

Metrologie mit Synchrotronstrahlung – eine kurze Einführung

Mathias Richter*, Gerhard Ulm

Als man in den 1950er-Jahren damit begann, Synchrotronstrahlung für spektroskopische Untersuchungen zu nutzen [1], waren die Eigenschaften dieser von relativistischen Elektronen oder Positronen in Kreisbeschleunigern emittierten elektromagnetischen Strahlung im Rahmen der klassischen Elektrodynamik bereits umfassend theoretisch beschrieben [2]. Die Berechenbarkeit von Synchrotronstrahlung in Verbindung mit dem zu kurzen Wellenlängen hin weit ausgedehnten Spektrum wurde daher schon früh genutzt für die quellengestützte Radiometrie und die Kalibrierung von energiedispersiven Detektoren, Spektrometern oder Strahlungsquellen [1, 3]. Das amerikanische Metrologieinstitut NIST (*National Institute of Standards and Technology*, früher: *National Bureau of Standards*, NBS) betreibt seit den 1960er-Jahren die Beschleunigeranlage SURF (I, II, III) für die Radiometrie in den Spektralbereichen des Ultraviolett (UV), Vakuum-UV (VUV) und Extrem-UV (EUV) [4–6]. Die PTB begann entsprechende Arbeiten etwas später an einem 140-MeV-Synchrotron in Braunschweig [7] sowie am Deutschen Elektronen-Synchrotron DESY in Hamburg [8]. Durch die Entscheidung, ein geplantes eigenes Speicherringvorhaben in die Berliner Elektronen-speicherringanlage BESSY I einzubringen, gewann in der PTB die Metrologie mit Synchrotronstrahlung wesentlich an Bedeutung und Potenzial. Im März 1979 wurde ein entsprechender Rahmenvertrag unterzeichnet. Bei BESSY I betrieb die PTB ab der ersten Elektronenstrahlspeicherung im Dezember 1981 ein Radiometrielaboratorium, das kontinuierlich ausgebaut und bis zum Betriebsende von BESSY I im November 1999 in wachsendem Umfang genutzt wurde [9–11]. Neben der quellengestützten Radiometrie mit dem Speicherring als primärem Strahlungsquellennormal berechenbarer Synchrotronstrahlung [12, 13] konnte dort auch die empfangergestützte Radiometrie mit elektrisch kalibrierten Substitutionskryoradio-

metern als primäre Empfängernormale etabliert werden [14, 15] sowie die Reflektometrie als ein relatives Verfahren [16, 17]. Auch in Großbritannien [18], Japan [19, 20] und Russland [21–23] wurde Synchrotronstrahlung schon früh in der Radiometrie eingesetzt.

Die Radiometrie zählt zwar zu den ersten Anwendungen von Synchrotronstrahlung, der Schwerpunkt lag und liegt jedoch bei der Materialforschung, also der Untersuchung von Atomen, Molekülen, Oberflächen, Schichtsystemen und allgemein von harter und weicher Materie [24–27]. Dafür stehen inzwischen weltweit mehr als 60 Beschleuniger zur Verfügung [28], von der über 50 Jahre alten Anlage SURF bis hin zu den modernen Röntgenlasern FLASH, LCLS oder SACLA. Die Metrologie mit Synchrotronstrahlung wird von NIST und PTB heute weitgehend allein bearbeitet, wobei die PTB im Laufe der letzten 30

* Prof. Dr. Mathias Richter, Fachbereich „Radiometrie mit Synchrotronstrahlung“, E-Mail: mathias.richter@ptb.de

