



Metrologie mit Synchrotronstrahlung, Teil I



Fachorgan für Wirtschaft und Wissenschaft
Amts- und Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt
Braunschweig und Berlin

124. Jahrgang, Heft 3, September 2014

Inhalt

Metrologie mit Synchrotronstrahlung, Teil I

- *Mathias Richter, Gerhard Ulm: Metrologie mit Synchrotronstrahlung – eine kurze Einführung* 3
- *Roman Klein, Reiner Thornagel, Gerhard Ulm: Die Elektronenspeicherringe MLS und BESSY II als primäre Strahlernormale* 7
- *Roman Klein, Simone Kroth, Wolfgang Paustian, Mathias Richter, Reiner Thornagel: Quellengestützte Radiometrie mit Synchrotronstrahlung* 16
- *Alexander Gottwald, Udo Kroth, Michael Krumrey, Peter Müller, Frank Scholze: Empfänger gestützte Radiometrie mit Kryoradiometern und monochromatisierter Synchrotronstrahlung* 21
- *Mathias Richter, Alexander Gottwald, Michael Krumrey: Metrologie für Röntgenlaser* 27
- *Alexander Gottwald, Roman Klein, Michael Krumrey, Peter Müller, Wolfgang Paustian, Thomas Reichel, Frank Scholze, Reiner Thornagel: Radiometrische Charakterisierung von Weltrauminstrumentierung* 30
- *Michael Krumrey, Levent Cibik, Andreas Fischer, Alexander Gottwald, Udo Kroth, Frank Scholze: Reflektometrie mit Synchrotronstrahlung* 35

Technologieangebote

- Referenzausgasungsprobe 42
- Kleine Metrologie-Kammer für 450-mm-Wafer-Röntgenanalytik 43
- Kompakte Vakuumdurchführung für hochempfindliche Materialien wie z. B. Glasfasern 44

Amtliche Bekanntmachungen (eigenes Inhaltsverzeichnis) 45

Titelbild

Foto oben: Blick auf den Elektronenspeicherring *Metrology Light Source* (MLS) der PTB in Berlin Adlershof.

Foto unten: Der Elektronenspeicherring BESSY II (linkes Teilbild) und das Gebäude der MLS (rechtes Teilbild, rechts oben).

Impressum

Die PTB-Mitteilungen sind metrologisches Fachjournal und amtliches Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. Als Fachjournal veröffentlichen die PTB-Mitteilungen wissenschaftliche Fachaufsätze zu metrologischen Themen aus den Arbeitsgebieten der PTB. Als amtliches Mitteilungsblatt steht die Zeitschrift in einer langen Tradition, die bis zu den Anfängen der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (gegründet 1887) zurückreicht. Die PTB-Mitteilungen veröffentlichen in ihrer Rubrik „Amtliche Bekanntmachungen“ unter anderem die aktuellen Geräte-Prüfungen und -Zulassungen aus den Gebieten des Eich-, Prüfstellen- und Gesundheitswesens, des Strahlenschutzes und der Sicherheitstechnik.

Verlag

Fachverlag NW in der
Carl Schünemann Verlag GmbH
Zweite Schlachtpforte 7
28195 Bremen
Internet: www.schuenemann.de
E-Mail: info@schuenemann-verlag.de

Herausgeber

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB),
Braunschweig und Berlin
Postanschrift:
Postfach 33 45,
38023 Braunschweig
Lieferanschrift:
Bundesallee 100,
38116 Braunschweig

Redaktion/Layout

Presse- und Öffentlichkeitsarbeit, PTB
Sabine Siems
Dr. Dr. Jens Simon (verantwortlich)
Prof. Dr. Mathias Richter
(wissenschaftlicher Redakteur)
Telefon: (05 31) 592-82 02
Telefax: (05 31) 592-30 08
E-Mail: sabine.siems@ptb.de

Leser- und Abonnement-Service

Karin Drewes
Telefon (0421) 369 03-56
Telefax (0421) 369 03-63
E-Mail: drewes@schuenemann-verlag.de

Anzeigenservice

Karin Drewes
Telefon (0421) 369 03-56
Telefax (0421) 369 03-63
E-Mail: drewes@schuenemann-verlag.de

Erscheinungsweise und Bezugspreise

Die PTB-Mitteilungen erscheinen viermal jährlich. Das Jahresabonnement kostet 55,00 Euro, das Einzelheft 16,00 Euro, jeweils zzgl. Versandkosten. Bezug über den Buchhandel oder den Verlag. Abbestellungen müssen spätestens drei Monate vor Ende eines Kalenderjahres schriftlich beim Verlag erfolgen.

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil dieser Zeitschrift darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages vervielfältigt oder verbreitet werden. Unter dieses Verbot fällt insbesondere die gewerbliche Vervielfältigung per Kopie, die Aufnahme in elektronische Datenbanken und die Vervielfältigung auf CD-ROM und in allen anderen elektronischen Datenträgern.

Printed in Germany ISSN 0030-834X

Die fachlichen Aufsätze aus dieser Ausgabe der PTB-Mitteilungen sind auch online verfügbar unter:
doi: 10.7795/310.20140399



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt, das nationale Metrologieinstitut, ist eine wissenschaftlich-technische Bundesoberbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie.

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

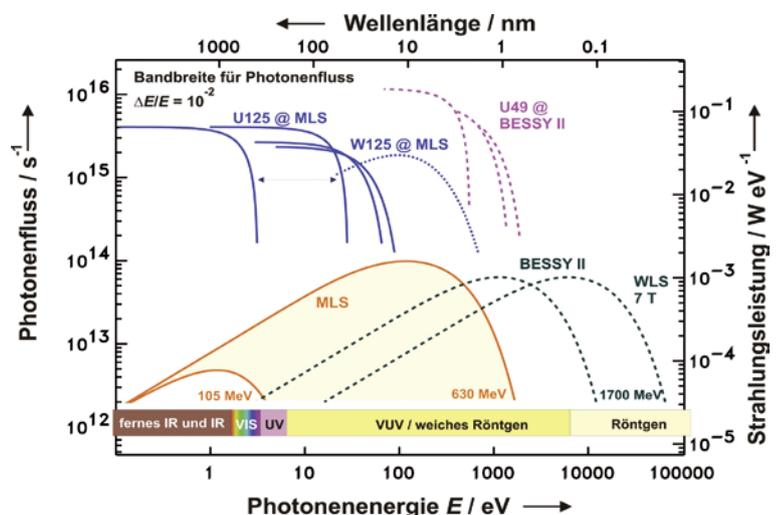


Bild 1: Berechnete Photonenfluss- bzw. spektrale Strahlungsleistungskurven für die MLS und BESSY II bei verschiedenen Energien der gespeicherten Elektronen. Die Kurven beziehen sich sowohl auf Ablenkmagnet- als auch auf Wiggler- (W125) bzw. Undulatorstrahlung (U125, U49) in verschiedenen Harmonischen.

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-

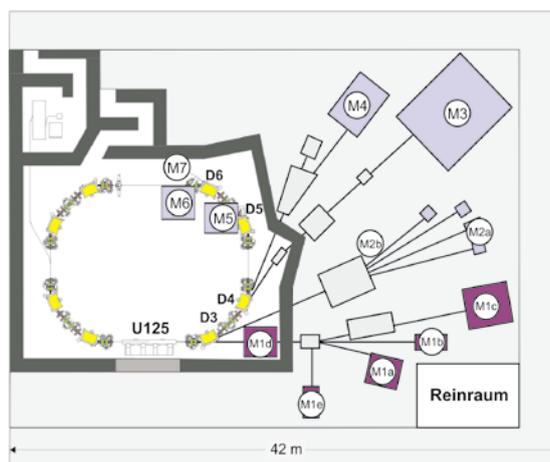


Bild 2:
Strahlrohre und
Messplätze an der
*Metrology Light
Source* (MLS).

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

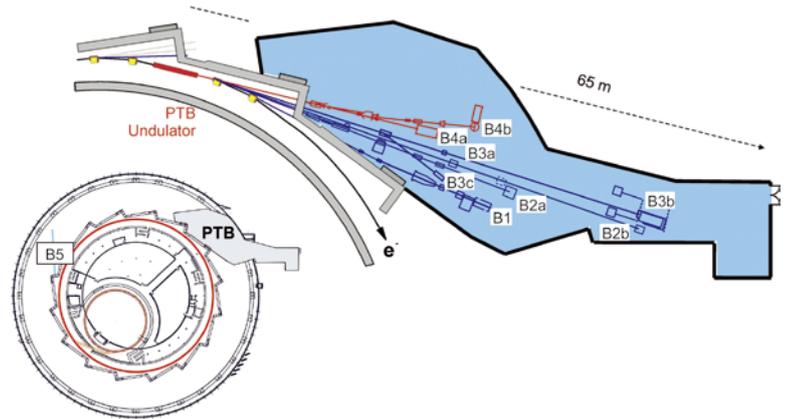


Bild 3: Strahlrohre und Messplätze im PTB-Laboratorium bei BESSY II.

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	mrad 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. Tombouliau, 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)

Die Elektronenspeicherringe MLS und BESSY II als primäre Strahlernormale

Roman Klein*, Reiner Thornagel, Gerhard Ulm

Einleitung

Die spektralen und räumlichen Eigenschaften der an Elektronenspeicherringen erzeugten Synchrotronstrahlung werden bestimmt durch einige wenige Parameter und lassen sich mit der klassischen Elektrodynamik berechnen. Dadurch werden Speicherringe zu primären Strahlernormalen [1].

Während die radiometrische Anwendung der mit dem Planckschen Strahlungsgesetz berechenbaren schwarzen Strahler auf den Spektralbereich des Infraroten (IR), sichtbaren und nahen Ultravioletten (UV) beschränkt ist, erstreckt sich die Anwendbarkeit der Strahlung aus Elektronenspeicherringen vom THz- über den sichtbaren Spektralbereich bis in den Röntgenbereich und eröffnet so einen um mehrere Dekaden erweiterten Spektralbereich für die radiometrische Nutzung. Die PTB nutzt den Elektronenspeicherring BESSY II seit Januar 1999 als primäres Strahlernormal, insbesondere im Spektralbereich des Vakuum-Ultravioletten (VUV) bis zum Röntgenbereich [2]. Darüber hinaus stand der PTB der Elektronenspeicherring BESSY I als primäres Strahlernormal im UV- und VUV-Spektralbereich von 1984 bis zu seiner Stilllegung im November 1999 zur Verfügung [3, 4]. Mit der *Metrology Light Source* (MLS) [5, 6] nutzt die PTB seit dem Jahre 2008 wieder ein primäres Strahlernormal, das für diesen Spektralbereich optimiert ist.

Neben dem weiten Spektralbereich haben Elektronenspeicherringe den Vorteil, dass sich, wenn es der Nutzungsmodus erlaubt, über die gewählte Anzahl der gespeicherten Elektronen die Intensität der abgestrahlten Leistung über viele Größenordnungen variieren und somit den Messanforderungen anpassen lässt ohne die Form des Spektrums zu verändern [7]. Diese Option der Variation des Elektronenstroms kann bei der MLS und bei BESSY II über ca. 12 Dekaden eingesetzt

werden, allerdings nur in speziellen Schichten, die für den Sonderbetrieb des jeweiligen Speicherrings reserviert sind. Durch Anpassung der Elektronenenergie ist darüber hinaus der spektrale Verlauf der emittierten Synchrotronstrahlung variierbar. Diese Option kann insbesondere an der MLS genutzt werden.

* Dr. Roman Klein, Arbeitsgruppe „Synchrotronstrahlungsquellen“, E-Mail: roman.klein@ptb.de

Berechenbare Synchrotronstrahlung

Die Strahlung relativistisch bewegter Elektronen lässt sich mithilfe der klassischen Elektrodynamik berechnen [1]. Für den Fall der konstanten radialen Beschleunigung relativistischer Elektronen, wie sie auf der Kreisbahn in dem homogenen Magnetfeld eines Ablenkmagneten in einem Elektronenspeicherring gegeben ist und in Bild 1 exemplarisch dargestellt ist, wird der funktionale Zusammenhang durch die sogenannte Schwinger-Theorie [8] beschrieben.

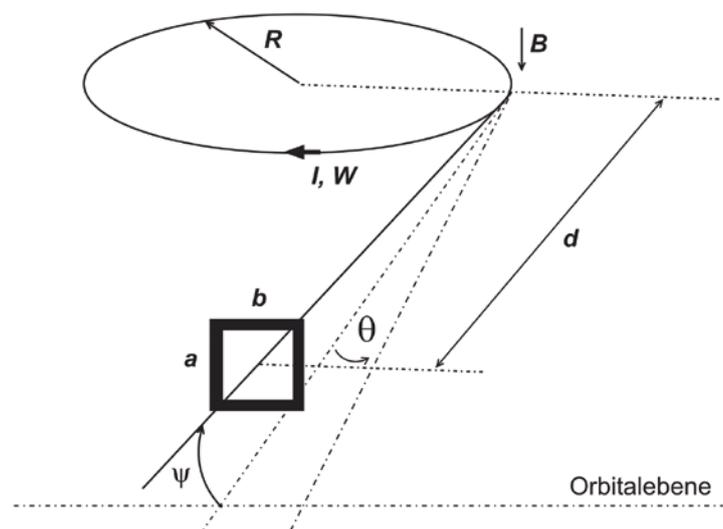


Bild 1: Schematische Darstellung der Parameter und Geometrie zur Berechnung der spektralen Strahlungsleistung von Synchrotronstrahlung.

Die spektrale Strahlstärke I_{0E} als Funktion der Photonenenergie E wird berechnet aus der magnetischen Induktion B , der Elektronenenergie W und dem Elektronenstrom I durch

$$I_{0E}^\sigma = \frac{d}{dE} \frac{d^2}{d\theta d\psi} \phi^\sigma = \frac{2eIR^2}{3\epsilon_0\gamma^4} \frac{E^2}{(hc)^3} \left(\left[1 + (\gamma\psi)^2 \right]^2 K_{2/3}^2(\xi) \right) \quad (1)$$

für den Anteil mit einer Polarisationsrichtung (elektrischer Feldvektor) parallel (σ -Komponente) zu der Speicherringebene und

$$I_{0E}^\pi = \frac{d}{dE} \frac{d^2}{d\theta d\psi} \phi^\pi = \frac{2eIR^2}{3\epsilon_0\gamma^4} \frac{E^2}{(hc)^3} \left(\left[1 + (\gamma\psi)^2 \right] (\gamma\psi)^2 K_{1/3}^2(\xi) \right) \quad (2)$$

für den Anteil mit einer dazu senkrechten und um 90° phasenverschobenen Komponenten (π -Komponente) mit

$$\xi = \frac{2\pi RE}{3hc\gamma^3} \left(1 + (\gamma\psi)^2 \right)^{3/2} = \frac{1}{2} \frac{E}{E_c} \left(1 + (\gamma\psi)^2 \right)^{3/2}$$

$$R = \frac{W}{ecB}; \quad \gamma = \frac{W}{m_0c^2}$$

Dabei ist R der Krümmungsradius der Elektronenbahn, und $K_{1/3}$ und $K_{2/3}$ sind modifizierte Besselfunktionen der 2. Art, die sich numerisch berechnen lassen [9]. Die Winkelverteilung der Synchrotronstrahlung ist homogen in der horizontalen Richtung, d. h. in der Orbitebene der Elektronen, und hat eine schmale Winkelverteilung in der vertikalen Richtung, deren Öffnungswinkel von der Photonenenergie abhängt. Die σ -Komponente hat ihr Maximum in der Orbital-

ebene, die π -Komponente verschwindet in der Orbitalebene.

Das Spektrum der Synchrotronstrahlung erstreckt sich kontinuierlich vom fernen Infrarot- bis in den Röntgenbereich und wird durch die so genannte charakteristische Energie E_c klassifiziert:

$$E_c = \frac{3hc\gamma^3}{4\pi R} \quad (3)$$

In praktischen Einheiten kann E_c ausgedrückt werden durch:

$$E_c / eV = 665,0 B/T (W / GeV)^2 = 2218 (W / GeV)^3 / (R/m)$$

Die Gleichungen (1) und (2) geben den Idealfall von Elektronen wieder, die sich exakt auf einer Kreisbahn bewegen. In der Realität haben die Elektronen aber eine gaußförmige Ortsverteilung um die Idealbahn mit den Standardabweichungen σ_x und σ_y für die horizontale und vertikale Richtung und eine Winkelverteilung mit den Standardabweichungen σ_x' und σ_y' . Die Verteilung in horizontaler Richtung, d. h. in der Orbitebene ist aufgrund der tangentialen Beobachtung ohne Bedeutung. Die vertikalen Verteilungen werden zu einer effektiven vertikalen Winkeldivergenz $\Sigma_{y'}$ für einen Beobachtungsort im Abstand d zusammengefasst zu

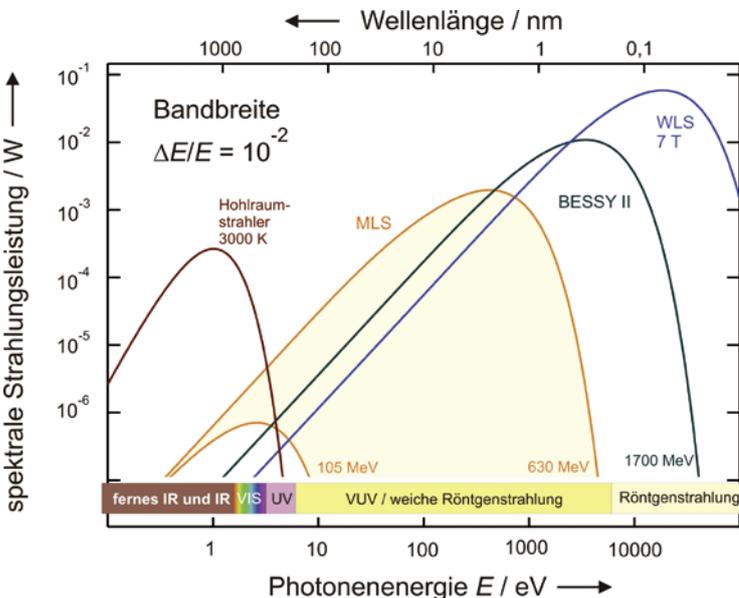
$$\Sigma_{y'} = \left(\sigma_y'^2 / d^2 + \sigma_y'^2 \right)^{1/2} \quad (4)$$

Die für Anwendungen interessante Größe, die spektrale Strahlungsleistung Φ_E durch eine Blende z. B. der Größe $a \cdot b$ im Abstand d vom Quellpunkt der Strahlung, lässt sich dann berechnen zu:

$$\Phi_E = \Phi_E(E; W, B, I, \Sigma_{y'}, \psi, d, a, b)$$

$$= \frac{d\Phi}{dE}(E) = \iint_{\text{Blende}} \left[\int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi\Sigma_{y'}}} \left[I_{0E}^\pi(\psi'') + I_{0E}^\sigma(\psi'') \right] e^{-\frac{(\psi''-\psi')^2}{2\Sigma_{y'}^2}} d\psi'' \right] d\psi' d\theta \quad (5)$$

Bild 2a: Berechnete Strahlungsleistung für einige von der PTB genutzten Strahlungsquellen im Vergleich zu einem Hohlraumstrahler.



