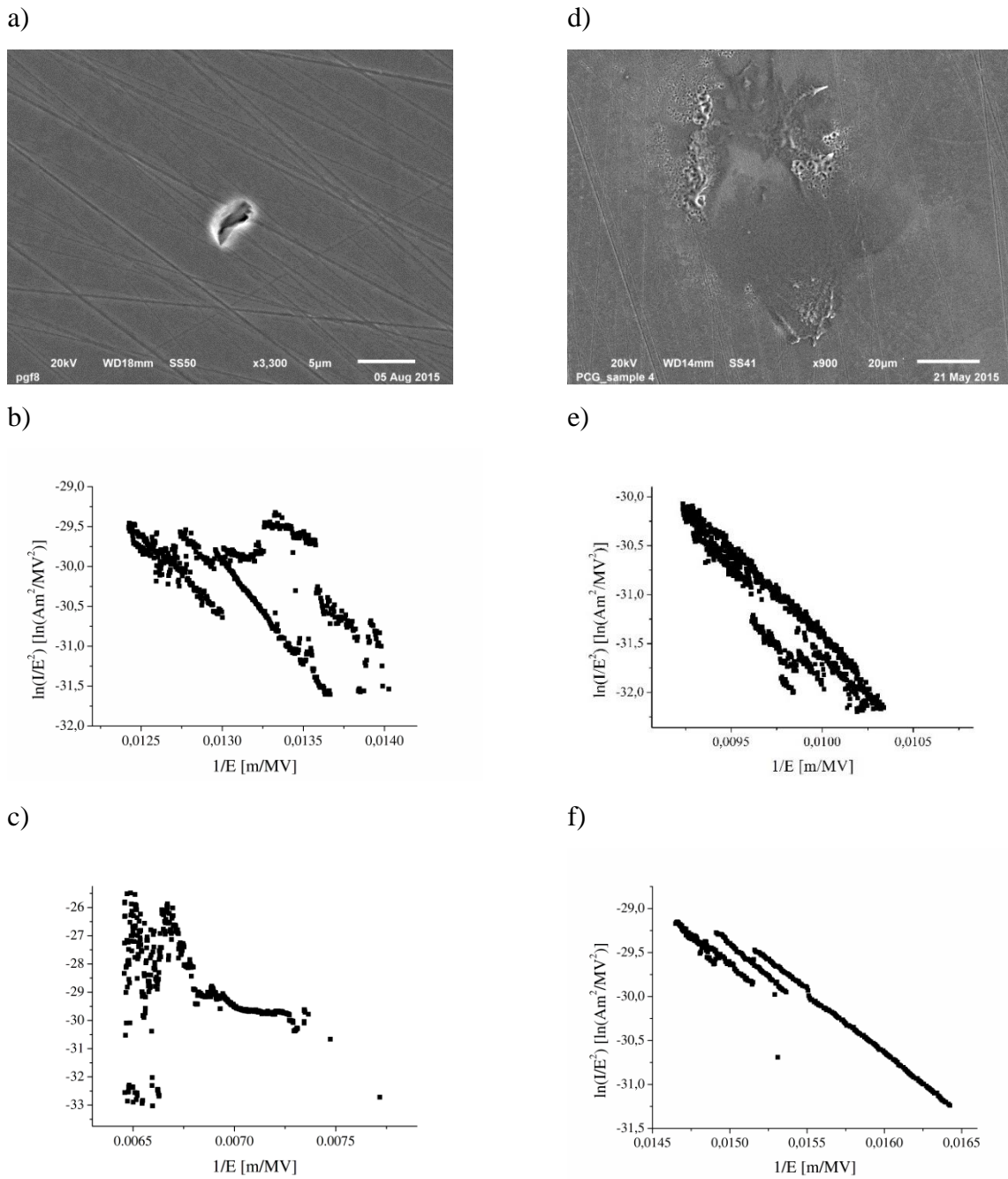


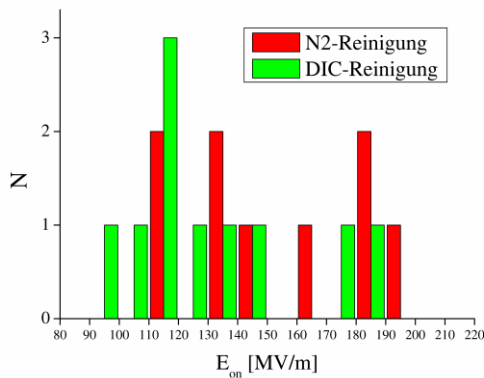
Abbildung 5-29: REM-Aufnahmen (a,d) sowie FN-Plots vor (b,e) und nach (c,f) Entfernung des künstlichen Oxids eines emittierenden Oberflächendefektes (a-c) sowie eines geschmolzenen Emitters (d-f). Für die FN-Parameter: siehe Text.

die EFE deutlich stabiler und schwächer mit $\beta = 35$, $S \sim 2 \times 10^{-5} \mu\text{m}^2$ und $E_{on} = 110 \text{ MV m}^{-1}$ (Abbildung 5-29c). Zusätzlich wurden einige geschmolzene Strukturen auf der Oberfläche gefunden, wie beispielsweise in Abbildung 5-29d gezeigt. Diese Struktur wies zunächst auch vergleichsweise instabile EFE auf mit $\beta = 21-30$, $S \sim 10^{-3}-10^2 \mu\text{m}^2$ und $E_{on} = 110 \text{ MV m}^{-1}$ (Abbildung 5-29e). Nach der Entfernung des Oxids wurde die EFE ebenfalls stabiler, jedoch mit $\beta = 32-40$, $S \sim 10^{-2}-10 \mu\text{m}^2$ und $E_{on} = 71 \text{ MV m}^{-1}$ auch stärker (Abbildung 5-29f). Demnach ist die EFE mittels Leitungskanälen durch dickere Oxidschichten offensichtlich weniger stabil als

durch dünne Oxidschichten. Darüber hinaus wird die Stärke der Emission durch die Dicke der Oxidschicht offensichtlich beeinflusst, auch wenn kein genereller Trend zur Abschwächung oder Verstärkung der EFE zu erkennen ist.

Sowohl die gemessenen Einsatzfeldstärken (Abbildung 5-31a) als auch die bestimmten β - und S -Werte (Abbildung 5-31a) für Emitter auf der oxidierte Oberfläche zeigen für beide Reinigungsmethoden keinen erkennbaren Unterschied. Dies bestätigt, dass die Emission auf der thermisch oxidierten Oberfläche unabhängig von der Reinigung ist, da in beiden Fällen nur Oberflächendefekte emittieren, die ähnliche EFE-Parameter aufweisen. Die thermische Oxidation von Nb hat demnach zu einer deutlichen Reduktion von N und zu schwacher EFE der verbleibenden aktivierten Emitter geführt. Es ist bemerkenswert, dass alle gefundenen Emitter Einsatzfeldstärken aufweisen, die mit mindestens 90 MV m^{-1} deutlich unterhalb der elektrischen Spitzenfeldstärken des ILC liegen und demnach nicht relevant für die Anwendung sind. Außerdem führte die Oxidation zu instabiler EFE mit stark streuenden β - S -Werten. Für ein besseres Verständnis des Einflusses von Oberflächenoxiden auf die EFE von einzelnen Emittlern könnte es daher sinnvoll sein, reproduzierbare Soll-Emitter auf einer Oberfläche zu erzeugen und die Änderungen der einzelnen Schritte auf die FN-Parameter sukzessiv zu untersuchen.

a)



b)

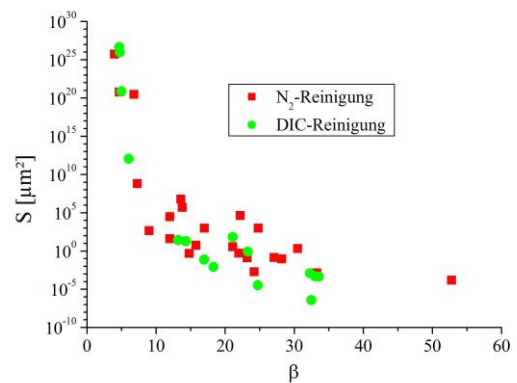


Abbildung 5-30: Histogramm der Einsatzfeldstärken (a, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 10 \text{ MV m}^{-1}$) sowie Korrelation zwischen der emittierenden Fläche S und dem Feldüberhöhungsfaktor β (b, für $\varphi = 4,0 \text{ eV}$) für die N₂- und DIC-gereinigten, oxidierte Oberfläche.

5.5. Bedeutung der Ergebnisse für supraleitende Beschleunigungsstrukturen

Die hier gezeigten Ergebnisse zur parasitären Feldemittern auf Nb spiegeln sowohl die EFE von Oberflächen wider, die relevant für aktuell Beschleunigungsstrukturen sind (Kapitel 5.1 und 5.3), sowie Ansätze zur Unterdrückung der parasitären EFE (Kapitel 5.2 und 5.4). Um die Auswirkung der verschiedenen Präparationen und die Bedeutung der Ergebnisse für die Anwendung beurteilen zu können, müssen die Ergebnisse auf die viel kleineren Feldstärken und die viel größeren Oberflächen der Beschleunigungsstrukturen im Vergleich zu den hier präsentierten Messungen umgerechnet werden. Mit Hilfe des in dieser Arbeit vorgestellten statistischen Modells zur EFE-Aktivierung auf metallischen Oberflächen kann erstmals die Anzahl aktivierter Feldemitter in aktuellen Beschleunigungsstrukturen in Abhängigkeit von der Oberflächenpräparation anhand von EFE-Messungen auf Proben abgeschätzt werden. Die durch SUPERFISH-Simulationen bekannte elektrische Feldverteilung $E(E_{acc}, z)$ einer EXFEL-Struktur in Abhängigkeit von der Strahlachse und dem verwendeten Beschleunigungsgradienten kann unter Verwendung der Fitparameter A und B der Messungen in die Emitteranzahldichte

$$N_{cav}(E_{acc}, z) = A + B \cdot E(E_{acc}, z) \quad (5.3)$$

auf der Oberfläche der Kavität umgerechnet werden. Abbildung 5-31 zeigt $N_{cav}(E_{acc}, z)$ exemplarisch für die EXFEL-Beschleunigungsstruktur bei $E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1}$ für eine chemisch

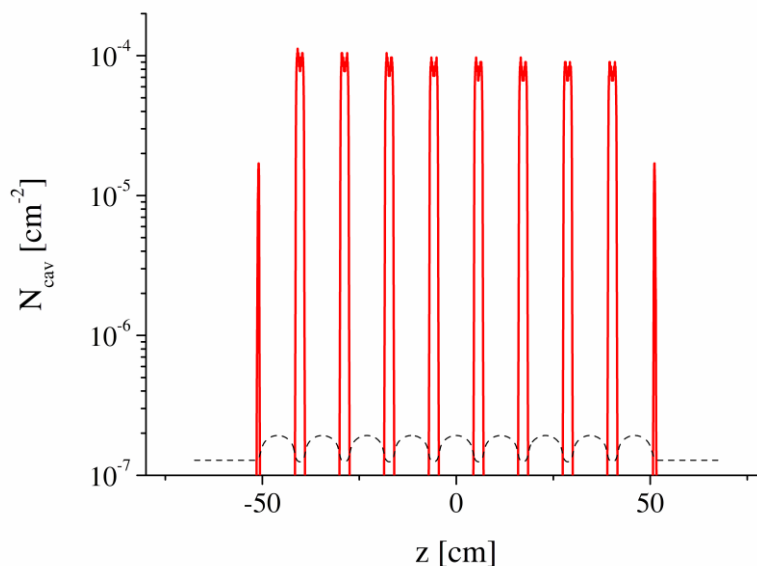


Abbildung 5-31: Emitteranzahldichte $N_{cav}(z)$ auf der Oberfläche einer 9-zelligen EXFEL-Kavität bei $E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1}$ nach DIC. Die gestrichelte Linie zeigt die Kavitätenform.

und elektropolierten Oberfläche nach Trockeneistrahlen (vgl. Kapitel 5.1), für die die Messdaten die beste Statistik dieser Arbeit aufwiesen. Die Emitteranzahldichte ist wie erwartet in einer Fläche von $\pm 1,3$ cm um die Iris einer solchen Struktur mit $N_{cav}(z) \approx 10^{-4} \text{ cm}^{-2}$ maximal. Lediglich für die äußeren Iriden ist $N_{cav}(z)$ um einen Faktor 5 reduziert.

Die Berechnung der Gesamtanzahl aktivierter Emitter $Z(E_{acc})$ einer Beschleunigungsstruktur erfolgt durch Lösen von

$$Z(E_{acc}) = 2\pi \int R(z) \cdot N_{cav}(E_{acc}, z) dz \quad (5.4)$$

mit dem Radius $R(z)$ zwischen Strukturwand und Strahlachse. Da im vorliegenden Fall aufgrund der Simulation $E(E_{acc}, z_i)$ und somit auch $N_{cav}(E_{acc}, z_i)$ als diskrete Werte vorliegen, erfolgt die Berechnung durch Multiplikation von $N_{cav}(E_{acc}, z_i)$ mit der Fläche $2\pi \cdot R(z_i) \cdot \delta z$ und Summation über alle Werte. Die Schrittweite der Simulation betrug dabei $\delta z = 480 \mu\text{m}$. Für den Verlauf von N_{cav} aus Abbildung 5-31 erhält man $Z(E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1}) = 0,06$ Emitter. Das bedeutet, dass 1 von 17 trocken eisgestrahlten und chemisch polierten Kavitäten einen Emitter aufweist. Unter Berücksichtigung der effektiveren Reinigung von DIC im Vergleich zu HPR passt dieses Ergebnis zu den Erfahrungen der Massenproduktion der Beschleunigungsstrukturen des EXFEL, nach der $\sim 20\%$ der Kavitäten nach HPR unter EFE leiden. Eine für den ILC vorgesehene Erhöhung des Beschleunigungsgradienten auf $E_{acc} = 35 \text{ MV m}^{-1}$ wird die Anzahl aktiver Emitter in einer Struktur selbst nach DIC signifikant um einen Faktor >100 erhöhen.

Analog zur Berechnung von $Z(E_{acc})$ für chemisch polierte und trocken eisgestrahlte Oberflächen kann diese für alle in diesem Kapitel präsentierten Ergebnisse durchgeführt werden. Die Ergebnisse für den EXFEL ($Z_{EXFEL} = Z(E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1})$) und den ILC ($Z_{ILC} = Z(E_{acc} = 35 \text{ MV m}^{-1})$) sind in Tabelle 5-10 zusammengefasst. Dabei wird deutlich, dass mit der aktuell verwendeten Standardpräparation des EXFEL (chemische Politur, Elektropolitur, Hochdruckwasserspülen, abschließende Heizbehandlung bei $T_{HB} = 122^\circ\text{C}$) der Zielgradient des ILC höchstwahrscheinlich nicht zuverlässig erreicht werden kann, da die EFE-Belastung um einen Faktor ~ 10 ansteigen wird. Selbst unter Verwendung von DIC wird die EFE-Belastung beim ILC-Designgradienten ($Z_{ILC} = 6,7$) gemäß Tabelle 5-10 in etwa der Belastung

Tabelle 5-10: Zusammenfassung der berechneten Gesamtanzahl aktiver Emittter einer 9-zelligen EXFEL-Kavität bei $E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1}$ (Z_{EXFEL}) bzw. $E_{acc} = 35 \text{ MV m}^{-1}$ (Z_{ILC}) aller untersuchten Probenpräparationen.

Behandlung	Z_{EXFEL}	Z_{ILC}
BCP & EP & DIC	0,06	6,7
BCP & EP & HPR	0,4	15,7
BCP & EP & HPR & HB122	9,4	123,6
BCP & EP & HPR & HB200	15,3	232,1
BCP & EP & HPR & HB400	61,4	943,3
Trommelpolieren & DIC	0,3	533,5
Trommelpolieren & BCP ($d_{pol} = 20 \mu\text{m}$) & DIC	$2,5 \times 10^{-10}$	$1,8 \times 10^{-4}$
Oxidiertes Nb ($d_{ox} \approx 100 \text{ nm}$) & N ₂ -Reinigung	$9,2 \times 10^{-8}$	0,004
Oxidiertes Nb ($d_{ox} \approx 100 \text{ nm}$) & DIC-Reinigung	$2,1 \times 10^{-9}$	$4,1 \times 10^{-5}$

heutiger EXFEL-Strukturen bei $E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1}$ entsprechen ($Z_{EXFEL} = 9,4$). Das würde konsequenterweise bedeuten, dass ~20% der Strukturen des ILC nachbehandelt werden müssten, was ~3200 Kavitäten entspricht. Die vorgesehene HB122 wird dieses Problem noch verstärken. Daher ist es gerade für die Realisierung des ILC nötig, die EFE-Belastung der Strukturen weiter zu minimieren.

Eine Möglichkeit zur EFE-Reduktion ist die Abschwächung von Emitttern durch Konditionierung. Allerdings haben die Ergebnisse zur Stromkonditionierung gezeigt, dass dies nicht durch hohe Ströme erreicht werden kann. Zwar können Emittter durch einen Stromfluss von $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ abgeschwächt werden, doch ist eine Deaktivierung bei dieser Stromstärke nicht möglich. Außerdem hat die Aktivierung von Emitttern während der Stabilitätsmessungen gezeigt, dass die EFE in einer Kavität durch SK sogar noch stärker werden kann. Eine weitere Möglichkeit zur Reduktion der EFE-Belastung sind neue Oberflächenpräparationsmethoden. Die in dieser Arbeit untersuchte Trommelpolitur mit abschließender chemischer Politur sowie die künstliche Oxidation, beide nach DIC, sind hierfür vielversprechende Beispiele. Die berechnete Anzahl aktivierter Emittter beträgt $Z_{ILC} = 1,8 \times 10^{-4}$ (CBP und BCP) bzw. $Z_{ILC} = 4,1 \times 10^{-5}$ (Oxidation). Allerdings stellt sich zumindest für künstlich oxidierte Oberflächen die Frage, wie dick ein Oxid für eine supraleitende Struktur sein darf, bevor die Verluste die Güte der Kavität negativ beeinflussen.

6. Emitteraktivierung auf flachen Cu-Oberflächen

Die systematischen Untersuchungen der EFE von Cu-Oberflächen sollen dazu dienen, den BD-Mechanismus in den normalleitenden CLIC-Beschleunigungsstrukturen besser zu verstehen, sowie Strategien zu entwickeln, um die BDR solcher Strukturen zu minimieren. Hierfür ist es in erster Linie wichtig, die EFE, die im klassischen BD-Modell als Auslöser solcher Spannungsdurchschläge gilt, möglichst vollständig zu charakterisieren. Zu diesem Zweck wurden systematische EFE-Messungen in zwei Schritten durchgeführt: Zuerst wurde die EFE von Proben charakterisiert, deren Oberfläche denen der CLIC-Resonatoren entspricht. Im zweiten Schritt wurden Proben mit nach DIC im Hinblick auf ihre Auswirkung auf die EFE untersucht und mit den Resultaten der typischen Oberflächen verglichen. Sollten diese veränderten Präparationen zu einer reduzierten EFE führen, könnte dadurch die BDR der Resonatoren minimiert werden.

Vergleichbare EFE-Messungen auf Cu wurden bereits früher durchgeführt: Chemisch polierte und im Ultraschallbad gesäuberte Cu-Oberflächen zeigten dabei unterhalb von 100 MV m^{-1} nur eine geringe EFE. Eine rein mechanische Politur mit gleicher Endreinigung konnte diese Ergebnisse weiter verbessern [13]. Andere EFE-Messungen auf Proben, die aus Photoinjektorkavitäten herausgeschnitten wurden, haben eine reinigende Wirkung des DIC und damit eine Reduktion von Feldemittern auf Cu bestätigt. Auf solchen Oberflächen konnte die EFE bis 90 MV m^{-1} vollständig unterdrückt werden [37]. Allerdings unterscheidet sich die Oberflächenpräparation all dieser Proben von der für die CLIC-Strukturen angewendeten. Darüber hinaus finden sich in diesen Messungen keine Hinweise, die helfen, den BD-Mechanismus besser zu verstehen. Daher wurden in enger Zusammenarbeit mit CERN neue Messungen durchgeführt, deren Ergebnisse im Folgenden zusammengefasst werden.

6.1. Verwendete Proben und topographische Untersuchungen

Für die Untersuchung der EFE normalleitender Cu-Kavitäten wurden insgesamt 9 verschiedene Cu-Scheiben mit $\varnothing = 10 \text{ mm}$ verwendet. Die Politur wurde am CERN durchgeführt und orientiert sich an der Herstellung der aktuellen CLIC-Beschleunigungsstrukturen. Alle Proben wurden diamantpoliert (DT). Acht Proben wurden zusätzlich geätzt (SLAC-Behandlung, $d_{pol} \approx 0,6 \mu\text{m}$) und anschließend auf $T = 1040^\circ\text{C}$ in H_2 -Atmosphäre erhitzt. Letzteres wird bei der Herstellung der Beschleunigungsstrukturen für das Diffusionsschweißen der einzelnen Zellen verwendet. Alle Proben sind mit einem Loch auf der Oberfläche versehen ($\varnothing \approx 1,8 \text{ mm}$), das für

die Präparation am CERN benötigt wird und zur Kontrolle der Probenposition in den unterschiedlichen Messsystemen verwendet wurde.

Die rein mechanisch polierte Probe wurde in zwei Schritten gereinigt: zunächst mit ionisiertem Stickstoff, um große Partikel ($\geq 10 \mu\text{m}$), die die Untersuchungen mit dem FERM gestört hätten, zu entfernen, sowie eine abschließende DIC. Darüber hinaus erhielten 6 der geätzten Proben eine abschließende Reinigung mit DIC, die nicht Teil der aktuellen Präparation der CLIC-Kavitäten ist. Daher wurden zwei der geätzten Proben nicht gereinigt, um die Oberflächenqualität der aktuellen CLIC-Beschleunigungsstrukturen widerzuspiegeln.

Die Oberfläche aller Proben wurde mit dem OP sowie teilweise mit dem AFM untersucht. Abbildung 6-1a zeigt eine typische Übersichtsaufnahme einer diamantpolierten und chemisch geätzten Probe mit einer moderaten Auflösung von $12 \mu\text{m}$. Man kann gut das präparationsbedingte Loch ($\varnothing = 1,8 \text{ mm}$) am Rand der Probe erkennen, welches die Messfläche der EFE-Untersuchungen auf $5 \times 5 \text{ mm}^2$ einschränkt. Das Intensitätsbild des rückgestreuten Lichtes der gleichen Messung in Abbildung 6-1b zeigt deutlich die polykristalline Struktur der Oberfläche. Die Kristalle haben eine Größe von bis zu $\sim 2 \mu\text{m}^2$. Ein Profil einer typischen FERM-Messfläche ist in Abbildung 6-3a und b gezeigt. Die Topographie wurde über $5 \times 5 \text{ mm}^2$ mit der maximalen lateralen Auflösung des OP ($2 \mu\text{m}$) aufgenommen. Deutlich sichtbar ist die Verschmutzung der Oberfläche durch μm -große Partikel, die in der OP-Aufnahme als helle

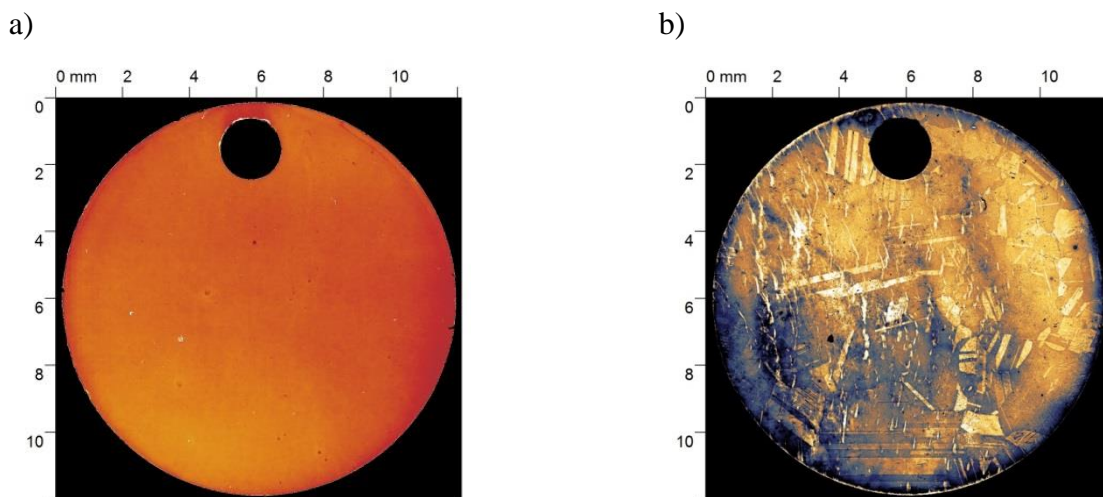


Abbildung 6-1: Topographie (a) und Intensität des rückgestreuten Lichtes (b) einer diamantpolierten und geätzten Probe gemessen mit dem optischen Profilometer ($A_{\text{profil}} = 12,4 \times 12,4 \text{ mm}^2$, $12 \mu\text{m}$ Auflösung). Die Falschfarbenvariation im Topographiebild entspricht einem Höhenunterschied von $\sim 7 \mu\text{m}$.

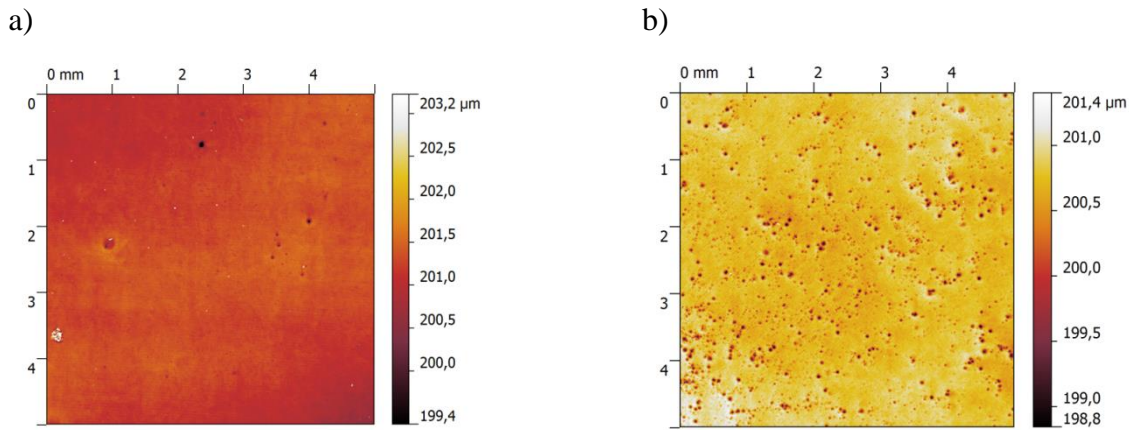


Abbildung 6-2: OP-Aufnahme ($A_{profil} = 5 \times 5 \text{ mm}^2$) in der Mitte zwei diamantpolierten und chemisch geätzten Cu-Oberfläche mit geringer (a) sowie hoher Dichte (b) an Ätzgruben.