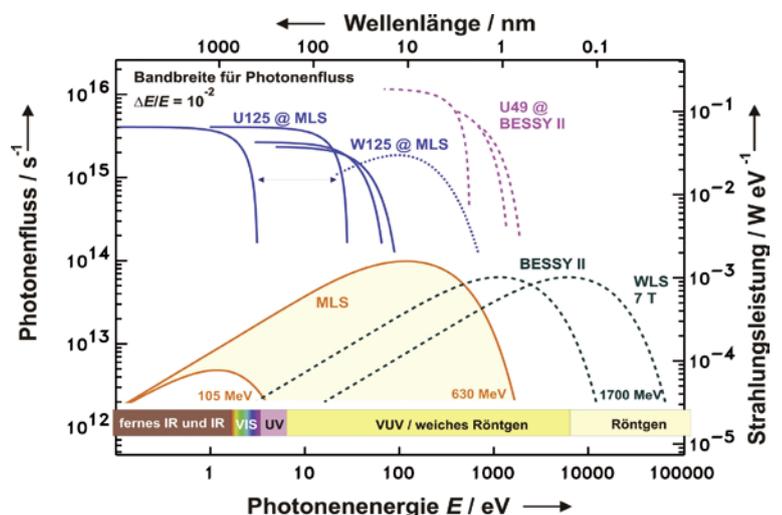


Bild 1: Berechnete Photonenfluss- bzw. spektrale Strahlungsleistungskurven für die MLS und BESSY II bei verschiedenen Energien der gespeicherten Elektronen. Die Kurven beziehen sich sowohl auf Ablenkmagnet- als auch auf Wiggler- (W125) bzw. Undulatorstrahlung (U125, U49) in verschiedenen Harmonischen.

Jahre die Führungsposition übernommen hat. Mehr als 60 PTB-Mitarbeiter(innen) nutzen derzeit in Berlin-Adlershof den Speicherring BESSY II des Helmholtz-Zentrums Berlin (HZB) [29] vor allem im EUV- und Röntgenbereich sowie die PTB-eigene und durch das HZB entwickelte und betriebene *Metrology Light Source* (MLS) [30] vom THz- bis in den EUV-Bereich für grundlegende Radiometrie und für metrologische Anwendungen in Forschung und Entwicklung [31]. Mit dem Wechsel von BESSY I zu BESSY II im Jahr 1999 und der Aufnahme des Nutzerbetriebes an der MLS im Jahr 2008 wurde dabei nicht nur der in Bild 1 dargestellte nutzbare Spektralbereich sowohl zu kurzen als auch zu langen Wellenlängen hin deutlich erweitert, sondern auch, ausgehend von der Radiometrie, neue Messtechnik für metrologisch fundierte Materialuntersuchungen aufgegriffen, wie zum Beispiel die referenzprobenfreie Röntgenfluoreszenzanalytik. Damit eröffnet sich ein sehr breites Spektrum von Anwendungen für die einzigartigen Messmöglichkeiten der PTB auf dem Gebiet der Metrologie mit Synchrotronstrahlung, zum Beispiel im Rahmen des Europäischen Metrologie-Forschungsprogramms EMRP bzw. EMPIR.

Die Abbildungen 2 und 3 sowie Tabelle 1 geben Übersichten der von der PTB in Berlin-Adlershof genutzten Laboratorien und Strahlrohre an der MLS sowie bei BESSY II inklusive der so genannten *BAMline* der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (B5). Die Berechenbarkeit von Synchrotronstrahlung erfordert eine genaue Bestimmung der Speicherringparameter [32] und wird im Rahmen der quellengestützten Radiometrie an den Weißlichtstrahlrohren M2a bzw. B3a sowie an der *BAMline* B5 für die Kalibrierung energiedispersiver Detektionssysteme genutzt. Bei BESSY II sind dies insbesondere energiedispersive Röntgendetektoren zum Beispiel für den Einsatz in der referenzprobenfreien Röntgenspektrometrie [33]. An der MLS werden im Spektralbereich von UV-, VUV- und EUV-Strahlung zum Beispiel Spektrometer und energiedispersive