Die Ausdrücke aus (1) und (2) werden also gefaltet über die effektive vertikale Strahldivergenz und über den von einer Blende akzeptierten Winkelbereich integriert. Für eine rechteckige Aperturblende, wie in Bild 1 gezeigt, trägt die Integration über den horizontalen Winkel θ nur mit einem Faktor b/d bei und in der senkrechten Richtung erstreckt sich die Integration über ψ' von $(\psi-a/2d)$ bis $(\psi+a/2d)$, wobei ψ der Winkel des Zentrums der Blende ist ($a/d, b/d, \psi \ll 1$). Die Berechnung wird numerisch durchgeführt. Bild 2 zeigt exemplarisch die Strahlungsleistung für verschiedene Elektronenenergien an der MLS und bei BESSY II. Die Schwingergleichung beschreibt den Spezialfall eines relativistischen Elektrons auf einer Kreis-

bahn, d. h. in einem homogenen magnetischen Feld. Diese Bedingung ist für die Ablenkmagnete in einem Elektronenspeicherring, die eine sehr gute Feldhomogenität über den Bereich des Quellpunktes der Strahlung aufweisen, erfüllt. Darüber hinaus kann aber auch die Strahlung eines Elektrons, das sich auf einer beliebigen Trajektorie bewegt, ebenso mit dem Formalismus der klassischen Elektrodynamik berechnet werden. Dies erlaubt die Berechnung der Strahlung von Elektronen, die sich in Magneten mit starken Feldgradienten bewegen, wie es z. B. bei in Speicherringen betriebenen Wellenlängenschiebern (WLS) der Fall ist [10]. Diese WLS besitzen eine höhere magnetische Induktion im Quellpunkt der Strahlung als ein Ablenkmagnet und emittieren entsprechend Gl. (3) Synchrotronstrahlung einer höheren charakteristischen Energie, die sich auch für radio-metrische Zwecke nutzen lässt. Die Strahlung von Elektronen in einem periodisch alternierenden magnetischen Feld, wie es in Undulatoren gegeben ist, lässt sich ebenfalls auf diese Art berechnen und für die Radiometrie nutzen [11].

Alle Größen, die in Gl. (5) eingehen, müssen bekannt sein, d. h. müssen in der Regel gemessen werden. Die relative Unsicherheit in dem jeweiligen Messwert der Größe bestimmt die relative Unsicherheit der Berechnung der spektralen Strahlungsleistung nach Gl. (5). Dies wird im nächsten Abschnitt näher beschrieben.

BESSY II und MLS als primäre Strahlernormale

Um einen Elektronenspeicherring als primäres Strahlernormal betreiben und nutzen zu können, müssen die apparative Ausstattung des Speicherrings und der Betriebsablauf entsprechend optimiert sein:

- Der Speicherring muss einen stabilen und reproduzierbaren Betrieb erlauben.
- Es müssen Messeinrichtungen installiert sein, die die Bestimmung der in Gleichung (5) eingehenden Parameter mit genügend kleiner relativer Unsicherheit erlauben.
- Das Vakuumsystem des Speicherrings, insbesondere die Vakuumkammern der Dipolmagnete, muss so gestaltet sein, dass es die direkte Nutzung der Synchrotronstrahlung ohne Beugungsverluste in dem interessierenden Spektralbereich ermöglicht.
- Da die spektrale Strahlstärke, die von einem Elektronenspeicherring unter normalen Betriebsbedingungen emittiert wird, für radiometrische Anwendungen oft zu hoch ist und die räumlichen Bedingungen einen sehr großen Abstand der Kalibriereinrichtung vom Speicherring nicht zulassen, muss es der betriebliche Ablauf erlauben, den Speicherring

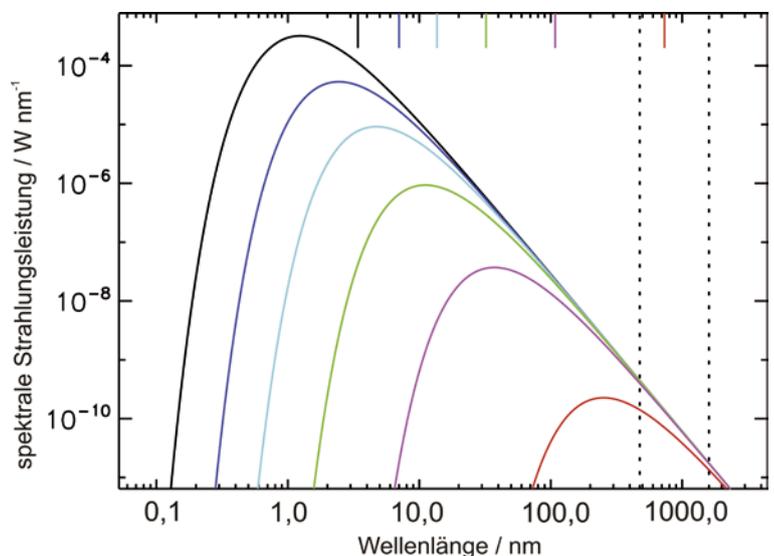
im Sonderbetrieb, insbesondere bei reduzierten Elektronenströmen zu betreiben. Für andere Kalibrieraufgaben ist es nötig, den Elektronenspeicherring bei einer reduzierten Elektronenenergie zu betreiben, um höhere Monochromatorbeugungsordnungen oder Streulicht zu unterdrücken.

Diese Voraussetzungen sind bei BESSY II und der MLS gegeben [1]. Im Folgenden wird die Messung der Speicherringparameter und der notwendigen geometrischen Größen im Einzelnen beschrieben. Dabei wird soweit möglich auf Beispiele von der MLS eingegangen, die auch detailliert in [5] beschrieben sind. Beispiele von BESSY II finden sich in [12].

Messung der Elektronenenergie W

Bei BESSY II kann die Elektronenenergie mit zwei unabhängigen und komplementären Verfahren gemessen werden. Diese Verfahren sind die resonante Spindepolarisation [13] und die Compton-Rückstreuung von Laserphotonen [14, 15]. Für das Verfahren der resonanten Spindepolarisation wird ein spinpolarisierter Elektronenstrahl benötigt. Bei BESSY II im Normalbetrieb bei 1,7 GeV Elektronenenergie baut sich diese Spindepolarisation nach ca. einer Stunde auf. Sie lässt sich durch Einstrahlung von Radiofrequenz einer bestimmten Frequenz zerstören. Aus diesem Frequenzwert lässt sich dann sehr genau die Elektronenenergie berechnen, in unserem Fall mit einer relativen Unsicherheit von besser als $5 \cdot 10^{-5}$. Beobachten lässt sich die Spindepolarisation durch Messung der Verlustrate der gespeicherten Elektronen durch Detektion des damit verbundenen Strahlungsuntergrundes oder durch eine Änderung der Strahllebensdauer. Die Streurrate der gespeicherten Elektronen unterein-

Bild 2b:
Berechnete Strahlungsleistung für einige Elektronenenergien der MLS. (Die Berechnung erfolgte für folgende Parameter: $I = 10$ mA, verschiedene Elektronenenergien: $W = 628$ MeV, 495 MeV, 397 MeV, 299 MeV, 199 MeV und 105 MeV, links nach rechts, durch eine Aperturblende mit Radius $r = 2,5$ mm im Abstand $d = 14,8$ m).



ander weist nämlich einen spinabhängigen Term auf. Für einen spinpolarisierten Elektronenstrahl ist der Streuquerschnitt kleiner als für einen unpolarierten. Je höher die Streurate der Elektronen untereinander ist, umso höher ist die Verlustrate der gespeicherten Elektronen. Dieses Verfahren der resonanten Spindepolarisation ist etabliert [16], lässt sich aber nur anwenden, wenn die Zeit bis zum Erreichen der Polarisation, die mit dem Inversen der fünften Potenz von der Elektronenenergie abhängt, im Bereich einiger Stunden liegt, also bei vergleichsweise hohen Elektronenenergien wie bei BESSY II. Daher wurde insbesondere für die MLS zusätzlich das Verfahren der Energiemessung durch

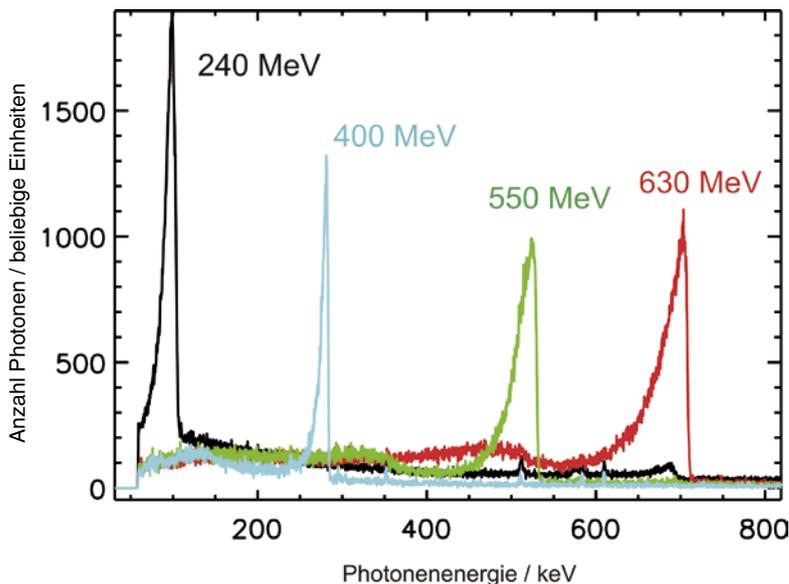


Bild 3a: Spektren rückgestreuter CO₂-Laserphotonen für verschiedene Elektronenenergien.

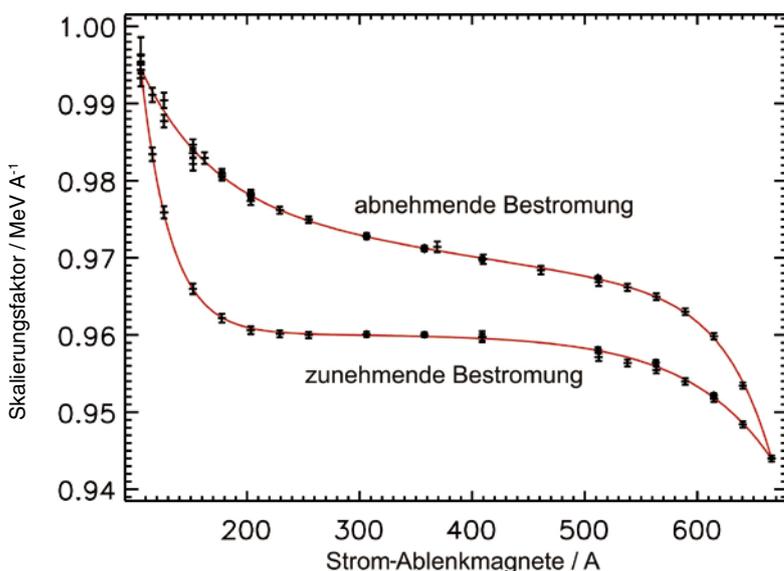


Bild 3b: Aus den Messungen der rückgestreuten Laserphotonen gewonnene Skalierungsfaktoren zwischen Bestromung der Ablenkmagnete und der Elektronenenergie. Die Hysterese der Magnete ist deutlich zu sehen.

Compton-Rückstreuung von Laserphotonen etabliert [15]. Hierzu wird der Strahl eines CO₂-Lasers dem Elektronenstrahl antiparallel überlagert. Die an den Elektronen in Richtung des Elektronenstrahls gestreuten Laserphotonen, die nun eine um ca. $4\gamma^2$ verschobene Photonenergie im sehr harten Röntgenbereich aufweisen, werden in einem energiedispersiven Detektor nachgewiesen. Aus der Maximalenergie der gestreuten Photonen lässt sich dann die Elektronenenergie berechnen (s. Bild 3 a, b). Die relative Unsicherheit in der Bestimmung der Elektronenenergie mit diesem Verfahren beträgt weniger als 10^{-4} . Beide Verfahren zur Bestimmung der Elektronenenergie wurden bei BESSY II und einer Elektronenenergie von 1700 MeV simultan angewendet und zeigten sehr gute Übereinstimmung [15].

Messung der magnetischen Induktion am Quellpunkt B

Jeweils einer der Ablenkmagneten an der MLS und bei BESSY II wird als Quelle berechenbarer Strahlung genutzt. Das Magnetfeld dieser Magneten wurde vor der Installation sorgfältig vermessen, um sicherzustellen, dass im Bereich des Quellpunktes vernachlässigbar kleine Magnetfeldgradienten auftreten. Die Vakuumkammer dieser Ablenkmagneten sind speziell so ausgelegt, dass an einer Durchführung eine NMR-Sonde in einem nicht-magnetischen Rohrstück an den Quellpunkt der Strahlung gebracht werden kann, um – ohne gespeicherten Elektronenstrahl – die aktuelle magnetische Induktion B am Quellpunkt zu messen. Die relative Unsicherheit dafür ist besser als 10^{-4} .

Messung des Elektronenstromes I

Im normalen Nutzerbetrieb ist der gespeicherte Elektronenstrom typischerweise im Bereich einiger 100 mA. Die PTB betreibt die MLS und BESSY II in speziellen Kalibrierschichten im Grenzfall mit nur einem gespeicherten Elektron. Dies entspricht bei der MLS einem Elektronenstrom von 1 pA und bei BESSY II von 0,2 pA. Es muss daher die Instrumentierung vorhanden sein, den Elektronenstrom über mehr als 12 Dekaden kontrolliert einstellen und messen zu können. Im Bereich von Strömen oberhalb 2 mA geschieht dies an beiden Speicherringen mit jeweils zwei parametrischen Stromtransformatoren (PCT) [5].

Im Bereich kleinster Elektronenströme, d. h. für Ströme kleiner als ca. 1 nA an der MLS und einiger 100 pA bei BESSY II, wird der Elektronenstrom durch Zählen der gespeicherten Elektronen ermittelt [5]. Dazu werden die Elektronen nach der Anwendung kontrolliert durch das Her-

anbringen eines mechanischen Scraper an den Elektronenstrahl aus dem Speicherring geworfen. Gleichzeitig wird mit auf LN2-Temperatur gekühlten Photodioden, die von der emittierten Synchrotronstrahlung bestrahlt werden, die stufenweise Abnahme der Intensität der Strahlung beobachtet (s. Bild 4). In dem dazwischenliegenden Strombereich, d. h. von etwa 1 nA bis 2 mA, wird der Elektronenstrom ebenfalls über die Messung der Intensität der emittierten Synchrotronstrahlung, die mit Photodioden mit linearem Ansprechverhalten gemessen wird, ermittelt. Es werden drei Paare von Photodioden (ein Paar ohne Filter, zwei Paare mit Filtern zur Abschwächung) benutzt, um den beschriebenen Strombereich abzudecken. Die Kalibrierfaktoren, die dem Photostrom einen Elektronenstrom zuordnen, werden dann durch Vergleich in dem überlappenden Randbereich mit den anderen oben genannten Verfahren bestimmt.

Bestimmung der effektiven Winkelverteilung Σ_Y

Die effektive Divergenz des Elektronenstrahls ist meist klein im Vergleich zu dem vertikalen Öffnungswinkel der Synchrotronstrahlung. Daher bewirkt die Faltung der Vertikalverteilung der Photonen mit der effektiven Divergenz nur eine kleine Modifikation in der berechneten spektralen Strahlungsleistung hinter einer Blende, die sich durch die Größe ϵ ausdrücken lässt:

$$\Phi_E = \Phi_E(E; W, B, I, \Sigma_Y, \psi, d, a, b) =$$

$$\Phi_E^{Schwinger}(E; W, B, I, \psi, d, a, b) \cdot (1 + \epsilon(E; W, B, \Sigma_Y, \psi, d, a))$$

(6)

wobei $\Phi_E^{Schwinger}$ die spektrale Strahlungsleistung ohne Berücksichtigung der effektiven Strahldivergenz ist. Die Größe ϵ ist klein für typische Kalibriergeometrien und Photonenenergien, wie in Bild 5 am Beispiel der MLS zu sehen ist. Bei BESSY II, das eine noch kleinere Emittanz im Vergleich zur MLS besitzt, liegt der Wert von ϵ meist unterhalb von 10^{-4} [12]. Im Normalfall genügt es den Wert von Σ_Y aus den Maschinenparametern zu berechnen. Diese Berechnungen sind typischerweise mit einer relativen Unsicherheit von 20 % behaftet, wodurch der Einfluss in der Berechnung der spektralen Strahlungsleistung jedoch immer noch kleiner als einige 10^{-4} ist. Bild 5 zeigt beispielhaft Messungen zur vertikalen Winkelverteilung mit kalibrierten Filterradiometern. Für Anwendungen, bei denen der Einfluss der effektiven Winkelverteilung einen größeren Einfluss hat, kann die effektive Winkelverteilung auch mit geeigneten Geräten, wie z. B. einem Bragg-Polarimeter [17], gemessen werden.

Messung des Abstandes d zum Quellpunkt und weiterer geometrischer Größen

Der Quellpunkt der Synchrotronstrahlung liegt in der Vakuumkammer des Ablenkmagneten und damit im Ultrahochvakuum. Zur Messung des Abstandes d des Quellpunktes von einer flussbegrenzenden Blende (Bild 1) wird ein optisches Projektionsverfahren benutzt. In einem Abstand d_1 vom Quellpunkt lässt sich eine Schlitzblende mit Schlitzen wohlbekanntes Abstandes in den Strahlengang einbringen. Der Schattenwurf dieser Schlitzblende auf einer Projektionsebene, die sich in einem mit einem Laserabstandsmessgerät sehr

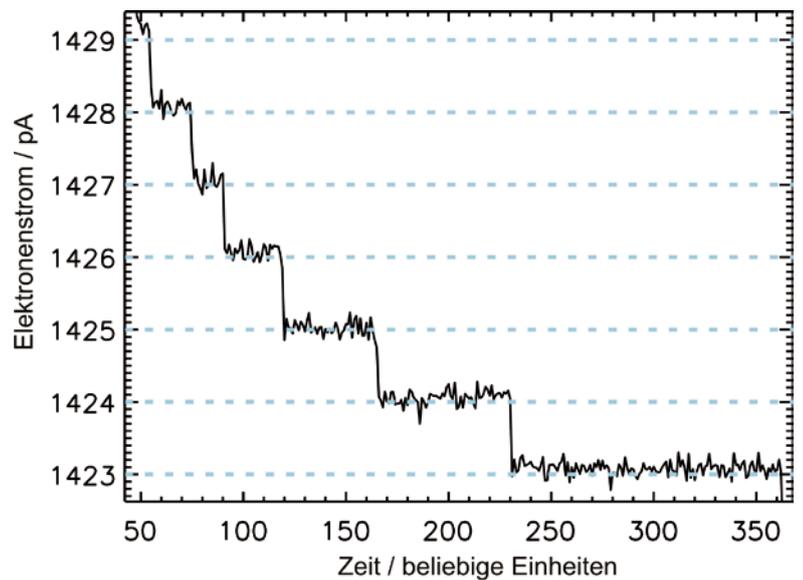


Bild 4a: Messung des Elektronenstroms mit einer ungefilterten Photodiode. Die Stufen stellen jeweils den Verlust eines Elektrons dar.