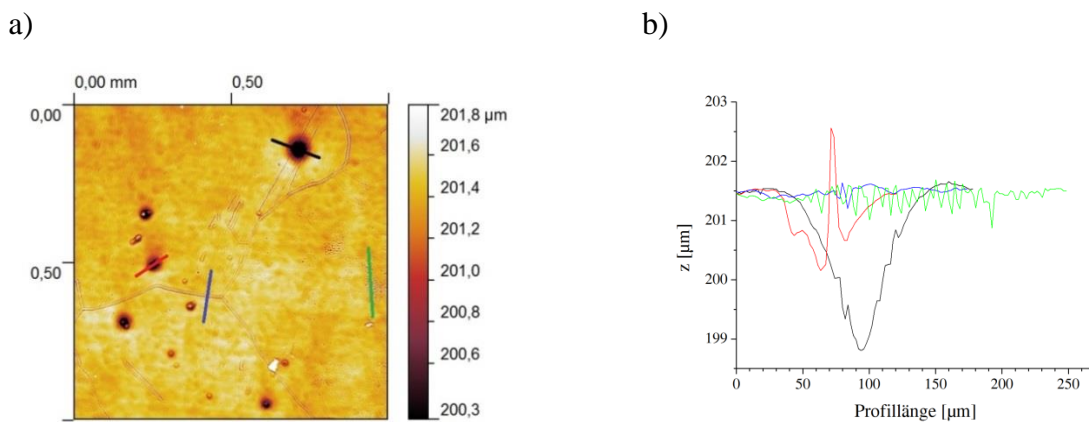


Abbildung 6-3: Ausschnitt aus Abbildung 6-2a mit 6 Ätzgruben (a) sowie die Querprofile typischer Oberflächendefekte (b).

Strukturen erscheinen. Diese haben einen Durchmesser von 10–30 µm. Darüber hinaus zeigt das Topographiebild mehrere Ätzgruben mit einer typischen Breite von bis zu 100 µm und einer Tiefe von mehreren µm, wie in Abbildung 6-3 gezeigt. Bemerkenswert ist, dass die Anzahldichte solcher Gruben auf verschiedenen Proben unterschiedlich ist. Die Topographieaufnahmen aus Abbildung 6-2 stammen von zwei Proben aus derselben Probenserie, d.h. sie wurden direkt nacheinander geätzt. Dennoch weist eine Probe eine erhöhte Anzahl Ätzgruben auf. Die Form der Gruben ist auf beiden Proben gleich. Neben Ätzgruben existieren noch weitere Merkmale, etwa Korngrenzen, Mulden oder andere Oberflächendefekte (Abbildung 6-3). Die dabei auftretenden Höhenunterschiede betragen $\leq 1 \text{ µm}$. Die Basisrauheit beträgt nach Abzug des Hintergrundes durch ein Polynom zweiten Grades $R_a \approx 80 \text{ nm}$ bzw. $R_q \approx 100 \text{ nm}$.

Die Oberfläche der rein diamantpolierten Oberfläche unterscheidet sich stark von den zusätzlich geätzten Oberflächen. Eine zu Abbildung 6-2 vergleichbare Messung ist in

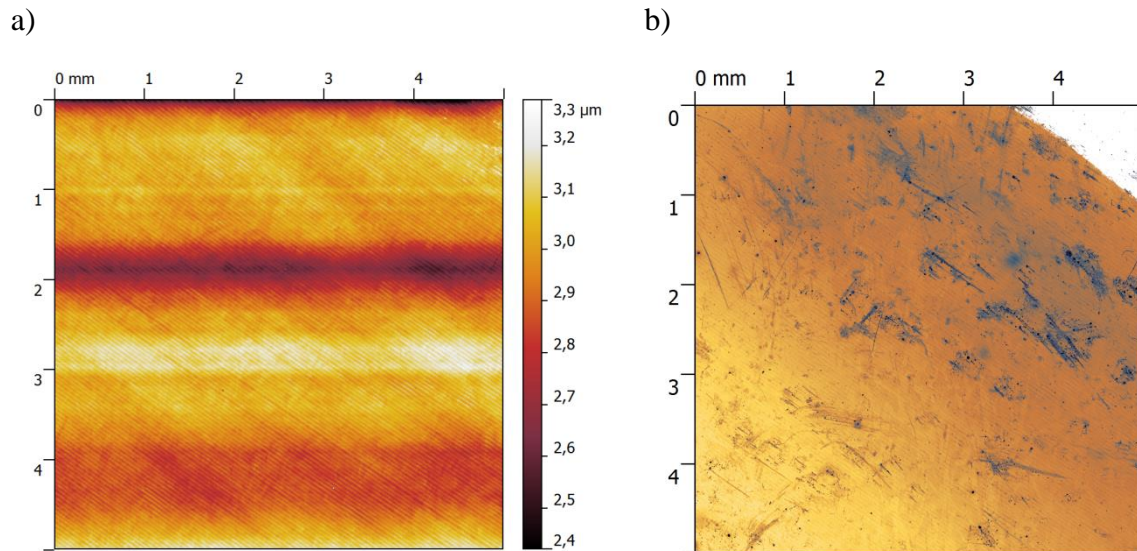


Abbildung 6-4: Topographieaufnahme mit dem OP ($A_{\text{profil}} = 5 \times 5 \text{ mm}^2$) in der Mitte der rein mechanisch polierten Cu-Oberfläche (a) sowie Intensitätsbild des rückgestreuten Lichts der gleichen Fläche (b) mit einer lateralen Auflösung von $2 \mu\text{m}$.

Abbildung 6-4a dargestellt: Deutlich sind hier Grate zu erkennen, die von links oben parallel und äquidistant ($\sim 40 \mu\text{m}$) nach rechts unten verlaufen. Die durchschnittliche Oberflächenrauheit dieser Probe beträgt $R_a = 126 \text{ nm}$ bzw. $R_q = 145 \text{ nm}$. Das Intensitätsbild der gezeigten Fläche ist in Abbildung 6-4b abgebildet. Im Gegensatz zu den chemisch polierten Oberflächen ist keine kristalline Struktur zu erkennen. Die Oberfläche ist offensichtlich von einer durch das DT beschädigten Schicht bedeckt.

Die mit dem OP gefundenen Grate wurden mit dem AFM auf ihre geometrischen Feldüberhöhungsfaktoren näher untersucht. Dazu wurde eine Aufnahme in einer Fläche von

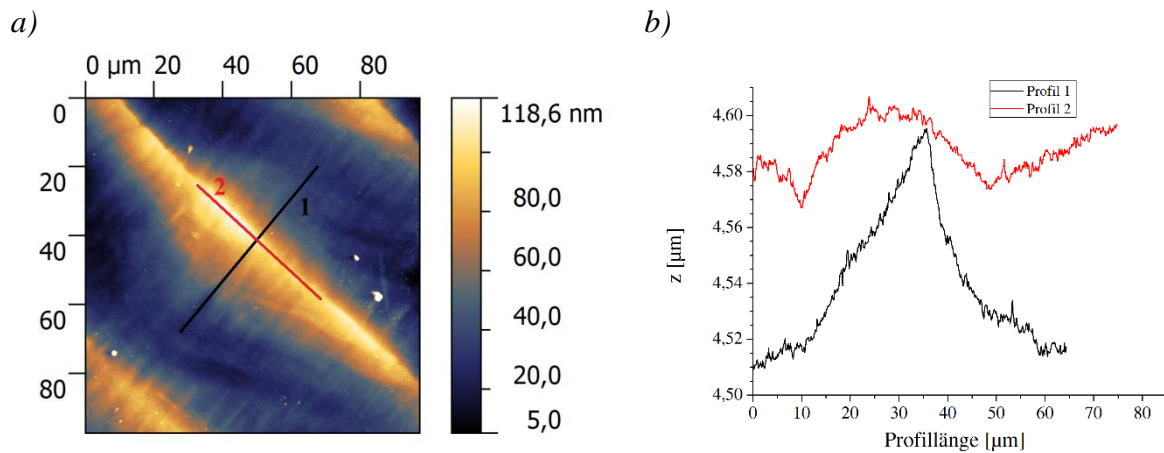


Abbildung 6-5: AFM-Aufnahme ($A_{\text{profil}} = 97 \times 97 \mu\text{m}^2$) eines der in Abbildung 6-4a erkennbaren Grate mit einer Auflösung von $\sim 10 \text{ nm}$ (a) sowie Längs- bzw. Querprofil dieses Grates (b).

$97 \times 97 \mu\text{m}^2$ mit einer lateralen Ortsauflösung von 10 nm durchgeführt (Abbildung 6-5a). Das Querprofil über den Grat zeigt, dass diese eine Höhe von maximal $h = 100$ nm haben und ihr Krümmungsradius typischerweise bei $r = 30 - 50$ nm liegt. Da das Längsprofil über solch einen Grat eine maximale Höhenvariation von $\Delta h = 30$ nm aufweist (Abbildung 6-5b), sind für die geometrische Feldüberhöhung dieser Strukturen Werte von maximal $\beta_{geo} \approx 5$ zu erwarten. Damit stellen die Grate, neben den ebenfalls auftretenden Kratzern und Partikeln, keinen zusätzlichen zu erwartenden Beitrag für die EFE dar.

6.2. Messungen der Emittanzdichten

Die EFE-Messungen auf allen Proben wurden in einem Bereich von $5 \times 5 \text{ mm}^2$ in der Mitte bei Feldern zwischen $E = 10 - 300 \text{ MV m}^{-1}$ mit einer Feld-Schrittweite von 10 MV m^{-1} gescannt. Für Proben, die bereits bei niedrigen Feldstärken eine hohe Anzahl Emitter zeigten ($N > 100 \text{ cm}^{-2}$), wurde die Feldstärke nicht bis 300 MV m^{-1} erhöht, um nicht zu viele Emitter zu aktivieren, was die REM-Analyse deutlich erschwert hätte. Für die Scans wurde eine kugelstumpfförmige Anode mit einem Durchmesser von $\varnothing = 300 \mu\text{m}$ in einem Abstand von $\Delta z = 30 - 50 \mu\text{m}$ zur Probe verwendet. Die Ortsauflösung aller Feldkarten betrug $150 \mu\text{m}$.

Der erste stabile Emitter auf einer diamantpolierten und geätzten Oberfläche ohne Reinigung konnte bei $E_{act} = 30 \text{ MV m}^{-1}$ gefunden werden (Abbildung 6-6a). Mit steigendem Feld stieg die Emittanzdichte N stark an, sodass bei $E_{act} = 100 \text{ MV m}^{-1}$ ein großer Teil der Messfläche EFE aufwies ($N = 152 \pm 25 \text{ cm}^{-2}$, Abbildung 6-6b). Nach der DIC-Reinigung konnte auf vier Proben (#1-#4) bis $E_{act} = 140 \text{ MV m}^{-1}$ keine EFE beobachtet werden. Auf einer Probe trat erst bei $E_{act} = 200 \text{ MV m}^{-1}$ der erste aktivierter Feldemitter auf (Abbildung 6-6c). Auch auf den gereinigten Proben stieg N mit E_{act} stark an, bis bei $E_{act} = 300 \text{ MV m}^{-1}$ ein großer Teil der Messfläche EFE aufwies (Abbildung 6-6d). Dennoch war die Emittanzdichte bei dieser Feldstärke mit $N = 60 \pm 15 \text{ cm}^{-2}$ deutlich kleiner als auf der ungereinigten Probe bei $E_{act} = 100 \text{ MV m}^{-1}$. Die zusätzliche Reinigung der Oberfläche mit DIC führt zu einer signifikanten Abnahme der EFE, sodass hohe Werte für N erst bei extrem hohen Feldstärken erreicht werden, die deutlich über der Spitzenfeldstärke $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$ der CLIC-Beschleunigungsstrukturen liegen. Zwei der geätzten und DIC-gereinigten Oberflächen (Proben #5 und #6) zeigten trotz identischer Präparation ein stark unterschiedliches

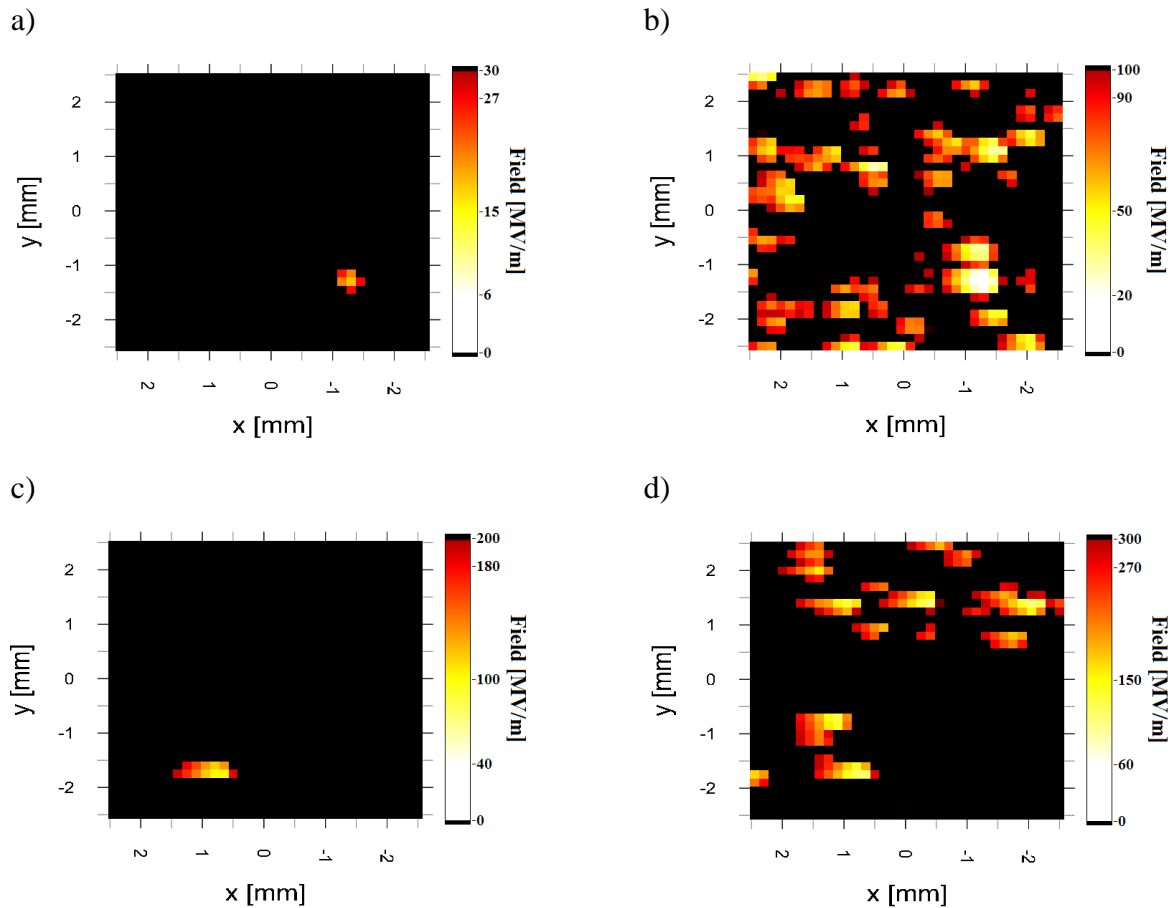


Abbildung 6-6: Typische Feldkarten auf diamantpolierten und geätzten Oberflächen ohne (a und b) sowie nach DIC-Reinigung (c und d) in einer Fläche von $5 \times 5 \text{ mm}^2$.

EFE-Verhalten im Vergleich zu den anderen vier DIC-Proben. Die EFE setzte auf diesen bei 60 MV m^{-1} (Abbildung 6-7a) bzw. 100 MV m^{-1} und damit bei viel niedrigeren Feldstärken ein. Mit steigendem elektrischem Feld stieg die Emitteranzahldichte auf diesen Proben ähnlich stark an wie auf den anderen Oberflächen, bis die Messfläche bei $E_{act} = 210 \text{ MV m}^{-1}$ großflächig EFE zeigte (Abbildung 6-7b). Die Emitter auf diesen Proben waren nach der Aktivierung teilweise deutlich stärker als auf den übrigen Oberflächen nach DIC. Dies zeigt, dass die verwendete Oberflächenpräparation (DT, Ätzen und DIC) nicht immer zu reproduzierbaren EFE-Eigenschaften der Cu-Oberflächen führt.

Auf der rein diamantpolierten Oberfläche, die mit ionisiertem Stickstoff gereinigt wurde, trat der erste aktive Emitter bei $E_{act} = 130 \text{ MV m}^{-1}$ auf (Abbildung 6-8a). Mit steigender Feldstärke erhöhte sich die Emitteranzahldichte auf $N = 52 \pm 14 \text{ cm}^{-2}$ bei $E_{act} = 190 \text{ MV m}^{-1}$ (Abbildung 6-8b). Eine Reinigung derselben Probe mit DIC führte anschließend ebenfalls zu einem reduzierten N : Bis $E_{act} = 170 \text{ MV m}^{-1}$ konnte keine EFE festgestellt werden (Abbildung 6-8c)

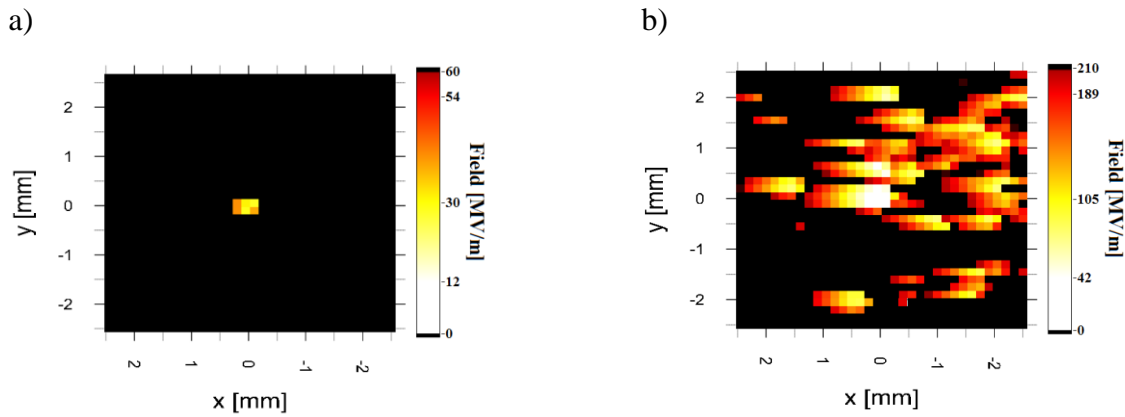


Abbildung 6-7: Feldkarten einer weiteren diamantpolierten, chemisch geätzten Probe nach DIC mit erstem aktiviertem Emitter bei $E_{act} = 60 \text{ MV m}^{-1}$ (a) und 23 Emittern bei $E_{act} = 210 \text{ MV m}^{-1}$.

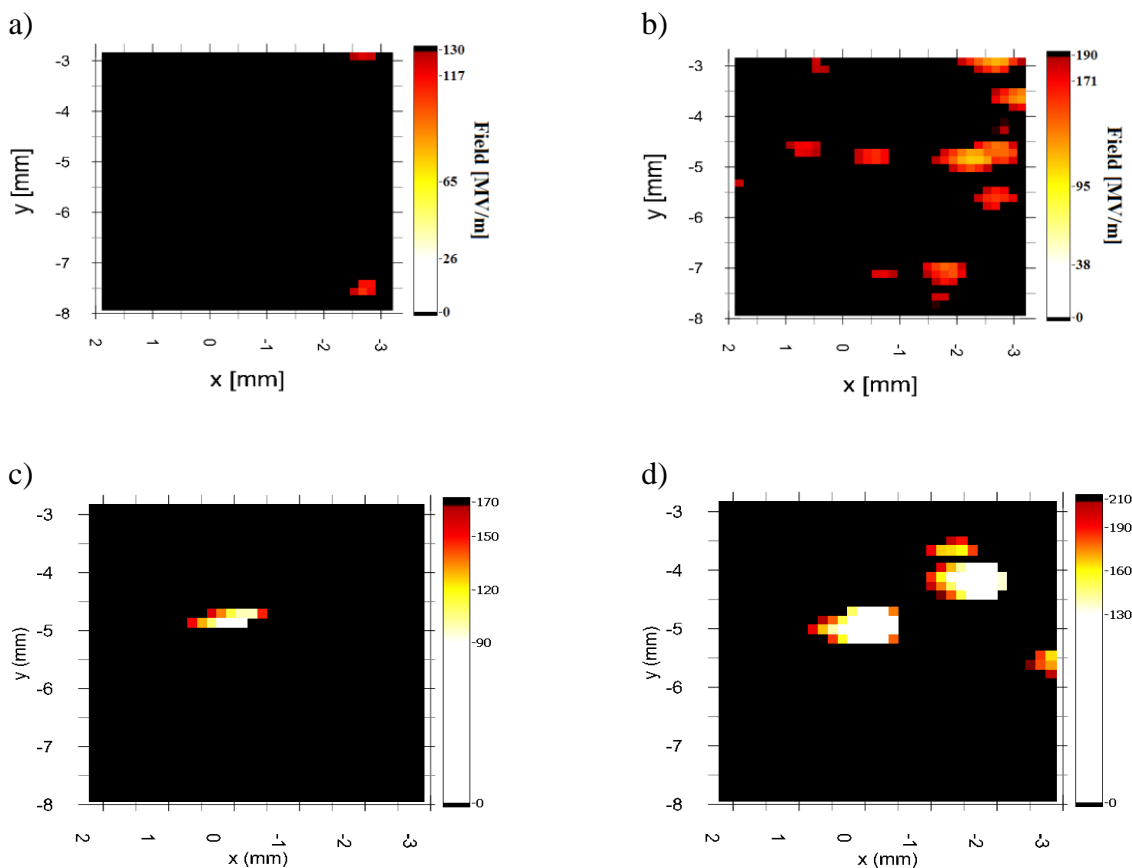


Abbildung 6-8: Feldkarten der diamantpolierten Oberflächen vor (a und b) und nach DIC-Reinigung (c und d) in einer Fläche von $5 \times 5 \text{ mm}^2$.

und für $E_{act} = 210 \text{ MV m}^{-1}$ wurde $N = 12 \pm 8 \text{ cm}^{-2}$ gemessen (Abbildung 6-8d). Der positive Einfluss des DIC ist demnach unabhängig von der chemischen Politur. Es ist außerdem bemerkenswert, dass die diamantpolierte Oberfläche ohne DIC messbare EFE erst bei höheren Feldstärken zeigt als die zusätzlich geätzten Proben ohne DIC. Dies wird durch die zusätzliche

Reinigung mit ionisiertem Stickstoff verursacht. Demnach führt bereits eine leichte N_2 -Reinigung der Oberfläche zu einer signifikant später einsetzenden EFE.

Eine weitere Beobachtung in den Messungen beinhaltet, dass auf allen Oberflächen unabhängig von der Reinigung bzw. der Politur ein Aktivierungseffekt auftritt, ähnlich zu Nb-Oberflächen. Beispielsweise treten auf der DIC-gereinigten Oberfläche in der Feldkarte bis $E_{act} = 300 \text{ MV m}^{-1}$ (Abbildung 6-6d) Emitter auf, an denen das Feld für $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ auf $E \leq 150 \text{ MV m}^{-1}$ reduziert werden musste. Fast alle dieser Emitter sind in der Feldkarte bis $E_{act} = 200 \text{ MV m}^{-1}$ (Abbildung 6-6c) nicht wiederzufinden. Vergleichbares lässt sich für die diamantpolierte Oberfläche finden. Analog zu Nb lässt sich der Aktivierungseffekt durch die natürliche Oxidschicht erklären. Das natürliche Cu-Oxid ist ein p-dotierter Halbleiter [46], zusammengesetzt aus Cu_2O (Bandlücke: 2,17 eV) und CuO (Bandlücke: 1,4 – 1,7 eV) [177]. Bei Raumtemperatur haben diese eine Dicke von $\sim 2,0 \text{ nm}$ (Cu_2O) bzw. $\sim 1,3 \text{ nm}$ (CuO) [178]. Demnach erfolgt die Aktivierung auf Cu wie für das halbleitende Nb-Oberflächenoxid nach HB in Kapitel 5.3 beschrieben. Daher kann das statistische Modell ebenfalls für die Beschreibung der Emitteranzahldichte $N(E_{act})$ auf Cu-Oberflächen angewandt werden. Abbildung 6-9 zeigt $N(E_{act})$ der beiden geätzten Proben ohne DIC sowie der rein diamantpolierten Probe nach N_2 -Reinigung, aufgetragen gemäß Gleichung (2.29). Lineare Ausgleichsrechnungen mit der Methode der kleinsten Quadrate ergaben Korrelationskoeffizienten R zwischen -0,898 und -0,987, d.h. die Daten können mit dem statistischen Modell der Emitteraktivierung ausreichend gut beschrieben werden. Die Ergebnisse der Ausgleichsrechnung sind in Tabelle 6-1 zusammengefasst. Dabei ergab sich für beide geätzte Proben ein ähnliches EFE-Verhalten: Die Steigung B und der y -Achsenabschnitt A der Ausgleichsgerade in Abbildung 6-9 liegen nahe beieinander. Sowohl der Verlauf von $N(E_{act})$ als auch die Fit-Parameter der diamantpolierten Probe unterscheiden sich dagegen stark von den anderen beiden Proben. Bemerkenswert ist, dass auf dieser Oberfläche $N(E_{act})$ vor allem für kleine elektrische Felder deutlich geringer ist als auf den geätzten Oberflächen. Dieser Effekt wird mit zunehmenden E kleiner und kehrt sich für $E \approx 300 \text{ MV m}^{-1}$ um. Der Wert für A auf der DT-Probe liegt um $\sim 32\%$ und für B um einen Faktor 5,6 höher als auf den anderen Proben. Unter der Annahme, dass alle drei Proben von einem ähnlichen Oberflächenoxid mit vergleichbarem E_{lim} bedeckt sind, bedeutet dies auf Grund von Gleichung (2.33), dass c_s auf der DT-Probe um einen Faktor 5,6 höher ist als auf den zusätzlich geätzten

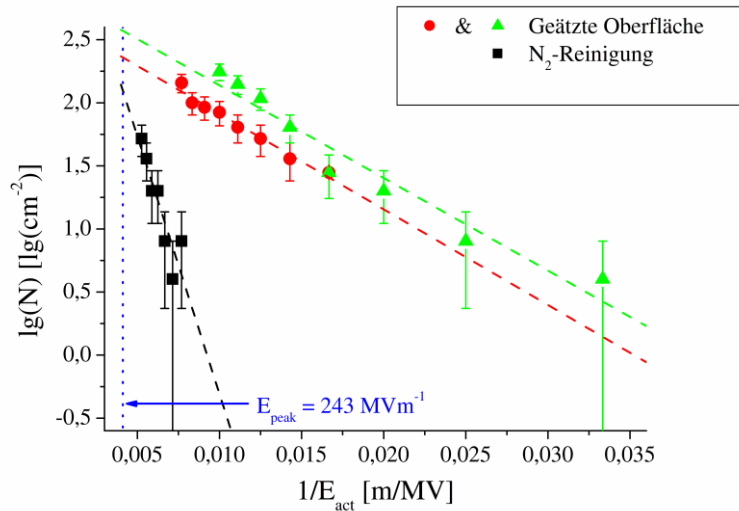


Abbildung 6-9: Emitteranzahldichte N in Abhängigkeit der Aktivierungsfeldstärke E_{act} aufgetragen gemäß Gleichung (2.29) der diamantpolierten Proben vor (mit zusätzlicher N_2 -Reinigung) und nach abschließenden Ätzen mit linearen Fits (gestrichelte Linien) und elektrischem Spitzenfeld $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$ für CLIC.