Teleskopsysteme für die extraterrestrische Sonnenbeobachtung charakterisiert [34]. Auch bei den jeweils benachbarten Messplätzen M2b und B3b handelt es sich um Spektrometer für UV-, VUV- und EUV-Strahlung, deren Kalibrierung etwa im Rahmen von Dienstleistungen auf sekundäre Strahlungsquellennormale übertragen wird [35]. Die Kalibrierung allgemein von Strahlungsempfängern erfolgt dagegen über empfangergestützte Radiometrie mit Kryoradiometern als primäre Empfängernormale, mit deren Hilfe die absolute Leistung monochromatisierter Synchrotronstrahlung sehr genau gemessen werden kann [36]. Dabei lässt sich an den Monochromatorstrahlrohren M3 (EUV-Reflektometrie, EUVR) und M4 (Normal-Incidence-Monochromator, NIM) sowie B1, B2a und B5 lückenlos der gesamte Spektralbereich vom UV bis in das harte Röntgengebiet abdecken. Optimiert für hohe Stabilität und spektrale Reinheit wird an denselben Strahlrohren sowie am Strahlrohr B2b (*X-ray Pencil Beam Facility*, XPBF) auch Reflektometrie mit sehr geringen Unsicherheiten durchgeführt, eine relative Messmethode, die kein Primärnormal erfordert [37].

Quellen- und empfangergestützte Radiometrie und Reflektometrie werden eingesetzt, um im Rahmen von Dienstleistungen Strahlungsquellen und Photoempfänger/Photodetektoren zu kalibrieren sowie optische Komponenten zu charakterisieren. Die Messmöglichkeiten werden aber auch umfassend genutzt, um im Rahmen von Kooperationen mit externen Partnern aus Forschung und Industrie zum Teil sehr komplexe Messaufgaben zu bearbeiten. Neben der Charakterisierung von Raumfahrtinstrumenten [34] oder Beiträgen zur Photonendiagnostik von Röntgenlaserstrahlung [38] sind hier die umfangreichen Arbeiten zur Charakterisierung von optischen Systemen für die EUV-Lithographie von besonderer Bedeutung, die in Kooperation vor allem mit der Carl Zeiss SMT GmbH an den Strahlrohren M3 und B1 durchgeführt werden [39]. Durch den Einsatz von Streumethoden lassen sich dabei auch Rauigkeiten von Multilayer-Spiegeln sowie Nanostrukturen beispielsweise an EUV-Lithographie-Masken untersuchen [40]. Darüber hinaus wird das Strahlrohr B2a (*Four-Crystal Monochromator*, FCM) für Messungen und Experimente zur dimensionellen Nanometrologie genutzt, wo mit den Methoden der Röntgenreflektometrie [37] und der Röntgenkleinwinkelstreuung neben Schichtsystemen und nanostrukturierten Oberflächen vor allem Nanopartikel charakterisiert werden [41]. Viele dieser Arbeiten finden im Rahmen des europäischen Metrologieforschungsprogramms EMRP bzw. EMPIR statt, ebenso wie die zur Röntgenspektrometrie [33], die sich wiederum an den Strahlrohren B4b (Plan-Gitter-Monochromator, PGM), B2a und B5 und auf den Nachweis von Röntgenflu-

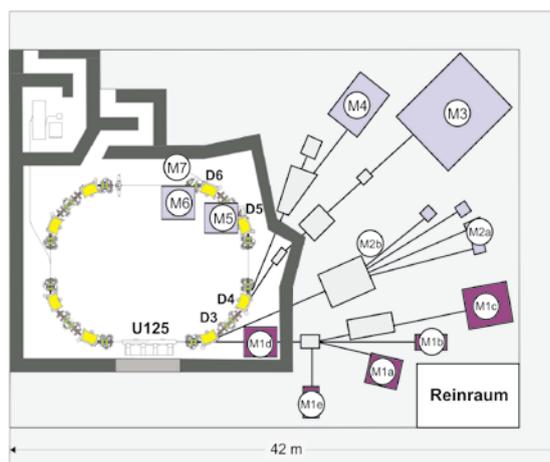


Bild 2:
Strahlrohre und
Messplätze an der
*Metrology Light
Source* (MLS).

resenz für die Materialanalytik konzentrieren. Da hierbei radiometrisch kalibrierte Instrumentierung zum Einsatz kommt, lässt sich auf die Verwendung von Referenzmaterialien weitgehend verzichten, was insbesondere bei der Quantifizierung komplexer Probensystemen von Bedeutung ist, etwa in den Bereichen Mikroelektronik, Photovoltaik oder Batterieforschung.