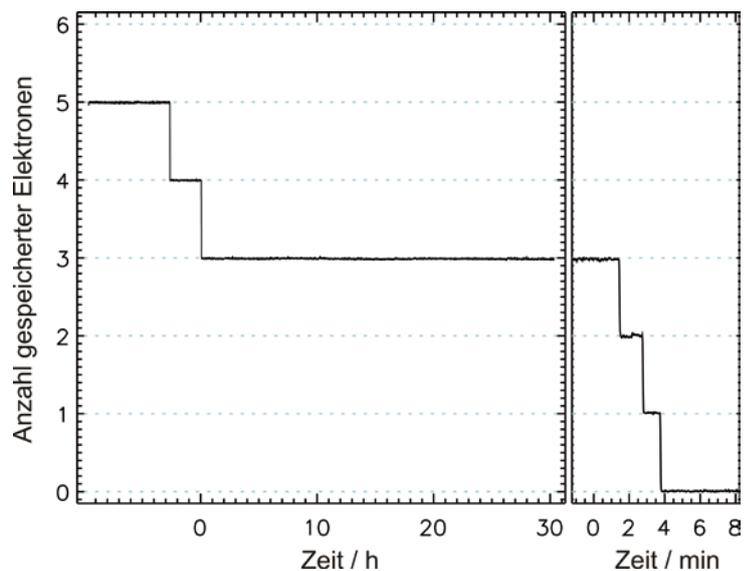


Bild 4b: Wenige gespeicherte Elektronen mit langer Verweildauer in der MLS (links). Nach Ende der Messung werden die verbleibenden Elektronen mithilfe eines Scrapers kontrolliert aus dem Speicherring entfernt und dabei abgezählt.

genau bestimmten Abstand d_2 von der Schlitzblende befindet, erlaubt die genaue Bestimmung des Abstandes der projizierten Schlitzes und damit über den Strahlensatz die Bestimmung des gesuchten Abstandes $d = d_1 + d_2$. Mit dieser Methode erreicht man eine Unsicherheit von typischerweise 2 mm.

Normalerweise werden Messungen in der Orbitalebene ausgeführt, sodass der vertikale Emissionswinkel $\psi = 0^\circ$ beträgt. Dies wird erreicht durch Justage auf maximales Detektorsignal, wie z. B. in Bild 6 gezeigt. Ein typischer Justagefehler liegt im Bereich einiger μrad .

Die Größe $a \cdot b$ einer flussbegrenzenden Aperturblende wird geometrisch bestimmt, z. B. mit

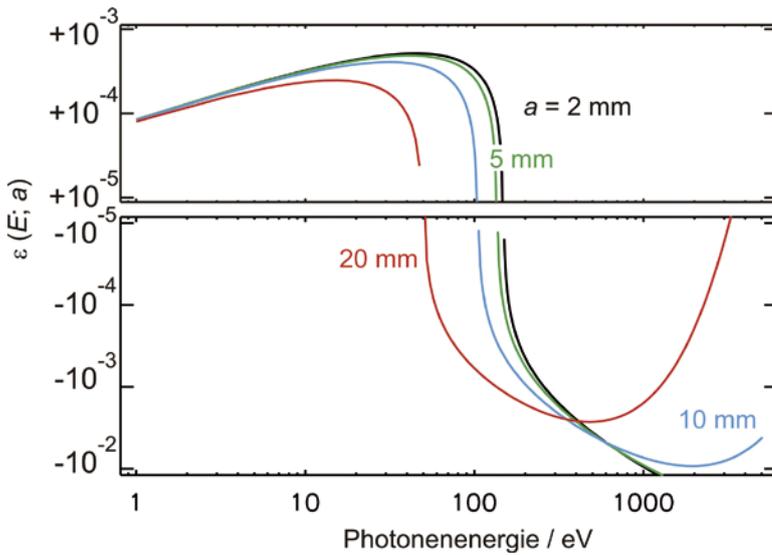


Bild 5: Einfluss der Größe ε auf die spektrale Strahlungsleistung bei der MLS durch eine Blende im Abstand $d = 15$ m für verschiedene vertikale Blendenöffnungen a ($W = 600$ MeV; $B = 1,3$ T; $\Sigma_y = 0,7$ mm, $\psi = 0$ mrad).

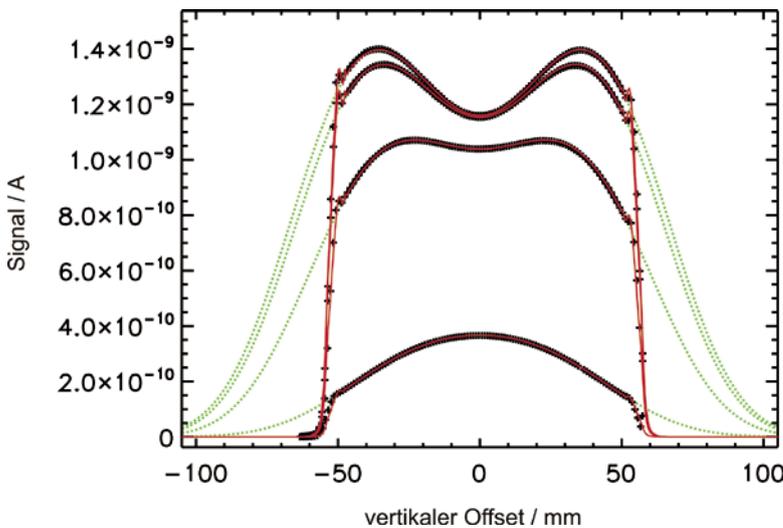


Bild 6: Berechnete (rot) und gemessene Vertikalverteilung (+) der Synchrotronstrahlung bei 476 nm für verschiedene Elektronenenergien der MLS (von oben: 628 MeV, 397 MeV, 199 MeV, 105 MeV).

einen Skalenmikroskop. Da die Aperturblende normalerweise eine Detektoreigenschaft ist, wird die Unsicherheit in deren Bestimmung nicht dem primären Strahlernormal, sondern dem Detektor zugeschrieben.

Unsicherheiten und Vergleich mit anderen Normalen

In Tabelle 1 sind die Unsicherheiten in der Bestimmung der Eingangsparameter der Schwingerformel für die MLS und für BESSY II zusammengefasst. Der jeweilige Einfluss der Unsicherheit dieser Parameter auf die Gesamtunsicherheit der Berechnung der spektralen Strahlungsleistung ist abhängig von der Photonenenergie und wurde durch numerische, partielle Ableitung berechnet [5]. Bis zu Photonenenergien von ungefähr der charakteristischen Energie bleibt die relative Unsicherheit nahezu konstant auf kleinen Werten und wird durch die Abstandsmessung und Strommessung dominiert. Für höhere Photonenenergie steigt sie dann stark an und wird im Wesentlichen durch die Unsicherheit in der Bestimmung der magnetischen Induktion im Quellpunkt und der Elektronenenergie dominiert. Die kleinsten relativen Unsicherheiten lassen sich somit für Photonenenergien unterhalb der charakteristischen Energie realisieren, sodass es für Messungen bei hohen Photonenenergien ggf. vorteilhaft ist, eine Quelle mit höherer charakteristischer Energie, wie z. B. einen supraleitenden Wellenlängenschieber [10], zu nutzen. Vergleicht man allerdings die Unsicherheit in der Berechnung bei gewissen Photonenenergien mit der bei diesen Photonenenergien verfügbaren Strahlungsleistung, insbesondere im Vergleich zu der gesamten abgestrahlten Leistung, so wird einsichtig, dass sich bei gewissen Kalibrierverfahren Einschränkungen im nutzbaren Spektralbereich ergeben. Dies ist z. B. der Fall bei der quellengestützten Kalibrierung von Strahlungsquellen [18, 33], d. h. dem direkten Vergleich der Strahlungseigenschaften einer unbekannt Quelle mit denen des primären Strahlernormals mithilfe von wellenlängendispersiven Monochromator-Detektor-Systemen. Hier bewirken höhere Beugungsordnungen des Monochromators hohe Unsicherheiten in der Kalibrierung, wenn bei relativ kleinen Photonenenergien und damit kleinen verfügbaren Strahlungsleistungen im Vergleich zu dem höher energetischen Anteil des Spektrums gemessen wird. Hier ist dann ein Betrieb z. B. der MLS bei reduzierter Elektronenenergie nötig.

Seit Beginn der Nutzung der Synchrotronstrahlung für radiometrische Zwecke wurden Vergleiche der spektralen Strahlungsleistung von Elektronenspeicherringen, die als primäre Strahlernormale betrieben werden, mit anderen etab-

MLS		$\Delta\Phi(E) / \Phi(E) (*10^{-3})$ bei $E =$		
Parameter	Wert	1 eV	100 eV	1000 eV
Elektronenenergie W	600,00(6) MeV	0,07	0,12	0,67
Magnet. Induktion B	1,30000(13) T	0,07	0,04	0,27
Elektronenstrom I	100,00(2) mA	0,20	0,20	0,20
Eff. vert. Divergenz Σ_Y	44(9) μ rad	0,04	0,18	1,5
Vert. Emissionswinkel ψ	0(5) μ rad	0,0007	0,003	0,03
Entfernung d	15000(2) mm	0,27	0,26	0,17
Summe		0,35	0,40	1,7
Bessy II		$\Delta\Phi(E) / \Phi(E) (*10^{-3})$ bei $E =$		
Parameter	Wert	1 eV	100 eV	1000 eV
Elektronenenergie W	1718.60(6) MeV	0,1	0,3	1,4
Magnet. Induktion B	1,29932(12) T	0,06	0,3	1,8
Elektronenstrom I	10,000(2) mA	0,2	0,2	0,2
Eff. vert. Divergenz Σ_Y	3,5(7) μ rad	0,06	0,2	0,4
Vert. Emissionswinkel ψ	0(2) μ rad	0,04	0,2	0,3
Entfernung d	30 000(2) mm	0,1	0,1	0,1
Summe		0,3	0,6	2,3

Tab. 1: Beispielparametersatz für die Berechnung der spektralen Strahlungsleistung von MLS und BESSY II nach Schwinger mit zugehörigen relativen Unsicherheiten in der Bestimmung der Parameter.

lierten Quellen- oder Detektornormalen durchgeführt. Diese Vergleiche dienen der Verifizierung der dargestellten radiometrischen Skalen und der Validierung des Unsicherheitsbudgets.

So wurden im Bereich der spektralen Überlapung von Synchrotronstrahlung und Hohlraumstrahlung, d. h. im Spektralbereich des IR und VIS, die Primärnormale Elektronenspeicherring und Hochraumstrahler mithilfe von Transferstrahlern (Wolframbandlampen) oder Filtrerradiometern von mehreren Arbeitsgruppen verglichen [3, 19, 20, 21]. Das primäre Strahlernormal BESSY I wurde mit einem Kryoradiometer als primärem Detektornormal verglichen, sowohl spektral mithilfe von Filtrerradiometern [21, 22, 23] als auch durch Messung der emittierten gesamten Strahlungsleistung mit dem primären Detektornormal [24]. Die beiden primären Strahlernormale BESSY I und BESSY II wurden im Bereich des UV und VUV mithilfe von Deuteriumlampen als Transferstrahlern [25] und im Bereich der Röntgenstrahlung mithilfe eines Si(Li)-Detektors

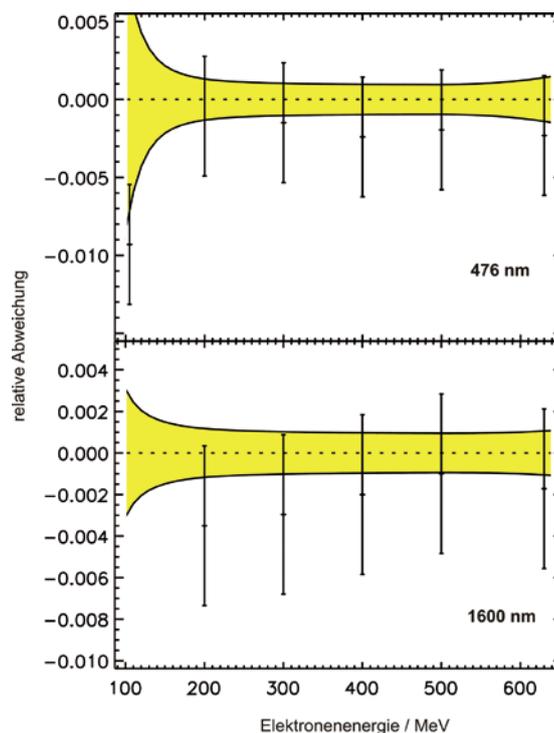


Bild 7: Vergleich der berechneten und mit kalibrierten Filtrerradiometern bei 476 nm und 1600 nm gemessenen Strahlstärke für verschiedene Elektronenenergien der MLS.

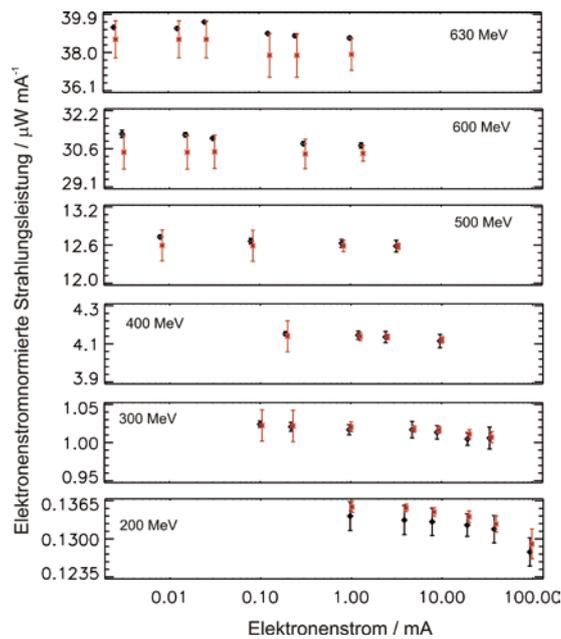


Bild 8:
Vergleich der aus den Speicherringparametern berechneten Strahlungsleistung (rot) mit der mit einem Kryoradiometer gemessenen Strahlungsleistung (schwarz) für verschiedene Elektronenenergien und -ströme der MLS.

als Transferdetektor verglichen [26]. Weiterhin wurde im Röntgenbereich bei 6,4 keV und 8,0 keV mithilfe eines Si(Li)-Detektors das primäre Strahlernormal BESSY I mit radioaktiven Standards verglichen [27]. Mithilfe von Deuteriumlampen als Transfernormalen erfolgte ein Vergleich zwischen BESSY II und dem SURF-III-Elektronenspeicherung des NIST [28]. An der MLS wurde ein Vergleich bei verschiedenen Elektronenenergien mit Filterradiometern durchgeführt, die rückführbar auf ein Kryoradiometer als primäres Detektornormal kalibriert wurden (Bild 6, 7) [29]. Weiterhin wurde an der MLS für einen großen Satz von Parametern mit verschiedenen Elektronenenergie und -strömen die emittierte, gesamte Strahlungsleistung mit einem Kryoradiometer gemessen (Bild 8) [30]. Für alle diese Vergleiche im IR-, VIS-, UV- und Röntgenbereich zeigte sich eine gute Übereinstimmung, deren Unsicherheit nicht durch die Darstellung der Einheit durch das Strahlernormal, sondern durch die Vergleichsprozedur oder die verwendeten Transfernormale bestimmt war.

Zusammenfassung und Anwendungen

Die Elektronenspeicherringe MLS und BESSY II sind als nationale primäre Strahlernormale im Spektralbereich des Sichtbaren bis zur Röntgenstrahlung etabliert. Die relative Unsicherheit der Darstellung der spektralen Strahlungsleistung beträgt im überwiegenden Teil des abgedeckten Spektralbereiches weniger als 0,1 %. Die undispergierte Strahlung kann zur direkten Kalibrierung von energiedispersiven Detektoren wie Reinstgermanium (HPGe)-, Si(Li)- oder SSD-Detektoren genutzt werden oder zur Kalibrierung von wellen-

längendispersiven Spektrographen, wie dies z. B. für die Kalibrierung des SPICE-Spektrographen [31] der Solar-Orbiter-Mission vorgesehen ist [32]. Mithilfe eines wellenlängendispersiven Transfersystems lassen sich darüber hinaus Strahlungsquellen rückführbar auf das jeweilige primäre Strahlernormal kalibrieren [33]. An der MLS ist zu diesem Zweck ein neuer Messplatz, der den Spektralbereich von 7 nm bis 400 nm abdeckt, in Betrieb gegangen [34].

Die hohe Dynamik in der Strahlstärke und die Möglichkeit der genauen Bestimmung erlaubt auch, eine strahlungsmesstechnische Brücke von der klassischen Radiometrie zur Einzelphotonenradiometrie zu schlagen. In diesem Zusammenhang wurde z. B. an der MLS ein Einzelphotonendetektor rückführbar auf ein Kryoradiometer kalibriert [35].