Tabelle 6-1: Fitparameter A und B gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden in Abbildung 6-9, und skalierte Emitteranzahldichten N^{CLIC} für $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$.

	DT & SLAC#1	DT & SLAC#2	DT & N_2 -Reinigung
A	$2,67 \pm 0,06$	$2,87 \pm 0,13$	$3,78 \pm 0,57$
B	$-75,8 \pm 5,0$	$-73,4 \pm 6,9$	$-408,6 \pm 89,3$
R	$-0,987$	$-0,975$	$-0,898$
$N^{CLIC} [\text{cm}^{-2}]$	228,7	371,5	124,9

Proben. Da diese Probe mit N_2 gereinigt werden musste, kann nicht mit Sicherheit gesagt werden, ob dieses Resultat von der Reinigung oder der unterschiedlichen Oberflächenpolitur verursacht wurde. Allerdings haben die Oberflächen ähnliche Rauheitswerte. Da auf den chemisch polierten Oberflächen keine Defekte mit hohem β_{geo} gefunden werden konnten, ist es wahrscheinlicher, dass die verbesserte EFE auf der DT-Probe durch die zusätzliche Reinigung verursacht wurde. Das verbesserte Emissionsverhalten spiegelt sich auch in der zum CLIC-Oberflächenspitzenfeld interpolierten Emitteranzahldichte N^{CLIC} wider (Tabelle 6-1). Während N^{CLIC} auf den chemisch polierten Oberflächen bei $228,7 \text{ cm}^{-2}$ bzw. $371,5 \text{ cm}^{-2}$ liegt, reduziert eine Reinigung mit N_2 N^{CLIC} signifikant um einen Faktor 3,0 bzw. 1,8. Da die Fläche einer Iris

der CLIC-Beschleunigungsstrukturen, die den Spitzenfeldern ausgesetzt ist, $\sim 1 \text{ cm}^2$ groß ist, entsprechen die Werte für N^{CLIC} der Anzahl der Emitter pro Zelle einer Kavität. Dies bestätigt, dass eine Anwendung einer leichten Reinigung für eine merkliche Reduktion der EFE in den CLIC-Beschleunigungsstrukturen bereits ausreicht, was sich möglicherweise positiv auf die BDR auswirkt.

Betrachtet man $N(E_{act})$ auf den Oberflächen nach DIC, erkennt man deutlich, dass die Anzahl an Feldemittern bei allen untersuchten Feldstärken durch eine verbesserte Reinigungsmethode in einem Reinraum noch weiter reduziert werden kann. Abbildung 6-10 zeigt $N(E_{act})$ der vier ersten geätzten Proben (#1-#4), die zur Reduktion der statistischen Fehler gemittelt wurden, sowie für die rein diamantpolierte Probe, jeweils nach DIC. Zum Vergleich sind zusätzlich die Daten der diamantpolierten Probe vor DIC aus Abbildung 6-9 eingezeichnet. Die $N(E_{act})$ -Daten nach DIC liegen unabhängig von der Politur sehr nahe bei einander. Das deutet darauf hin, dass die Emission auf den ungereinigten Proben vor allem durch Partikel dominiert wird, da Oberflächendefekte durch DIC nicht entfernt werden können. Darüber hinaus ist es bemerkenswert, dass die Ausgleichsgeraden für $N(E_{act})$ der diamantpolierten Oberfläche nach DIC bei kleinen Feldstärken ($E < 200 \text{ MV m}^{-1}$) kleiner ist als auf den geätzten Proben und sich dieser Effekt für $E \geq 200 \text{ MV m}^{-1}$ umkehrt. Dieses Verhalten ähnelt dem der ungereinigten Proben, auch wenn der Umkehrpunkt nach DIC $\sim 100 \text{ MV m}^{-1}$ niedriger liegt.

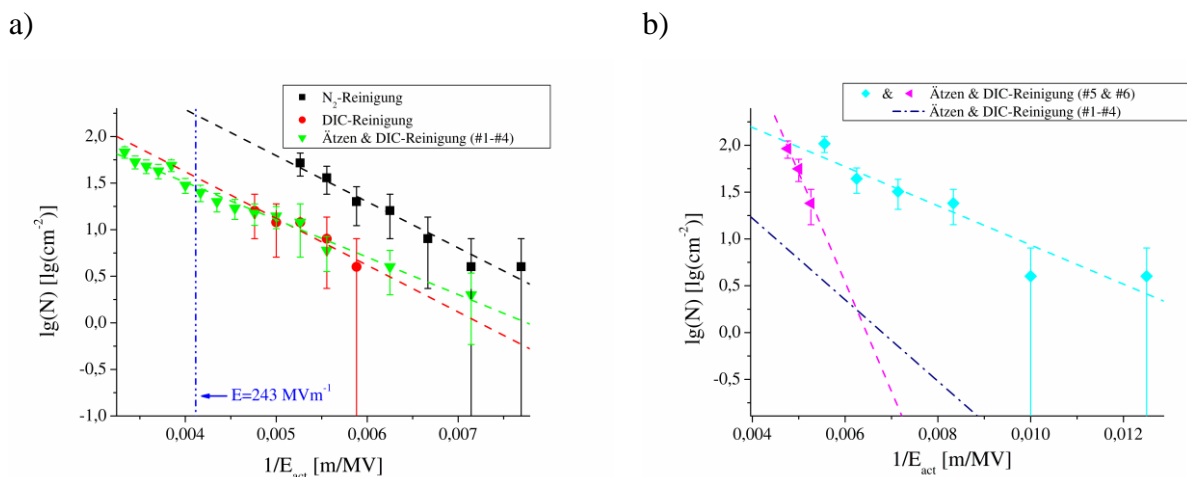


Abbildung 6-10: Emitteranzahldichte N in Abhängigkeit der Aktivierungsfeldstärke E_{act} der diamantpolierten Probe vor und nach DIC sowie der geätzten Oberflächen (Proben #1-#4) nach DIC aufgetragen wie in Abbildung 6-9 (a), sowie $N(E_{act})$ der diamantpolierten und geätzten Oberflächen #5 und #6 nach DIC und Vergleich mit den Proben #1-#4 (b).

Die $N(E_{act})$ -Daten der beiden letzten geätzten Proben nach DIC (#5 und #6), die im Vergleich zu den anderen, gleich präparierten Proben EFE bei deutlich niedrigeren Feldstärken zeigten, sind in Abbildung 6-10b dargestellt. Beide weisen deutlich verschiedenes Verhalten auf und unterscheiden sich klar von den anderen Resultaten. Bemerkenswert ist, dass für eine Probe (#6) die $N(E_{act})$ -Ausgleichsgerade für Feldstärken von $E \leq 160 \text{ MV m}^{-1}$ ($E_{act}^{-1} \approx 0,00625$) unterhalb der Kurve für die ersten vier Proben liegt.

Für alle Daten aus Abbildung 6-10 wurden lineare Ausgleichsrechnungen gemäß des statistischen Modells durchgeführt. Die Fit-Parameter sowie R und N^{CLIC} sind in Tabelle 6-2 zusammengefasst. Die Ausgleichsrechnung lieferte für alle Messungen hohe Korrelationskoeffizienten von R zwischen -0,942 und -0,993, d.h. diese Ergebnisse können gut mit dem statistischen Modell beschrieben werden. Vergleicht man die Ergebnisse der diamantpolierten Probe vor und nach DIC, stellt man fest, dass sich nur die Steigung B verändert hat, während der y-Achsenabschnitt A unverändert blieb. Das bedeutet, dass vor allem c_s durch die bessere Reinigung erhöht wurde, was innerhalb des Modells für eine bessere Probenoberfläche mit niedrigen β^{act} -Werten entspricht. Auf den geätzten Proben nach DIC hat sich A im Vergleich zu den Messungen ohne DIC ebenfalls nur leicht verändert. Auch hier lässt eine starke Änderung der Steigung B auf ein erhöhtes c_s schließen. Die Behandlung mit DIC führt somit bei der Spitzenfeldstärke E_{peak} des CLIC zu einer deutlich reduzierten Emitteranzahldichte von $N^{CLIC} = 36,7 \text{ cm}^{-2}$ (diamantpoliert) bzw. $N^{CLIC} = 29,1 \text{ cm}^{-2}$ (zusätzlich geätzt) im Vergleich zu den ungereinigten Oberflächen. Dadurch wird deutlich, dass eine

Tabelle 6-2: Fitparameter A und B gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden in Abbildung 6-10a und b, und skalierte Emitteranzahldichten N^{CLIC} für $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$.

	DT & DIC	DT & Ätzen & DIC (#1 - #4)	DT & Ätzen & DIC (#5)	DT & Ätzen & DIC (#6)
A	3,63±0,50	2,95±0,07	3,02±0,32	7,55±0,71
B	-501,9±93,8	-362,3±15,3	-209,0±37,2	-1168,3±141,8
R	-0,951	-0,991	-0,942	-0,993
$N^{CLIC} [\text{cm}^{-2}]$	36,7	29,1	144,5	550,6

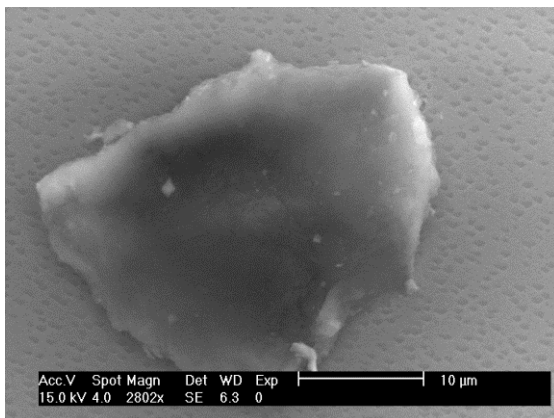
Reinigung mit DIC zu einer signifikanten Reduktion der BDR in den normalleitenden Beschleunigungsstrukturen des CLIC führen könnte. Dennoch wird die EFE durch DIC nicht vollständig unterdrückt, sodass weitere Maßnahmen zur Unterdrückung der Feldemission notwendig sind, um die Spannungsdurchschläge in den Kavitäten zu unterdrücken.

6.3. Einzelanalyse der lokalisierten Emissionsstellen

Um den Ursprung der beobachteten EFE zu bestimmen, wurden auf allen chemisch geätzten Proben mit den Feldkarten korrelierte REM-Aufnahmen und anschließender EDS-Analyse der Emissionsstellen durchgeführt. Auf den ungereinigten Proben konnten an 12 der 20 untersuchten Emissionsstellen eindeutig Fremdpartikel als Emissionsursprung nachgewiesen werden. Gemäß EDS-Analyse bestanden diese überwiegend aus Al, Cl, S, Si sowie K und sind höchstwahrscheinlich Überreste der Oberflächenpolitur. Alle gefundene Partikel waren zwischen 10 und 30 μm breit. Ein typischer Partikelemitter solcher Oberflächen ist in Abbildung 6-11 gezeigt. Die lokalen Messungen solcher großen Partikel zeigte typischerweise starke und stabile EFE. Die Bestimmung der FN-Parameter aus diesen Messungen wurde für $\phi = 4,64 \text{ eV}$ durchgeführt und führte typischerweise zu hohe Feldüberhöhungsfaktoren und Emissionsflächen in der Größenordnung einiger μm^2 . Lediglich zwei untersuchte Emissionsstellen zeigten Oberflächendefekte. An den restlichen 6 Emissionsstellen konnte der Grund der EFE nicht endgültig geklärt werden.

Auf den DIC-gereinigten Oberflächen ergab die Analyse der Emissionsstellen ein deutlich anderes Ergebnis. In den insgesamt 49 untersuchten Emissionsstellen konnte an sechs Stellen ein Partikel als Grund der EFE identifiziert werden. Diese Partikel bestanden hauptsächlich aus

a)



b)

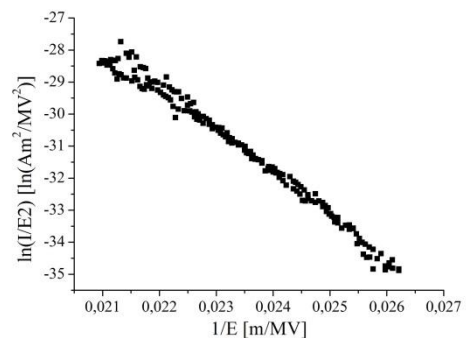


Abbildung 6-11: REM-Aufnahme (a) eines typischen Partikelemitters aus Si, S und Cl mit stabiler EFE (b, $\beta = 62$, $S = 4 \mu\text{m}^2$, $E_{on} = 49 \text{ MV m}^{-1}$).

a)



b)

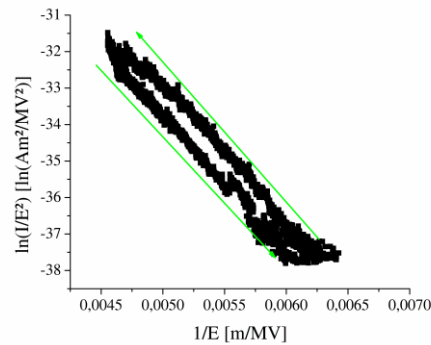
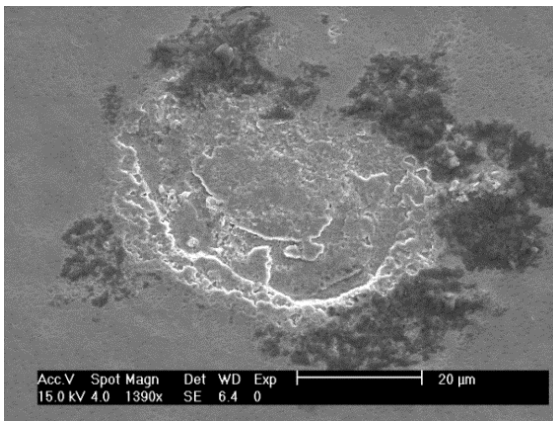


Abbildung 6-12: REM-Aufnahme (a) eines typischen Kratzeremitters mit stabiler EFE (b, $\beta = 18$, $S = 5,3 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$, $E_{on} = 222 \text{ MV m}^{-1}$).

a)



b)

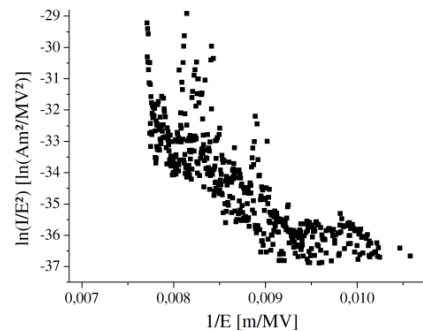
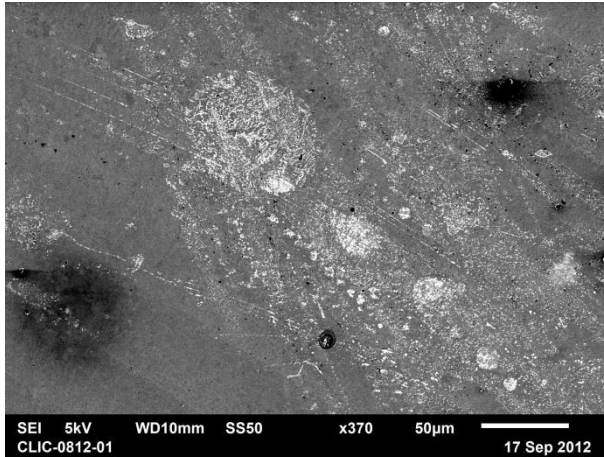


Abbildung 6-13: REM-Aufnahme (a) einer emittierenden Ätzgrube mit instabiler EFE (b, $\beta = 28$, $S = 9,2 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$, $E_{on} = 109 \text{ MV m}^{-1}$).

Al, Si oder W. An 15 Stellen konnte der Emissionsgrund nicht identifiziert werden. An den übrigen 28 Stellen wurde die EFE eindeutig von Oberflächendefekten verursacht. Dieses Ergebnis zeigt deutlich die reinigende Wirkung von DIC und bestätigt, dass die beobachtete Reduktion der EFE hauptsächlich durch das Entfernen der Partikel verursacht wird. Ein typisches Beispiel für einen Kratzeremitter ist in Abbildung 6-12 dargestellt. Die lokale Messung ergab eine stabile EFE mit einem kleinen Feldüberhöhungsfaktor ($\beta=18$) und einer kleinen Emissionsfläche ($S=5,3 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$), was zu einer hohen Einsatzfeldstärke von $E_{on} = 222 \text{ MV m}^{-1}$ führte.

Die REM-Analyse auf den geätzten Proben, die nach einer DIC vergleichsweise starke EFE aufwiesen, zeigte, dass auf diesen Oberflächen vor allem Ätzgruben für die Feldemission

a)



b)

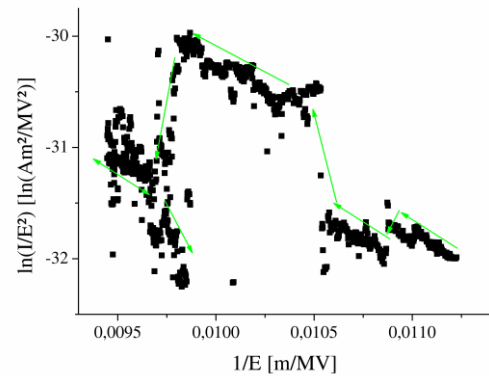


Abbildung 6-14: REM-Aufnahme (a) einer Emissionsstelle auf der diamantpolierten Oberfläche, deren EFE Instabilitäten im FN-Plot aufwies (b, $\beta=24-90$, $S = 1,2 \times 10^{-8} - 9,2 \mu\text{m}^2$, $E_{on} = 115 \text{ MV m}^{-1}$).

verantwortlich waren. Ein typisches Beispiel für einen solchen Feldemitter ist in Abbildung 6-13 gezeigt: Von 13 Emissionsstellen zeigten zehn Oberflächendefekte, wovon die Hälfte solche Ätzgruben aufwies. Nur für einen Emitter konnte ein Partikel (Zn) als Ursache identifiziert werden. Demnach wird die starke EFE auf diesen Proben nicht durch eine fehlerhafte Reinigung, sondern durch das Ätzen verursacht, was zu scharfkantigen Strukturen führen kann. Da die topographischen Ergebnisse klar gezeigt haben, dass die Dichten solcher Ätzgruben auf den Oberflächen stark variieren, sind die Ätzgruben neben Partikeln und Kratzern einer der Hauptgründe für Spannungsdurchschläge in den normalleitenden Beschleunigungsstrukturen des CLIC. Dementsprechend müssen entweder alternative chemische Politurverfahren wie etwa die Elektropolitur das Oberflächenätzen ersetzen oder die Oberfläche der Kavitäten darf ausschließlich mechanisch poliert werden. Die rein mechanisch polierten Oberflächen zeigten in der REM-Analyse eine Schadensschicht, die es unmöglich machte den Emissionsgrund auf diesen Proben zu identifizieren. Die Dichte der Oberflächenmerkmale unterschritt deutlich die Korrelationsgenauigkeit, wie in Abbildung 6-14a zu erkennen ist. Die Emission solcher Emitter war oft stark und instabil (Abbildung 6-14b).

Auf allen Oberflächen ergaben sich für die aktivierten Emitter hauptsächlich Feldüberhöhungsfaktoren von $\beta = 10-70$, mit einigen Ausnahmen bei höheren Werten ($\sim 15\%$), die von Partikeln und Kratzern verursacht wurden (Abbildung 6-15). Bemerkenswerterweise zeigten Partikel sowohl auf den ungereinigten als auch den gereinigten Oberflächen die höchsten β -Werte. Ein Großteil der erhaltenen Emissionsflächen zeigt vernünftige Werte unterhalb von $S = 7 \times 10^4 \mu\text{m}^2$ (Anodenfläche) und oberhalb von $S = 8 \times 10^{-9} \mu\text{m}^2$, was einer kreisrunden

Fläche mit dem Durchmesser $d = 1 \text{ \AA}$ entspricht. Allerdings weisen selbst die Daten mit vernünftigen S keine Korrelation gemäß einer rein geometrischen Feldüberhöhung ($S \sim \beta^{-2}$) auf. Besonders für kleine β zeigen sich starke Abweichungen davon, ebenso auch eine hohe Tendenz zu unvernünftigen S -Werten. Dies deutet darauf hin, dass auf Cu-Oberflächen andere Feldemissionsmechanismen als auf Nb das EFE-Verhalten stark beeinflussen. Neben Adsorbateffekten könnte resonantes Tunneln durch das Oberflächenoxid für die beobachteten Effekte verantwortlich sein. Ein signifikanter Unterschied zwischen den Oberflächen ohne und mit DIC konnte für die S - und β -Werte nicht festgestellt werden.

Ein ähnliches Verhalten lässt sich feststellen, wenn man die gemessenen Einsatzfeldstärken betrachtet. Abbildung 6-16a und b zeigt Histogramme der E_{on} (1 nA)-Werte für Oberflächen ohne sowie mit DIC. Dabei wird deutlich, dass auf beiden Oberflächen die gemessenen E_{on} -Werte annähernd gleichmäßig zwischen 20–160 MV m⁻¹ (ohne DIC) bzw. 20–260 MV m⁻¹ (nach DIC) verteilt sind. Die Einschränkung des ersten Wertebereichs liegt daran, dass die Messungen auf den ungereinigten Oberflächen auf Grund des hohen N nur bis $E_{act} = 130 \text{ MV m}^{-1}$ durchgeführt werden konnten. Dies zeigt deutlich, dass die Reinigung mit DIC keinen direkten Einfluss auf E_{on} hat und auch auf sauberen Oberflächen starke Emitter auftreten können. Allerdings haben auf ungereinigten Oberflächen, wie erwartet, eher Partikel niedrige Einsatzfeldstärken, während auf gereinigten Oberflächen eher Oberflächendefekte für die starke EFE verantwortlich sind. Dieses Verhalten hat direkten Einfluss auf den Feldreduktionsfaktor ρ ,

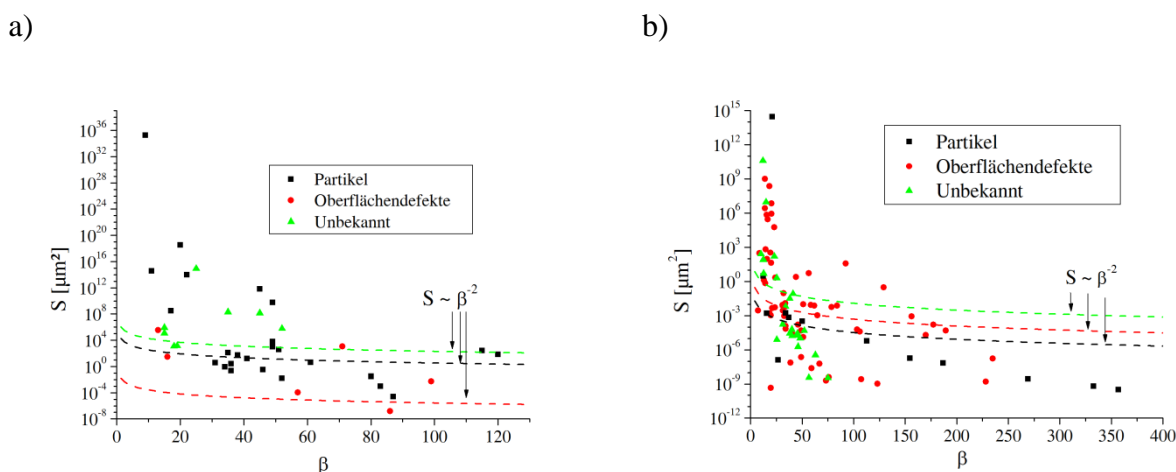


Abbildung 6-15: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktor β aller bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ untersuchten Emitter unterteilt in Partikel, Oberflächendefekt sowie Emitter unbekannten Ursprungs von Oberflächen ohne (a) bzw. mit DIC (b).

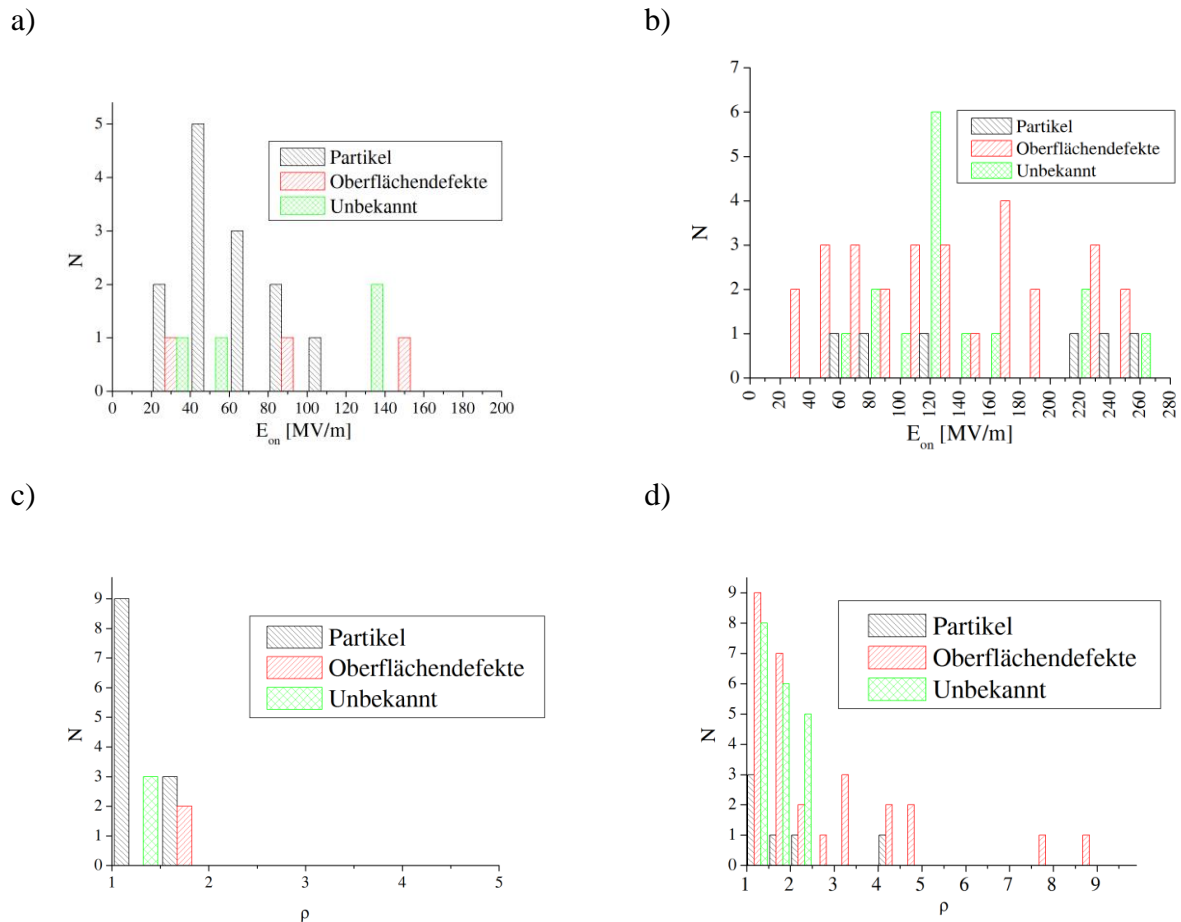


Abbildung 6-16: Histogramme der Einsatzfeldstärken E_{on} (1 nA) (a & b, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 20 \text{ MV m}^{-1}$) und der bestimmten Feldreduktionsfaktoren ρ (c & d, Intervalllänge $\Delta \rho = 0,5$) auf den diamantpoliert und geätzten Proben ohne (a & c) bzw. nach DIC (b & d).