Ansätze, auf metrologischer Basis Materialeigenschaften zu quantifizieren, werden inzwischen auch zusammen mit externen Arbeitsgruppen insbesondere der Berliner Universitäten an der MLS verfolgt. Am Strahlrohr M1c (*Insertion Device Beamline*, IDB) geht es dabei vor allem um

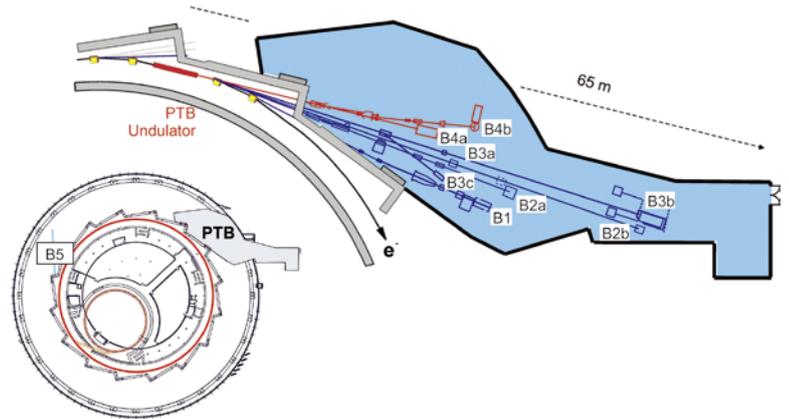


Bild 3: Strahlrohre und Messplätze im PTB-Laboratorium bei BESSY II.

Tabelle 1: Strahlrohre und Messplätze an der *Metrology Light Source* (MLS) und im PTB-Laboratorium bei BESSY II.

Strahlrohr/ Messplatz	Quelle	Monochromator	Spektralbereich	spektr. Auflösungsvermögen	Photonenfluss	Strahlgröße (hor. · vert.)	Divergenz (hor. · vert.)	
			Wellenlänge					
M1a	VUV-Bestrahlung	MLS U125	Reflexionsfilter	> 40 nm	breitbandig	10 ¹³	3 · 3	< 1 · 1
M1b	direkte Undulatorstrahlung	MLS U125						
M1c	IDB	MLS U125	NI-GI-Plangitter-cPGM	4 nm bis 400 nm	10 ³	10 ¹²	< 2 · 2 (variabel)	< 0,7 · 1,0
M1d	IR-Undulatorstrahlung	MLS U125						
M1e	90°-Undulatorstrahlung	MLS U125		500 nm bis 1500 nm	breitbandig			
M2a	Weißlichtstrahlrohr	MLS Dipol						
M2b	Quellenkalibrierung	MLS Dipol	Seya/Toroid-Gitter	7 nm bis 400 nm				
M3	EUVR	MLS Dipol	Plangitter	5 nm bis 50 nm	10 ³	10 ¹²	< 2 · 2 (variabel)	< 4 · 2 (variabel)
M4	NIM	MLS Dipol	Normal-Incidence	40 nm bis 400 nm	10 ²	10 ¹⁰ bis 10 ¹²	≤ 3 · 2	≤ 13 · 10
M5	THz	MLS Dipol	FTIR	100 µm bis 7 mm	10 ¹ bis 10 ³		1,0 · 1,0 (Fokus)	80 · 80 (kollimiert)
M6	IR	MLS Dipol	FTIR	600 nm bis 1000 µm	10 ² bis 10 ⁴	bis zu 10 ¹⁷	1,0 · 0,7 (Fokus)	50 · 30 (kollimiert)
				Photonenenergie		s ⁻¹	mm ²	mrاد ²
B1	SX700	B II Dipol	Plangitter	50 eV bis 1900 eV	10 ³ bis 10 ⁴	10 ¹¹	0,3 · 1,0	2 · 0,5
B2a	FCM	B II Dipol	Vierkristall	1750 eV bis 11 keV	10 ⁴	10 ¹¹	0,5 · 0,2	1,2 · 0,3
B2b	XPBF	B II Dipol	Channel-cut-Kristall / Multilayer	1,0 keV; 2,8 keV; 7,6 keV	10 ⁴	10 ⁶	0,1 · 0,1	0,005 · 0,005
B3a	Weißlichtstrahlrohr	B II Dipol						
B3b	Quellenkalibrierung	B II Dipol	Normal-Incidence	3 eV bis 30 eV				
B3c	EUV-Bestrahlung	B II Dipol	Transmissionsfilter	> 5 nm, breitbandig		bis zu 10 ¹⁷	> 1 · 1 (variabel)	80 · 20
B4a	direkte Undulatorstrahlung	B II U49						
B4b	PGM	B II U49	Plangitter	40 eV bis 1860 eV	10 ³ bis 10 ⁴	10 ⁸ bis 10 ¹³	0,14 · (0,015 bis 1)	0,6 · 0,4
B5	BAMline	B II WLS	Doppelkristall / Doppelmultilayer	8 keV bis 60 keV	10 ³	10 ⁷	1 · 1	0,03 · 0,03