Literaturverzeichnis

- [1] J. Hollandt, J. Seidel, R. Klein, G. Ulm, A. Migdall, M. Ware: Optical Radiometry, 213–290 (2005), A. C. Parr, R. U. Datla, J. L. Gardner (Hrsg.), Elsevier, Amsterdam
- [2] R. Thornagel, R. Klein, G. Ulm: Metrologia **38**, 385 (2001)
- [3] F. Riehle, B. Wende: Opt. Lett. **10**, 365 (1985)
- [4] F. Riehle, B. Wende: Metrologia **22**, 75 (1986)
- [5] R. Klein et al.: Phys. Rev. ST Accel. Beams **11**, 110701 (2008)
- [6] R. Klein, G. Brandt, R. Fliegau, A. Hoehl, R. Müller, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **46**, S266 (2009)
- [7] R. Klein, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **47**, R33 (2010)
- [8] J. Schwinger: Phys. Rev. **75**, 1912 (1949)
- [9] V. O. Kostroun: Nucl. Instr. and Meth. **172**, 371 (1980)
- [10] R. Klein, G. Brandt, L. Cibik, M. Gerlach, M. Krumrey, P. Müller, G. Ulm, M. Scheer: Nucl. Instr. and Meth. **580**, 1536 (2007)
- [11] K. Molter, G. Ulm: Rev. Sci. Instrum. **63**, 1296 (1992)
- [12] R. Klein, R. Thornagel, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **115**, Heft 3, 8 (2005)
- [13] P. Kuske, R. Goergen, R. Klein, R. Thornagel, G. Ulm: Proc. EPAC 2000, 1771 (2000)
- [14] R. Klein, T. Mayer, P. Kuske, R. Thornagel, G. Ulm: Nucl. Instr. and Meth. A **384**, 293 (1997)
- [15] R. Klein, P. Kuske, R. Thornagel, G. Brandt, R. Görgen, G. Ulm: Nucl. Instr. and Meth. A **486**, 541 (2002)
- [16] A. Lysenko, I. Koop, A. Polunin, E. Pozdeev, V. Ptitsin, Yu. Shatunov: Nucl. Instr. and Meth. A **359**, 419 (1995)

- [17] R. Klein, G. Brandt, R. Thornagel, J. Feikes, M. Ries, G. Wüstefeld: Proc. IPAC 2011, 1165 (2011)
- [18] M. Richter, J. Hollandt, U. Kroth, W. Paustian, H. Rabus, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **40**, S107 (2003)
- [19] A. R. Schaefer, R. D. Saunders, L. R. Hughey: Opt. Eng. **25**, 892 (1986)
- [20] H. J. Kostkowski, J. L. Lean, R. D. Saunders, L. R. Hughey: Appl. Opt. **25**, 3297 (1986)
- [21] M. Stock, J. Fischer, R. Friedrich, H. J. Jung, R. Thornagel, G. Ulm, B. Wende: Metrologia **30**, 439 (1993)
- [22] N. P. Fox, P. J. Key, F. Riehle, B. Wende: Appl. Opt. **25**, 2409 (1986)
- [23] R. Thornagel, J. Fischer, R. Friedrich, M. Stock, G. Ulm, B. Wende: Metrologia **32**, 459 (1995/96)
- [24] H. Rabus, R. Klein, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **39**, 381 (2002)
- [25] M. Richter, J. Hollandt, U. Kroth, W. Paustian, H. Rabus, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **40**, 107 (2003)
- [26] F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **38**, 391 (2001)
- [27] D. Arnold, G. Ulm: Nucl. Instr. and Meth. A **339**, 43 (1994)
- [28] U. Arp, R. Klein, Z. Li, W. Paustian, M. Richter, P.-S. Shaw, R. Thornagel: Metrologia **48**, 261 (2011)
- [29] R. Klein, D. Taubert, R. Thornagel, J. Hollandt, G. Ulm: Metrologia **46**, 359 (2009)
- [30] R. Klein, A. Gottwald, G. Brandt, R. Fliegau, A. Hoehl, U. Kroth, H. Kaser, M. Richter, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **48**, 219 (2011)
- [31] A. Fludra et al.: Proc. SPIE **8862**, 88620F (2013)
- [32] A. Gottwald, R. Klein, M. Krumrey, P. Müller, W. Paustian, T. Reichel, F. Scholze, R. Thornagel: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 30 (2014)
- [33] R. Klein, S. Kroth, W. Paustian, M. Richter, R. Thornagel: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 16 (2014)
- [34] R. Thornagel, R. Klein, S. Kroth, W. Paustian, M. Richter: **51** Metrologia, 528 (2014)
- [35] I. Müller, R. M. Klein, J. Hollandt, G. Ulm, L. Werner: Metrologia **49**, S152 (2012)

Quellengestützte Radiometrie mit Synchrotronstrahlung

Roman Klein*, Simone Kroth, Wolfgang Paustian, Mathias Richter, Reiner Thornagel

* Dr. Roman Klein, Arbeitsgruppe „Synchrotronstrahlungsquellen“, E-Mail: roman.m.klein@ptb.de

Einleitung

Quellengestützte Radiometrie bezeichnet das messtechnische Konzept einer Rückführung radiometrischer Größen auf standardisierte Licht- oder Strahlungsquellen. Schon in der Anfangsphase der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (PTR) am Ende des 19. Jahrhunderts war die Entwicklung verlässlicher Lichtquellennormale ein Schwerpunkt der Arbeiten. Die Ableitung des Strahlungsgesetzes für Temperaturstrahler im Jahre 1900 durch Max Planck führte dabei mit dem Temperatur-Hohlraumstrahler zu der Realisierung des ersten primären Strahlernormals in der PTR.

Allerdings umfasst Hohlraumstrahlung auch bei hohen Temperaturen von bis zu 3000 K lediglich den optischen Bereich, d. h. den der Infrarot-(IR-), sichtbaren (VIS) und Ultraviolett-(UV-)Strahlung. In dem angrenzenden Vakuum-UV-(VUV-) und Röntgenbereich nutzt die PTB für quellengestützte Radiometrie daher seit 1982 die Strahlung von

Elektronenspeicherringen [1–3], deren spektrale Strahlstärke im Rahmen der klassischen Elektrodynamik mit der so genannten Schwinger-Gleichung [4] berechenbar ist. Derzeit nutzt die PTB die Elektronenspeicherringe BESSY II und MLS als berechenbare, primäre, nationale Normale. An beiden Speicherringen werden Messplätze betrieben, die die rückführbare Kalibrierung von Strahlungsquellen in den Einheiten von spektraler Strahlstärke und -dichte auf das jeweilige nationale Normal erlauben.

Kalibrierung von Strahlungsquellen

Ein Hauptarbeitsgebiet der quellengestützten Radiometrie in den PTB-Laboratorien bei BESSY II und an der MLS ist die Kalibrierung anderer Strahlungsquellen. Dieses geschieht durch Vergleich mit dem jeweiligen primären Normal. Da die Spektralverteilung der zu vergleichenden Quellen nicht monochromatisch ist, müssen

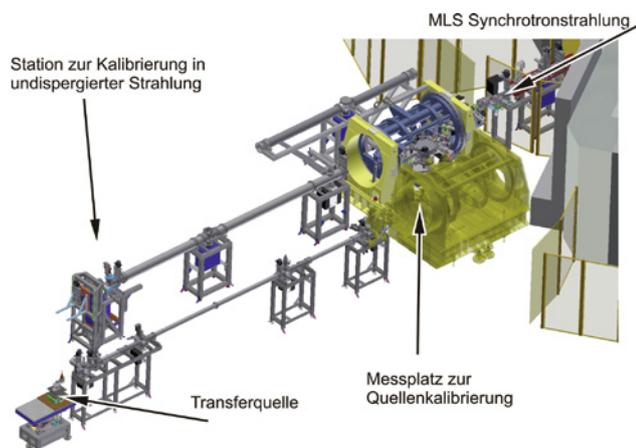


Bild 1. Messplatz für Quellenkalibrierung an der MLS. Links schematische Zeichnung: Der Messplatz kann entweder zur MLS oder zu der zu kalibrierenden Quelle hin ausgerichtet werden. Rechts: Foto mit dem Messplatz ausgerichtet zu der zu kalibrierenden Quelle (Deuteriumlampe), die im Bild unten links zu sehen ist.

wellenlängendispersive Transfersysteme als Strahlungskomparatoren verwendet werden. Bild 1 zeigt als Beispiel den Messplatz für Quellenkalibrierung im PTB-Laboratorium an der MLS, der im Wellenlängenbereich $400 \text{ nm} > \lambda > 7 \text{ nm}$ eingesetzt werden kann [5, 6]. Um diesen großen Spektralbereich abzudecken, stehen sechs Gitter, je drei in senkrechter (NI)- oder streifender (GI)-Geometrie zur Verfügung. Verschiedene optische Konfigurationen für spektrale Teilbereiche, d. h. verschiedene Materialien für Spiegel- und Gitterbeschichtungen sowie der optischen Filter, gewährleisten ein Höchstmaß an spektraler Reinheit bei der Monochromatisierung. Dieser Messplatz kann auf Luftkissen so transferiert werden, dass er entweder die berechenbare Strahlung der MLS sieht oder die Strahlung einer zu kalibrierenden Strahlungsquelle. In der Ausrichtung des Messplatzes befindet sich die jeweilige Strahlungsquelle im selben Abstand von ca. 10 m.

Im Falle der Messung und Kalibrierung des Messplatzes mit Synchrotronstrahlung (SR) wird der Quellpunkt mit einer Ausdehnung von etwa 1 mm über einen ellipsoiden Vorspiegel im Verhältnis 10:1 verkleinert in die Ebene der Eintrittsblende des Monochromators in etwa 10 m Entfernung abgebildet. Eine Apertur vor dem Vorspiegel definiert den akzeptierten Raumwinkel $\Delta\Omega_{SR}$, sodass sich die Messplatzempfindlichkeit $s(\lambda)$ aus dem Signalstrom $i_{SR}(\lambda)$ des Detektors und der über die Schwinger-Gleichung berechenbaren spektralen Strahlstärke $I_{\lambda}^{SR}(\lambda)$ der Synchrotronstrahlung ergibt zu:

$$s(\lambda) = \frac{i_{SR}(\lambda)}{I_{\lambda}^{SR}(\lambda) \Delta\Omega_{SR}}. \quad (1)$$

Die Intensität der Synchrotronstrahlung wird dabei über den gespeicherten Elektronenstrom im Sonderbetrieb des Speicherringes an das Niveau der zu kalibrierenden Strahlungsquellen angepasst. Zur Korrektur von Polarisationsseffekten werden die Messungen darüber hinaus in zwei zueinander orthogonalen Orientierungen der Messplatzebene zur Speicherringebene durchgeführt. Die auf diese Art und Weise mit berechenbarer Synchrotronstrahlung bestimmte Messplatzempfindlichkeit in einer festen optischen Konfiguration ist in der Folge über Monate hinweg stabil und kann für die Kalibrierung von Transferstrahlernormale verwendet werden.

Unter Verwendung einer Eintrittsblende, die so groß ist, dass sie das Abbild der zu kalibrierenden Transferquelle (TS) vollständig erfasst, lassen sich Kalibrierungen bzgl. spektraler Strahlstärke durchführen über:

$$I_{\lambda}^{TS}(\lambda) = \frac{i_{TS}(\lambda)}{s(\lambda) \Delta\Omega_{TS}}. \quad (2)$$

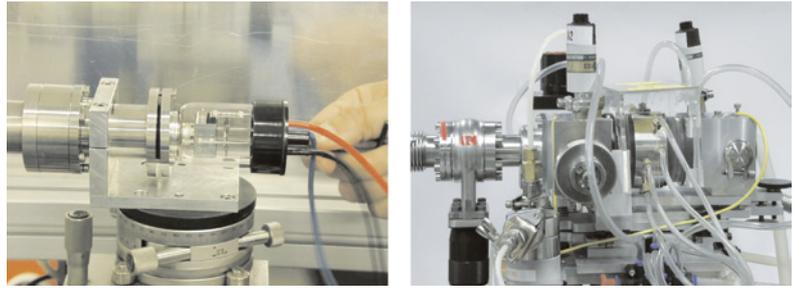


Bild 2:
Deuteriumlampe (links) und Hohlkathodenentladungsquelle (rechts) als Transferstrahlernormale für UV- und VUV-Strahlung.

Da sich am MLS-Messplatz Transferquelle und SR-Quelle im selben Abstand befinden, ist $\Delta\Omega_{TS} = \Delta\Omega_{SR}$. Dabei werden sowohl der Speicherring als auch die Transferquelle als Punktquelle angenommen, was bei den verwendeten Messgeometrien gerechtfertigt ist. Unter derselben Voraussetzung lässt sich aus der gemessenen spektralen Strahlstärke auch die für viele technische Anwendungen wichtige Größe der spektralen Bestrahlungsstärke in einem definierten Abstand r zum Quellpunkt berechnen:

$$E_{\lambda}^{TS}(\lambda) = \frac{I_{\lambda}^{TS}(\lambda)}{r^2}. \quad (3)$$

Betrachtet man dagegen durch Wahl einer kleinen Monochromator-Eintrittsblende nur einen Teilbereich des Quellflecks mit der Fläche ΔA , lassen sich Kalibrierungen bzgl. der über diesen Teilbereich gemittelten spektralen Strahlstärke realisieren, eine Messgröße von eher grundlegender und quellenspezifischer Bedeutung:

$$L_{\lambda}^{TS}(\lambda) = \frac{i_{TS}(\lambda)}{s(\lambda) \Delta\Omega_{TS} \Delta A}. \quad (4)$$

Für den Spektralbereich von UV-Strahlung und den unmittelbar angrenzenden VUV-Bereich haben sich in Industrie und Forschung Deuteriumlampen als geeignete Transferstrahlernormale etabliert (Bild 2). Mit Strahlungsaustrittsfenstern aus Quarz bzw. MgF_2 emittieren diese gekapselten Gasentladungslampen Strahlung mit Wellenlängen bis hinab zu etwa 160 nm bzw. 120 nm. Bild 3 zeigt die gemessene spektrale Strahlstärke einer Deuteriumlampe im Vergleich zu der berechneten spektralen Strahlstärke der MLS. Routinemäßig werden diese Lampen derzeit noch am Messplatz bei BESSY II [7], der den Spektralbereich von 40 nm bis 400 nm abdeckt, im Rahmen von Dienstleistungen kalibriert. Tabelle 1 fasst das entsprechende Unsicherheitsbudget zusammen.

Dass die Spektralverteilung von Synchrotronstrahlung und Deuteriumlampen im UV ähnlich ist in Bezug auf den Anstieg zu

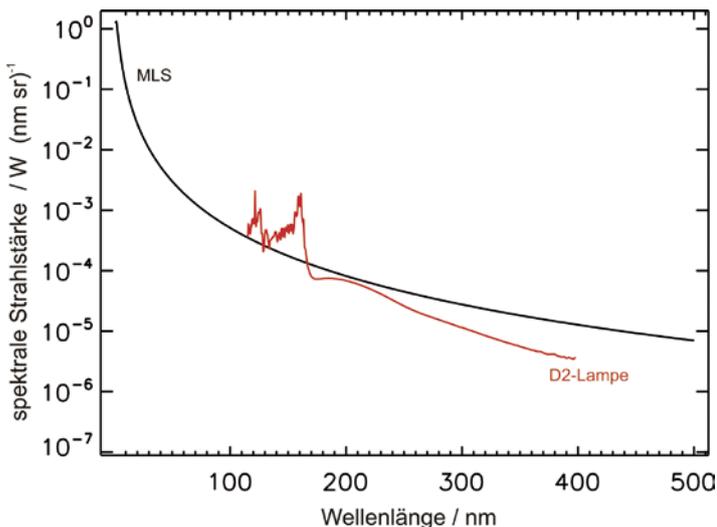


Bild 3: Strahlstärke der MLS (schwarz) und einer Deuteriumlampe (rot). Die MLS wurde bei einem Elektronenstrom von 15 μ A betrieben, um eine ähnliche Strahlstärke wie die Deuteriumlampe zur Verfügung zu stellen.

kleinen Wellenlängen hin, erleichtert die Kalibrierung, weil dadurch Probleme durch nicht-lineares Verhalten beim Strahlungsnachweis minimiert werden. Dieses ist nicht der Fall bei der Kalibrierung von Deuteriumlampen gegen berechenbare Temperatur-Hohlraumstrahlung, deren Strahlungsleistung im UV zu kleinen Wellenlängen hin stark abnimmt.

Die verschiedenen quellengestützten UV-Skalen innerhalb der PTB stimmen sehr gut überein, wie in Bild 4 demonstriert. Die hierzu in den letzten Jahren durchgeführten PTB-internen Vergleiche [8] beziehen sich nicht nur auf verschiedene Primärnormale (BESSY I, BESSY II, Hohlraumstrahler) sondern auch auf verschiedene Transfornormale (Deuteriumlampen, Wolfram-Bandlampen) und sogar auf verschiedene radiometrische Messgrößen (Strahlstärke, Strahldichte, Bestrahlungsstärke). Ein bilateraler Vergleich mit dem NIST, wo der Elektronenspei-

Wellenlängenbereich	Spektrale Bandbreite	Relative Messunsicherheit ($k = 1$)	
		Spektrale Strahldichte	Spektrale Strahlstärke
115,0 nm–120,4 nm	0,8 nm	5 %	5 %
120,5 nm–122,5 nm	0,8 nm	18 %	18 %
122,6 nm–165 nm	0,8 nm	5 %	5 %
165 nm–175 nm	1,6 nm	3,5 %	3,5 %
176 nm–400 nm	1,6 nm	2,5 %	2 %

Tabelle 1: Unsicherheitsbudgets für die Kalibrierung von Deuteriumlampen im PTB-Laboratorium bei BESSY II.

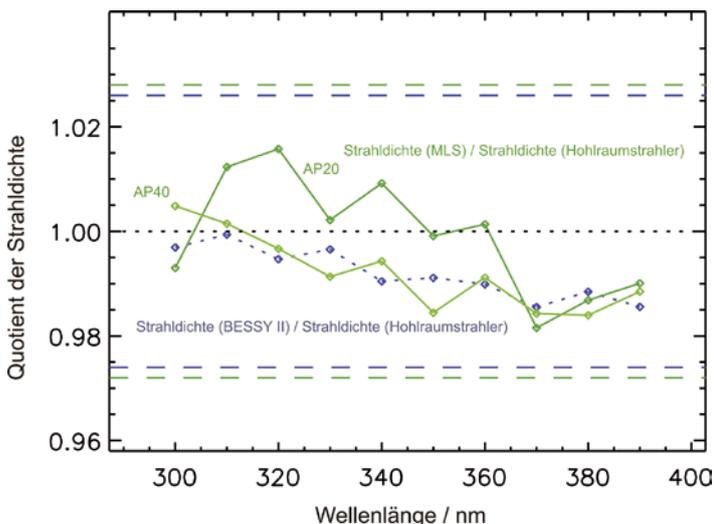


Bild 4: Strahldichtevergleich einer Wolfram-Bandlampe: Aufgetragen ist der Quotient der Kalibrierung jeweils an den Elektronenspeicherringen BESSY II und MLS zu der Kalibrierung gegen einen Hohlraumstrahler. Die waagerechten Linien verdeutlichen die kombinierte relative Standardmessunsicherheit des jeweiligen Vergleichs. An der MLS wurde die Strahldichte mit zwei verschiedenen Eingangsaperturen (AP20 und AP40) gemessen.

cherring SURF III als primäres Strahlernormal genutzt wird, ergab eine gute Übereinstimmung der Skalen [9]. Bild 5 zeigt den Vergleich einer Deuteriumlampenkalibrierung am Messplatz bei BESSY II und dem neuen Messplatz an der MLS [6]. Mit dem stark erweiterten Spektralbereich dieses neuen Messplatzes und der Rückführung auf die MLS als nationales Normal, wird die hohe Kompetenz der PTB auf dem Gebiet der Kalibrierung von Strahlungsquellen im UV und VUV weiter ausgebaut. Die hohe Flexibilität in der Wahl der Betriebsparameter der MLS erlaubt die Schaffung optimierter Messbedingungen für die jeweilige Kalibrieraufgabe. Durch die freie Wahl der Elektronenenergie bei der MLS zwischen 105 MeV und 630 MeV lässt sich das Synchrotronstrahlungsspektrum an das jeweilige Messproblem anpassen, sodass die Kalibrierung von Strahlungsquellen frei von Anteilen höherer Monochromator-Ordnungen und Falschlicht auch unterhalb von 40 nm möglich ist.