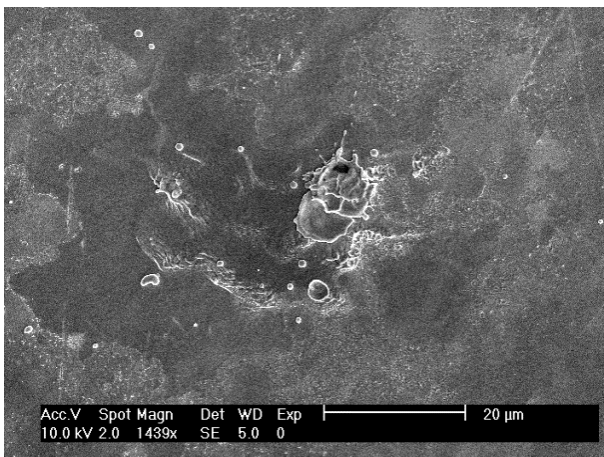
dessen für alle Emmitter berechneten Werte für Oberflächen vor und nach DIC in Abbildung 6-16c und d in Histogramme aufgetragen wurden. Auf den DIC- gereinigten Oberflächen treten bei hohen Feldern viel höhere ρ -Werte auf als auf den ungereinigten Oberflächen. Während ρ auf Proben ohne DIC ausschließlich zwischen 1 und 2 lag, zeigen nur 61% der Emmitter auf den DIC-Oberflächen $\rho \leq 2$ und 20% sogar $\rho \geq 3$. Solche Emmitter sind wahrscheinlich Auslöser für BDs in normalleitenden Beschleunigungsstrukturen, da nach der Aktivierung der EFE-Strom schlagartig exponentiell ansteigt. Dies wird am Beispiel des Emitters mit dem größten Feldreduktionsfaktor $\rho = 8,89$ besonders deutlich, der bei $E_{act} = 240 \text{ MV m}^{-1}$ aktiviert wurde und anschließend mit $\beta = 190$, $S = 4,9 \times 10^{-5} \mu\text{m}^2$ und $E_{on} = 27 \text{ MV m}^{-1}$ starke EFE zeigte. Bei $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$ entspricht das einem EFE-Strom von $I_{FE} \sim 5 \text{ A}$ bzw. $j_{FE} \sim 10^{13} \text{ A cm}^{-2}$, was definitiv zur Zerstörung des Emitters führen würde – und damit zu einem BD. Damit lassen sich die Emmitter, die in normalleitenden Beschleunigungsstrukturen zu Spannungsdurchschlägen führen, in zwei Kategorien einteilen: Emmitter mit

1. niedrigem ρ und niedrigem E_{act} , sowie
2. hohem ρ und hohem E_{act} .

Beide Arten von Emittieren werden nach der Aktivierung ein niedriges E_{on} aufweisen. Emittier der ersten Kategorie entsprechen dabei der Vorstellung des klassischen BD-Modells, bei dem ein Emittier zunächst einen EFE-Strom liefert und erst durch weiteres Erhöhen der elektrischen Feldstärke zerstört wird. Durch den nachgewiesenen Aktivierungseffekt auf Cu müssen jedoch auch Emittier der Kategorie 2 als Ursache für BDs in Betracht gezogen werden, obwohl diese erst bei hohen Feldstärken auftreten. Bemerkenswert ist vor allem, dass 90% der Emissionsstellen mit $\rho \geq 3$ von Oberflächendefekten verursacht worden sind. Dies bestätigt, dass eine Reinigung durch Trockeneisstrahlen nicht ausreichen wird, um die Spannungsdurchschläge in den CLIC-Strukturen zu vermeiden.

Ein Hinweis darauf, dass solche Spannungsdurchschläge zu starker EFE und damit zu weiteren BDs führen können, konnte auf einer diamantpolierten und geätzten Probe nach DIC gefunden werden. Während der Aufnahme einer Feldkarte bei $E_{act} = 140 \text{ MV m}^{-1}$ wurde eine Spannungsentladung zwischen Anode und Probe beobachtet, bei der der Druck in der FERM-Hauptkammer kurzzeitig um eine Größenordnung anstieg. Die REM-Analyse der Emissionsstelle (Abbildung 6-17a) zeigte eine zerstörte Oberfläche mit Strukturen, die offensichtlich durch Erstarrung des während der Spannungsentladung geschmolzenen Materials verursacht worden sind. Die EDS-Analyse der Stelle hat ein P-Signal gezeigt, sodass der

a)



b)

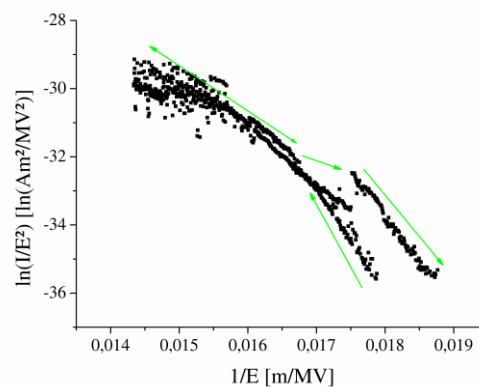


Abbildung 6-17: REM-Aufnahme (a) einer Emissionsstelle, die während eines EFE-Scans einen Spannungsdurchschlag zeigte und anschließend starke EFE zeigte (b, $\beta = 24 - 79$, $S = 1,9 \times 10^{-5} - 5,2 \times 10^{10} \mu\text{m}^2$ sowie $E_{on} = 71,1 \text{ MV m}^{-1}$).

Durchschlag vermutlich von einem Fremdpartikel verursacht wurde. Die nach dem Durchschlag durchgeführte EFE-Analyse hat eine starke Emission dieser Stelle gezeigt, deren FN-Plot in Abbildung 6-17b gezeigt ist. Darüber hinaus konnten in der Feldkarte nach der Aktivierung starke EFE in einem Radius von 1,5 mm um diese Stelle gefunden werden. Dies bedeutet, dass die Spannungsdurchschläge möglicherweise ein selbsterhaltender Prozess sind bzw. sie zwar zunächst durch korrekte Reinigungs- und Politurverfahren reduziert werden können, aber ab einer gewissen Feldstärke während der Konditionierung eher durch die beschädigte Oberfläche als durch noch vorhandene Kratzer oder Partikel verursacht werden. Dieser Prozess könnte bereits durch wenige ursprüngliche Kratzer- oder Partikelemitter ausgelöst werden. Dementsprechend ist fraglich, ob die Reinigung mit DIC oder die Reduktion von Ätzgruben und restlichen Kratzern, die in dieser Arbeit als Hauptgrund der EFE von Cu-Oberflächen identifiziert wurden, dafür ausreicht, die BDR der CLIC-Beschleunigungsstrukturen ausreichend zu senken.

7. Untersuchung des Einflusses von Oxiden auf die EFE von Mo-Substraten

Molybdän ist ein in Forschung und Industrie häufig verwendetes Material, z.B. als Substrat für halbleitende Photokathoden mit hoher Quanteneffizienz, etwa Cs_2Te oder CsK_2Sb [179–183], welche zur Erzeugung hochbrillanter Elektronenstrahlen in normalleitenden sowie supraleitenden Photoinjektorkavitäten genutzt werden [116]. Um eine niedrige Strahlemittanz zu erreichen, werden diese üblicherweise bei hohen elektrischen Feldstärken betrieben, was zu parasitärer EFE führen kann (s. Kap. 3.3). Daher wurde in Zusammenarbeit mit dem Helmholtz-Zentrum Berlin (HZB) die parasitäre EFE auf Mo-Substraten untersucht, die für den Energy Recovery Linac bERLinPro verwendet werden sollen. Wichtig ist dabei vor allem die Charakterisierung der EFE von geheizten Mo-Substraten, da dies ein zentraler Schritt der Photokathodenpräparation ist und vergleichbare Messungen auf Nb einen Anstieg der EFE durch HB gezeigt haben (s. Kapitel 5.3). Darüber hinaus sollen Strategien zur Unterdrückung der EFE entwickelt werden.

7.1. Proben

Für die systematische Untersuchung der parasitären EFE von Photokathodensubstraten aus Mo wurden vom HZB zwei runde Substrate ($\varnothing = 10 \text{ mm}$) mit einem abgerundeten Rand ($r \sim 0,3 \text{ mm}$) ohne Photoschicht als Proben zur Verfügung gestellt. Eine Probe wurde aus einkristallinem und eine aus polykristallinem Mo hergestellt. Beide Proben wurden rein mechanisch poliert und mit DIC gereinigt. Die Oberflächenrauheit der Proben wurde am HZB mit einem Weißlichtinterferometer und einem AFM gemessen; sie betrug $R_q < 2 \text{ nm}$ bzw. $R_q < 1 \text{ nm}$ [117]. Die Reinigung der Proben erfolgte mit DIC, wobei die einkristalline Probe einmal an der BUW und die polykristalline Probe einmal am HZB und zweimal an der BUW unter vergleichbaren Bedingungen gereinigt wurden. Beide Proben sind auf jeweils einem Stempel aufgeschraubt, der zwei Markierungen zur Positionskontrolle der Proben hat. Darüber hinaus wurde eine weitere DIC-gereinigte Schwesterprobe am HZB für eine Röntgenphotoelektronenspektroskopie verwendet.

7.2. Messungen der Emitteranzahldichten

Um die Rolle des natürlichen Oberflächenoxids auf die EFE-Eigenschaften von Mo zu untersuchen, wurde zunächst die EFE der einkristallinen Probe bei Feldern $E_{act} \leq 180 \text{ MV m}^{-1}$ mit einer kegelstumpfförmigen Anode ($d_{Anode} = 300 \mu\text{m}$) bei einer Schrittweite von $150 \mu\text{m}$ vor und nach fünf verschiedenen Heizbehandlungen untersucht. Diese wurden im Ofen des FERM

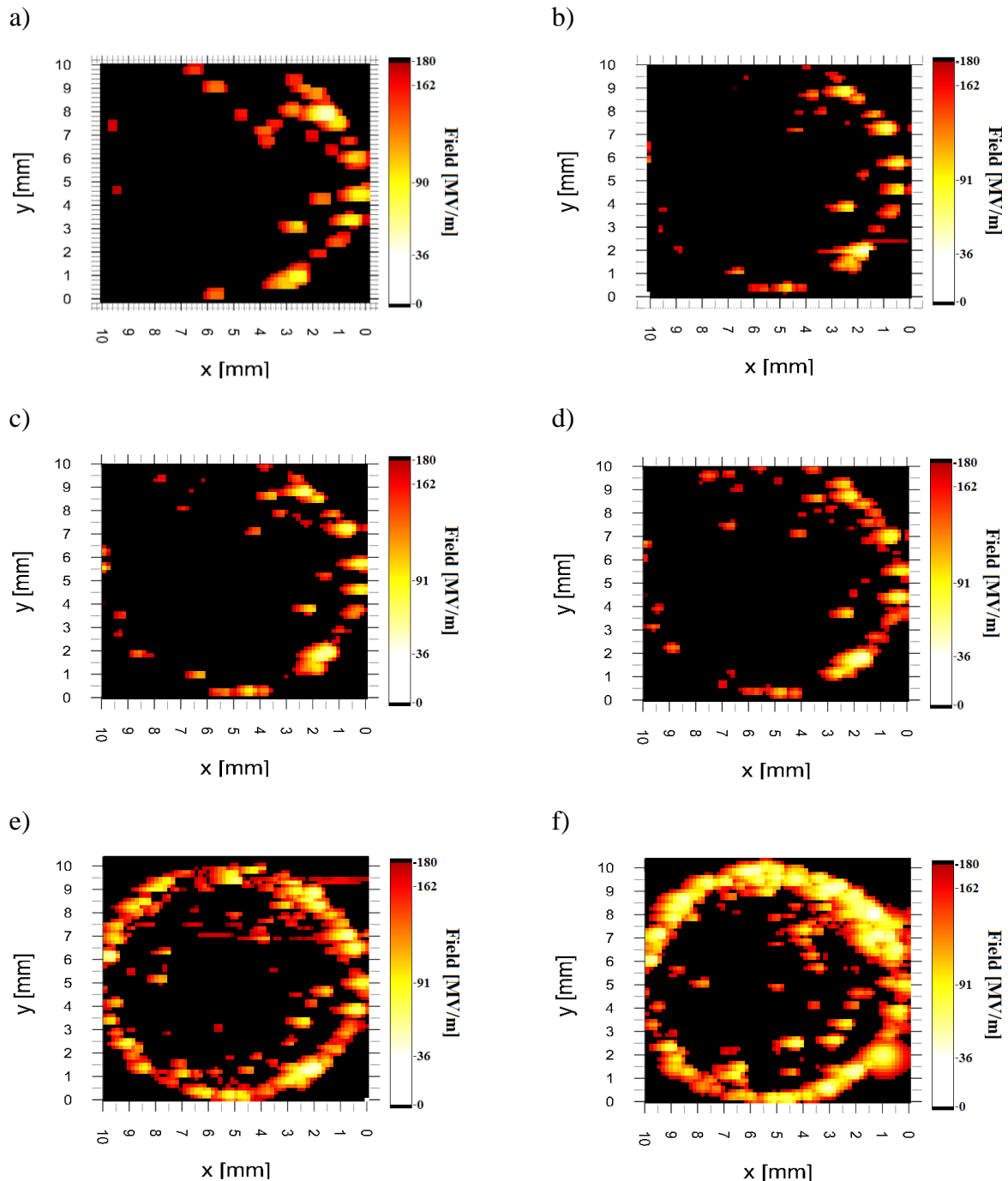


Abbildung 7-1: Feldkarten bei $E_{act} = 180 \text{ MV m}^{-1}$ der vollständigen Oberfläche ($10 \times 10 \text{ mm}^2$) der einkristallinen Mo-Probe nach DIC und vor (a) sowie nach Heizbehandlungen bei 100°C (b), 200°C (c), 300°C (d), 400°C (e) und 600°C .

bei Temperaturen von $T_{HB} = 100, 200, 300, 400$ und 600°C für eine Heizdauer von $t_{HB} = 1 \text{ h}$ nach eine Aufwärmphase von $t_{rise} = 1 \text{ h}$ durchgeführt. Auf der ungeheizten Oberfläche konnten insgesamt 25 Emitter gefunden werden, wovon $\sim 68\%$ auf dem Rand der Probe liegen (Abbildung 7-1a). Die Heizbehandlung bei $T = 100^\circ\text{C}$ hatte keinen messbaren Einfluss auf die Anzahl von Emittlern (Abbildung 7-1b). Die ersten sechs neuen Emittler wurden bei $T = 200^\circ\text{C}$

aktiviert (Abbildung 7-1b). Diese lagen fast ausschließlich am Rand. Sieben weitere Randemitter wurden durch die Heizbehandlung bei $T = 300^\circ\text{C}$ aktiviert (Abbildung 7-1d). Der stärkste Effekt konnte nach bei $T = 400^\circ\text{C}$ beobachtet werden, wo der Rand der Probe wurde vollständig aktiviert wurde (Abbildung 7-1e). Außerdem konnten nach dieser Heizbehandlung erstmals 16 neue Emitter in der Fläche der Probe lokalisiert werden. Nach der abschließenden Heizbehandlung bei $T = 600^\circ\text{C}$ sind die aktivierten Randemitter nochmal stärker geworden (Abbildung 7-1f). Auf der Mitte der Oberfläche konnten 5 neue Emitter aktiviert und 7 Emitter deaktiviert werden, d.h. die Gesamtanzahl in der Fläche bleibt im Rahmen des statistischen Fehlers gleich. Bemerkenswert ist vor allem die starke Randemission dieser Probe, die nach den HB stärker wird. Die dort lokalisierten Emitter zeigen gemäß den Feldkarten starke Emission bei Feldstärken von $E_{on}(1\text{ nA}) < 30\text{ MV m}^{-1}$. Zwar liegt die verwendete Aktivierungsfeldstärke mit $E_{act} = 180\text{ MV m}^{-1}$ deutlich höher als typische Spitzenfelder in Photoinjektorkavitäten ($E_{peak} \approx 50\text{ MV m}^{-1}$), jedoch zeigen die Messungen deutlich, dass die Wahrscheinlichkeit für EFE in der Randregion der Substrate signifikant höher ist als in der Fläche. Die erhaltenen Einsatzfeldstärken sind darüber hinaus relevant für die Anwendung in Injektorkavitäten. Dieses Ergebnis entspricht den in Beschleunigern beobachteten Dunkelströmen, deren Ursprung ebenfalls häufig auf dem Kathodenrand liegt [119].

REM-Aufnahmen des Randes haben gezeigt, dass dieser im Vergleich zur Fläche eine stark erhöhte Rauheit aufweist (Abbildung 7-2). Daher wurde die Probe am HZB vor allem in der

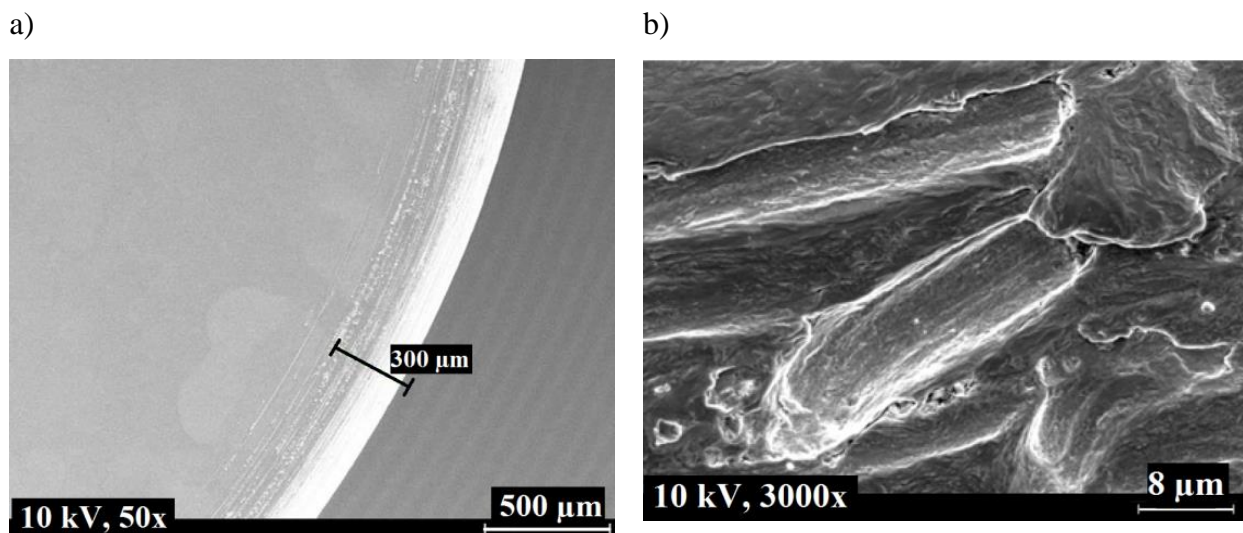


Abbildung 7-2: REM-Übersichtsaufnahme des Randes der einkristallinen Probe (a). Die höherauflösende Aufnahme (b) zeigt deutlich eine erhöhte Rauheit.

Randregion nachpoliert und die Messreihe nach einer DIC-Reinigung wiederholt. Die Feldstärke der Scans wurde auf für die Anwendung relevante $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$ reduziert. Bis $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ konnte keine EFE auf der gesamten Probenoberfläche gefunden werden. Nach der HB bei $T_{HB} = 500^\circ\text{C}$ wurden 19 Emitter und bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ insgesamt 26 Emitter aktiviert, wie in Abbildung 7-3a und -b gezeigt. Trotz der Nachpolitur liegen erneut $\sim 60\%$ der Emitter in der Nähe des Randes, deren Einsatzfeldstärken von $E_{on} \sim 20 \text{ MV m}^{-1}$ vergleichbar mit den vor der Nachpolitur gemessenen Emittlern sind.

In einem dritten Schritt wurde die Messreihe auf der polykristallinen Mo-Probe wiederholt, die eine sorgfältigere Reinigung erhielt. Auf dieser Probe wurde darüber hinaus untersucht, ob mit HB aktivierte Emitter durch eine erneute Oxidation der Oberfläche deaktiviert werden

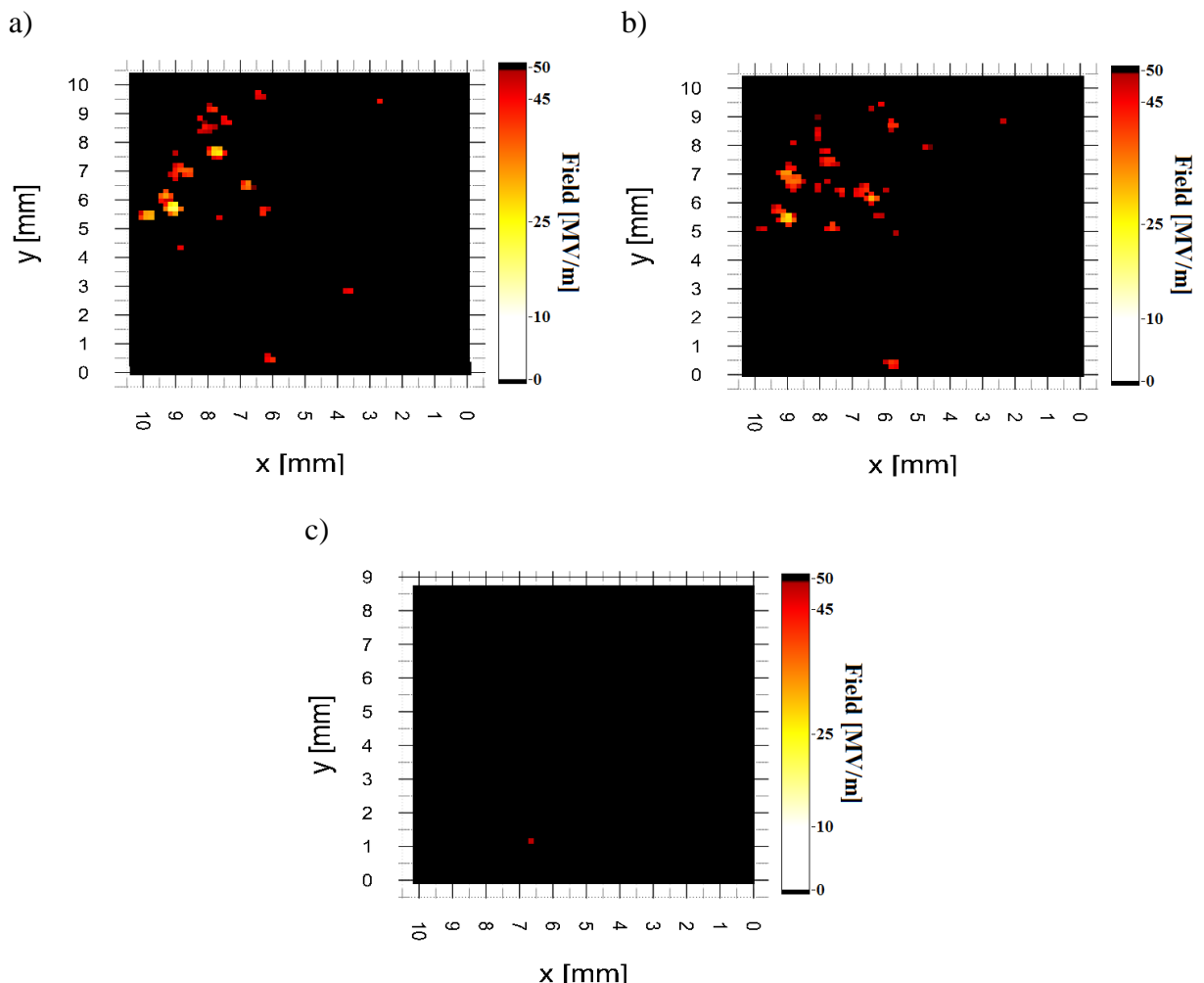


Abbildung 7-3: Feldkarten bis $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$ der nachpolierten einkristallinen Mo-Probe nach DIC und Heizbehandlungen bei $T_{HB} = 500^\circ\text{C}$ (a) und $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ (b) und die dreimal DIC-gereinigte polykristalline Mo-Probe nach einer Heizbehandlungen bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ (c).

können. Bei $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$ konnte auf dieser Probe keine EFE bis zur Heizbehandlung bei $T_{HB} = 500^\circ\text{C}$ und nur ein schwacher Emitter ($E_{on} = 49 \text{ MV m}^{-1}$) bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ gefunden werden (Abbildung 7-3c). Dieser wurde in den anschließenden lokalen Messungen jedoch deaktiviert. Um die Statistik für die Untersuchung der Emitterdeaktivierung durch Oxidation zu verbessern, wurde die Probe in die Präparationskammer des FERM geschleust, welche anschließend schnell mit 1 atm O_2 aus einer Gasflasche belüftet wurde. Solch eine schnelle Belüftung kann durch Verwirbelungen Staub von der Kammeroberfläche auf die Probe transportieren. Wie erwartet, konnten danach einige μm -große Partikel auf der Oberfläche mit dem langreichweitigen Mikroskop des FERM beobachtet werden. Dennoch wurden bis $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$ nur zwei Emitter aktiviert (Abbildung 7-4a), die nach einer zusätzlichen Heizbehandlung bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ deutlich stärker wurden (Abbildung 7-4b).