UV/VUV-Ellipsometrie und Elektronenspektroskopie an Oberflächen und dünnen Schichten [42], am IR-Strahlrohr M6 um Mikro-Spektrometrie und um Streulicht-Nahfeldmikroskopie (s-SNOM) [43]. Die MLS ist weltweit als erster Speicherring für die Erzeugung besonders intensiver kohärenter Synchrotronstrahlung im THz-Bereich optimiert und bietet an dem dedizierten THz-Strahlrohr M5 sehr gute Möglichkeiten zur Nutzung von Strahlung in diesem Spektralbereich [44].

Das vorliegende Heft der PTB-Mitteilungen enthält den ersten Teil eines aktuellen Überblicks über die durch die PTB in Berlin-Adlershof an den Elektronenspeicherringen MLS und BESSY II durchgeführten Arbeiten. Der zweite Teil folgt im kommenden Heft. Ein Vergleich mit der letzten Gesamtdarstellung (PTB-Mitteilungen 115, Heft 3 (Sept. 2005)) zeigt, dass die Metrologie mit Synchrotronstrahlung in der PTB ein nach wie vor sehr dynamisches Arbeitsgebiet ist, mit wachsender Anwendungstiefe und Bedeutung.

Literaturverzeichnis

- [1] D. H. Tomboulion, P. L. Hartman: Phys. Rev. **102**, 1423 (1956)
- [2] J. Schwinger: Phys. Rev. **75**, 1912 (1949)
- [3] D. Lemke, D. Labs: Appl. Opt. **6**, 1043 (1967)
- [4] K. Codling, R. P. Madden: J. Appl. Phys. **36**, 380 (1965)
- [5] K. Codling: Nucl. Instr. and Meth. A **347**, 1 (1994)
- [6] U. Arp, C. W. Clark, A. P. Farrell, E. Fein, M. L. Furst, E. W. Hagley: Rev. Sci. Instrum. **73**, 1674 (2002)
- [7] H. Kaase: Optik **46**, 149 (1976)
- [8] D. Einfeld, D. Stuck, B. Wende: Metrologia **14**, 111 (1978)
- [9] M. Kühne, F. Riehle, E. Tegeler, B. Wende: Nucl. Instrum. Methods **208**, 399 (1983)
- [10] G. Ulm, B. Wende: Rev. Sci. Instrum. **66**, 2244 (1995)
- [11] M. Richter, G. Ulm: J. Electron Spectr. Relat. Phenomena **101–103**, 1013 (1999)
- [12] F. Riehle, B. Wende: Opt. Lett. **10**, 365 (1985)
- [13] F. Riehle, B. Wende: Metrologia **22**, 75 (1986)
- [14] A. Lau-Främbis, U. Kroth, H. Rabus, E. Tegeler, G. Ulm, B. Wende: Metrologia **32**, 571 (1995)
- [15] H. Rabus, V. Persch, G. Ulm: Appl. Opt. **36**, 5421 (1997)
- [16] M. Krumrey, M. Kühne, P. Müller, F. Scholze: Proc. SPIE **1547**, 136 (1991)
- [17] D. Fuchs, M. Krumrey, P. Müller, F. Scholze, G. Ulm: Rev. Sci. Instrum. **66**, 2248 (1995)
- [18] P. J. Key, T. H. Ward: Metrologia **14**, 17 (1978)
- [19] H. Suzuki: Nucl. Instr. and Meth. **228**, 201 (1984)
- [20] T. Zama, I. Saito: Metrologia **40**, 115 (2003)
- [21] E. S. Gluskin, E. M. Trakhenberg, I. G. Feldman, V. A. Kochubei: Space Sci. Instrum. **5**, 129 (1980)