Für den kürzerwelligen Spektralbereich als den von Deuteriumlampen abgedeckten stehen der PTB im Wesentlichen Transferquellen, die auf Edelgasemissionslinien einer offenen Hohlkathodenentladungsquelle (Bild 2) basieren, zur Verfügung, die insbesondere im Rahmen wissenschaftlicher Kooperationen für die Kalibrierung von Sonnenteleskopen eingesetzt werden [10–15]. Im Rahmen von Forschungsk Kooperationen werden auch neuartige Quellen kalibriert. Bild 6 zeigt z. B. die im Rahmen einer wissenschaftlichen Kooperation mit dem Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR) gemessene Strahlstärke eine Gasjet-Quelle [16]. Bei dieser Quelle wird ein Jet aus Edelgas durch Elektronenstoß angeregt. Sie wird in einem VUV-Sonnensimulator eingesetzt, der den erdbasierten Test von Weltrauminstrumentierung erlaubt.

Kalibrierung mit direkter, undispergierter Strahlung

Wellenlängendispersive Spektrometer aber auch energiedispersive Röntgendetektoren wie Halbleiterdetektoren aus mit Lithium gedriftetem Silizium (Si(Li)-Detektoren) oder High-Purity-Germanium (HPGe-Detektoren) erlauben Synchrotronstrahlung spektral aufgelöst nachzuweisen. Daher lassen sie sich, in Analogie zu den oben beschriebenen Messplätzen für Quellenkalibrierung, im direkten Strahl berechenbarer Synchrotronstrahlung kalibrieren. Die relative Unsicherheit in der Berechnung der spektralen Strahlungsleistung ist dabei im Bereich weniger 10^{-3} oder darunter [1]. Durch die Nutzung von BESSY II und MLS als

berechenbare Quellen über einen breiten Spektralbereich hat die PTB auf dem Gebiet der Kalibrierung wellenlängendispersiver Systeme oder energiedispersiver Röntgendetektoren mit ihren Messmöglichkeiten eine weltweit führende Stellung und liefert Kalibrierungen höchster Präzision für internationale Kunden [17].

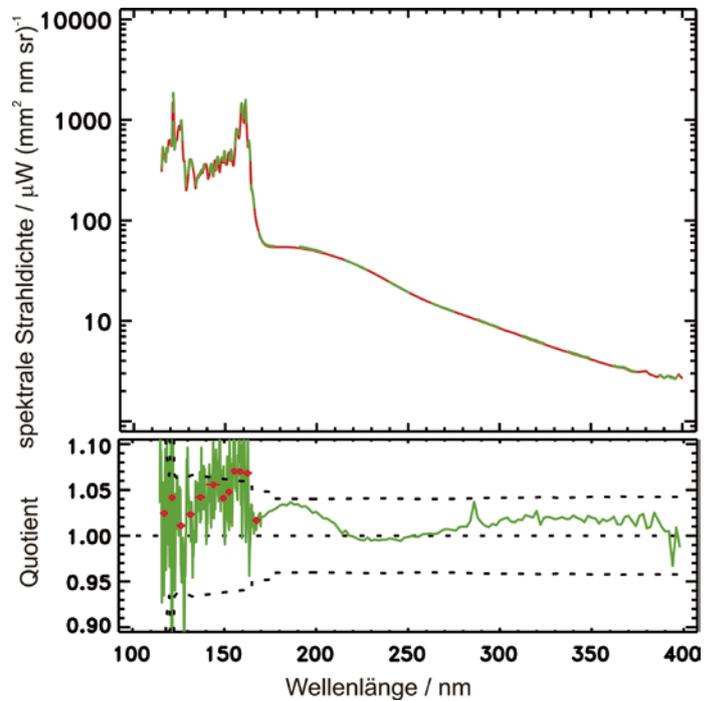


Bild 5: Spektrale Strahlstärke einer Deuteriumlampe gemessen am Quellenmessplatz bei BESSY II (rot) und an der MLS (grün). Unten: Quotient der beiden Kalibrierungen. Die gestrichelte Linie verdeutlicht die kombinierte relative Standardmessunsicherheit. Die roten Punkte sind über Liniengruppen gemittelte Werte.

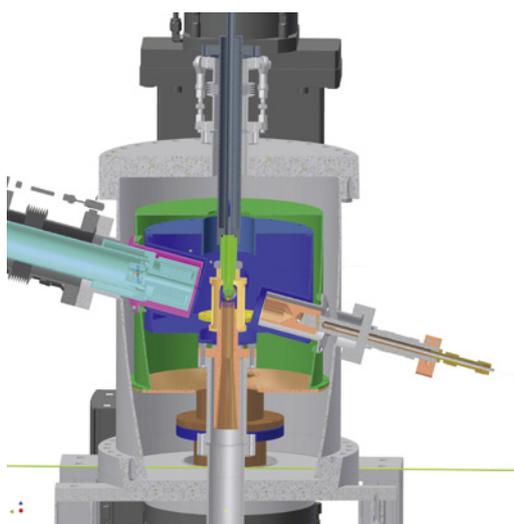
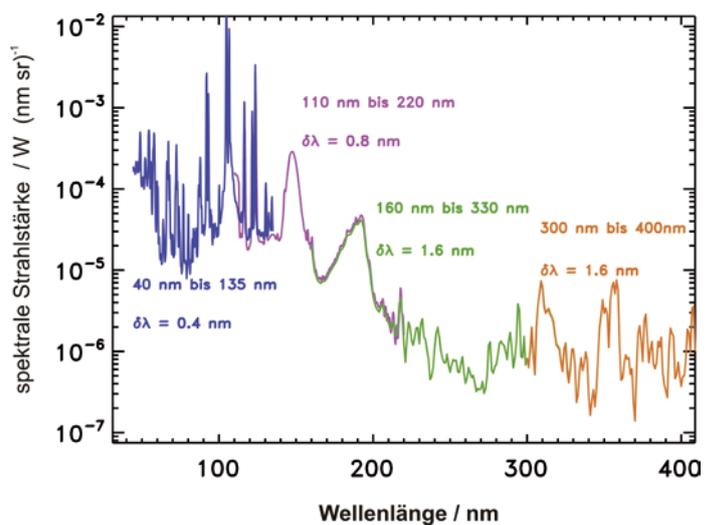


Bild 6: Links: Gasjet-VUV-Quelle, bei der ein Edelgasjet (von oben nach unten) durch Elektronenstoß (von links nach rechts) angeregt wird. Rechts: Strahlstärke der Gasjet-VUV-Quelle, gemessen am Quellenmessplatz bei BESSY II. Die verschiedenen Farben kennzeichnen die verschiedenen Messplatzkonfigurationen für den jeweiligen Wellenlängenbereich und spektrale Auflösung ($\delta\lambda$) [16].



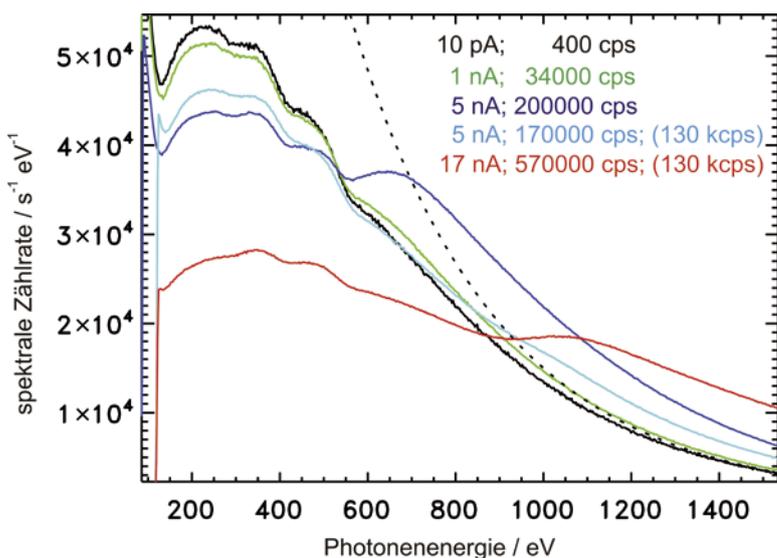


Bild 7:
Charakterisierung eines Silizium-Drift-Detektors an der MLS: Die gestrichelte Linie zeigt den berechneten, einfallenden Photonenfluss der primären Quelle MLS, die farbigen Kurven zeigen die gemessenen Spektren bei verschiedenen einfallenden Photonenraten, die sich über den gespeicherten Elektronenstrom variieren lassen. Alle Spektren sind auf den Elektronenstrom von $1\mu\text{A}$ normiert. Die hellblau und rot gezeichneten Kurven sind mit einer geänderten Einstellung der Detektorelektronik (130 kcps) gemessen, die für hohe Zählraten optimiert ist.

Bild 7 zeigt die Charakterisierung eines Silizium-Drift-Detektors (SDD) an der MLS, die bei verschiedenen Elektronenströmen betrieben wurde. Auch hier lassen sich, neben der Bestimmung der Nachweisempfindlichkeit, wichtige Eigenschaften, wie z. B. Pile-up-Verhalten durch Variation des einfallenden Photonenflusses untersuchen. Beispiele für die Kalibrierung weiterer Röntgendetektoren bei BESSY II sind in [18] gegeben. Im höherenergetischen Spektralbereich können darüber hinaus Messungen an einem Wellenlängenschieber (WLS) [19] durchgeführt werden, der gemeinsam mit der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) genutzt wird. Hier ist die primäre Strahlungsverteilung deutlich härter und man erhält entsprechend höhere Zählraten bei hoher Energie. Anwendung finden die so kalibrierten energiedispersiven Detektoren z. B. in der referenzprobenfreien Röntgenfluoreszenzanalyse [20].

Durch die Inbetriebnahme eines großen Vakuumtanks lassen sich an der MLS auch große Spektrographen direkt mit der berechenbaren Synchrotronstrahlung charakterisieren. Dies geschieht z. B. im Rahmen von Kooperationen für Weltraummissionen wie in [15] aufgeführt. Für die Unterdrückung oder Abschätzung des Einflusses höherer Beugungsordnungen ist dazu, wie oben beschrieben, die Flexibilität in der Wahl der Elektronenenergie sehr wichtig. Darüber hinaus erlaubt die große Dynamik in der Variation der Strahlstärke die Untersuchung der Linearität der

verwendeten Detektionssysteme. Oft messen Spektrographen für Sonnenmissionen Emissionslinien hoch geladener Ionen, die sehr unterschiedliche Intensitäten haben. Das Intensitätsverhältnis wiederum erlaubt Rückschlüsse auf sonnenphysikalische Eigenschaften. Die Kalibrierung des SPICE-Spektrographen der Solar-Orbiter-Mission wird auf diese Weise mit der direkten, berechenbaren Strahlung der MLS erfolgen [21].

Literaturverzeichnis

- [1] R. Klein, R. Thornagel, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 7 (2014)
- [2] R. Thornagel, R. Klein, G. Ulm: Metrologia **38**, 385 (2001)
- [3] R. Klein et al.: Phys. Rev. ST Accel. Beams **11**, 110701 (2008)
- [4] J. Schwinger: Phys. Rev. **75**, 1912 (1949)
- [5] M. Richter, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 3 (2014)
- [6] R. Thornagel, R. Klein, S. Kroth, W. Paustian, M. Richter: **51** Metrologia, 528 (2014)
- [7] M. Richter, J. Hollandt, U. Kroth, W. Paustian, H. Rabus, R. Thornagel, G. Ulm: Nucl. Instr. and Meth. **467–468**, 605 (2001)
- [8] M. Richter, J. Hollandt, U. Kroth, W. Paustian, H. Rabus, R. Thornagel, G. Ulm: Metrologia **40**, 107 (2003)
- [9] U. Arp et al.: Metrologia **48**, 261 (2011)
- [10] K. Danzmann, M. Günther, J. Fischer, M. Kock, M. Kühne: Appl. Opt. **27**, 4947 (1988)
- [11] J. Hollandt, M. C. E. Huber, M. Kühne: Metrologia **30**, 381 (1993)
- [12] J. Hollandt, M. Kühne, B. Wende: Appl. Opt. **33**, 68 (1994)
- [13] M. Richter, A. Gottwald, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: Advances in Space Research **37**, 265 (2006)
- [14] M. Richter, A. Gottwald, M. Krumrey, W. Paustian, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **115**, 218 (2005)
- [15] A. Gottwald, R. Klein, M. Krumrey, P. Müller, W. Paustian, T. Reichel, F. Scholze, R. Thornagel: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 30 (2014)
- [16] M. Sznajder, T. Renger, A. Witzke, U. Geppert, R. Thornagel: Advances in Space Research **52**, 1993 (2013)
- [17] M. Krumrey, F. Scholze, G. Ulm: Proc. SPIE **5501**, 277 (2004)
- [18] W. Paustian, M. Richter, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **115**, 181 (2005)
- [19] R. Klein, G. Brandt, L. Cibik, M. Gerlach, M. Krumrey, P. Müller, G. Ulm, M. Scheer: Nucl. Instr. Meth. **A580**, 1536 (2007)
- [20] M. Müller et al.: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [21] A. Fludra et al.: Proc. SPIE **8862**, 88620F (2013)

Empfängergestützte Radiometrie mit Kryoradiometern und monochromatisierter Synchrotronstrahlung

Alexander Gottwald*, Udo Kroth, Michael Krumrey, Peter Müller, Frank Scholze

Einleitung

Empfängergestützte Radiometrie basiert auf der Verwendung primärer Empfängernormale für die Messung absoluter Strahlungsleistungen. In der optischen Radiometrie haben sich für diesen Zweck seit ihrer Einführung vor über 100 Jahren [1] elektrisch kalibrierte Substitutionsradiometer etabliert. Diese sind thermische Empfänger, die auf der Äquivalenz von elektrischer Heizung und Strahlungserwärmung eines Hohlraumabsorbers basieren. In den 1980er-Jahren wurde durch den Betrieb bei der Temperatur von flüssigem Helium (Kryoradiometer) und in Verbindung mit Lasern die Messunsicherheit deutlich reduziert [2–7]. Kryoradiometer werden von vielen metrologischen Staatsinstituten zur Darstellung der Skala der spektralen Empfindlichkeit von Photoempfängern (Detektoren) vom infraroten bis zum ultravioletten Spektralbereich genutzt, wobei sich die kleinsten relativen Unsicherheiten im Bereich von 10^{-4} in der Kombination mit intensitätsstabilisierten Lasern als Strahlungsquellen erreichen lassen [8].

In den Spektralbereichen der Vakuum-Ultraviolett-(VUV), Extrem-Ultraviolett-(EUV), und Röntgen-Strahlung, wo keine Laser existieren, bietet monochromatisierte Synchrotronstrahlung aus Speicherringen sehr gute Voraussetzungen für die empfängergestützte Radiometrie, insbesondere wegen der breitbandigen Abstrahlung und der dadurch (in Kombination mit geeigneten Monochromatoren) kontinuierlichen Durchstimmbarkeit der Wellenlänge. Im Unterschied zur Laserstrahlung, bei der typischerweise Strahlungsleistungen von einigen Milliwatt genutzt werden können, beträgt die an Ablenk magnetstrahlrohren zur Verfügung stehende Leistung der monochromatisierten Strahlung jedoch höchstens $50 \mu\text{W}$, teilweise auch weniger als $1 \mu\text{W}$. Die Stabilität der Synchrotronstrahlung ist nicht durch stochastische Schwankun-

gen begrenzt, sondern durch den gleichmäßigen, annähernd exponentiellen Abfall des Elektronenstroms im Speicherring mit typischen Zeitkonstanten im Bereich einiger Stunden. Im Gegensatz zu diesem so genannten *decay mode* ist an vielen Speicherringen (so auch bei BESSY II) heutzutage ein Betrieb im *top-up mode* möglich, bei dem der Elektronenstrom annähernd (besser als 1 %) konstant gehalten wird. Für das Erreichen kleiner Unsicherheiten in der Strahlungsleistungsmessung ist es im *decay mode* nötig, die Messungen bei relativ niedrigen Strahlungsleistungen innerhalb weniger Minuten durchzuführen. Deshalb wurden hier lange Zeit Ionisationskammern als primäre Empfängernormale eingesetzt [9]. Diese erlauben Messungen der Strahlungsleistung jedoch lediglich mit relativen Unsicherheiten von einigen Prozent [10].

Konventionelle Kryoradiometer sind nur nach erheblichen Anpassungen für Messungen mit Synchrotronstrahlung geeignet. Die PTB hat in ihrem Laboratorium zuerst am Speicherring BESSY I [11], seit 1999 bei BESSY II [12], und seit 2008 auch an der *Metrology Light Source* (MLS) [13] die empfängergestützte Radiometrie mit Synchrotronstrahlung auf der Basis von speziell angepassten Kryoradiometern kontinuierlich entwickelt und verbessert. Inzwischen kann diese Technik als etabliert angesehen werden und wird mittlerweile auch von anderen Staatsinstituten wie NIST und NMIJ verwendet [14, 15]. Gestützt auf Kryoradiometer als primäre Empfängernormale und unter Nutzung monochromatisierter Synchrotronstrahlung verfügt die PTB über eine Skala der spektralen Empfindlichkeit vom UV- bis in den Röntgenbereich [16–19]. Die Weitergabe der Skala erfolgt durch gegen das Primärnormal kalibrierte Halbleiterphotodioden, wobei je nach Spektralbereich unterschiedliche Photodiodentypen als sekundäre Empfängernormale zum Einsatz kommen.