Schließlich wurde die Probe bei $E_{act} = 100 \text{ MV m}^{-1}$ gemessen, um die Feldemission der Probe deutlich zu erhöhen. Neben den zuvor aktivierten Emittern konnten 18 weitere Emitter gefunden werden, deren Einsatzfeldstärken bei $E_{on} = 30\text{--}90 \text{ MV m}^{-1}$ lagen, wie in Abbildung 7-5a gezeigt. Demnach ist die Statistik dieser Probe für $E_{act} = 100 \text{ MV m}^{-1}$ ausreichend gut, um den Einfluss der Reoxidation auf die Emitter zu untersuchen. Diese wurde in der Präparationskammer des FERM in zwei Schritten realisiert: zunächst durch eine

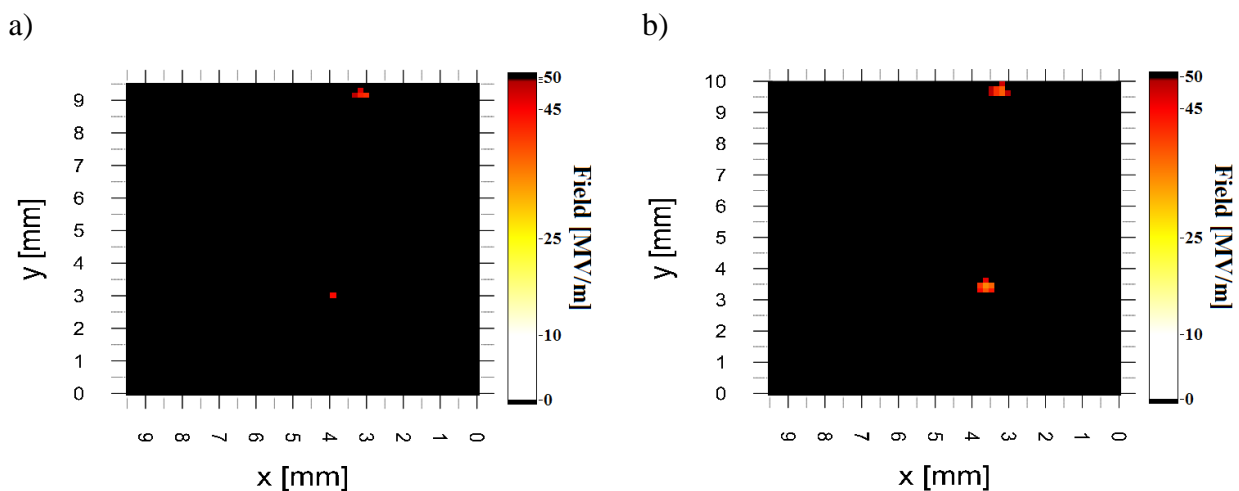


Abbildung 7-4: Feldkarten der gesamten polykristallinen Probe bei $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$ nach der schnellen Belüftung der Präparationskammer mit O_2 (a) und einer anschließenden Heizbehandlung bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$.

langsame Belüftung der Kammer von 10^{-5} Pa auf 1 bar innerhalb einer Stunde und anschließend durch thermische Oxidation mit einer Heizbehandlung bei $T_{HB} = 400^{\circ}\text{C}$ und $p = 1\text{ Pa}$ für $t_{HB} = 0,5\text{ h}$. Wie erwartet, konnten schwache Emmitter in den Feldkarten (Abbildung 7-5b und c) deaktiviert und die meisten anderen Emmitter abgeschwächt werden.

Betrachtet man diese Ergebnisse zusammen mit den Resultaten nach verschiedenen HB im UHV deutet dies klar darauf hin, dass die beobachtete Emmitteraktivierung ähnlich wie auf Nb durch Auflösen des Oberflächenoxids verursacht wird. Eine *in situ*-Reoxidation der Mo-Oberfläche kann dabei bereits aktivierte Emmitter deaktivieren. Demnach ist es möglich, die EFE von Mo-Substraten durch *in situ*-Oxidation abzuschwächen.

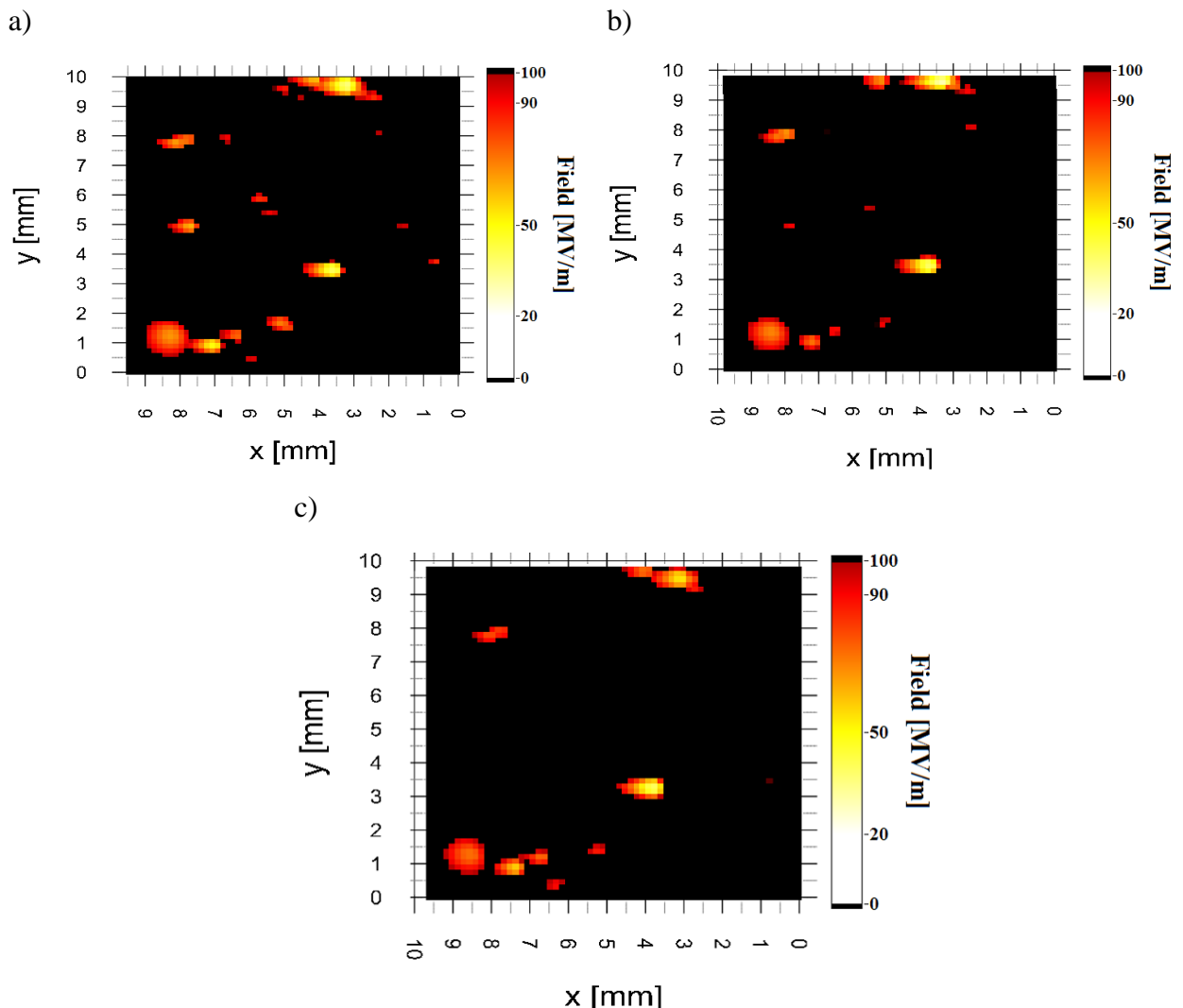


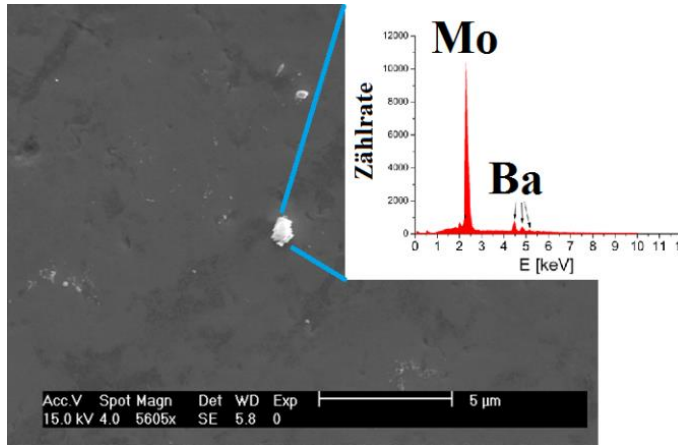
Abbildung 7-5: Feldkarten der polykristallinen Mo-Probe bis $E_{act} = 100\text{ MV m}^{-1}$ nach einer Heizbehandlung bei $T_{HB} = 600^{\circ}\text{C}$ sowie nach schrittweiser Reoxidation mit O_2 : $p = 1\text{ bar}$ bei Raumtemperatur (b) und $p = 1\text{ Pa}$ bei $T_{HB} = 400^{\circ}\text{C}$ (c).

7.3. Analyse der lokalisierten Emissionsstellen

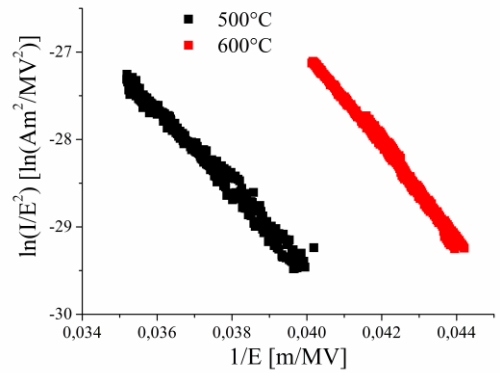
Die $I(E)$ -Charakteristik der stärksten Emitter auf der einkristallinen Probe vor und nach der Nachpolitur wurde nach jeder HB gemessen. Zusätzlich wurden REM-Aufnahmen und EDS-Messungen der meisten Emissionsstellen durchgeführt. Abbildung 7-6a und b zeigt einen typischen Partikelemitter (Ba), der nach der Heizbehandlung bei $T_{HB} = 500^\circ\text{C}$ aktiviert und nach $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ signifikant stärker wurde. Dieses Verhalten deckt sich mit den Ergebnissen in den Feldkarten, die ebenfalls eine stärker werdende Emission der Emitter mit höheren Temperaturen zeigen. Bemerkenswert ist, dass die Darstellung der Emission im FN-Plot eine parallele Verschiebung nach der letzten Heizbehandlung zeigt. Die FN-Parameter wurden aus diesem für $\varphi = 4,3 \text{ eV}$ bestimmt. Demnach vergrößert sich die emittierende Fläche von $S = 2,13 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$ auf $S = 0,865 \mu\text{m}^2$ deutlich, während der Feldüberhöhungsfaktor nur eine leichte Änderung von $\beta = 133$ auf $\beta = 114$ zeigt. Insgesamt verringert sich die Einsatzfeldstärke von $E_{on} = 29,55 \text{ MV m}^{-1}$ auf $E_{on} = 25,26 \text{ MV m}^{-1}$. Die Emission eines bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ aktivierten Ca-Partikels zeigte eine ähnlich große Emissionsfläche von $S = 13,5 \mu\text{m}^2$ bei $\beta = 62$, was in $E_{on} = 40,99 \text{ MV m}^{-1}$ resultierte (Abbildung 7-6c und d). Abbildung 7-6e und -f zeigt die Ergebnisse für einen typischen Randemitter, der vor der Nachpolitur aufgetreten ist. Dieser wurde bei $T_{HB} = 200^\circ\text{C}$ aktiviert und zeigte nach $T_{HB} = 300^\circ\text{C}$ deutlich stabilere EFE. Durch die anschließenden Heizbehandlungen wurde der Emitter sukzessiv stärker.

Ein ähnlicher Effekt, d.h. eine stärker werdende Emission, kann ebenfalls für die übrigen untersuchten Emitter, vor allem nach Heizbehandlungen bei $T_{HB} \geq 400^\circ\text{C}$, gefunden werden. Abbildung 7-7 zeigt die Emissionsflächen S , aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktor β aller untersuchten Emitter auf der einkristallinen Probe vor und nach der Nachpolitur. Für die Daten der Oberfläche vor der Nachpolitur ist bis $T_{HB} = 200^\circ\text{C}$ keine Veränderung der FN-Parameter zu erkennen. Bei Heizbehandlungen zwischen $T_{HB} = 300 - 400^\circ\text{C}$ treten vermehrt unvernünftig hohe S -Werte auf, die deutlich größer sind als die Fläche der verwendeten Anode ($7 \times 10^4 \mu\text{m}^2$). Dieser Effekt verschwindet bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ vollständig. Ein vergleichbares Ergebnis konnte bei den EFE-Messungen nach Heizbehandlungen von Nb festgestellt werden, sodass angenommen werden darf, dass für diesen Effekt auf beiden Materialien die gleichen Ursachen verantwortlich sind. In den Ergebnisse auf der nachpolierten Oberfläche (Abbildung 7-7b) kann ein solcher Effekt nicht festgestellt werden. Hier

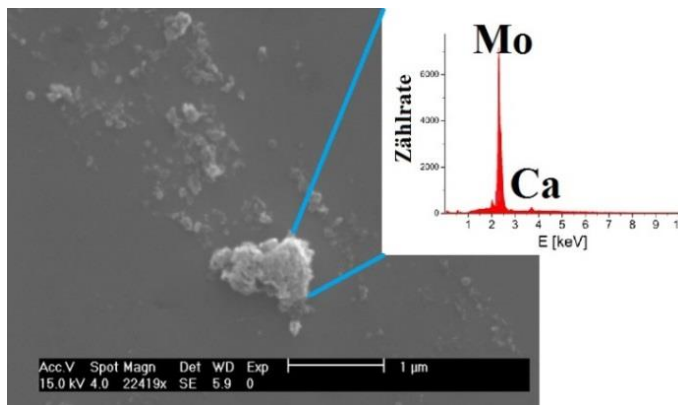
a)



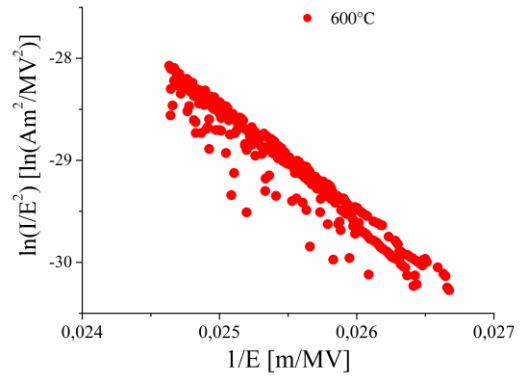
b)



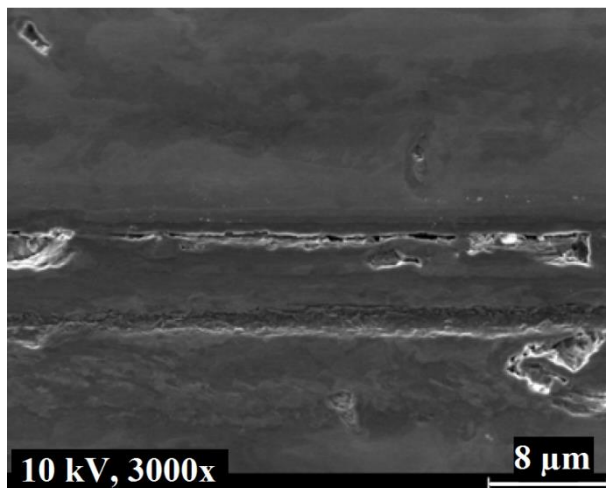
c)



d)



e)



f)

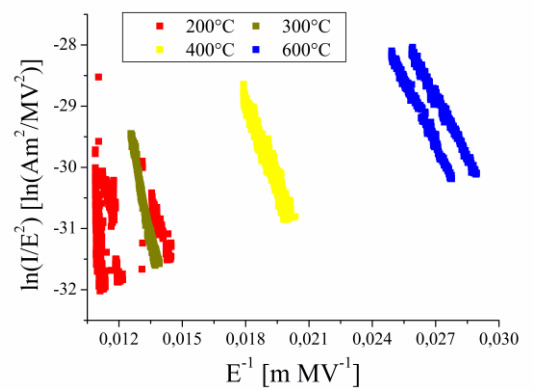


Abbildung 7-6: REM-Aufnahmen (a, c, e) sowie FN-Plots (b, d, f) typischer durch Heizbehandlungen aktivierte Flächen- (a, c) und Randemitter (e). Für die FN-Parameter siehe Text.

treten auch bei hohen T_{HB} unvernünftig hohe S-Werte auf. Diese Daten zeigen deutlich, dass die emittierende Fläche durch die Heizbehandlung bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ signifikant größer wird, während die Feldüberhöhungsfaktoren β gleich bleiben. Dies ist die Ursache für die stärker werdende Emission, bei der mit steigendem T_{HB} die Einsatzfeldstärken leicht abnehmen (Abbildung 7-8). Die EFE-Messungen der stärksten Emittierer auf der polykristallinen Probe haben vergleichbare Ergebnisse gezeigt. Durch die plötzliche Belüftung konnten mit dem REM vor allem mehrere Partikel auf der Oberfläche gefunden werden, die aber keine EFE zeigten. Ein typisches Beispiel ist in Abbildung 7-9 dargestellt. Daher war eine korrelierte EFE-Messung solcher Partikel nicht durchführbar.

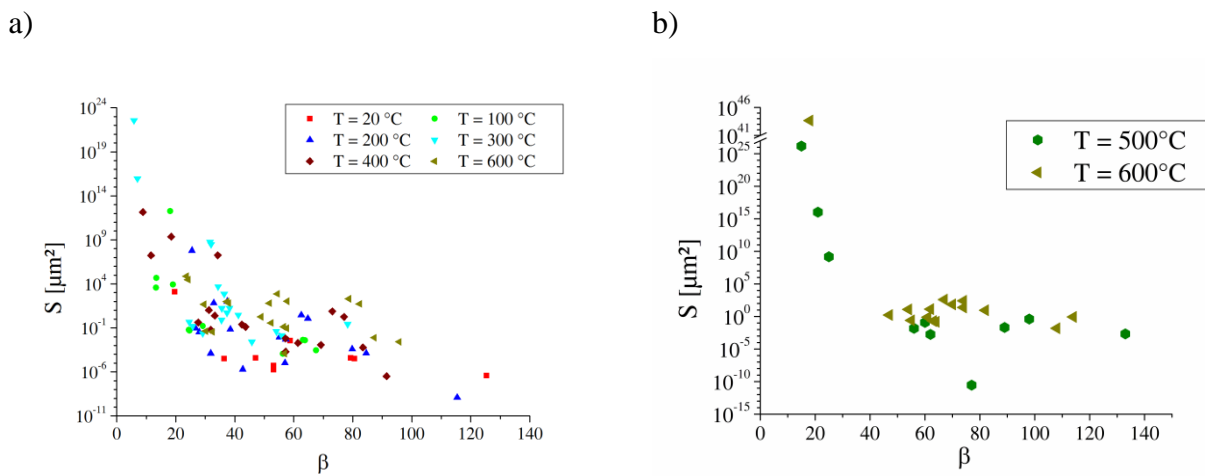


Abbildung 7-7: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktor β aller bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ untersuchten Emittierer auf der einkristallinen Probe vor (a) sowie nach der Nachpolitur (b).

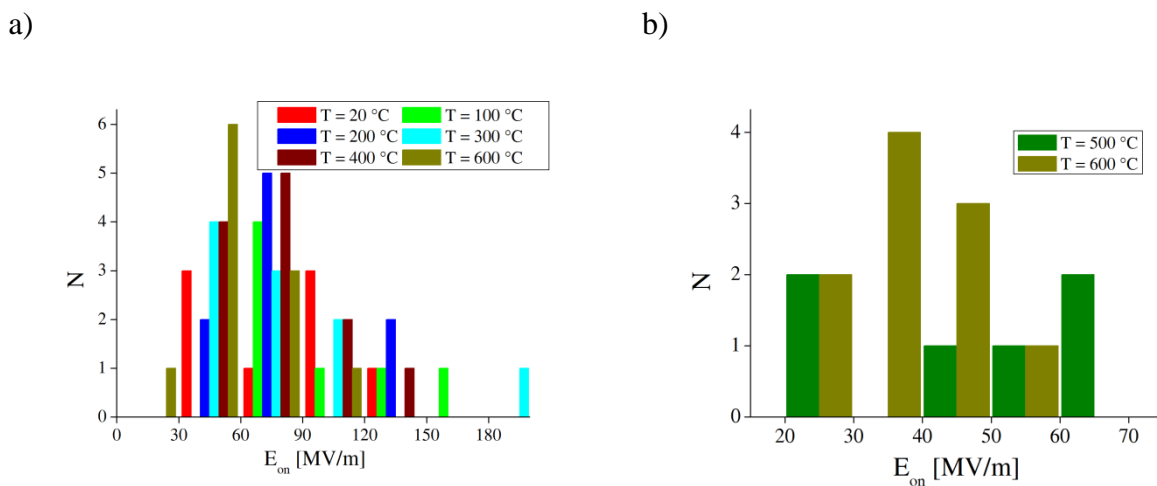
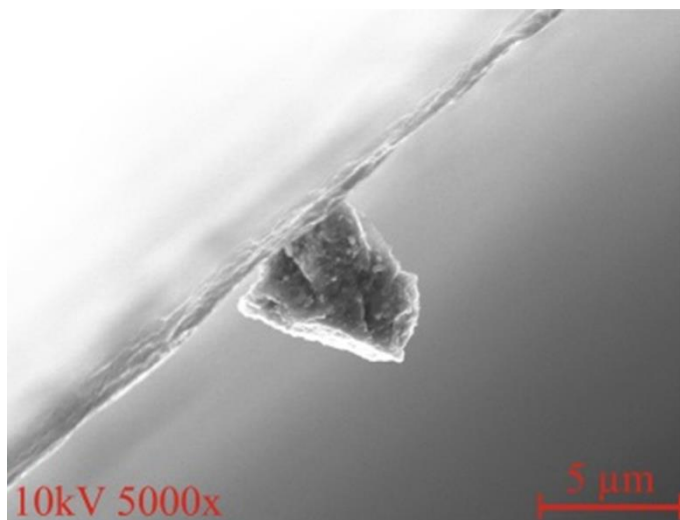


Abbildung 7-8: Histogramm der Einsatzfeldstärken E_{on} der untersuchten Emittierer auf der einkristallinen Probe vor (a, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 30 \text{ MV m}^{-1}$) sowie nach Nachpolitur (b, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 10 \text{ MV m}^{-1}$).

a)



b)

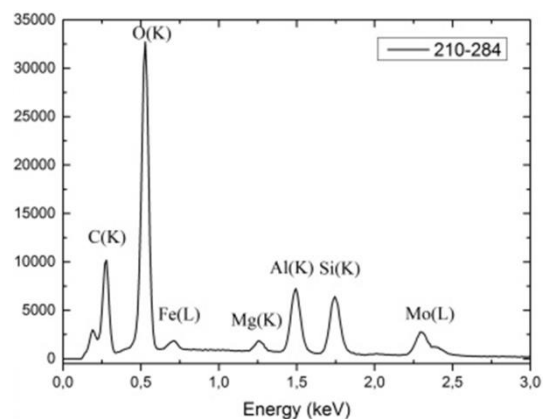


Abbildung 7-9: REM-Bild (a) und EDS-Spektrum (b) eines nicht-emittierenden Partikels, das nach der schnellen Belüftung der FERM-Präparationskammer auf der Probenoberfläche auftrat.

7.4. XPS-Messungen auf Mo-Oberflächen nach Heizbehandlungen bis 600°C

Wie durch die Messungen auf Nb nach verschiedenen HB festgestellt, wird die EFE durch die Bildung von Oberflächenoxiden stark beeinflusst. Um den Einfluss der untersuchten HB auf das natürliche Mo-Oxid zu untersuchen, wurden am HZB auf einer Vergleichsprobe ergänzende XPS-Messungen durchgeführt. Das XPS-Spektrum der Mo-3d-Linie (Abbildung 7-10) ergab vier deutlich sichtbare Peaks, die im Wesentlichen durch Molybdän(VI)-oxid (MoO_3 , $E(3d_{5/2}) = 232,7 \text{ eV}$, $E(3d_{3/2}) = 235,8 \text{ eV}$) [184]) und das darunter liegende reine Mo ($E(3d_{5/2}) = 227,9 \text{ eV}$, $E(3d_{3/2}) = 231,0 \text{ eV}$) verursacht werden. Darüber hinaus sind im Spektrum intensitätsschwächere Peaks zu erkennen, welche auf Molybdän(IV)-Oxid (MoO_2 , $E(3d_{5/2}) = 231,1 \text{ eV}$, $E(3d_{3/2}) = 234,2 \text{ eV}$) und weitere Sub-Oxide (MoO_x , $x < 2$) hinweisen. Die in Abbildung 7-10 gezeigten Peaks sind alle durch eine leichte Aufladung der Probe um $\sim 0,5 \text{ eV}$ zu kleineren Energien verschoben. Das Molybdän(VI)-Oxid ist ein Halbleiter mit einer Bandlücke von 3 eV [185], während das Molybdän(IV)-Oxid und die nichtstöchiometrischen Sub-Oxide metallisch leitend sind. Die Ergebnisse wurden durch Entfaltung in die verschiedenen Anteile zerlegt und daraus der Wichtungsfaktor f als Verhältnis der Flächen des entsprechenden Peaks für MoO_3 und MoO_2 zur Fläche des vollständigen Signals ermittelt. Die Messung wurde für Heizbehandlungen bei $T=100, 300, 400$ und 600°C und einer Heizdauer von $t_{\text{HB}} = 1 \text{ h}$ wiederholt, die *in situ* in einem Ofen in

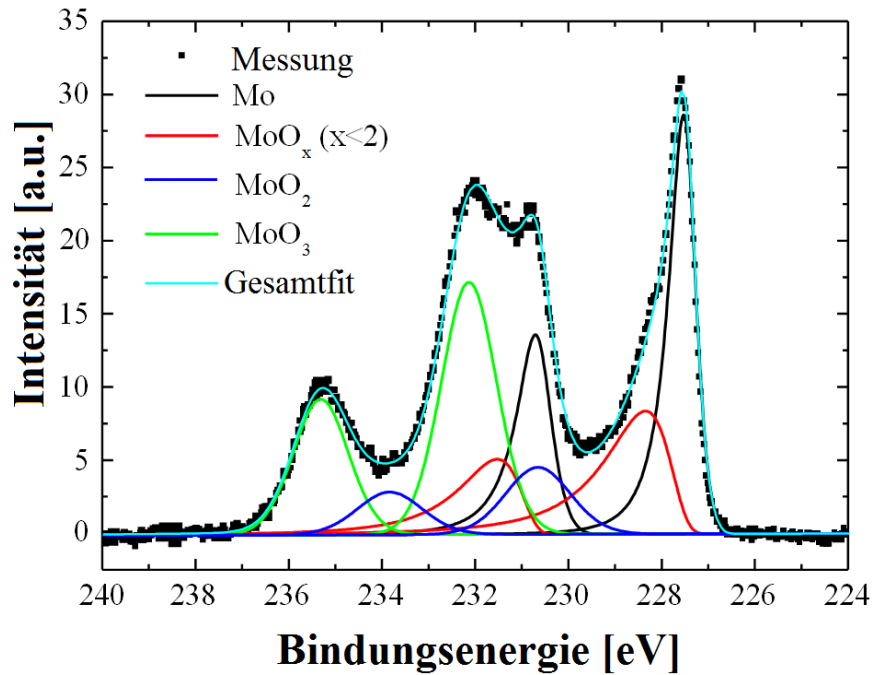


Abbildung 7-10: Röntgenphotoelektronenspektrum der Mo 3d-Linie des natürlichen Mo-Oxids mit Entfaltung der einzelnen Beiträge durch die verschiedenen Mo-Oxide.

der Präparationskammer der XPS-Anlage durchgeführt wurden. Die Messfläche sowie die Messposition wurden bei allen Messungen gleich gewählt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7-11 gezeigt. Der Wert für $f(\text{MoO}_3)$ reduziert sich von $\sim 0,33$ auf der ungeheizten Oberfläche zu $0,05$ nach der HB bei $T_{HB} = 300^\circ\text{C}$ (Tabelle 7-1). Bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ löst sich MoO_3 -Schicht vollständig auf. Nach der letzten Heizbehandlung bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ verschwinden alle Oxidsignale, was bedeutet, dass die komplette Oxidschicht aufgelöst wurde. Die Gesamtoxidschichtdicke d_{ox} kann durch

$$d_{ox} = -\lambda_e \cdot \ln\left(I^{XPS}/I_0^{XPS}\right) \quad (7.1)$$

berechnet werden. Dabei ist $\lambda_e \sim 1,1 \text{ nm}$ [159] die inelastische, mittlere freie Weglänge der Elektronen im Oxid und I^{XPS} bzw. I_0^{XPS} die Intensitäten des metallischen Mo-Peaks mit bzw. ohne Oxidschicht. Die natürliche Oxidschichtdicke kann auf $d_{ox} \sim 3,5 \text{ nm}$ abgeschätzt werden, welche durch die Heizbehandlungen sukzessive kleiner wird. Diese Ergebnisse bekräftigen die Annahme, dass die beobachtete EFE-Aktivierung auf Mo nach Heizbehandlungen durch eine Reduktion der Oxidschichtdicke verursacht wird.