- [22] A. N. Subbotin, V. V. Gaganov, A. V. Kalutsky, V. F. Pindyurin, V. P. Nazmov, A. D. Nikolenko, A. K. Krasnov: Metrologia **37**, 497 (2000)
- [23] A. N. Subbotin et al.: Nucl. Instr. and Meth. A **470**, 452 (2001)
- [24] P. J. Duke: Synchrotron Radiation: Production and Properties, Oxford University Press, Oxford (2000)
- [25] H. Wiedemann: Synchrotron Radiation, Springer, Berlin (2002)
- [26] A. Hofmann: The Physics of Synchrotron Radiation, Cambridge University Press, Cambridge (2004)
- [27] T. Möller, J. Falta (Hrsg.): Forschung mit Synchrotronstrahlung, Vieweg+Teubner, Wiesbaden (2010)
- [28] <http://www.lightsources.org/> (letzter Aufruf: 29.09.2014)
- [29] <http://www.helmholtz-berlin.de/> (letzter Aufruf: 29.09.2014)
- [30] A. Gottwald, R. Klein, R. Müller, M. Richter, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **49**, 146 (2012)
- [31] B. Beckhoff, A. Gottwald, R. Klein, M. Krumrey, R. Müller, M. Richter, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: Phys. Status Solidi B **246**, 1415 (2009)
- [32] R. Klein, R. Thornagel, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 7 (2014)
- [33] M. Müller et al.: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [34] A. Gottwald, R. Klein, M. Krumrey, P. Müller, W. Paustian, T. Reichel, F. Scholze, R. Thornagel: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 30 (2014)
- [35] R. Klein, S. Kroth, W. Paustian, M. Richter, R. Thornagel: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 16 (2014)
- [36] A. Gottwald, U. Kroth, M. Krumrey, P. Müller, F. Scholze: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 21 (2014)
- [37] M. Krumrey, L. Cibik, A. Fischer, A. Gottwald, U. Kroth, F. Scholze: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 35 (2014)
- [38] M. Richter, A. Gottwald, M. Krumrey: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 27 (2014)
- [39] F. Scholze, C. Laubis, A. Barboutis, C. Buchholz, A. Fischer, J. Puls, C. Stadelhoff: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [40] F. Scholze, A. Haase, M. Krumrey, V. Soltwisch, J. Wernecke: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [41] M. Krumrey, R. Garcia-Diez, C. Gollwitzer, S. Langner: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [42] M. Kolbe, E. Darlatt, H. Kaser, A. Gottwald, M. Richter: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [43] P. Hermann, A. Hoehl, A. Hornemann, B. Kästner, R. Müller, B. Beckhoff, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [44] J. Feikes, M. von Hartrott, M. Ries, P. Schmid, G. Wüstefeld, A. Hoehl, R. Klein, R. Müller, G. Ulm: Phys. Rev. ST Accel. Beams **14**, 030705 (2011)