* Dr. Alexander Gottwald, Arbeitsgruppe „UV- und VUV-Radiometrie“, E-Mail: alexander.gottwald@ptb.de

Die PTB-Kryoradiometer für Synchrotronstrahlung

Die PTB verfügt über zwei speziell für die Nutzung mit monochromatischer Synchrotronstrahlung entwickelte Kryoradiometer [20–22]. Diese SYRES I bzw. II (*SYnchrotron Radiation Electrical Substitution Radiometer*) genannten thermischen Empfänger auf der Basis eines Hohlraumabsorbers werden bei Temperaturen geringfügig oberhalb des Siedepunktes von flüssigem Helium betrieben. Beide Systeme sind fensterlos und somit direkt mit den Strahlrohren für Synchrotronstrahlung [23, 24] unter Ultra-Hochvakuumbedingungen verbunden. Durch die Verwendung eines metallischen Hohlraumabsorbers erreicht man gegenüber anderen Absorbertypen (z. B. Scheibenabsorbern)

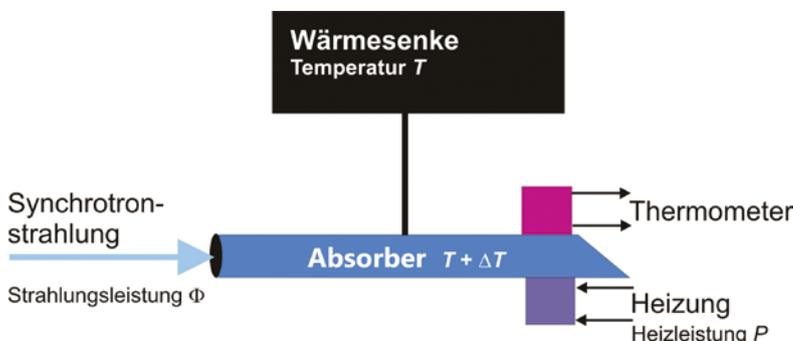


Bild 1: Schematische Darstellung eines elektrischen Substitutions-Kryoradiometers mit dem Hohlraumabsorber-Modul

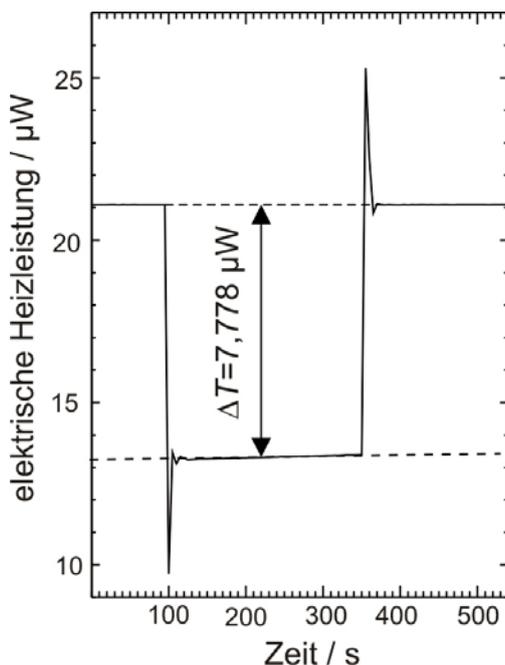


Bild 2: Beispiel einer Strahlungsleistungsmessung mit dem Kryoradiometer SYRES II im Substitutionsmodus: 100 s nach Beginn der Messung fällt für 240 s die zum messende Strahlungsleistung auf den Absorber, wodurch die ursprünglich angewandte elektrische Heizleistung von der Regelelektronik um den Betrag der absorbierten Strahlungsleistung (hier: 7,778 µW) reduziert wird.

einen hohen Absorptionsgrad bei gleichzeitiger effektiver Unterdrückung von Sekundäreffekten wie Photoemission oder Fluoreszenz. Die metallischen Absorber haben zwar wegen des Beitrags der Leitungselektronen eine höhere Wärmekapazität als Isolatoren, verhindern aber nicht-thermische Energieverluste wie zum Beispiel die Bildung von Farbzentren in isolierenden Absorbern wie Saphir.

Bild 1 zeigt schematisch die wesentlichen Komponenten des Kryoradiometers: Bei einem elektrischen Substitutionsradiometer wird ein Strahlungsabsorber der Wärmekapazität C über einen Wärmewiderstand R an eine Wärmesenke der Temperatur T angekoppelt, welche mittels einer elektronischen Regelung konstant gehalten wird. Die Wärmesenke ist in thermischem Kontakt mit einem Heliumbad-Kryostaten. Bei Bestrahlung mit der Strahlungsleistung Φ erhöht sich die Temperatur des Absorbers gegenüber der ursprünglichen Temperatur um ΔT . Die Zeitkonstante $\tau = R \times C$ der Temperaturänderung ist durch die Wärmekapazität C des Absorbers und den Wärmewiderstand R der Ankopplung gegeben, die absolute Temperaturänderung (Sensitivität) jedoch nur durch den Wärmewiderstand $R = \Delta T / \Phi$. Die gleiche Temperaturerhöhung kann durch elektrische Heizung herbeigeführt werden, d. h. die Strahlungsleistung Φ kann durch elektrische Heizleistung P substituiert werden. Diese Substitution basiert auf der Annahme der Äquivalenz von elektrischer und Strahlungsheizung. Grundsätzlich werden die Radiometer im so genannten dynamischen Substitutionsmodus betrieben: Die Temperatur des Absorbers wird bereits vor der Bestrahlung durch Zuführung elektrischer Heizleistung P vom Widerstandsheizelement auf einen Wert $(T + \Delta T)$ konstant eingeregelt. Wird nun die zu bestimmende Strahlungsleistung Φ absorbiert, muss die elektrische Heizleistung um genau den Betrag der Strahlungsleistung vermindert werden, um die Temperatur konstant zu halten (Bild 2). Die Messung der Strahlungsleistung ist damit rückgeführt auf eine Differenzmessung der elektrischen Heizleistung bzw. der damit verbundenen elektrischen Größen.

Für die Anpassung an die Bedingungen speziell bei der Nutzung von Synchrotronstrahlung sind gegenüber herkömmlichen Kryoradiometern mit Hohlraumabsorbern einige wesentliche Modifikationen notwendig, insbesondere im Hinblick auf die Empfindlichkeit und zur Unterdrückung des thermischen Strahlungsuntergrundes. Wegen der relativ geringen verfügbaren Strahlungsleistungen, muss der Wärmewiderstand R hoch sein, um eine hinreichende Empfindlichkeit im Bereich einiger zehn $\text{mK}/\mu\text{W}$ zu erreichen. Gleichzeitig muss die Wärmekapazität klein sein, um eine vertretbar kleine Zeitkonstante τ im Bereich von weniger als einer Minute zu erreichen. Die Anpassungszeit

muss hinreichend kurz sein, um die Änderung der Strahlintensität durch den monoton abfallenden Ringstrom im Speicherring geringer als die angestrebte Messunsicherheit zu halten. Zur Umsetzung dieser Anforderungen sind die Hohlraumabsorber der Kryoradiometer aus elektrolytisch geformtem Kupfer mit einer Wandstärke von etwa 100 μm gefertigt. Um einen hohen Wert für den Wärmewiderstand in der Ankopplung an die Wärmesenke zu erreichen, ist der Absorber an dünnen Nylonfäden aufgehängt. Die definierte Wärmeankopplung ist durch einen Kupfer- bzw. Konstantandraht realisiert, wobei durch Anpassen der Länge der Wärmewiderstand in gewissem Rahmen variiert werden kann.

Die erreichbare Unsicherheit in der Bestimmung der Strahlungsleistung ist durch das Vermögen des Absorbers begrenzt, die auf ihn treffende Strahlung vollständig zu absorbieren (d. h. eine Emissivität nahe 1 zu besitzen), und verlustfrei in Wärme umzuwandeln. Während im UV- und VUV-Spektralbereich die Reflexion der Strahlung an der Oberfläche des Absorbers den wesentlichen zu berücksichtigenden Verlustfaktor darstellt, treten im Röntgenbereich die Transmissionsverluste (durch eine nicht ausreichende Wandstärke) sowie Fluoreszenz- und Streuprozesse in den Vordergrund. Um im Bereich der Röntgenstrahlung Messungen bei Photonenenergien von bis zu 60 keV zu ermöglichen, wurde der 40 mm lange, zylinderförmige Hohlraumabsorber, dessen Wand aus 90 μm dickem Kupfer mit einer ca. 1 μm dicken Goldschicht besteht, mit einer 730 μm dicken massiven Goldplatte als Rückwand abgeschlossen, welche um 30° zur Senkrechten geneigt ist (Bild 3a) [23]. Dieser Absorber wird im SYRES-I-Instrument eingesetzt und ermöglicht die radiometrische Rückführung von empfängergestützten Kalibrierungen im Photonenenergiebereich zwischen 30 eV und 60 keV. Das SYRES-II-Radiometer hingegen ist dediziert für den Photonenenergiebereich zwischen 3 eV und 30 eV (entsprechend Wellenlängen von 400 nm bis 40 nm) entwickelt worden. Rückplatte und zylindrische Wände des Hohlraumabsorbers haben hierbei eine annähernd gleiche Wandstärke; das Kupfer ist ebenfalls mit einer ca. 1 μm dicken Goldschicht überzogen. Diese soll eine möglichst hohe gerichtete (spekulare) Reflexion erzeugen. Mit einer Länge von 80 mm ist der Hohlraumabsorber doppelt so lang wie der im Röntgenbereich verwendete. Zusätzlich ist am Eintritt ein sogenannter Retro-Reflektor installiert, der aus zwei mit der Basis gegeneinandergesetzten Kegelstümpfen mit 30° Schräge und insgesamt 9 mm Länge besteht (Bild 3b) [16]. Durch diese Geometrie wird ein an der Rückwand des Absorbers gänzlich gerichtet reflektierter Strahl wieder in den Hohlraum reflektiert. Ein Verlassen des Hohlraumes

ist erst nach mehr als 15 Reflexionen an der Oberfläche möglich. Bei einem angenommenen Reflexionsgrad von 0,4 sind somit die Reflexionsverluste kleiner als 10^{-6} . Bei beiden verwendeten Absorbern sind der elektrische Heizer und ein Germanium-Widerstandsthermometer auf der abgeschrägten Rückwand von außen angebracht. Um die Äquivalenz von elektrischer Heizung und Heizung durch Strahlung möglichst gut zu gewährleisten, müssen unkontrollierte Wärme-flüsse unterdrückt werden. Der Strahlungsabsorber (Hohlraumabsorber) befindet sich im Hochvakuum, um Wärmeableitung durch Konvektion auszuschließen. Wärmestrahlung spielt in diesen Temperaturbereichen ebenfalls keine Rolle für den Wärmetransport. Die Zuleitungen für Heizer und Widerstandsthermometer bestehen aus supra-leitenden Materialien, sodass darin im Bereich der Arbeitstemperaturen kaum Joule'sche Wärme erzeugt wird. Darüber hinaus ist eine inhomogene Temperaturverteilung durch die bei diesen tiefen Temperaturen hohe Wärmeleitfähigkeit des Absorbentmaterials minimiert.

Da sich die Strahlrohre auf Umgebungstemperatur befinden, fällt aus dem Halbraum eine Infrarot-Strahlungsleistung von einigen Milliwatt auf den Absorber. Das gesamte Absorbermodul muss daher von einem gekühlten Kryokollimator umgeben sein, um den Raumwinkel für die einfallende Infrarotstrahlung annähernd auf den der Synchrotronstrahlung zu reduzieren. Bei SYRES II kann darüber hinaus das Absorbermodul mit dem zugehörigen Kryostaten unter Vakuum vertikal aus dem Strahlengang gehoben werden, um Messungen mit dem Absorber und dem zu kalibrierenden Detektor an exakt der gleichen Strahlposition durchzuführen. Dadurch wird sichergestellt, dass auf das primäre Empfängernormal und den zu kalibrierenden Detektor auch exakt die gleiche Strahlungsleistung einfällt, unabhängig von Divergenz und Streulichthalo des Strahls.

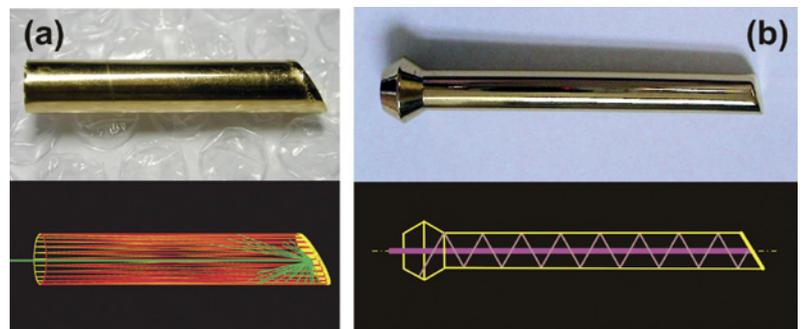


Bild 3:
Hohlraumabsorber der beiden SYRES-Kryoradiometer.
(a) SYRES-I-Absorber, Länge $l = 40$ mm, Durchmesser $d = 8$ mm; oben: Foto, unten: simulierte Röntgenstreuung- und Fluoreszenz [23].
(b) SYRES-II-Absorber $l = 80$ mm, $d = 8$ mm; oben: Foto, unten: geometrischer Strahlengang für direkte (spekulare) Reflexion des einfallenden Strahls [16].

Kalibrierung von Transferempfängernormalen

Die im vorigen Abschnitt beschriebenen Kryoradiometer werden in den Laboratorien der PTB bei BESSY II und an der MLS als primäre Empfängernormale zur Messung der spektralen Empfindlichkeit von Transferempfängernormalen eingesetzt [16–19, 25–32]. Die Kalibrierung erfolgt durch Vergleich des gemessenen Photostromes des Transferempfängers mit der einfallenden Strahlungsleistung, die mit dem Kryoradiometer gemessen wird. Durch Einsatz monochromatisierter Synchrotronstrahlung wird von der PTB eine Skala der spektralen Empfindlichkeit vom ultravioletten Spektralbereich bis in das Röntgengebiet dargestellt (Bild 4, oben). Sie ist auf je nach Spektralbereich unterschiedlichen Empfängertypen (Halbleiterphotodioden) abgelegt. Die hier verwendeten Detektoren sind fensterlose Halbleiterphotodioden, einerseits vom Schottky-Typ (PtSi-nSi-Photodioden) [31], andererseits vom nSi-pSi-Typ oder *Passivated-Implanted-Planar-Silicon*-Detektoren [23]. Für die Wahl der Detektoren ausschlaggebend sind Aspekte wie Bestrahlungsstabilität, Linearität und Homogenität über die Detektorfläche [30, 31]. Abhängig vom Detektortyp und noch wesentlicher vom Wellenlängenbereich und der daraus resultierenden Instrumentierung ergeben sich unterschiedliche Unsicherheiten für die Skala bzw. für die Kalibrierung von Transferempfängernormalen (Tabelle 1). Im UV-, VUV- und weichen Röntgenbereich rührt der größte Beitrag zur Gesamtunsicherheit von den Falschlichtanteilen der monochromatisierten Synchrotronstrahlung her. Diese Anteile unterscheiden sich stark je nach der optischen Konfiguration der Strahlrohre in den Unterspektralbereichen (Filter, Gitter, etc.), sodass die erreichbare Messunsicherheit unterschiedlich ist und sich an den jeweiligen Bereichsgrenzen auch sprunghaft

ändert (Bild 4 unten und Tabelle 1).

Die so dargestellte Skala der spektralen Empfindlichkeit ist durch interne und externe Vergleiche validiert worden. So wurde SYRES II als primäres Empfängernormal direkt gegen den Speicherring MLS als primäres Strahlernormal verglichen [33, 34], während für SYRES I im weichen Röntgenbereich hierzu der Weg über einen energiedispersiven Si(Li)-Detektor als Transferstandard gegangen wurde [35]. Weitere empfangergestützte Vergleiche wurden durchgeführt gegen ein anderes primäres Detektornormal, eine Freiluft-Ionisationskammer [23] sowie mit Halbleiter-Photodioden gegen die radiometrischen Skalen anderer Staatsinstitute [36–38].

Bei der Weitergabe der Skala tragen auch die Eigenschaften der Detektoren, insbesondere die Homogenität der Empfindlichkeit über die Detektorfläche, wesentlich zur Unsicherheitsbilanz bei. Die Bestrahlungsstabilität und allgemeine Alterung der Transferdetektoren stellt ein prinzipielles Problem bei der Weitergabe der Skala dar und hängt dabei nicht nur vom Detektortyp, sondern auch von der Wellenlänge und Leistung der einfallenden Strahlung ab. Die Alterung eines Detektors betrifft dabei sowohl die Homogenität als auch die spektrale Empfindlichkeit [39, 40]. Als besonders relevant zeigt sich hierbei die Alterung von Halbleiter-Photodioden im Wellenlängenbereich des VUV, speziell bei Wellenlängen zwischen etwa 50 nm und 150 nm [41, 42]. Die Ursache dafür liegt in der hohen Strahlungsabsorption aller Materialien in diesem Wellenlängenbereich, sodass die Eindringtiefe der Strahlung nur wenige Nanometer beträgt. Die gesamte Energie der auftreffenden Photonen wird somit in der dünnen Deckschicht des Empfängers absorbiert. Dies bedeutet einerseits, dass die Qualität der Deckschicht (Gleichförmigkeit, Fehlen von Strukturfehlern) wesentlich die Eigenschaften des Detektors bestimmt, andererseits, dass diese Deckschicht

Tabelle 1: Zusammenstellung wesentlicher Unsicherheitsbeiträge für die Bestimmung der spektralen Empfindlichkeit einer Photodiode gegen ein Kryoradiometer bei vier ausgesuchten Photonenenergien an den benannten Strahlrohren [24]. Angegeben ist jeweils die Standard-Messunsicherheit.

Größe	Relative Standardmessunsicherheit der spektralen Empfindlichkeit ($k = 1$) / %			
	4 eV (NIM)	95 eV (SX700)	5 keV (FCM)	15 keV (BAMline)
Strahlungsleistung	0,14	0,11	0,13	0,13
Messsignal (Photostrom)	0,10	0,10	0,10	0,20
Kalibrierfaktor des Elektrometers	0,03	0,06	0,01	0,01
Wellenlängen	0,02	0,01	0,01	0,02
Spektrale Bandbreite	0,008	0,001	0,001	0,001
Streulicht, Falschlicht	0,15	0,2	<0,001	<0,001
Spektrale Empfindlichkeit	0,25	0,26	0,17	0,25

starken Alterungsprozessen durch Bestrahlungsschäden ausgesetzt ist. Von den Alterungsprozessen zu unterscheiden sind Veränderungen der spektralen Empfindlichkeit durch Verunreinigung der Detektoroberflächen. Insbesondere werden bei einer genügend hohen Energie der Photonen (größer als ca. 10 eV, entsprechend Wellenlängen kleiner als 120 nm) Sekundärelektronen aus der Detektoroberfläche ausgelöst, deren kinetische Energie ausreicht, um oberflächenabsorbierte Kohlenwasserstoffe chemisch aufzubrechen und so eine stetig aufwachsende, stark absorbierende Kohlenstoffschicht zu erzeugen.