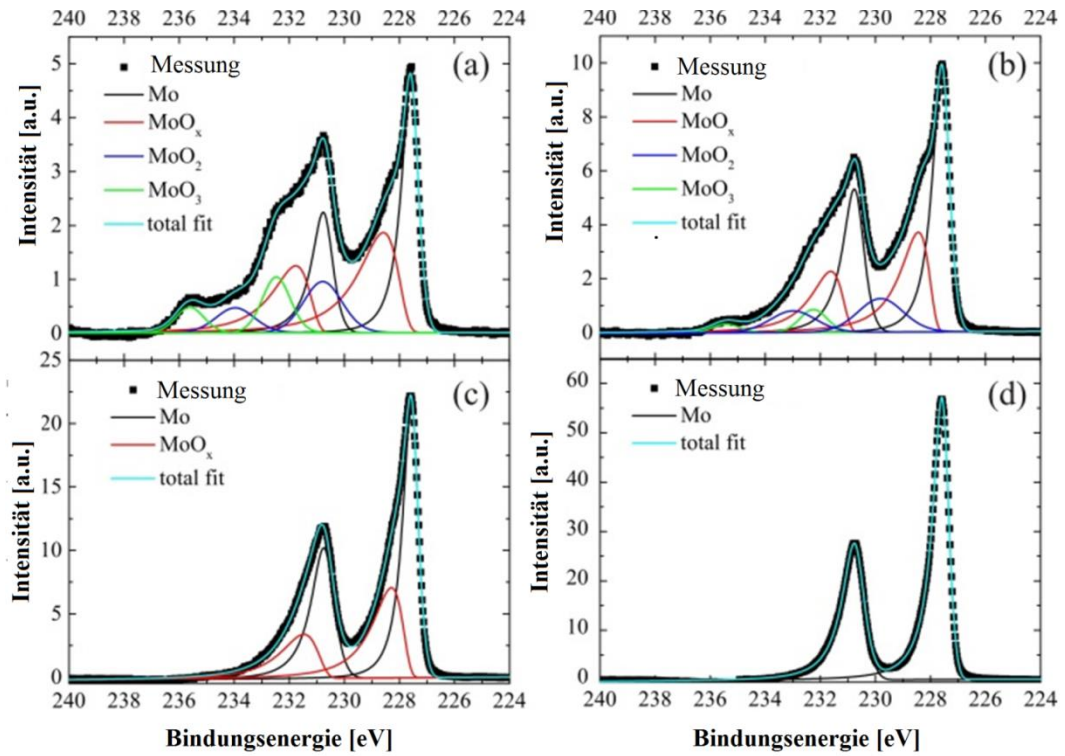


Abbildung 7-11: Röntgenphotoelektronenspektren der Mo 3d-Linie des natürlichen Mo-Oxids wie in Abbildung 7-11 nach einer HB bei 100°C (a), 300°C (b), 400°C (c) und 600°C (d).

Tabelle 7-1: Wichtungsfaktor f für die Oxidkomponenten MoO₃ und MoO₂ sowie die mit Gleichung (7.1) berechneten d_{ox} -Werte der Gesamtoxidschicht für alle untersuchten Heizbehandlungen.

Temperatur [°C]	$f(\text{MoO}_3)$	$f(\text{MoO}_2)$	d_{ox} [nm]
20°C	0,33	0,11	3,5
100°C	0,11	0,14	2,7
300°C	0,05	0,14	1,9
400°C	0,00	0,00	1,1
600°C	0,00	0,00	0,0

8. Zusammenfassung und Ausblick

Die im Rahmen dieser Arbeit präsentierten Untersuchungen zur parasitären Feldemission von flachen Nb-, Cu- und Mo-Oberflächen lieferten Ergebnisse, die zum Verständnis der Elektronenbelastung in aktuellen und zukünftigen Teilchenbeschleunigerprojekten beitragen. Durch Messungen mit einem Feldemissionsrastermikroskop (FERM) konnten typische Feldemitter auf Proben lokalisiert und charakterisiert sowie die Emitteranzahldichte $N(E_{act})$ in Abhängigkeit von der angelegten Aktivierungsfeldstärke bestimmt werden. Die Oberflächen der untersuchten Proben wurden durch enge Zusammenarbeit mit an der Teilchenbeschleunigerentwicklung beteiligten Laboratorien präpariert. Dadurch konnte die Relevanz der erzielten Ergebnisse für die supraleitenden oder normalleitenden Beschleunigungsstrukturen bzw. die zur Elektronenstrahlerzeugung verwendeten Photokathoden sichergestellt werden. Mittels korrelierter Rasterelektronenmikroskopie (REM) in Kombination mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie konnte der Ursprung der meisten Feldemitter auf den Oberflächen mit einer Relokalisierungsgenauigkeit von 100-500 μm identifiziert werden. Zusammen mit Rauheitsmessungen mit einem optischen Profilometer und einem Rasterkraftmikroskop war somit eine vollständige Charakterisierung der Proben mit Hinblick auf parasitäre Feldemission möglich.

Für die Beschreibung der gemessenen $N(E_{act})$ -Daten wurde für metallische Oberflächen mit einem natürlichen isolierenden Oberflächenoxid ein statistisches Modell entwickelt. Basierend auf dem Aktivierungseffekt für typische Kratzer- und Partikelemitter durch Bildung eines Leitungskanals im Oxid und einer exponentiellen Näherung der Verteilung $N(\beta^{act})$ der Aktivierungsfeldüberhöhungsfaktoren potentieller Emitter konnte erstmals ein Zusammenhang zwischen der Emitteranzahldichte und der angelegten Feldstärke hergestellt werden. Dabei wird der Verlauf von $N(E_{act})$ durch drei Parameter festgelegt: Eine Grenzfeldstärke E_{lim} , bei der sich ein Leitungskanal im Oberflächenoxid bildet und die charakteristisch für die untersuchte Oberfläche ist; ein Zustandsparameter c_s der Oberfläche, der von der Form und Größe potentieller Kratzer- und Partikelemitter bestimmt wird; die Gesamtdichte N_{tot} aller potentiell aktivierbaren Emitter. Vergleiche des statistischen Modells zur Emitteraktivierung mit Messungen auf Nb-Oberflächen haben gezeigt, dass die Daten unabhängig von der Oberflächenpräparation sehr gut vom Modell beschrieben werden. Darüber hinaus haben Ergebnisse von Cu- und geheizten Nb-Proben gezeigt, dass das Modell nicht nur für isolierende,

sondern auch für halbleitende Oberflächenoxide gültig ist, da diese einen ähnlichen Aktivierungseffekt zeigen.

Mit Hilfe des statistischen Modells war es darüber hinaus möglich, die Ergebnisse der Feldemissionsmessungen auf Nb bei Feldstärken von $E_{act} > 120 \text{ MV m}^{-1}$ zu den in supraleitenden Beschleunigungsstrukturen auftretenden Feldstärken zu extrapolieren. Durch Verwendung der elektrischen Feldverteilung auf den Wänden der aktuellen Beschleunigungsstrukturen des EXFEL sowie des ILC konnte dadurch erstmals die Anzahl auftretender Emitter basierend auf Feldemissionsmessungen auf Proben abgeschätzt werden. Demnach haben die Untersuchungen gezeigt, dass selbst nach Trockeneistrahlen von mit Elektropolitur und gepufferter chemischer Politur behandelten Oberflächen in den Beschleunigungsstrukturen des ILC bei einem Beschleunigungsgradienten von $E_{acc} = 35 \text{ MV m}^{-1}$ vermehrt Feldemitter mit Einsatzfeldstärken von $E_{on} \sim 50 \text{ MV m}^{-1}$ auftreten werden. Diese zeigen typische Feldüberhöhungsfaktoren von $\beta \leq 140$ und emittierende Flächen von $S \sim 10^{-8} - 10^4 \mu\text{m}^2$ oder sogar unvernünftig hohe $S \leq 10^{25} \mu\text{m}^2$ auf Grund resonanter Tunneleffekte. Eine Variation des Politurverhältnisses von Elektropolitur und chemischer Politur hat keinen Einfluss auf das Ergebnis. Heizbehandlung bei Temperaturen zwischen $T_{HB} = 122 - 400^\circ\text{C}$, die ein wichtiger Bestandteil der Präparation von supraleitenden Hohlraumresonatoren ist, erhöht die Emitteranzahldichte in solchen Strukturen durch zusätzliche Aktivierung von Emittlern um einen Faktor 10. Diese erfolgt aufgrund der Reduktion des Nb-Oberflächenoxids bzw. bei hohen Temperaturen auch durch Umwandlung organischer in metallisch leitende Materialien. Die dabei aktivierten Emitter zeigen starke Emission mit $E_{on} \sim 40 \text{ MV m}^{-1}$, $\beta \leq 200$ und stark variierende emittierende Flächen S . Eine in anderen Untersuchungen vermutete erhöhte Aktivierung an Korngrenzen konnte nicht festgestellt werden.

Eine Reduktion der Elektronenbelastung in den zukünftigen ILC-Kavitäten könnte durch eine Variation der Oberflächenpräparation erreicht werden. Messungen auf trommelpolierten Oberflächen nach Trockeneistrahlen haben gezeigt, dass ein Austausch der chemischen bzw. Elektropolitur durch diese rein mechanische nicht möglich ist. Die als Poliermittel verwendeten Al_2O_3 -Partikel bilden Einschlüsse in der Nb-Oberfläche, die zu scharfen Kanten führen und damit zu starker Emittlern mit $\beta = 20 - 60$, $S = 10^{-5} - 10^4 \mu\text{m}^2$ und $E_{on} = 40 - 120 \text{ MV m}^{-1}$. Eine Kombination mit einer leichten gepufferten chemischen Politur mit einer Poliertiefe von $d_{pol} = 20 \mu\text{m}$ konnte diese entfernen und führte zu einer deutlichen Reduktion der

Emitteranzahldichte, die anschließend ausschließlich ab Feldstärken von $E_{act} \geq 175 \text{ MV m}^{-1}$ durch die Basisrauheit verursacht wurde und mit $\beta = 10 - 50$, $S \geq 10^{-5} \mu\text{m}^2$ und $E_{on} = 80 - 180 \text{ MV m}^{-1}$ schwächer war. Entsprechend könnte diese Oberflächenpräparation (Trommelpolitur, leichte chemische Politur und Trockeneisstrahlen) auch in den ILC-Kavitäten zu einer ausreichenden Unterdrückung der Feldemission führen.

Eine zweite alternative Oberflächenbehandlung ist die künstliche Oxidation von Nb, die den in den Messungen nach verschiedenen Heizbehandlungen gefundenen Zusammenhang zwischen Oxidschichtdicke und Emitteraktivierung ausnutzen soll. Tatsächlich konnte eine deutliche Reduktion von $N(E_{act})$ festgestellt werden, was ebenfalls zu einer ausreichenden Reduktion der Feldemitter in den ILC-Kavitäten führen würde. Es zeigte sich, dass die Ergebnisse unabhängig von der gewählten Oberflächenreinigung sind. Daher könnte es sinnvoll sein, die in dieser Arbeit fehlgeschlagene anodische Oxidation weiterzuverfolgen, da diese unter besser kontrollierbaren Bedingungen grundsätzlich durchführbar ist. Darüber hinaus könnten auch weitere Oberflächenpräparationen zu einer Reduktion der EFE führen, die z.B. durch Erhöhung der im statistischen Modell eingeführter Grenzfeldstärke E_{lim} die Aktivierung von Emittlern zu höheren Aktivierungsfeldstärken verschiebt. Dies wäre durch Beschichtung des Nb mit Materialien möglich, die ein solches E_{lim} zeigen, sofern diese keine negative Auswirkung auf die Güten der supraleitenden Beschleunigungsstrukturen haben.

Eine weitere Strategie zur EFE-Reduktion ist die *in situ*-Konditionierung von aktivierten Emittlern. Die Stromkonditionierungen der in den präsentierten Messungen gefundenen typischen Emitter bis zu einem Feldemissionsstrom von $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ haben gezeigt, dass diese nicht zu einer merklichen Reduzierung der Elektronenbelastung in supraleitenden Strukturen führen kann. Lediglich eine leichte Abschwächung einzelner Emitter mit ursprünglichen Einsatzfeldstärken von $E_{on} = 77 - 150 \text{ MV m}^{-1}$ auf $E_{on} = 160 - 200 \text{ MV m}^{-1}$ konnte festgestellt werden. Diese erfolgte vor allem durch die Reduktion der emittierenden Fläche von unvernünftig hohen auf vernünftige Werte. Eine Deaktivierung von Emittlern ist bei diesen Stromstärken nicht gefunden worden. Demnach müssen alternative Möglichkeiten der Konditionierung in Betracht gezogen werden, z.B. durch Ionenbeschuss der Emissionsstellen. Dieser sollte zu einer Abtragung der obersten Schichten eines Kratzers oder Partikels führen und somit durch Entfernung der schärfsten Spitzen zu einer Abschwächung oder Deaktivierung. In supraleitenden Beschleunigungsstrukturen kann dies durch Flutung der Kavität mit einem Gas, z.B. He, unter

geringem Druck erreicht werden, welches durch den Emissionsstrom ionisiert und durch das elektrische Feld auf die Emissionsstelle beschleunigt wird. Allerdings ist es für das Verständnis der dabei ablaufenden Prozesse nötig, den Einfluss des Ionenbeschusses auf einzelne Emittoren gezielt zu untersuchen. Dies ist in Zukunft mit dem FERM möglich, da es mittlerweile über eine neue Ionenstrahlquelle verfügt. Für das Verständnis der Ergebnisse ist jedoch eine vergleichende REM-Analyse der Emissionsstellen vor und nach dem Ionenbeschuss notwendig. Zu diesem Zweck müssen die Vakuumschleusen der Messsysteme innerhalb staubfreier Umgebungen stehen, um eine Kontamination der Probenoberfläche beim Aus- bzw. Einschleusen der Proben mit Partikeln zu verhindern. Zwar verfügt das FERM über eine solche Umgebung, doch müssen die verwendeten REM in Zukunft ebenfalls über entsprechende Vorrichtungen verfügen, was solche Untersuchungen zurzeit nicht durchführbar macht.

Mit Hilfe der Feldemissionsmessungen an diamantpolierten und teilweise chemisch geätzten Cu-Proben konnte gezeigt werden, dass die in den CLIC-Beschleunigungsstrukturen auftretenden Spannungsdurchschläge vor allem durch Partikel verursacht werden, welche ab $E_{act} \geq 30 \text{ MV m}^{-1}$ auftreten. Die mit $E_{on} \geq 20 \text{ MV m}^{-1}$ starke Emission solcher Partikel führt zu hohen Emittoranzahldichten von $N_{CLIC} = 228,7 - 371,5 \text{ cm}^{-2}$ bei der Spitzenfeldstärke des CLIC von $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$. Nach Reinigung der Oberflächen mit ionisiertem Stickstoff bzw. durch Trockeneisstrahlen traten die ersten Emittoren erst bei hohen Aktivierungsfeldstärken von $E_{act} = 130 \text{ MV m}^{-1}$ bzw. $E_{act} = 140 - 200 \text{ MV m}^{-1}$ auf, wodurch die Emittoranzahldichten dieser Oberflächen für die CLIC-Beschleunigungsstrukturen signifikant auf $N_{CLIC} = 124,9 \text{ cm}^{-2}$ bzw. $N_{CLIC} = 29,1 \text{ cm}^{-2}$ reduziert werden könnten. Jedoch zeigen diese Ergebnisse deutlich, dass die CLIC-Strukturen selbst nach dieser Verbesserung immer noch unter einer erheblichen Anzahl von Emittoren leiden werden. Hier hat sich auch gezeigt, dass das verwendete Ätzen der Oberfläche zu Ätzgruben führen kann, die ihrerseits starke Emittoren sein können und entsprechend auch zu Spannungsdurchschlägen führen werden.

Für alle gefundenen Emittoren auf Cu-Oberflächen wurde erstmals ein Aktivierungseffekt analog zu Nb festgestellt, der vor allem bei hohen Feldstärken als Ergänzung zum klassischen *breakdown*-Modell die beobachteten Spannungsdurchschläge erklären kann. Nach der Aktivierung wurden selbst nach einer Reinigung starke Emissionen mit $E_{on} \geq 30 \text{ MV m}^{-1}$, $\beta \leq 360$ und $S \leq 10^{-8} - 10^4 \text{ } \mu\text{m}^2$ oder teilweise unvernünftig hohen S -Werten gemessen. Da diese Emission nach dem Trockeneisstrahlen vor allem an Oberflächendefekten entsteht, wird deutlich, dass eine

Reinigung mit Trockeneisstrahlen nicht ausreicht, um die Spannungsdurchschläge in den CLIC-Strukturen zu vermeiden. Es konnte darüber hinaus durch einen in den hier präsentierten Messungen beobachteten Spannungsdurchschlag im FERM zwischen Cu-Probe und Anode gezeigt werden, dass sie durch Beschädigung der Oberfläche zu starker Feldemission führen. Diese wird bei den hohen Spitzenfeldstärken der CLIC-Kavitäten zu weiteren Durchschlägen führen, weshalb angenommen werden muss, dass dies ein selbsterhaltender Prozess ist. Dieser kann von nur wenigen ursprünglichen Emittoren ausgelöst werden, sodass es fraglich bleibt, ob der Zielwert der Spannungsdurchschlagsrate von 10^{-7} BDs pulse⁻¹ m⁻¹ mit den aktuellen Präparationsmethoden realisierbar ist. Daher sollten in Zukunft die Feldemission von Cu-Proben mit alternativen Präparationen nach Trockeneisstrahlen untersucht werden. Vor allem ein Ersetzen des Oberflächenätzens durch Elektropolitur erscheint zwingend nötig, um eine glatte Oberfläche ohne Ätzgruben zu erhalten. Möglicherweise führen auch auf Cu eine künstliche Oxidation oder eine andere Beschichtung zu einer Reduktion der Spannungsdurchschläge.

Die Messungen der Feldemission von Mo-Substraten der Photokathoden des Freien-Elektronen-Lasers bERLinPro haben eine starke Randemission mit $\beta \leq 130$ und $E_{on} \geq 30$ MV m⁻¹ bei stark variierenden S -Werten gezeigt, die sich mit den Messungen von Dunkelströmen in Photoinjektorkavitäten deckt. Diese wird vor allem durch eine erhöhte Rauheit des Randes verursacht und kann durch dessen Politur bei den für die Anwendung wichtigen Feldstärken von $E < 50$ MV m⁻¹ teilweise unterdrückt werden. Messungen nach für die Substratpräparation wichtigen Heizbehandlungen bei $T_{HB} \leq 600^\circ\text{C}$ haben eine starke Aktivierung von Emittoren mit $\beta \leq 140$ und $E_{on} \geq 20$ MV m⁻¹ gezeigt. Diese wurden teilweise trotz einer Reinigung mit Trockeneisstrahlen durch Partikel verursacht. Ergänzende Röntgenphotoelektronenspektroskopie hat gezeigt, dass die Aktivierung durch Reduktion des natürlichen Oxids bei $T_{HB} \geq 400^\circ\text{C}$ ausgelöst wird. Die untersuchten Emittoren wurden durch das Heizen stärker – vor allem, weil ihre emittierende Fläche um einen Faktor 10-1000 anstieg. Eine künstliche Oxidation der Oberfläche konnte schwache Emittoren deaktivieren und starke Emittoren abschwächen. Daher ist die natürliche Oxidschicht der Mo-Substrate für die Unterdrückung von Dunkelströmen in Beschleunigern wichtig und darf nicht durch Heizbehandlungen entfernt werden. Da das Substratmaterial unterhalb der Photoschicht frei von Oxiden sein muss, könnte ein selektives Heizen mit einem Laser in der Region der Photoschicht helfen, die Heizbehandlungen zu ersetzen und damit die Dunkelströme zu reduzieren. Des Weiteren ist es interessant, wie sich eine Photoschicht auf dem Substrat auf die Feldemission auswirkt, da

sowohl die reduzierte Austrittsarbeit als auch die Stufe, die durch die Beschichtung entsteht, einen messbaren Einfluss haben könnten. Da solche Schichten oberhalb von Drücken $p \geq 10^{-8}$ Pa oxidieren und diese nicht für Photokathoden repräsentativ wären, sind solche Messungen im FERM aktuell nicht möglich.

Literaturverzeichnis

- [1] T. Behnke, J. E. Brau, et al., *ILC Technical Design Report, DESY 13-062, Deutsches Elektronen-Synchrotron, Hamburg* (2013).
- [2] M. Aicheler, P. Burrows, et al., *A Multi-TeV linear collider based on CLIC technology: CLIC Conceptual Design Report, CERN-2012-007, European Organization for Nuclear Research, Genf* (2012).
- [3] M. Altarelli, R. Brinkmann, et al., *The European X-ray Free-Electron Laser, Technical Design Report, DESY 2006-097, Deutsches Elektronen-Synchrotron, Hamburg* (2007).
- [4] M. Abo-Bakr, W. Anders, et al., *Conceptual Design Report BERLinPro, Helmholtz-Zentrum Berlin, Berlin* (2012).
- [5] R. W. Wood, *Physical Review* **5**, 1 (1897).
- [6] F. Rother, *Annalen der Physik* **44**, 1238 (1914).
- [7] G. Hoffmann, *Zeitschrift für Physik* **4**, 363 (1921).
- [8] F. Rother, *Annalen der Physik* **81**, 317 (1926).
- [9] D. Reschke, S. Aderhold, et al., in *Proc. of the 27th Int. Linear Accel. Conf., Genf, 2014*, bearbeitet von C. Carli, M. Draper, and V. R. W. Schaa (JACoW, Geneva, Switzerland, 2014), S. 879.
- [10] R. H. Fowler & L. Nordheim, *Proc. R. Soc. London* **A119**, 173 (1928).
- [11] R. J. Noer, *Appl. Phys. A* **28**, 1 (1982).
- [12] E. Mahner, *Untersuchung der erhöhten Feldemission von Niob mit einem UHV-Rastermikroskop*, Bergische Universität Wuppertal, Dissertation, (1995).
- [13] N. Pupeter, *Untersuchung der überhöhten Elektronenfeldemission an chemisch und mechanisch polierten Nb-, Nb₃Sn-, Cu- und Al-Oberflächen in Verbindung mit Heizbehandlungen*, Bergische Universität Wuppertal, Dissertation, (1996).
- [14] A. Dangwal, G. Müller, et al., *J. Appl. Phys.* **102**, (2007).
- [15] T. Utsumi, *IEEE Trans. on Electron Devices* **38**, 2276 (1991).
- [16] T. Utsumi, *J. Appl. Phys.* **38**, 2989 (1967).
- [17] D. K. Davies & M. A. Biondi, *J. Appl. Phys.* **39**, 2979 (1968).
- [18] B. M. Cox, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **7**, 143 (1974).
- [19] R. E. Hurley, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **13**, 1121 (1980).

- [20] M. Jimenez, R. J. Noer, et al., *J. Phys. D: Appl. Phys.* **27**, 1038 (1994).
- [21] A. Zeitoun-Fakiris & B. Juttner, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **21**, 960 (1988).
- [22] J. Halbritter, *Surf. Sci.* **122**, 80 (1982).
- [23] T. Habermann, *Rastermikroskopische Untersuchung der Feldemission von Metall- und Diamantkathoden*, Bergische Universität Wuppertal, Dissertation, (1999).
- [24] A. Navitski, *Scanning field emission investigations of structured CNT and MNW cathodes, niobium surfaces and photocathodes*, Bergische Universität Wuppertal, Dissertation, (2010).
- [25] R. V Latham, *High Voltage Vacuum Insulation* (Academic Press, London, 1995).
- [26] A. Navitski, S. Lagotzky, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **16**, 112001 (2013).
- [27] W. Schottky, *Zeitschrift für Physik* **14**, 63 (1923).
- [28] R. A. Millikan & C. F. Eyring, *Physical Review* **27**, 51 (1926).
- [29] R. J. Piersol, *Physical Review* **31**, 441 (1928).
- [30] R. A. Millikan & C. C. Lauritsen, *Proc. of the National Academy of Science* **14**, 45 (1928).
- [31] L. Nordheim, *Proc. R. Soc. London A* **121**, 626 (1928).
- [32] R. H. Good & E. W. Müller, in *Handbuch Der Physik*, 4th ed. (Springer, Berlin, 1956), S. 176–231.
- [33] R. G. Forbes, *J. Vac. Sci. Technol. B* **17**, 526 (1999).
- [34] J. M. Houston, *Physical Review* **88**, 349 (1952).
- [35] R. E. Burgess, H. Kroemer, & J. M. Houston, *Physical Review* **90**, 515 (1953).
- [36] C. Spindt, I. Brodie, et al., *J. Appl. Phys.* **47**, 5248 (1976).
- [37] A. Dangwal, *Enhanced Field Emission from Metallic Surfaces and Nanowires*, Bergische Universität Wuppertal, Dissertation, (2007).
- [38] B. M. Cox, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **8**, 2065 (1975).
- [39] C. S. Athwal & R. V. Latham, *Physica* **104C**, 46 (1981).
- [40] A. Navitski, S. Lagotzky, et al., in *Proc. of the 15th Workshop on RF Superconductivity, Chicago, Illinois, 2011* (2011), S. 869–873.
- [41] M. Grundner & J. Halbritter, *J. Appl. Phys.* **51**, 397 (1980).

- [42] I. Platzman & R. Brener, *J. Phys. Chem.* **110**, 1101 (2008).
- [43] G. Dobos, K. V. Josepovits, et al., *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* **27**, 764 (2009).
- [44] J. Halbritter, *Appl. Phys. A* **43**, 1 (1987).
- [45] D. O. Scanlon, G. W. Watson, et al., *J. Phys. Chem. C* **114**, 4636 (2010).
- [46] M. Heinemann, B. Eifert, & C. Heiliger, *Phys. Rev. B* **87**, 115111 (2013).
- [47] N. K. Allen & R. V Latham, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **11**, L55 (1978).
- [48] N. K. Allen, R. V Latham, & B. M. Cox, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **12**, 969 (1979).
- [49] R. V Latham, *Vacuum* **32**, 137 (1982).
- [50] K. H. Bayliss & R. V. Latham, *Proc. R. Soc. London A* **403**, 285 (1986).
- [51] E. Fromm & E. Gebhardt, *Gase und Kohlenstoffe in Metallen* (Springer-Verlag Berlin-Heidelberg, New York, 1976).
- [52] J. Knobloch, *Advanced Thermometry Studies of Superconducting Radio-Frequency Cavities*, Cornell University, Dissertation, (1997).
- [53] M. P. Seah & W. A. Dench, *Surf. and Interf. Analysis* **1**, 2 (1979).
- [54] H. Fröhlich, *Proc. R. Soc. London A* **188**, 521 (1947).
- [55] C. S. Athwal, K. H. Bayliss, et al., *IEEE Trans. on Plasma Sci.* **PS-13**, 226 (1985).
- [56] N. S. Xu & R. V Latham, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **19**, 477 (1986).
- [57] N. S. Xu & R. V. Latham, *Surf. Sci.* **274**, 147 (1992).
- [58] M. Jimenez, R. J. Noer, et al., *J. Phys. D: Appl. Phys.* **26**, 1503 (1993).
- [59] B. Bonin, *Vacuum* **46**, 907 (1995).
- [60] R. Tsu & L. Esaki, *Appl. Phys. Lett.* **22**, 562 (1973).
- [61] A. Zeitoun-Fakiris & B. Jüttner, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **24**, 750 (1991).
- [62] L. W. Swanson, R. W. Strayer, & F. M. Charbonnier, *Surf. Sci.* **2**, 177 (1964).
- [63] H. E. Clark & D. Y. Russel, *Surf. Sci.* **12**, 385 (1968).
- [64] T. Habermann, A. Göhl, et al., in *Proc. of the 8th Workshop on RF Superconductivity, Abano Terme, 1997*, bearbeitet von V. Palmieri (JACoW, Geneva, 1997), S. 972.
- [65] G. Ehrlich & F. G. Hudda, *J. Chem. Phys.* **35**, 1421 (1961).

- [66] F. Djurabekova, A. Ruzibaev, et al., *J. Appl. Phys.* **114**, 243302 (2013).
- [67] W. Ermrich & A. van Oostrom, *Solid State Commun.* **5**, 471 (1967).
- [68] C. B. Duke & M. E. Alferieff, *J. Chem. Phys.* **46**, 923 (1967).
- [69] G. Jamelot, D. Ros, et al., *J. Appl. Phys.* **98**, 044308 (2005).
- [70] A. S. Pohjonen, F. Djurabekova, et al., *J. Appl. Phys.* **110**, 023509 (2011).
- [71] A. S. Pohjonen, S. Parviainen, et al., *J. Appl. Phys.* **114**, 033519 (2013).
- [72] V. Zadin, a. Pohjonen, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **17**, 1 (2014).
- [73] H. B. Huntington & A. R. Grone, *J. Phys. Chem. Solids* **20**, 88 (1961).
- [74] A. R. Grone, *J. Phys. Chem. Solids* **20**, 88 (1961).
- [75] R. V. Penny, *J. Phys. Chem. Solids* **25**, 335 (1964).
- [76] F. Djurabekova, *Multiphysics simulations of onset of vacuum electrical breakdowns* (Vortrag CLIC Workshop, CERN, Geneva, 2015).
- [77] E. Mahner, N. Minatti, et al., *Appl. Surf. Sci.* **67**, 23 (1993).
- [78] N. Puper, T. Habermann, et al., *Appl. Surf. Sci.* **94–95**, 94 (1996).
- [79] A. Dangwal Pandey, G. Müller, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **12**, 23501 (2009).
- [80] P. Bernard, D. Bloess, et al., in *Proc. of the 3rd European Part. Accel. Conf., Berlin, 1992*, bearbeitet von H. Henke, H. Homeyer, and C. Petit-Jean-Genaz (1992), S. 1269–1271.
- [81] A. Dangwal, D. Reschke, & G. Müller, *Phys. C* **441**, 83 (2006).
- [82] H. Padamsee, K. Green, et al., in *Proc. of the 1993 Part. Accel. Conf., Washingt. D.C., Columbia, 1993*, bearbeitet von S. T. Corneliussen (IEEE, New York, 1993), S. 998–1000.
- [83] J. Wiener & H. Padamsee, *Improvements in Field Emission: An Updated Statistical Model for Electropolished Baked Cavities*, TESLA Report 2008-022008.
- [84] A. Duparré, J. Ferre-Borrull, et al., *Appl. Opt.* **41**, 154 (2002).
- [85] J. Ferre-Borrull, J. Steinert, & A. Duparr, *Surf. and Interf. Analysis* **33**, 92 (2002).
- [86] C. Xu, H. Tian, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **15**, 043502 (2012).
- [87] C. Xu, H. Tian, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **14**, 1 (2011).

- [88] J. Heintzenberg, *Aerosol Sci. Technol.* **21**, 46 (1994).
- [89] L. Nilsson, O. Groening, et al., *J. Appl. Phys.* **90**, 768 (2001).
- [90] H.-H. Braun, in *Proc. of the 15th Intern. Linear Accel. Conf., Victoria, Tsukuba, 2010* (2010), S. 342.
- [91] H. Padamsee, *RF Superconductivity* (Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2009).
- [92] W. Wuensch, in *Proc. of the 2002 Eur. Part. Accel. Conf. Paris, 2002*, bearbeitet von T. Garvey, P. Le Roux, et al. (EPAC, Paris, 2002), S. 134–138.
- [93] H. Padamsee, J. Knobloch, & T. Hays, *RF Superconductivity for accelerators* (Wiley, New York, 1998).
- [94] M. Pekeler, *Untersuchungen der feldbegrenzenden Mechanismen in supraleitenden Niob-Resonatoren*, Universität Hamburg, Dissertation, (1996).
- [95] K. Halbach & R. F. Holsinger, *Part. Accel.* **7**, 213 (1976).
- [96] B. Aune, R. Bandelmann, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **3**, (2000).
- [97] J. Sekutowicz, K. Ko, et al., in *Proc. of the 2005 Part. Accel. Conf., Knoxville, Tennessee, 2005* (Knoxville, Tennessee, 2005), S. 3342–3344.
- [98] J. Bardeen, L. N. Cooper, & J. R. Schrieffer, *Physical Review* **108**, 1175 (1957).
- [99] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik* (Oldenbourg Verlag GmbH, München, 1993).
- [100] J. Halbritter, *Zeitschrift für Physik* **266**, 209 (1974).
- [101] D. Reschke, *Feldbegrenzungen und Verlustmechanismen in supraleitenden 3-GHz-Beschleunigungsresonatoren aus Niob*, Bergische Universität Wuppertal, Dissertation, (1995).
- [102] B. T. Matthias, T. H. Geballe, & V. B. Compton, *Rev. Mod. Phys.* **35**, 1 (1963).
- [103] H. Padamsee, *Supercond. Sci. Technol.* **14**, R28 (2001).
- [104] T. Hays & H. Padamsee, *Part. Accel.* **60**, 183 (1998).
- [105] V. Shemelin & H. Padamsee, *Magnetic field enhancement at pits and bumps on the surface of superconducting cavities*, TTC-Report 2006-072008.
- [106] J. Sekutowicz, *ICFA Beam Dyn. Newsl.* **39**, 112 (2006).
- [107] J. Sekutowicz, *Meas. Sci. Technol.* **18**, 2285 (2007).

- [108] F. Gerik, *Conceptual Design of the Low-Power and High-Power SPL, A Superconducting H-Linac at CERN*, CERN-2014-0072014.
- [109] Y. M. Li, K. X. Liu, et al., in *Proc. of the 16th Workshop on RF Superconductivity, Paris, 2013* (2013), S. 392–397.
- [110] J. Raguin, M. Bopp, et al., in *Proc. of the 26th Int. Linear Accel. Conf., Tel-Aviv, 2012*, bearbeitet von M. Draper, C. Carli, et al. (JACoW, Geneva, 2012), S. 501.
- [111] H. H. Braun, R. Ganter, et al., *SwissFEL Conceptual Design Report*2010.
- [112] A. Aksoy, Ö. Yava, et al., in *Proc. of the 5th Intern. Part. Accel. Conf., Dresden, 2014*, bearbeitet von C. Petit-Jean-Genaz, G. Arduini, et al. (JACoW, Geneva, 2014), S. 2914–2917.
- [113] J. Wang & G. Loew, *Field Emission and RF Breakdown in High-Gradient Room-Temperature Linac Structures*1997.
- [114] C. Z. Antoine, F. Peauger, & F. Le Pimpec, *Nucl. Instr. Methods Phys. Res. Sect. A* **665**, 54 (2011).
- [115] A. Degiovanni, S. Doebert, et al., in *Proc. of the 5th Intern. Part. Accel. Conf., Dresden, 2014*, bearbeitet von C. Petit-Jean-Genaz, G. Arduini, et al. (JACoW, Geneva, 2014), S. 2285–2287.
- [116] J. Teichert, H. Buettig, et al., in *Proc. of the 27th Int. Free Electron Laser Conf., Palo Alto, Californien, 2005*, bearbeitet von H. D. Nuhn (JACoW, Geneva, 2005), S. 534–537.
- [117] R. Barday, A. Jankowiak, et al., in *Proc. of the 5th Intern. Part. Accel. Conf., Dresden, 2014*, bearbeitet von C. Petit-Jean-Genaz, G. Arduini, et al. (JACoW, Geneva, 2014), S. 2955.
- [118] I. I. Isaev, J. D. Good, et al., in *Proc. of the 35th Int. Free Electron Laser Conf., Manhattan, New York, 2013*, bearbeitet von C. Scholl and V. R. Schaa (JACoW, Geneva, n.d.), S. 282–286.
- [119] R. Xiang, A. Arnold, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **17**, 043401 (2014).
- [120] D. H. Dowell, E. Jongewaard, et al., in *Proc. of the 2007 Part. Accel. Conf. Albuquerque, New Mexico, 2007*, bearbeitet von C. Petit-Jean-Genaz (IEEE, New York, 2007), S. 1299–1301.
- [121] R. Huang, D. Filippetto, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **18**, 013401 (2015).
- [122] T. Moriwaki, *Japan Soc. Precis. Eng.* **29**, 287 (1995).
- [123] S. Atieh, M. Aicheler, et al., in *Proc. of the 2nd Intern. Part. Accel. Conf., San Sebastian, 2011*, bearbeitet von C. Petit-Jean-Genaz, A. Blanco, et al. (JACoW, Geneva, 2011), S. 1768–1770.

- [124] H. Hofmann & J. Spindler, *Verfahren der Oberflächentechnik* (Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl., München, 2004).
- [125] C. A. Cooper & L. D. Cooley, *Supercond. Sci. Technol.* **26**, 015011 (2013).
- [126] A. Prudnikava, *Surface analysis of Nb cavity after CBP* (Vortrag TTC Meeting, KEK, Tsukuba, Japan, 2014).
- [127] A. D. Palczewski, H. Tian, et al., in *Proc. of the 15th Workshop on RF Superconductivity, Chicago, Illinois, 2011* (JACoW, Geneva, 2011), S. 908–911.
- [128] P. Kneisel, K. Saito, et al., in *Proc. of the 8th Workshop on RF Superconductivity, Abano Terme, 1997*, bearbeitet von V. Palmieri (1997), S. 463–471.
- [129] L. Lilje, C. Antoine, et al., *Nucl. Instr. Methods Phys. Res. Sect. A* **516**, 213 (2004).
- [130] C. Z. Antoine, A. Aspart, et al., in *Proc. of the 9th Workshop on RF Superconductivity, Santa Fe, New Mexico, 1999*, bearbeitet von F. Krawczyk (LANL, Santa Fe, 1999), S. 109–117.
- [131] S. Lagotzky, *Untersuchung zur überhöhten Feldemission von hochreinen und geheizten Nb-Oberflächen*, Bergische Universität Wuppertal, Masterthesis, (2011).
- [132] H. Diepers, O. Schmidt, et al., *Phys. Lett. A* **37**, 139 (1971).
- [133] H. Tian, G. Ribeill, et al., *Appl. Surf. Sci.* **257**, 4781 (2011).
- [134] L. Lilje, E. Kako, et al., *Nucl. Instr. Methods Phys. Res. Sect. A* **524**, 1 (2014).
- [135] M. Malabaila, *Cleaning procedure for the CLIC structure copper disks - EDMS Nr.: 10715602009*.
- [136] M. B. Ranade, *Aerosol Sci. Technol.* **7**, 161 (1987).
- [137] International Organization for Standardization, <http://www.iso.org/>, abgerufen am 08.04.2015.
- [138] D. Reschke, in *Proc. of the 2007 Asian Part. Accel. Conf., Indore, 2007*, bearbeitet von V. R. Schaa (JACoW, Geneva, 2007), S. 26.
- [139] W. Zhou, M. Liu, et al., *IEEE Trans. on Dielectr. and Electr. Insul.* **19**, 1715 (2012).
- [140] R. D. Jones, D. Gurley, et al., Patent US20130105561 A1 (2013).
- [141] D.-J. Kim, Y.-K. Kim, et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **41**, 4563 (2002).
- [142] A. Brinkmann, J. I. Iversen, et al., in *Proc. of the 2006 European Part. Accel. Conf. Edinburgh, Scotland, 2006*, bearbeitet von C. Biscari, H. Owen, et al. (European Physical Society Accelerator Group, Mulhouse, 2006), S. 418–420.

- [143] D. Proch, D. Reschke, et al., in *Proc. of the 10th Workshop on RF Superconductivity, Tsukuba, 2001*, bearbeitet von S. Noguchi (JACoW, Geneva, 2001), S. 463.
- [144] Y.-H. Liu, H. Maruyama, & S. Matsusaka, *Aerosol Sci. Technol.* **45**, 1519 (2011).
- [145] D. Reschke, A. Brinkmann, et al., in *Proc. of the 13th Workshop on RF Superconductivity, Peking, 2007* (Beijing, China, 2007), S. 239–242.
- [146] CryoSnow GmbH, <http://www.cryosnow.com>, abgerufen am 11.08.2015.
- [147] D. Lysenkov & G. Müller, *Int. J. Nanotechnol.* **2**, 239 (2005).
- [148] FuG Elektronig GmbH, <http://www.fug-elektronik.de/>, abgerufen am 14.08.2015.
- [149] Keithley Instruments Inc., <http://www.keithley.de/>, abgerufen am 14.08.2015.
- [150] Fries Research & Technology GmbH, <http://www.frt-gmbh.de/>, abgerufen am 02.04.2015.
- [151] B. Michelt & J. Schulze, *Mikroproduktion* **2**, 39 (2005).
- [152] NanoAndMore GmbH, <http://www.nanoandmore.com/>, abgerufen am 02.04.2015.
- [153] D. Briggs, *Practical surface analysis, Band 1: Auger and X-ray photoelectron spectroscopy*, 2nd ed. (Wiley, Chichester, 1996).
- [154] S. I. Fedoseenko, D. V. Vyalikh, et al., *Nucl. Instr. Methods Phys. Res. Sect. A* **505**, 718 (2003).
- [155] D. Reschke, R. Bandelmann, et al., *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **13**, 71001 (2010).
- [156] J. Graber, C. Crawford, et al., in *Proc. of the 6th Workshop on RF Superconductivity, Newport News, Virginia, 1993*, bearbeitet von R. M. Sundelin (JP Scientific, Nantwich, 1993), S. 776.
- [157] M. T. Duffy, C. C. Wang, et al., *J. Electrochem. Soc.* **116**, 234 (1969).
- [158] T. Higuchi, T. Suzuki, et al., in *Proc. of the 7th Workshop on RF Superconductivity, Gif Sur Yvette, 1995* (JP Scientific Ltd., Nantwich, 1995), S. 723–727.
- [159] G. Issarovitch, D. Proch, et al., in *Proc. of the 11th Workshop on RF Superconductivity, Lubeck, 2003* (JP Scientific Ltd., Nantwich, 2003), S. 482–485.
- [160] C. Cooper, J. Brandt, et al., in *Proc. of the 14th Workshop on RF Superconductivity, Berlin, 2009*, bearbeitet von M. Abo-Bakr, B. Kuske, et al. (HZB, Berlin, 2009), S. 806–810.
- [161] A. D. Palczewski, C. A. Cooper, et al., in *Proc. of the 16th Workshop on RF Superconductivity, Paris, 2013*, bearbeitet von C. Antoine, S. Bousson, and G. Martinet (JACoW, Geneva, 2013), S. 395–400.

- [162] A. Navitski, *High Gradient Cavities for the ILC* (Vortrag 117th ILC general project meeting, DESY, Hamburg, 2014).
- [163] M. Chhowalla, C. Ducati, et al., *Appl. Phys. Lett.* **79**, 2079 (2001).
- [164] P. Niedermann, N. Sankarraman, et al., *J. Appl. Phys.* **59**, 892 (1986).
- [165] G. Ciovati, *Appl. Phys. Lett.* **89**, (2006).
- [166] A. Dacca, G. Gemme, et al., *Part. Accel.* **60**, 103 (1998).
- [167] A. Daccà, G. Gemme, et al., *Appl. Surf. Sci.* **126**, 219 (1998).
- [168] M. Delheusy, a. Stierle, et al., *Appl. Phys. Lett.* **92**, 9 (2008).
- [169] Q. Ma, P. Ryan, et al., *J. Appl. Phys.* **96**, 7675 (2004).
- [170] G. Furse, *Field Emission in Vacuum Microelectronics* (Luwer Academic, Boston, 2005).
- [171] B. Bornmann, S. Mingels, et al., *Rev. Sci. Instrum.* **83**, (2012).
- [172] T. Ito, T. Tashiro, et al., *J. Phys. Chem.* **95**, 4476 (1991).
- [173] M. Paulis, M. Martín, et al., *Applied Catalysis A: General* **180**, 411 (1999).
- [174] A. T. Wu, S. Jin, et al., *Proc. of the 2nd Intern. Part. Accel. Conf., San Sebastian, 2011* 355 (2011).
- [175] H. Martens, H. Diepers, & R. K. Sun, *Phys. Lett. A* **34**, 439 (1971).
- [176] H. Pfister, *Cryogenics (Guildf.)* **16**, 17 (1976).
- [177] J. E. J. Boggio, *J. Chem. Phys.* **70**, 5054 (1979).
- [178] P. Keil, D. Lützenkirchen-Hecht, & R. Frahm, in *13th Int. Conf. X-Ray Absorpt. Fine Struct.*, bearbeitet von B. Hedman and P. Pianetta (American Institute of Physics, Stanford, California (USA), 2007), S. 490–492.
- [179] D. Sertore, P. Michelato, et al., in *Proc. of the 2005 Part. Accel. Conf., Knoxville, Tennessee, 2005*, bearbeitet von C. Horak (IEEE, New York, 2005), S. 671.
- [180] S. H. Kong, J. Kinross-Wright, et al., *J. Appl. Phys.* **77**, 6031 (1995).
- [181] Z. Yusof, E. Wisniewski, & L. Spentzouris, in *Proc. of the 3rd Int. Part. Accel. Conf., New Orleans, Louisiana, 2012*, bearbeitet von F. Zimmermann and C. Eyberger (IEEE, New York, 2012), S. 1569.
- [182] E. Wang, T. Rao, & I. Ben-Zvi, *Phys. Rev. Spec. Top. - Accel. Beams* **17**, 023402 (2014).
- [183] A. di Bona, F. Sabary, et al., *J. Appl. Phys.* **80**, 3024 (1996).

- [184] B. Brox & I. Olefjord, Surf. and Interf. Analysis **13**, 3 (1988).
- [185] M. Kröger, S. Hamwi, et al., Appl. Phys. Lett. **95**, 11 (2009).
- [186] NIST Standard Reference Database 71, <http://www.nist.gov/srd/nist71.cfm>, abgerufen am 14.08.2015.

Abbildungsverzeichnis

- Abbildung 2-1: Darstellung einer Elektronwellenfunktion mit der Energie $W = E_F$ für einen Tunnelprozess durch das Oberflächenpotential V_{eff} (grau), das aus Überlagerung von elektrischem Potential (grün) und Spiegelladung (rot) entsteht.7
- Abbildung 2-2: a) Schematische Darstellung der Verdichtung von Äquipotentiallinien an der runden Spitze eines Zylinders und b) verschiedene Formen kegelförmige Emitter mit unterschiedlichen Öffnungswinkeln Θ [15].9
- Abbildung 2-3: Äquipotentiallinien für eine Überlagerung zweier Mikrostrukturen, deren Höhe sich um den Faktor 10 unterscheiden.....10
- Abbildung 2-4: Banddiagramm einer MIV-Mikrostruktur ohne äußeres elektrisches Feld (a), während der Injektion von Elektronen in den Isolator bei „kleinen“ Feldern (b) und während der Emission von beschleunigten, „heißen“ Elektronen durch die Vakuumbarriere (c) [50].11
- Abbildung 2-5: Äquipotentiallinien für eine MIV-Mikrostruktur mit Höhe h_s und Krümmung r_s (a), die durch Bildung eines Leitungschanals (LK) in einer isolierenden Oxidschicht (IOS, Dicke d_{ox}) mit Höhe h_c und Krümmung r_c an der Spitze aktiviert wird. (b).14
- Abbildung 2-6: Äquipotentiallinien für eine MIM-Mikrostruktur (metallisches Partikel) mit Höhe h_p und Krümmung r_p (a), welche durch Bildung eines Leitungschanals (LK) in einer isolierenden Oxidschicht (IOS, Dicke d_{ox}) aktiviert wird (b).15
- Abbildung 2-7: Schematische Darstellung des durch ein Adsorbatatom im Abstand d zur Oberfläche veränderten Potentialverlauf aus Abbildung 2-1 (nach [68]).18
- Abbildung 2-8: Schematischer Verlauf der abgeschätzten Verteilungsfunktion des Aktivierungsfeldüberhöhungsfaktor $\beta^{\text{act}} \geq 1$ für Oberflächendefekte sowie für Partikel. Die gleichgewichtete Gesamtverteilung $N(\beta^{\text{act}})$ kann durch eine Exponentialverteilung angenähert werden.22
- Abbildung 2-9: Abhängigkeit der Emitteranzahldichte N vom Aktivierungsfeldüberhöhungsfaktor β^{act} (a) und der Aktivierungsfeldstärke E_{act} (b) für verschiedene Werte des Parameters c_s des statistischen Modells und für $N_{\text{tot}} = 50 \text{ cm}^{-2}$ und $E_{\text{lim}} = 400 \text{ MV m}^{-1}$23
- Abbildung 3-1: Typische Geometrie eines einzelligen supraleitenden Resonators mit elektrischen und magnetischen Feldlinien [94](a) sowie die Stärke des elektrischen Feldes (E_w , rot) und der magnetischen Flussdichte (B_w , grün) auf der Resonatoroberfläche einer EXFEL-Struktur mit einer Form wie in (a) in Abhängigkeit von der Strahlachse z normiert auf $E_{\text{acc}} = 1 \text{ MV m}^{-1}$ (b, berechnet mit SUPERFISH [95], $x=0$ am Äquator).26
- Abbildung 3-2: Berechnete Trajektorien feldemittierter Elektronen mit zwei leicht unterschiedlichen Emissionsorten. Der Emissionsort in der oberen Simulation liegt näher an der Iris [109].28
- Abbildung 3-3: Zellgeometrie der CLIC-Beschleunigungsstruktur mit einem Irisdurchmesser $r_{\text{Iris}} = 2,35 - 3,15 \text{ mm}$ (a) und vollständige Beschleunigungsstruktur aus 26 Zellen (b) [2].29

- Abbildung 3-4: Klassisches Breakdown-Modell: Der EFE-Strom eines Feldemitters (a) erwärmt diesen (b), wodurch Material von seiner Spitze verdampft (c). Der Elektronenfluss zündet ein Plasma (d) und zerstört den Emitter, sodass ein Krater entsteht (e), der neue EFF verursachen kann (f) [114]. 30
- Abbildung 3-5: Querschnitt der Iris einer durch Spannungsdurchschlägen beschädigten CLIC-Beschleunigungsstrukturen mit ursprünglicher Form (a, gestrichelte Linie) [92]. Der Verlauf einer typischen Konditionierung solcher Strukturen erfolgt durch schrittweise Erhöhung des Gradienten E_{acc} (rot) sowie der Pulsdauer (50 – 250 ms, oben) bei Messung der Anzahl der Spannungsdurchschläge (grün, ≤ 12000), des Dunkelstroms (schwarz, $< 1,2$ mA) sowie der Spannungsdurchschlagsrate (blau, $\sim 10^{-5}$ BDs (Puls \times m)¹) über 1800 h (b) [115]. 31
- Abbildung 3-6: Schematische Darstellung der supraleitenden Elektroneninjektorkavität des bERLINPro (HOM: Moden höherer Ordnung) [4]..... 32
- Abbildung 3-7: Abbildung des Dunkelstroms eines supraleitenden Injektors auf einen YAG-Bildschirm. Die hellen Ringe entsprechen parasitärer EFE vom Kathodenrand und der helle Punkt in der Mitte dem Photostrom [119]..... 32
- Abbildung 4-1: Typische Nb-Probe mit angeschweißtem Haltestempel mit Teflon-Schutzkappe (a) sowie Fixierung der Schutzkappe zwischen zwei Al-Platten während des Transports (b). 33
- Abbildung 4-2: Schematische Darstellung des Diamantdrehens (a, DT) [122] und (b) Rasterelektronenmikroskopaufnahme einer mit DT bearbeiteten Kupferoberfläche einer CLIC-Beschleunigungsstruktur (b) [123]. 35
- Abbildung 4-3: Schematische Darstellung des Trommelpolierens einer mit Poliermittel gefüllten Kavität (orange) um zwei Achsen mit Gegengewicht (a) [125] sowie ein durch Überlagerung von Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektroskopie dargestellter Al_2O_3 -Einschluss in einer trommelpolierten Nb-Oberfläche (b) [126]. 36
- Abbildung 4-4: Rasterkraftmikroskopaufnahme einer Nb-Oberfläche nach einer gepufferte chemische Politur für 90 Minuten (a, $A_{profil} = 50 \times 50 \mu m^2$, z-Skala: 6 $\mu m/div$) und einer Elektropolitur für 30 Minuten (b, $A_{profil} = 100 \times 100 \mu m^2$, z-Skala: 3 $\mu m/div$) [133]. ... 37
- Abbildung 4-5: Hochdruckwasserspülanlage am DESY mit zwei entgegengesetzten Düsen, sowie einer rotierenden Platte, auf der die Proben installiert werden [138]. 39
- Abbildung 4-6: CO_2 -Schneestrahlergerät (SJ-10) mit Bedienfeld (i), den angeschlossenen Versorgungsleitungen für CO_2 (ii) und N_2 (iii), sowie der Strahlpistole mit austauschbaren Düsen (v). Die Reinigung findet vor einem Reinstluftmodul in staubfreien Umgebung (vi, Reinraumklasse ISO2) statt. 41
- Abbildung 4-7: DIC einer Mo-Probe (i, $\varnothing = 10$ mm), die auf einer Al-Platte (ii) fixiert wurde. Die kreisrunde Düse (iii) erzeugt einen sichtbaren Trockeneistrahler (iv), der die Oberfläche reinigt. Die Erdung der Probe über die Platte (v) verhindert eine Oxidation. 42