Silizium-Photodioden finden weite Anwendung als radiometrische Sekundärnormale. Aufgrund der fortgeschrittenen Herstellungstechniken können diese Photodioden in ihrer spektralen Empfindlichkeit den theoretisch maximalen Wert erreichen. Ein natürliches Oxidwachstum ist bei Silizium allerdings unvermeidbar, daher wird grundsätzlich ein technisch erzeugtes, ggf. nitridiertes Oxid als Deckschicht zur Passivierung aufgebracht. Photodioden für den sichtbaren und nahen UV-Spektralbereich können dabei sogar dicke (einige 10 nm bis 100 nm) Oxidschichten mit Antireflexionseigenschaften haben. Für die noch kürzerwelligen Bereiche sind allerdings nur Diodentypen mit ultradünnen (wenige nm) Passivierungsschichten geeignet, damit überhaupt noch genügend Elektron-Loch-Paare in der Verarmungszone erzeugt werden, welche dann zu einem messbaren Signal führen. Die Oxid-Passivierungsschicht selbst ist elektrisch nicht-leitend. Die Strahlung führt durch den (äußeren) Photoeffekt zu einer elektrischen (positiven) Aufladung der Deckschicht im Bereich der Bestrahlung, wodurch die Empfindlichkeit der Photodiode verändert wird. Die Verwendung einer Metallsilizid-Deckschicht anstelle des Oxids zur Passivierung schafft hier zwar Abhilfe [43], reduziert aber die spektrale Empfindlichkeit im relevanten Spektralbereich um beinahe eine Größenordnung wegen der höheren Absorption in der Deckschicht. Schottky-Photodioden (mit Platinsilizid als metallischem Kontakt) [31] erweisen sich zwar gegenüber Bestrahlung als sehr unempfindlich, ihre elektrischen Eigenschaften (niedriger Innenwiderstand) machen sie jedoch nur eingeschränkt geeignet zur Messung kleiner Photoströme. Dioden mit unterschiedlichen Implantat-Ionen (z. B. Phosphor, Arsen oder Bor) und -Profilen sind zwar im Prinzip schon seit Langem bekannt [44], allerdings erzeugen herkömmliche Implantierungstechniken keine genügend schmalen Verarmungszonen. Erst seit einigen Jahren können entsprechende Techniken in Halbleiterlaboratorien beherrscht werden, sodass Photodioden für den VUV-Spektralbereich mit hoher Empfindlichkeit bei gleichzeitig hoher Bestrahlungsbeständigkeit verfügbar werden [45].

Neben den auch intern als Transferstandards verwendeten Halbleiter-Photodioden werden auch andere Strahlungsempfängertypen kalibriert, so zum Beispiel Vakuum-Photokathoden, Photomultiplier und Bolometer [46]. Auch ortsaufgelöste Kalibrierungen von bildgebenden Detektoren, wie zum Beispiel *Charged Coupled Devices* (CCD) [47] oder Sensoren mit einzeln auslesbaren Pixeln (*Active Pixel Sensors*, APS [48]) sind möglich. Für die Messung von hochintensiver, gepulster Strahlung von Freie-Elektronen-Lasern wurden auch speziell entwickelte, auf der atomaren Photoionisation von (Edel-)Gasen beruhende Detektoren rückführbar auf ein Kryoradiometer kalibriert [49, 50].

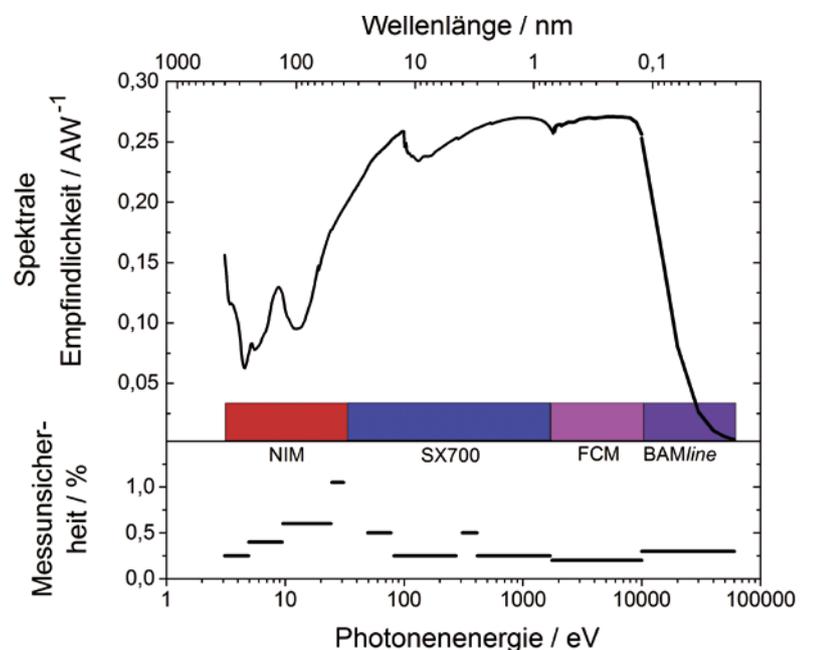


Bild 4:

Die PTB-Skala der spektralen Empfindlichkeit, wie sie durch den Einsatz monochromatisierter Synchrotronstrahlung und elektrischer Substitutions-Kryoradiometer dargestellt wird, und auf je nach Photonenergiebereich verschiedenen (hier nicht einzeln hervorgehobenen) Silizium-Halbleiterphotodioden abgelegt ist (oben), sowie die zugehörigen relativen Standard-Messunsicherheiten in der Weitergabe (Kalibrierung von Transfernormalen). Die Abkürzungen bezeichnen die Spektralbereiche der verschiedenen verwendeten Strahlrohre [24], vgl. Tabelle 1.

Literaturverzeichnis

- [1] F. Kurlbaum: *Ann. Phys.* **287**, 591 (1894)
- [2] T. J. Quinn, J. E. Martin: *Philos. Trans. R. Soc. London Ser. A* **316**, 85 (1985)
- [3] J. E. Martin, N. P. Fox, P. G. Key: *Metrologia* **21**, 147 (1985)
- [4] N. P. Fox: *Metrologia* **32**, 535 (1995-1996)
- [5] T. J. Quinn, J. E. Martin: *Metrologia* **28**, 155 (1991)
- [6] T. R. Gentile, J. M. Houston, J. E. Hardis, C. L. Cromer, A. C. Parr: *Appl. Opt.* **35**, 1056 (1996)
- [7] N. P. Fox, J. E. Martin: *Appl. Opt.* **29**, 4686 (1990)
- [8] I. Müller *et al.*: *Metrologia* **50**, 395 (2013)
- [9] J. A. R. Samson: *J. Opt. Soc. Am.* **54**, 6 (1964)
- [10] L. R. Canfield, N. Swanson: *J. Res. NBS* **92**, 97 (1987)
- [11] G. Ulm, B. Wende: *Rev. Sci. Instrum.* **66**, 2244 (1995)
- [12] R. Klein, M. Krumrey, M. Richter, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: *Synchrotron Radiation News* **15**, No.1, 23 (2002)
- [13] A. Gottwald, R. Klein, R. Müller, M. Richter, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: *Metrologia* **49**, S146 (2012)
- [14] P. S. Shaw, K. R. Lykke, R. Gupta, T. R. O'Brian, U. Arp, H. H. White, T. B. Lucatorto, J. L. Dehmer, A. C. Parr: *Appl. Opt.* **38**, 18 (1999)
- [15] Y. Morishita, N. Saito, I. H. Suzuki: *J. Electr. Spectr. Rel. Phen.* **144–147**, 1071 (2005)
- [16] A. Gottwald, U. Kroth, M. Krumrey, M. Richter, F. Scholze, G. Ulm: *Metrologia* **43**, S125 (2006)
- [17] A. Gottwald, U. Kroth, M. Richter, H. Schöppe, G. Ulm: *Meas. Sci. Technol.* **21**, 125101 (2010)
- [18] F. Scholze, J. Tümmler, G. Ulm: *Metrologia* **40**, 224 (2003)
- [19] M. Krumrey, G. Ulm: *Nucl. Instr. and Meth. A* **467–468**, 1175 (2001)
- [20] A. Lau-Främbis, U. Kroth, H. Rabus, E. Tegeler, G. Ulm: *Rev. Sci. Instrum.* **66**, 2324 (1995)
- [21] A. Lau-Främbis, U. Kroth, H. Rabus, E. Tegeler, G. Ulm, B. Wende: *Metrologia* **32**, 571 (1995/96)
- [22] H. Rabus, V. Persch, G. Ulm: *Appl. Opt.* **36**, 5421 (1997)
- [23] M. Gerlach, M. Krumrey, L. Cibik, P. Müller, H. Rabus, G. Ulm: *Metrologia* **45**, 577 (2008)
- [24] M. Richter, G. Ulm: *PTB-Mitteilungen* **124**, Heft 3, 3 (2014)
- [25] H. Rabus, E. Tegeler, G. Ulm, B. Wende: *PTB-Mitteilungen* **104**, 343 (1994)
- [26] H. Rabus, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: *Nucl. Instr. and Meth. A* **377**, 209 (1996)
- [27] F. Scholze, H. Henneken, P. Kuschnerus, H. Rabus, M. Richter, G. Ulm: *J. Synchrotron Rad.* **5**, 866 (1998)
- [28] H. Rabus, R. Klein, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: *Metrologia* **39**, 381 (2002)
- [29] B. Beckhoff, R. Klein, M. Krumrey, F. Scholze, R. Thornagel, G. Ulm: *Nucl. Instr. and Meth. A* **444**, 480 (2000)
- [30] M. Richter, J. Hollandt, U. Kroth, W. Paustian, H. Rabus, R. Thornagel, G. Ulm: *Metrologia* **40**, 107 (2003)
- [31] K. Solt, H. Melchior, U. Kroth, P. Kuschnerus, V. Persch, H. Rabus, M. Richter, G. Ulm: *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3662 (1996)
- [32] P. Kuschnerus, H. Rabus, M. Richter, F. Scholze, L. Werner, G. Ulm: *Metrologia* **35**, 355 (1998)
- [33] R. Klein, A. Gottwald, G. Brandt, R. Fliegau, A. Hoehl, U. Kroth, H. Kaser, M. Richter, R. Thornagel, G. Ulm: *Metrologia* **48**, 219 (2011)
- [34] R. Klein, R. Thornagel, G. Ulm: *PTB-Mitteilungen* **124**, Heft 3, 7 (2014)
- [35] F. Scholze: *M. Procop, X-Ray Spectrom.* **30**, 69 (2001)
- [36] F. Scholze, R. Vest, T. Saito: *Metrologia* **47**, 02001 (2010)
- [37] A. Gottwald, M. Richter, P.-S. Shaw, Z. Li, U. Arp: *Metrologia* **48**, 02001 (2011)
- [38] T. Tanaka, M. Kato, T. Kurosawa, Y. Morishita, N. Saito, I. H. Suzuki, M. Krumrey, F. Scholze: *Metrologia* **49**, 501 (2012)
- [39] F. Scholze, R. Klein, R. Müller: *Proc. SPIE* **5374**, 926 (2004)
- [40] F. Scholze, R. Klein, T. Bock: *Appl. Opt.* **42**, 5621 (2003)
- [41] M. Richter, U. Kroth, A. Gottwald, Ch. Gerth, K. Tiedtke, T. Saito, I. Tassy, K. Vogler: *Appl. Opt.* **41**, 7167 (2002)
- [42] L. Shi, S. Nihitjanov, S. Xia, L. K. Nanver, A. Gottwald, F. Scholze: *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **61**, 1268 (2012)
- [43] R. Korde, C. Prince, D. Cunningham, R. Vest, E. Gullikson: *Metrologia*, **40**, S145 (2003)
- [44] R. Korde, J. Geist: *Solid State Electron.* **30**, 89 (1987)
- [45] P. N. Aruev, Yu M. Kolokolnikov, N. V. Kovalenko, A. A. Legkodymov, V. V. Lyakh, A. D. Nikolenko, V. F. Pindyurin, V. L. Sukhanov, V. V. Zabrodsky: *Nucl. Instrum. Meth. A* **603**, 58 (2009)
- [46] H. Meister, M. Willmeroth, D. Zhang, A. Gottwald, M. Krumrey, F. Scholze: *Rev. Sci. Instrum.* **84**, 123501 (2013)
- [47] S. Granato, R. Andritschke, J. Elbs, N. Meidinger, L. Strüder, G. Weidenspointner, M. Krumrey, F. Scholze: *IEEE Trans. Nucl. Sci.* **60**, 3150 (2013)
- [48] A. BenMoussa *et al.*: *IEEE Trans. Nucl. Sci.* **60**, 3907 (2013)
- [49] K. Tiedtke *et al.*: *J. Appl. Phys.* **103**, 094511 (2008)
- [50] M. Richter, A. Gottwald, M. Krumrey: *PTB-Mitteilungen* **124**, Heft 3, 27 (2014)

Metrologie für Röntgenlaser

Mathias Richter*, Alexander Gottwald, Michael Krumrey

Seit den frühen Tagen der Forschung mit Synchrotronstrahlung [1] wurden die entsprechenden beschleunigerbasierten Strahlungsquellen stetig weiterentwickelt [2]. Bei der so genannten dritten Generation wird seit den 1990er-Jahren der Betrieb von *Insertion Devices* in den geraden Strecken von Speicherringen optimiert, insbesondere von Undulatoren, die hochbrillante Strahlung variabler Polarisierung emittieren [3–6]. Neueste Entwicklungen zielen darauf ab, durch optimierte Beschleunigerstrukturen Strahlungspulse mit weniger als 1 ps Dauer zu erzeugen, zum Beispiel mit Freie-Elektronen-Lasern (FELs) für zeitaufgelöste Experimente zu sehr schnellen chemischen Prozessen. Von den derzeit laufenden FEL-Anlagen, FLASH in Hamburg [7], FERMI in Trieste [8], LCLS in Stanford [9] sowie SCSS [10] und SACLA [11] in Japan, basieren alle außer FERMI auf dem Prinzip der *Self-Amplified Stimulated Emission* (SASE). Dabei werden zunächst sehr kurze Elektronenpakete mit relativistischen Energien in einem Linearbeschleuniger erzeugt, wo im Vergleich zu Ringbeschleunigern eine deutlich bessere Elektronenstrahlfokussierung möglich ist. Dadurch ist die in einem nachgeschalteten Undulator erzeugte Undulatorstrahlung so brillant, dass eine signifikante elektromagnetische Rückkopplung mit den Elektronen erfolgt. Dieses führt zu einer Mikrostrukturierung der Elektronenpakete mit der Periode der Strahlungswellenlänge und zu einer um viele Größenordnungen verstärkten, vollständig kohärenten Emission von FEL-Strahlung. Mittlerweile werden damit Photonenenergien zwischen 20 eV und 20 keV erreicht – bei Pulsenergien bis zu einigen mJ. Pulsdauern zwischen 10 fs und 500 fs führen dabei zu Strahlungsleistungen von mehr als 10 GW in einem Puls.

Da in einem FEL-Puls von weniger als 1 ps Dauer etwa so viele Röntgenphotonen zur Verfügung stehen wie bei Synchrotronstrahlung in einer

Sekunde, können FEL-Experimente pulsaufgelöst durchgeführt werden. Das SASE-Prinzip impliziert allerdings starke Puls-zu-Puls-Schwankungen, insbesondere der Intensität bzw. Pulsenergie, was eine Echtzeit-Photonendiagnostik erforderlich macht. Die Entwicklung und Charakterisierung entsprechender Detektionssysteme hat die PTB von Anfang an begleitet [12]. Für FLASH in Hamburg, der weltweit ersten SASE-FEL-Anlage mit einem Nutzerbetrieb, wurden in Kooperation mit dem Deutschen Elektronen-Synchrotron DESY in Hamburg und dem Ioffe-Institut in St. Petersburg so genannte Gas-Monitor-Detektoren (GMDs) konzipiert und am Ausgang des Lasers vor dem Experimentierbereich fest installiert [13]. Diese basieren auf der Photoionisation von Gasen und dem Nachweis der erzeugten Photoionen und -elektronen. In Bild 1 ist ein entsprechendes System dargestellt. Bei typi-

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

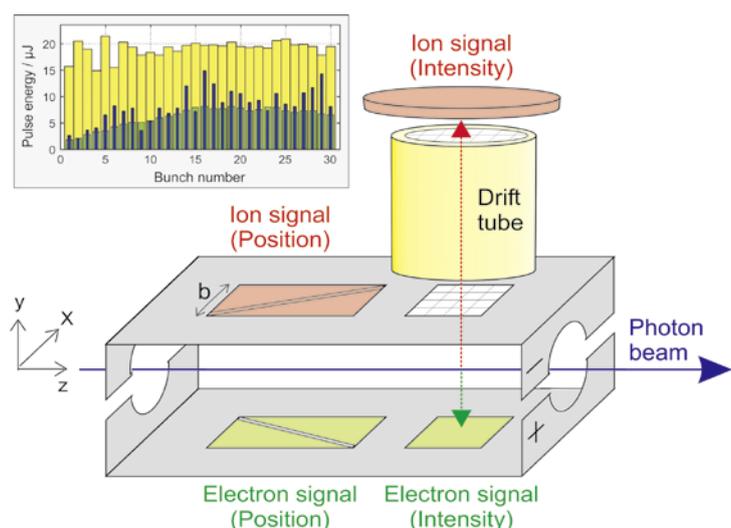


Bild 1:

Schema eines Gas-Monitor-Detektors (GMD) bei FLASH für die Echtzeit-Messung von FEL-Intensität und -Strahlrichtung. Oben links ist die Anzeige im FLASH-Kontrollsystem für die mit einem GMD gemessenen Pulsenergien eines Pulszuges dargestellt (blau: Werte für den aktuellen Pulszug; gelb: maximale Werte der Pulszüge ab Start der Anzeige; grün: Mittelwerte der Pulszüge ab Start der Anzeige) [13].

schen Gasdrücken im Bereich zwischen 10^{-2} Pa und 10^{-3} Pa liegt die Detektortransmission von FEL-Strahlung für die Experimente bei über 99 %. Die Detektoren wurden vor dem Einbau im PTB-Laboratorium bei BESSY II [14] gegen kalibrierte Photodioden rückführbar auf ein Kryoradiometer als primäres Detektornormal kalibriert [15]. Sie liefern daher kontinuierlich absolute Information über Pulsenergien mit relativen Unsicherheiten im Bereich von ± 15 %. Darüber hinaus lässt sich über die Verwendung von geteilten Nachweiselektroden auch die FEL-Strahlung messen [13]. Weiterentwickelte Versionen des GMD eignen sich auch für den mobilen Einsatz, zum Beispiel um die Strahlung von *High-Harmonic-Generation* (HHG) quantitativ nachzuweisen [16] oder für Messungen an anderen FELs [17, 18]. Für den härteren Röntgenbereich bis hin zu Photonenenergien im Bereich von 20 keV wurde dabei eine Option der Signalverstärkung durch den Einsatz offener Multiplier entwickelt, um die dort um Größenordnungen geringeren Photoionisationsquerschnitte zu kompensieren.