- Abbildung 4-8: Schematische Darstellung der Komponenten des Feldemissionsrastermikroskop (a; SEV: Sekundärelektronenvervielfacher) und Foto einer im FERM installierten Cu-Probe unterhalb einer W-Anode (b).....44
- Abbildung 4-9: Simulation des Einflusses einer Anodenverkipfung ($d_{Anode} = 300 \mu\text{m}$) um 5° relative zur Probe für einen Anoden-Proben-Abstand von $50 \mu\text{m}$ (a). Das elektrische Feld auf der Oberfläche wird um bis zu 25% erhöht bzw. verkleinert (b). Die gestrichelten Linien geben die Anodenposition im parallelen Fall an.46
- Abbildung 4-10: Geregelte Anodenspannung für $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ in Abhängigkeit einer z-Verschiebung der Probe in Richtung Anode zur Eichung des Proben-Anoden-Abstandes für $\Delta z = 73,9822 \mu\text{m}$47
- Abbildung 4-11: Das Feldemissionsrastermikroskop (links) mit Reinstluftmodul (rechts) über der Hauptschleuse des FERM.48
- Abbildung 4-12: Messkopf des optischen Profilometers (i) sowie des Rasterkraftmikroskop (ii) und einem Schichtdickensensor (iii) über einem Rastertisch (iv) mit Proben (a). Der Rastertisch ist auf einer Granitplatte (v) mit hydraulischer Dämpfung (vi) vor einem Reinstluftmodul (vii) montiert (b).....51
- Abbildung 4-13: Schematische Darstellung des Messprinzip des optischen Profilometers [151].51
- Abbildung 4-14: Aufnahme des optischen Profilometers einer Probe mit zwei Markierungen zur Relokalisierung von Messstellen (a) sowie Beispiel für eine Unterschreitung der Relokalisierungsgenauigkeit durch zu starke Verschmutzung der Oberfläche (b, REM).54
- Abbildung 5-1: OP-Aufnahme einer vollständigen Nb-Probenoberfläche nach $20 \mu\text{m}$ chemischer und $116 \mu\text{m}$ Elektropolitur mit Markierungen (grüner Pfeil) in einem Messbereich von $A_{Profil} = 26 \times 26 \text{ mm}^2$ und einer lateralen Auflösung von $13 \mu\text{m}$ (a). Je zwei Profilschnitte für alle vier Proben wie in (a) angedeutet zeigen die makroskopische Glattheit der Oberflächen (b).59
- Abbildung 5-2: Typische Topographische Aufnahmen mit dem optischen Profilometer ($A_{Profil} = 1 \times 1 \text{ mm}^2$, Auflösung $2 \mu\text{m}$) aller chemisch und elektropolierten Proben mit $\rho^{pol} = 5,80$ (a, e), $\rho^{pol} = 2,40$ (b, f), $\rho^{pol} = 0,73$ (c, g) und $\rho^{pol} = 0,15$ (d, h) vor (a-d) und nach der finalen Elektropolitur (e-h).60
- Abbildung 5-3: Feldkarten der Messung mit erstem stabilen Emitter (links) und bei $E_{act} = 200 \text{ MV m}^{-1}$ (rechts) für die chemisch und elektropolierten Proben mit $\rho^{pol} = 5,80$ (a, b), $\rho^{pol} = 2,40$ (c, d), $\rho^{pol} = 0,73$ (e, f) und $\rho^{pol} = 0,15$ (g, h).....62
- Abbildung 5-4: Die ermittelte Emitteranzahldichte $N(E_{act})$ in Abhängigkeit des Aktivierungsfeldes aller untersuchten Proben (a) sowie das arithmetische Mittel aller vier Proben (b) aufgetragen gemäß Gleichung (2.29) mit linearen Fits (gestrichelte Linien) und den Spitzenfeldern des EXFEL ($E_{peak} = 46,7 \text{ MV m}^{-1}$) und ILC ($E_{peak} = 70 \text{ MV m}^{-1}$).63
- Abbildung 5-5: FN-Plot und REM-Bild von vier Emittern nach einer SK bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ (a und b) bzw. bis $I_{FE} = 1 \mu\text{A}$ (c und d).....65

- Abbildung 5-6: FN-Plot bis $I_{FE} = 1 \mu A$ (a) und $I(t)$ -Verlauf für $E = 179,5 MV m^{-1}$ (b). REM-Übersichts- (c) und Detailaufnahme in der grünen Fläche (d) zeigen einen typischen Kratzeremitter..... 66
- Abbildung 5-7: Nach der Stromkonditionierung (SK) bis $I_{FE} = 1 nA$ bzw. $I_{FE} = 1 \mu A$ mit und ohne Stabilitätsmessung erhaltene Einsatzfeldstärken $E_{on,E}$ aufgetragen gegen vor der SK erhaltenen Werte $E_{on,A}$. Die blau gestrichelte Linie entspricht $E_{on,E} = E_{on,A}$ 67
- Abbildung 5-8: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktoren β vor und nach der Stromkonditionierung bis $I_{FE} = 1 nA$ (a) sowie $I_{FE} = 1 \mu A$ ohne (b) bzw. mit Stabilitätsmessung (c). 68
- Abbildung 5-9: Foto [162] (a) und schematische Darstellung einer Coupon-Kavität mit markierten Stellen (rote Punkte) für Proben (Coupons) [126] (b). 70
- Abbildung 5-10: Übersichtsaufnahme mit dem Optischen Profilometer der trommelpolierten Probe mit $A_{Profil} = 8,6 \times 8,6 mm^2$ sowie einer lateralen Auflösung von $\sim 17 \mu m$ (a) und Linienprofile vor und nach der abschließenden chemischen Politur mit einer lateralen Auflösung von $2 \mu m$ (b, Profillänge: 1,4 mm). 71
- Abbildung 5-11: Hochauflösende OP-Aufnahmen ($A_{Profil} = 1 \times 1 mm^2$, lat. Auflösung $2 \mu m$) eines muldenartigen Oberflächendefektes vor (a) und nach einer finalen chemischen Politur mit $d_{pol} = 20 \mu m$ (b). 72
- Abbildung 5-12: Feldkarten der trommelpolierten Probe bei verschiedenen Feldstärken in einer Fläche von $3 \times 3 mm^2$ vor (a-c) und nach (d-f) einer BCP mit $d_{pol} = 20 \mu m$ 73
- Abbildung 5-13: $N(E_{act})$ der Trommelpolierten Proben wie in Abbildung 5-4 vor und nach der finalen chemischen Politur mit linearen Fits (gestrichelte Linie). Zum Vergleich ist die Ausgleichsgerade aus Abbildung 5-4b eingezeichnet (blau gestrichelt). 74
- Abbildung 5-14: REM-Aufnahmen typischer Emitter auf der trommelpolierten Oberfläche vor (a, Al_2O_3 -Einschluss) und nach (c) einer zusätzlichen BCP mit entsprechendem Emissionsverhalten (FN-Plots, b und d). Für FN-Parameter siehe Text. 75
- Abbildung 5-15: Histogramm der Einsatzfeldstärken E_{on} (a, Intervalllänge: $\Delta E_{on} = 10 MV m^{-1}$) sowie die emittierende Fläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktor β (b) aller untersuchten Emitter vor (CBP) und nach (CBP & $20 \mu m$ BCP) der finalen chemischen Politur. 76
- Abbildung 5-16: Temperaturprofil einer Heizbehandlung bei $T_{HB} = 400^\circ C$ mit linearen Aufwärmrampe (I.) über $t_{rise} = 1 h$, Heizphase (II) über $t_{HB} = 2 h$ und natürlicher Abkühlung (III). 79
- Abbildung 5-17: Übersichtsaufnahme (a, OP, $25 \mu m$ laterale Auflösung) einer großkristallinen Probe, sowie hochauflösende Aufnahme des Korngrenzenknotenpunktes in der Mitte der Probe mit dem OP (b, $2 \mu m$ laterale Auflösung) sowie dem AFM (c, 3D-Profil, $100 nm$ laterale Auflösung). 81
- Abbildung 5-18: Feldkarten bei $E_{act} = 160 MV m^{-1}$ der gleichen Fläche ($1 \times 1 cm^2$) einer großkristallinen Probe mit Kristallgrenzen (weiße Linien) ohne Heizbehandlung (a)

sowie nach der HB122 (b), HB150 (c), HB175 (d), HB200 (e), HB250 (f), HB325 (g) und HB400 (h).....	83
Abbildung 5-19: Über alle Proben gemittelter Verlauf von $N(E_{act})$ aufgetragen gemäß dem statistischen Modell mit Ausgleichsgeraden für Oberflächen vor sowie nach ausgewählten Heizbehandlungen.....	84
Abbildung 5-20: Emitteranzahldichte $N(d_{ox})$ für konstante E_{act} linear aufgetragen gegen C_{ox} (a , $E_{act} = 160 \text{ MV m}^{-1}$) sowie halblogarithmisch aufgetragen gegen die Oxidschichtdicken d_{ox} (b , $E_{act} = 100 \text{ MV m}^{-1}$ und $E_{act} = 160 \text{ MV m}^{-1}$).....	86
Abbildung 5-21: FN-Plots nach verschiedenen Heizbehandlungen (a) sowie REM-Aufnahme eines Kratzeremitters (b). Die EFE-Parameter sind in Tabelle 5-7 zusammengefasst....	87
Abbildung 5-22: Instabile FN-Plot (a) sowie REM-Aufnahme eines zerstörten Al-Partikels (b) nach verschiedenen HB. Die EFE-Parameter sind in Tabelle 5-8 zusammengefasst.....	88
Abbildung 5-23: Histogramm der Einsatzfeldstärken E_{on} (Intervalllänge: $\Delta E_{on} = 10 \text{ MV m}^{-1}$) bestimmt anhand der lokalen Messungen für rein feldaktivierte Emitter sowie bei $122^\circ\text{C} \leq T_{HB} \leq 325^\circ\text{C}$ und bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ aktivierte Emitter.....	89
Abbildung 5-24: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktoren β für die untersuchten Emitter auf den geheizten Oberflächen für HB bis $T_{HB} \leq 175^\circ\text{C}$ (a) und ab $T_{HB} \geq 200^\circ\text{C}$ (b).....	90
Abbildung 5-25: REM-Aufnahme einer bei einer Spannung von $U_A = 25 \text{ V}$ in H_2SO_4 (10%) anodisierten Nb-Oberfläche mit kreisförmigen Strukturen.....	91
Abbildung 5-26: Feldkarten der künstlich oxidierten einkristallinen Nb-Oberfläche nach N_2 -Reinigung (a-c) sowie nach DIC (d-f).....	93
Abbildung 5-27: $N(E_{act})$ der thermisch oxidierten, einkristallinen Nb-Oberfläche nach N_2 sowie DIC-Reinigung mit Ausgleichsgerade. Zum Vergleich ist der Verlauf der auf einkristallinem Nb nach EP, BCP und DIC erhaltenen Ergebnisse eingezeichnet (Kapitel 5.1).....	94
Abbildung 5-28: Feldkarten bei $E_{act} = 225 \text{ MV m}^{-1}$ der N_2 -gereinigten (a) und DIC-gereinigten (b) oxidierten Nb-Oberfläche nach einer Heizbehandlung bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$	95
Abbildung 5-29: REM-Aufnahmen eines emittierenden Oberflächendefektes (a) sowie eines geschmolzenen Emitters (b) mit zugehörigen FN-Plots (b und d, FN-Parameter siehe Text).....	96
Abbildung 5-30: Histogramm der Einsatzfeldstärken (a, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 10 \text{ MV m}^{-1}$) sowie Korrelation zwischen der emittierenden Fläche S und dem Feldüberhöhungsfaktor β (b, für $\varphi = 4,0 \text{ eV}$) für die N_2 - und DIC-gereinigten, oxidierte Oberfläche.....	97
Abbildung 5-31: Emitteranzahldichte $N_{cav}(z)$ auf der Oberfläche einer 9-zelligen EXFEL-Kavität bei $E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1}$ nach DIC. Die gestrichelte Linie zeigt die Kavitätenform.....	98

Abbildung 6-1: Topographie (a) und Intensität des rückgestreuten Lichtes (b) einer diamantpolierten und geätzten Probe gemessen mit dem optischen Profilometer ($A_{\text{profil}} = 12,4 \times 12,4 \text{ mm}^2$, $12 \text{ }\mu\text{m}$ Auflösung).....	103
Abbildung 6-2: OP-Aufnahme ($A_{\text{profil}} = 5 \times 5 \text{ mm}^2$) in der Mitte zwei diamantpolierten und chemisch geätzten Cu-Oberfläche mit geringer (a) sowie hoher Dichte (b) an Ätzgruben.....	104
Abbildung 6-3: Ausschnitt aus Abbildung 6-2a mit 6 Ätzgruben (a) sowie die Querprofile typischer Oberflächendefekte (b).....	104
Abbildung 6-4: Topographieaufnahme mit dem OP ($A_{\text{profil}} = 5 \times 5 \text{ mm}^2$) in der Mitte der rein mechanisch polierten Cu-Oberfläche (a) sowie Intensitätsbild des rückgestreuten Lichts der gleichen Fläche (b) mit einer lateralen Auflösung von $2 \text{ }\mu\text{m}$	105
Abbildung 6-5: AFM-Aufnahme ($A_{\text{profil}} = 97 \times 97 \text{ }\mu\text{m}^2$) eines der in Abbildung 6-4a erkennbaren Grate mit einer Auflösung von $\sim 10 \text{ nm}$ (a) sowie Längs- bzw. Querprofil dieses Grates (b).	105
Abbildung 6-6: Typische Feldkarten auf diamantpolierten und geätzten Oberflächen ohne (a und b) sowie nach DIC-Reinigung (c und d) in einer Fläche von $5 \times 5 \text{ mm}^2$	107
Abbildung 6-7: Feldkarten einer weiteren diamantpolierten, chemisch geätzten Probe nach DIC mit ersten aktiviertem Emitter bei $E_{\text{act}} = 60 \text{ MV m}^{-1}$ (a) und 23 Emitttern bei $E_{\text{act}} = 210 \text{ MV m}^{-1}$	108
Abbildung 6-8: Feldkarten der diamantpolierten Oberflächen vor (a und b) und nach DIC-Reinigung (c und d) in einer Fläche von $5 \times 5 \text{ mm}^2$	108
Abbildung 6-9: Emitteranzahldichte N in Abhängigkeit der Aktivierungsfeldstärke E_{act} aufgetragen gemäß Gleichung (2.29) der diamantpolierten Proben vor (mit zusätzlicher N_2 -Reinigung) und nach abschließenden Ätzen mit linearen Fits (gestrichelte Linien) und elektrischem Spitzenfeld $E_{\text{peak}} = 243 \text{ MV m}^{-1}$ für CLIC.....	110
Abbildung 6-10: Emitteranzahldichte N in Abhängigkeit der Aktivierungsfeldstärke E_{act} der diamantpolierten Probe vor und nach DIC sowie der geätzten Oberflächen (Proben #1-#4) nach DIC aufgetragen wie in Abbildung 6-9 (a), sowie $N(E_{\text{act}})$ der diamantpolierten und geätzten Oberflächen #5 und #6 nach DIC und Vergleich mit den Proben #1-#4 (b).	111
Abbildung 6-11: REM-Aufnahme (a) eines typischen Partikelemitters aus Si, S und Cl mit stabiler EFE (b, $\beta = 62$, $S = 4 \text{ }\mu\text{m}^2$, $E_{\text{on}} = 49 \text{ MV m}^{-1}$).	113
Abbildung 6-12: REM-Aufnahme (a) eines typischen Kratzeremitters mit stabiler EFE (b, $\beta = 18$, $S = 5,3 \times 10^{-3} \text{ }\mu\text{m}^2$, $E_{\text{on}} = 222 \text{ MV m}^{-1}$).	114
Abbildung 6-13: REM-Aufnahme (a) eines emittierenden Ätzgrube mit instabiler EFE (b, $\beta = 28$, $S = 9,2 \times 10^{-3} \text{ }\mu\text{m}^2$, $E_{\text{on}} = 109 \text{ MV m}^{-1}$).	114
Abbildung 6-14: REM-Aufnahme (a) einer Emissionsstelle auf der diamantpolierten Oberfläche, deren EFE Instabilitäten im FN-Plot aufwies (b, $\beta = 24-90$, $S = 1,2 \times 10^{-8} - 9,2 \text{ }\mu\text{m}^2$, $E_{\text{on}} = 115 \text{ MV m}^{-1}$).	115

- Abbildung 6-15: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktor β aller bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ untersuchten Emitter unterteilt in Partikel, Oberflächendefekt sowie Emitter unbekanntem Ursprungs von Oberflächen ohne (a) bzw. mit DIC (b).116
- Abbildung 6-16: Histogramme der Einsatzfeldstärken $E_{on}(1 \text{ nA})$ (a & b, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 20 \text{ MV m}^{-1}$) und der bestimmten Feldreduktionsfaktoren ρ (c & d, Intervalllänge $\Delta \rho = 0,5$) auf den diamantpoliert und geätzten Proben ohne (a & c) bzw. nach DIC (b & d).117
- Abbildung 6-17: REM-Aufnahme (a) einer Emissionsstelle, die während eines EFE-Scans einen Spannungsdurchschlag zeigte und anschließend starke EFE zeigte (b, $\beta = 24 - 79$, $S = 1,9 \times 10^{-5} - 5,2 \times 10^{10} \mu\text{m}^2$ sowie $E_{on} = 71,1 \text{ MV m}^{-1}$).118
- Abbildung 7-1: Feldkarten bei $E_{act} = 180 \text{ MV m}^{-1}$ der vollständigen Oberfläche ($10 \times 10 \text{ mm}^2$) der einkristallinen Mo-Probe nach DIC und vor (a) sowie nach Heizbehandlungen bei 100°C (b), 200°C (c), 300°C (d), 400°C (e) und 600°C121
- Abbildung 7-2: REM-Übersichtsaufnahme des Randes der einkristallinen Probe (a). Die höherauflösende Aufnahme (b) zeigt deutlich eine erhöhte Rauheit.122
- Abbildung 7-3: Feldkarten bis $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$ der nachpolierten einkristallinen Mo-Probe nach DIC und Heizbehandlungen bei $T_{HB} = 500^\circ\text{C}$ (a) und $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ (b) und die dreimal DIC-gereinigte polykristalline Mo-Probe nach einer Heizbehandlungen bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ (c).123
- Abbildung 7-4: Feldkarten der gesamten polykristallinen Probe bei $E_{act} = 50 \text{ MV m}^{-1}$ nach der schnellen Belüftung der Präparationskammer mit O_2 (a) und einer anschließenden Heizbehandlung bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$124
- Abbildung 7-5: Feldkarten der polykristallinen Mo-Probe bis $E_{act} = 100 \text{ MV m}^{-1}$ nach einer Heizbehandlung bei $T_{HB} = 600^\circ\text{C}$ sowie nach schrittweiser Reoxidation mit O_2 : $p = 1 \text{ bar}$ bei Raumtemperatur (b) und $p = 1 \text{ Pa}$ bei $T_{HB} = 400^\circ\text{C}$ (c).125
- Abbildung 7-6: REM-Aufnahmen (a, c, e) sowie FN-Plots (b, d, f) typischer durch Heizbehandlungen aktivierte Flächen- (a, c) und Randemitter (e). Für die FN-Parameter siehe Text.127
- Abbildung 7-7: Emissionsfläche S aufgetragen gegen den Feldüberhöhungsfaktor β aller bis $I_{FE} = 1 \text{ nA}$ untersuchten Emitter auf der einkristallinen Probe vor (a) sowie nach der Nachpolitur (b).128
- Abbildung 7-8: Histogramm der Einsatzfeldstärken E_{on} der untersuchten Emitter auf der einkristallinen Probe vor (a, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 30 \text{ MV m}^{-1}$) sowie nach Nachpolitur (b, Intervalllänge $\Delta E_{on} = 10 \text{ MV m}^{-1}$).128
- Abbildung 7-9: REM-Bild (a) und EDS-Spektrum (b) eines nicht-emittierenden Partikels, das nach der schnellen Belüftung der FERM-Präparationskammer auf der Probenoberfläche auftrat.129
- Abbildung 7-10: Röntgenphotoelektronenspektrum der Mo 3d-Linie des natürlichen Mo-Oxids mit Entfaltung der einzelnen Beiträge durch die verschiedenen Mo-Oxide.130

Abbildung 7-11: Röntgenphotoelektronenspektren der Mo 3d-Linie des natürlichen Mo-Oxids wie in Abbildung 7-11 nach einer HB bei 100°C (a), 300°C (b), 400°C (c) und 600°C (d). 131

Tabellenverzeichnis

Tabelle 5-1: Übersicht der Politur mit variiertem Politurverhältnisse ρ_{pol} der verwendeten einkristallinen Nb-Proben. 58

Tabelle 5-2: Mit Hilfe der Topographiebildern aus Abbildung 5-2 bestimmten Rauheitswerte R_a und R_q vor bzw. nach der finalen EP..... 61

Tabelle 5-3: Fitparameter A und B gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden aus Abbildung 5-4. 64

Tabelle 5-4: Solltemperatur T_{HB} , Heizdauer t_{HB} und Aufwärmzeit t_{rise} aller verwendeten Heizbehandlungen sowie berechnete relative Menge C_{ox} an freigesetzten Sauerstoffatomen und aus [164] interpolierte Oxidschichtdicken d_{ox} 80

Tabelle 5-5: Fitparameter A und B des statistischen Modells gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden für $N(E_{act})$ aller durchgeführten Heizbehandlungen (HB). 84

Tabelle 5-6: Y-Achsenabschnitt A_{ox} und Steigung B_{ox} sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden für $N(d_{ox})$ wie in Abbildung 5-20 für alle angewandten E_{act} 86

Tabelle 5-7: Gemessene Einsatzfeldstärken E_{on} , Feldüberhöhungsfaktoren β und Emissionsflächen S des Emitters aus Abbildung 5-21 nach allen Heizbehandlungen... 87

Tabelle 5-8: Gemessene Einsatzfeldstärken E_{on} , Feldüberhöhungsfaktoren β und Emissionsflächen S des Emitters aus Abbildung 5-22 nach allen Heizbehandlungen.. 88

Tabelle 5-9: Fitparameter A und B gemäß Gleichung (2.31) des statistischen Modells sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden aus Abbildung 5-27..... 94

Tabelle 5-10: Zusammenfassung der berechneten Gesamtanzahl aktiver Emitter einer vollständigen EXFEL-Kavität bei $E_{acc} = 23,6 \text{ MV m}^{-1}$ (Z_{EXFEL}) bzw. $E_{acc} = 35 \text{ MV m}^{-1}$ (Z_{ILC}) aller untersuchten Probenpräparationen. 100

Tabelle 6-1: Fitparameter A und B gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden in Abbildung 6-9, und skalierte Emitteranzahldichten N^{CLIC} für $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$ 110

Tabelle 6-2: Fitparameter A und B gemäß (2.31) sowie Korrelationskoeffizienten R der Ausgleichsgeraden in Abbildung 6-10a und b, und skalierte Emitteranzahldichten N^{CLIC} für $E_{peak} = 243 \text{ MV m}^{-1}$ 112

Tabelle 7-1: Wichtungsfaktor f für die Oxidkomponenten MoO_3 und MoO_2 sowie die mit Gleichung (7.1) berechneten d_{ox} -Werte der Gesamtoxidschicht für alle untersuchten Heizbehandlungen. 131

Danksagungen

Im Verlauf der letzten vier Jahre habe ich die wichtige Unterstützung vieler Personen erfahren, die mir geholfen hat, die vorliegende Dissertation anzufertigen, und denen ich daher an dieser Stelle danken möchte.

An erster Stelle gilt mein Dank Prof. Dr. Günter Müller, der mir die Arbeit an dem sehr interessanten und wichtigen Thema der parasitären Feldemission in Teilchenbeschleuniger ermöglicht hat. Durch seine vielfältige Unterstützung und viele angeregte sowie ausführliche Diskussion hat er maßgeblich dazu beitragen, dass ich mich während meiner Zeit in seiner Arbeitsgruppe persönlich und fachlich weiterentwickeln konnte. Darüber hinaus möchte ich mich für das in mich gesetzte Vertrauen bedanken, unsere Arbeitsgruppe auf vielen internationalen und nationalen Konferenzen, Workshops sowie Meetings vertreten zu dürfen.

Ich möchte mich auch bei meinen Kollegen Stephan Mingels, Pavel Serbun, Benjamin Bornmann, Jahangir Pouryamout, Dr. Dirk Lützenkirchen-Hecht, Vitali Porshyn, Jonas Kläs, Felix Jordan, Simon Rutkowski, Süleyman Soykarci und Zheng Ke für ihre verschiedenen Beiträge zu dieser Dissertation bedanken, sei es durch Mithilfe oder hilfreiche Diskussionen. Das stets angenehme Arbeitsklima hat die Erarbeitung meiner Ergebnisse sehr erleichtert.

Darüber hinaus möchte ich mich bei unseren Kooperationspartnern bedanken, ohne die ich nicht die überaus interessanten Proben erhalten hätte, welche ich im Rahmen dieser Arbeit untersuchen dürfte. Besonders möchte ich dabei Dr. Aliaksandr Navitski, Dr. Detlef Reschke, Axel Matheisen und Yegor Tamashevich vom DESY, Dr. Walter Wuensch, Dr. Sergio Calatroni, Dr. Tomoko Muranaka und Anders Korsbeck vom CERN, sowie Dr. Roman Barday und Prof. Dr. Jens Knobloch vom HZB danken.

Bei Prof. Dr. Ronald Frahm möchte ich mich dafür bedanken, dass er sich erneut bereit erklärt hat, ein Zweitgutachten für meine Arbeit anzufertigen.

Ein weiterer Dank gebührt Dr. R. Heiderhoff für die Möglichkeit das Rasterelektronenmikroskop des FB E zu verwenden und darüber hinaus für die Hilfsbereitschaft, dabei auftretende Probleme zu bewältigen.

Ein ganz besonderer Dank gilt natürlich meinen Eltern, Frank und Helga Lagotzky, ohne deren unbezahlbare Unterstützung in allen Lebensbereichen ein Studium der Physik bis hin zur Anfertigung einer Dissertation nur sehr schwer möglich und für mich unvorstellbar gewesen wäre.

Ein weiterer, ganz besonderer Dank gilt natürlich meiner Lebensgefährtin Carolin Bialek für ihre Liebe, Geduld und Unterstützung während der gesamten Zeit. Mit ihr war die teilweise arbeitsreiche Zeit während dieser Arbeit immer etwas Besonderes.

Abschließend möchte ich natürlich auch dem Bundesministerium für Bildung und Forschung danken, mit dessen finanziellen Unterstützung durch die Teilprojekte 05H12PX6 – „*Untersuchung und Reduktion der Elektronen-Feldemission von Oberflächen in Beschleunigungsstrukturen*“ im Verbundprojekt „*R&D Beschleuniger - Supraleitende Hochfrequenztechnik*“ und 05H15PXR1 – „*Untersuchung von N-Dotierung und Elektronen-Feldemission zur Erhöhung der Güte von Nb-Resonatoren*“ im Verbundprojekt „*R&D Beschleuniger (SRF)*“ während meiner Zeit in der Arbeitsgruppe von Prof. Müller meine Arbeit erst ermöglicht wurde, sowie der Helmholtz-Allianz „*Physics at the Terascale*“.