Ein wichtiger Aspekt bei den Messungen mit DESY-PTB-GMDs an inzwischen sämtlichen sich in Betrieb befindlichen FELs bestand in der Validierung des Mess- und Kalibrierverfahrens. Sowohl bei niedrigen Photonenenergien im Bereich zwischen 20 eV und 25 eV [17] als auch im Röntgenbereich zwischen 4 keV und 14 keV [18] fanden dazu an den japanischen FEL-Anlagen SCSS und SACLA radiometrische Vergleiche mit einem Kryoradiometer des japanischen Metrologie-Instituts AIST/NMIJ statt, bei denen eine sehr gute Übereinstimmung im Rahmen der kombinierten Messunsicherheiten erzielt wurde. Insbesondere nicht-lineare Prozesse wie Multiphotonen-Ionisation können die GMD-Messungen an einem FEL gegenüber der Kalibrierung mit Synchrotronstrahlung grundsätzlich beeinflussen, wo die Photonenanzahl eines einzigen FEL-Pulses auf 10^8 bis 10^9 Pulse verteilt ist. Daher wurden bei FLASH auch mit fokussierter FEL-Strahlung systematisch und quantitativ die nicht-linearen Einflüsse auf die Photoionisation untersucht [19–21], die sich dabei jedoch außerhalb von Fokalbereichen mit Bestrahlungsstärken unterhalb von 10^{12} W/cm² als vernachlässigbar erwiesen haben.

Bild 2: Schema eines Gasphasen-Photoionisationsexperimentes bei FLASH mit einem Ionen-Flugzeitspektrometer (Ion Time-of-Flight (TOF) Spectrometer) im Fokus eines sphärischen Multilayer-Spiegels.

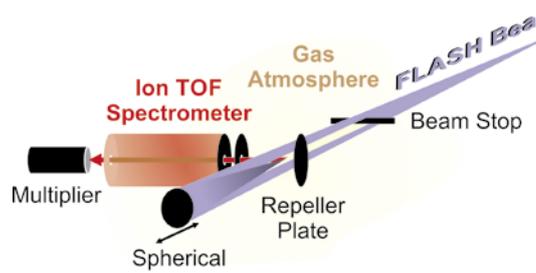
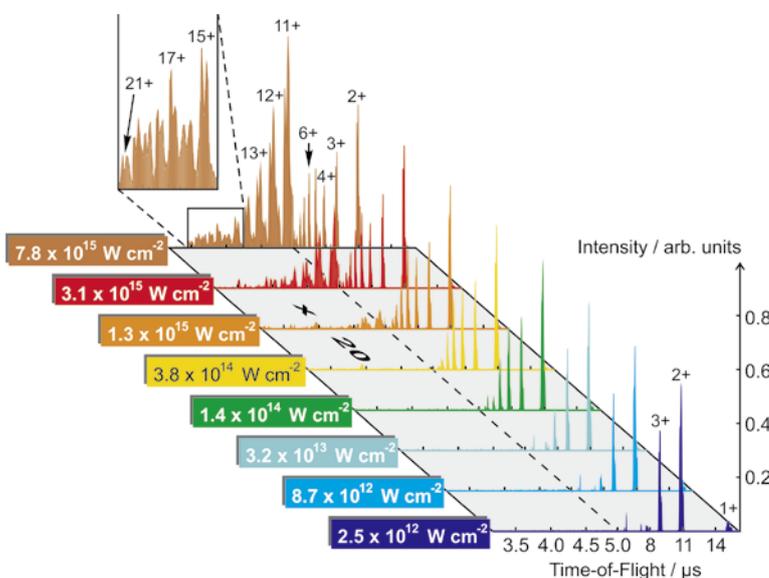


Bild 2 zeigt den experimentellen Aufbau eines solchen Photoionisationsexperimentes, bei dem ein sphärischer EUV-Multilayer-Spiegel [22] in Rückreflexionsgeometrie einen Mikrofokus erzeugt. In der Wechselwirkungszone eines Ionen-Flugzeitspektrometers lassen sich damit bei einer Photonenenergie von 93 eV Bestrahlungsstärken von bis zu 10^{16} W/cm² erzeugen, wobei die einfallende unfokussierte Strahlung für das Experiment ausgeblendet wird. Spiegel und Fokus können entlang der Strahlachse verschoben und damit Strahlquerschnitt und Bestrahlungsstärke für das Experiment in definierter Weise variiert werden. Bild 3 zeigt eine entsprechende Serie von Ionen-Flugzeitspektren für Xenon [21], aus denen sich die jeweilige Verteilung der bei der Photoionisation erzeugten Ladungszustände ablesen lässt. Während das bei $2,5 \cdot 10^{12}$ W/cm² aufgenommene Spektrum mit den Ladungszuständen Xe¹⁺, Xe²⁺ und Xe³⁺ im Wesentlichen der Einzelphotonen-Ionisation von Xenon aus der 5p- bzw. 4d-Schale mit anschließendem Auger-Zerfall entspricht, sind die höheren Ladungszustände bei höheren Bestrahlungsstärken das Ergebnis nicht-linearer Multiphotonen-Prozesse. Über die Ionisationsmechanismen insbesondere für die sehr hohen Ladungen bis hin zu Xe⁺²¹ ist in den letzten Jahren eine heftige Debatte entbrannt [21, 23–28], und die Xenon-Arbeit wurde Ausgangspunkt zahlreicher weiterer Studien, auch eigener in Kooperation mit verschiedenen Arbeitsgruppen. Diese beziehen sich auf Vergleiche zwischen unterschiedlichen Edelgasen [24, 29] mit Elektrenspektroskopie [30] sowie auf Messungen bei

Bild 3: Ionen-Flugzeitspektren von Xenon aufgenommen bei einer Photonenenergie von 93 eV und verschiedenen Bestrahlungsstärken [21].



unterschiedlichen FEL-Pulsdauern [28, 31].

Nicht-lineare Prozesse bei der Photoionisation von Gasen wurden auch für weitergehende FEL-Photonendiagnostik genutzt. Um zum Beispiel Information über die Größe von Mikrofokussen zu erhalten, wurde der Effekt ausgenutzt, dass ein einzelner FEL-Puls einen signifikanten Anteil der atomaren Targets im Fokusbereich durch Photoionisation entvölkern kann. Dadurch steigt das Ionisationssignal selbst für Einzelphotonen-Prozesse nicht mehr linear mit der Pulsintensität an, sondern geht in Sättigung, woraus sich der FEL-Strahlquerschnitt auswerten lässt [32]. Die Zweiphotonen-Doppelionisation von Helium ist dagegen zum Beispiel per se ein nicht-linearer Prozess, der quadratisch mit der Bestrahlungsstärke anwächst [20, 25], woraus die FEL-Pulsdauer bestimmt werden kann [33].

Literaturverzeichnis

- [1] D. H. Tomboularian, P. L. Hartman: Phys. Rev. **102**, 1423 (1956)
- [2] <http://www.lightsources.org/> (letzter Aufruf: 29.09.2014)
- [3] P. J. Duke: Synchrotron Radiation: Production and Properties, Oxford University Press, Oxford (2000)
- [4] H. Wiedemann: Synchrotron Radiation, Springer, Berlin (2002)
- [5] A. Hofmann: The Physics of Synchrotron Radiation, Cambridge University Press, Cambridge (2004)
- [6] T. Möller, J. Falta (Hrsg.): Forschung mit Synchrotronstrahlung, Vieweg+Teubner, Wiesbaden (2010)
- [7] W. Ackermann et al.: Nat. Photonics **1**, 336 (2007)
- [8] S. Di Mitri et al.: Proc. IPAC **2011**, 918 (2011)
- [9] P. Emma et al.: Nat. Photonics **4**, 641 (2010)
- [10] T. Shintake et al.: Nat. Photonics **2**, 555 (2008)
- [11] P. David et al.: Nat. Photonics **5**, 456 (2011)
- [12] M. Richter et al.: Appl. Phys. Lett. **83**, 2970 (2003)
- [13] K. Tiedtke et al.: J. Appl. Phys. **103**, 094511 (2008)
- [14] M. Richter, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 3 (2014)
- [15] A. Gottwald, U. Kroth, M. Krumrey, P. Müller, F. Scholze: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 21 (2014)
- [16] T. Leitner, A. A. Sorokin, J. Gaudin, H. Kaser, U. Kroth, K. Tiedtke, M. Richter, Ph. Wernet: New J. Phys. **13**, 093003 (2011)
- [17] N. Saito et al.: Metrologia **47**, 21 (2010)
- [18] M. Kato et al.: Appl. Phys. Lett. **101**, 023503 (2012)
- [19] A. A. Sorokin, S. V. Bobashev, K. Tiedtke, M. Richter: J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. **39**, L299 (2006)
- [20] A. A. Sorokin, S. V. Bobashev, K. Tiedtke, M. Wellhöfer, M. Richter: Phys. Rev. A **75**, 051402(R) (2007)
- [21] A. A. Sorokin, S. V. Bobashev, T. Feigl, K. Tiedtke, H. Wabnitz, M. Richter: Phys. Rev. Lett. **99**, 213002 (2007)
- [22] F. Scholze, A. Barboutis, M. Biel, Ch. Buchholtz, B. Dubrau, A. Fischer, A. Hesse, Ch. Laubis, J. Puls, Ch. Stadelhoff: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [23] M. G. Makris, P. Lambropoulos, A. Mihelić: Phys. Rev. Lett. **102**, 033002 (2009)
- [24] M. Richter, M. Ya. Amusia, S. V. Bobashev, T. Feigl, P. Juranic, M. Martins, A. A. Sorokin, K. Tiedtke: Phys. Rev. Lett. **102**, 163002 (2009)
- [25] M. Richter, S. V. Bobashev, A. A. Sorokin, K. Tiedtke: J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. **43**, 194005 (2010)
- [26] M. Richter: J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. **44**, 075601 (2011)
- [27] P. Lambropoulos, K. G. Papamihail, P. Decleva: J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. **44**, 175402 (2011)
- [28] M. Richter, A. A. Sorokin, K. Tiedtke: Proc. SPIE **8778**, 877808 (2013)
- [29] R. Guichard, M. Richter, J.-M. Rost, U. Saalmann, A. A. Sorokin, K. Tiedtke: J. Phys. B **46**, 164025 (2013)
- [30] V. Richardson et al.: Phys. Rev. Lett. **105**, 013001 (2010)
- [31] N. Gerken, S. Klumpp, A. A. Sorokin, K. Tiedtke, M. Richter, V. Bürk, K. Mertens, P. Juranić, M. Martins: Phys. Rev. Lett. **112**, 213002 (2014)
- [32] A. A. Sorokin et al.: Appl. Phys. Lett. **89**, 221114 (2006)
- [33] R. Mitzner et al.: Phys. Rev. A **80**, 025402 (2009)

ATEMBERAUBEND.

Ultrapräzise Positioniersysteme

auch für den Einsatz in Vakuum und Tieftemperatur.



PI

MOTION CONTROL

www.pimicos.com

Radiometrische Charakterisierung von Weltrauminstrumentierung

Alexander Gottwald*, Roman Klein, Michael Krumrey, Peter Müller, Wolfgang Paustian, Thomas Reichel, Frank Scholze, Reiner Thornagel

* Dr. Alexander Gottwald, Arbeitsgruppe „UV- und VUV-Radiometrie“, E-Mail: alexander.gottwald@ptb.de

Jahr der Kalibrierung	Wellenlängenbereich / nm	Instrument	Mission
1994	50 bis 160	SUMER <i>Solar Ultraviolet Measurements of Emitted Radiation</i>	SOHO <i>Solar and Heliospheric Observatory</i>
1994	15 bis 80	CDS <i>Coronal Diagnostic Spectrograph</i>	
1996	15 bis 80	SERTS <i>Solar EUV Rocket Telescope and Spectrograph</i>	
1997	0,1 bis 10	Chandra	
1998	0,1 bis 10	EPIC <i>European Photon Imaging Camera</i>	XMM Newton <i>X-ray Multi Mirror</i>
1998	1 bis 20	SEE XPS <i>Solar EUV Experiment XUV Photometer System</i>	TIMED <i>Thermosphere Ionosphere Mesosphere Energetics and Dynamics</i>
1998	1 bis 20	XPS <i>XUV Photometer System</i>	SORCE <i>Solar Radiation and Climate Experiment</i>
2004	115 bis 135	TWINS <i>Two Wide-Angle Imaging Neutral-Atom Spectrometers</i>	
2004	15 bis 80	EIS <i>EUV Imaging Spectrometer</i>	SOLAR-B
2005	15 bis 80	MOSES <i>Multi-Order Solar EUV Spectrograph</i>	
2005	0,02 bis 0,1	GBM <i>Gamma ray Burst Monitor</i>	Fermi <i>Gamma-Ray Space Telescope</i>
2007	17 bis 37	EUNIS <i>Extreme Ultraviolet Normal Incidence Spectrometer</i>	
2005 2006 2007	1 bis 240	LYRA <i>Lyman-alpha Radiometer</i>	PROBA II <i>Project for On Board Autonomy</i>
		SWAP <i>Sun Watching using APS</i>	
2004 2006	10 bis 240	SOL-ACES <i>Solar Auto-Calibrating EUV/UV Spectrophotometers</i>	SOLAR <i>Solar Monitoring Observatory / ISS</i>
2002 2007	10 bis 240	SOL-SPEC <i>Solar Spectral Irradiance Measurement</i>	
2008	0,1 bis 2,4	SphinX <i>Solar Photometer in X-Rays</i>	CORONAS
2009	0,1 bis 12	eROSITA <i>extended Roentgen Survey with an Imaging Telescope Array</i>	Spektrum Röntgen Gamma
2011	0,1 bis 2,5	MIXS <i>Mercury Imaging X-ray Spectrometer</i>	BepiColombo
2010 bis 2015	10 bis 240	EUI <i>Extreme Ultraviolet Imager</i>	SoLO <i>Solar Orbiter</i>
2012 bis 2015	70 bis 105	SPICE <i>SPectral Imaging of the Coronal Environment</i>	

Bild 1: Übersicht der Kalibrierungen von Raumfahrtinstrumenten bei der PTB unter Nutzung von Synchrotronstrahlung. Quellengestützte Kalibrierungen [1] sind gelb, empfangergestützte Kalibrierungen [2] sind blau unterlegt.

Einleitung

Die Erdatmosphäre absorbiert den kurzwelligen Teil des elektromagnetischen Spektrums, beginnend im Spektralbereich des Ultraviolett (UV) bis in den Bereich der Röntgenstrahlung. Was für das Leben auf der Erde einerseits ein wichtiger Schutz ist, erschwert andererseits die Erforschung des Weltraums: Messungen der Emission stellarer Objekte in diesem Spektralbereich können nur außerhalb der Erdatmosphäre vorgenommen werden. Dabei ist dieser Teil des Spektrums von elementarer Bedeutung, nicht nur für die Beobachtung und das Verständnis astro- und solarphysikalischer Prozesse, sondern auch wegen der intensiven Wechselwirkung mit der äußeren Erdatmosphäre und der entsprechenden klimatologischen und atmosphärenchemischen Bedeutung.

Um verlässliche und vergleichbare Messungen weltraumbasierter Instrumente zu gewährleisten, müssen diese sorgfältig charakterisiert und auf radiometrische Normale rückgeführt werden. Seit nunmehr über 20 Jahren hat sich die PTB im Rahmen zahlreicher Forschungsk Kooperationen mit externen Partnern eine weltweite Spitzenposition in der Charakterisierung von Weltrauminstrumentierung mit Synchrotronstrahlung in den Spektralbereichen vom UV bis zum Röntgenbereich erarbeitet. Mit unterschiedlichen Techniken wurde eine Reihe von Missionen – mit dem Schwerpunkt Sonnenradiometrie – radiometrisch unterstützt. Ein weiterer Schwerpunkt ist speziell im Röntgenbereich die Charakterisierung abbildender röntgenoptischer Elemente, wofür ein eigener Strahlrohrzweig durch die europäische Weltraumagentur ESA beauftragt wurde. Bild 1 gibt eine Auswahl von Instrumenten, die durch die PTB unter Nutzung von Synchrotronstrahlung charakterisiert bzw. kalibriert wurden. Farblich unterschieden sind dabei Instrumente, bei denen quellengestützte (gelb) [1] bzw. empfangerge-

stützte (blau) [2] Methoden zur Verwendung kamen. Beginnend mit der Bereitstellung und Kalibrierung von TransfERNormalen für das *Solar and Heliospheric Observatory* (SOHO) in 1994 [3] wurden Methoden und Instrumentierung kontinuierlich weiterentwickelt. Seit 2013 steht an der *Metrology Light Source* (MLS) ein dedizierter Vakuumentank zur Kalibrierung von Fluginstrumenten mit bis zu 1,20 m Länge und 100 kg Masse zur Verfügung (Bild 2), der erstmals zur Kalibrierung der Spektrometer des in 2017 startenden *Solar Orbiter* (SolO) eingesetzt wird, der direkten Nachfolgemission für SOHO.

Quellengestützte Kalibrierung von Spektrographen für die Sonnenradiometrie

Die quellengestützte Kalibrierung von Weltraum-Spektrographen kann entweder direkt mit der berechenbaren, primären Strahlung des Elektronenspeicherrings oder mithilfe von Transferstrahlungsquellen erfolgen, die ihrerseits rückführbar auf den Elektronenspeicherring als primäres Strahlernormal kalibriert sind. Eine Kalibrierung mit der ersten Methode muss zwangsläufig am Ort des Elektronenspeicherrings erfolgen, sodass dort die nötige Infrastruktur (z. B. eine entsprechende Vakuummkammer, Reinraum-Umgebung etc.) vorhanden sein muss. Die MLS stellt mit ihren flexiblen Betriebsmodi eine ideale Quelle für diese Aufgabe dar. So lässt sich die spektrale Strahlstärke über einen weiten Bereich durch entsprechende Anpassung des Elektronenstromes variieren. Dies erlaubt z. B. Untersuchungen zur Linearität und zum Sättigungsverhalten im Ansprechverhalten des Spektrometers. Durch Anpassung der Elektronenenergie lässt sich der spektrale Verlauf der Strahlung verändern. An der MLS kann die Elektronenenergie vom Nominalwert von 630 MeV bis ca. 105 MeV reduziert werden, sodass kürzere Wellenlängen, die ggf. zu höheren Beugungsordnungen im zu kalibrierenden Spektrographen führen würden, erheblich unterdrückt werden. Ein Vorteil der direkten Kalibrierung ist, dass auf den „Umweg“ der Transferquellen verzichtet werden kann und sich so im Prinzip kleinere Unsicherheiten erreichen lassen. Auch ist die Kalibrierung bei allen Wellenlängen möglich, da die Synchrotronstrahlung ein kontinuierliches „weißes“ Spektrum liefert. Schließlich lassen sich auch große Eingangsaperturen der Instrumente ausleuchten. Beachtet werden muss aber, dass die Synchrotronstrahlung hochgradig polarisiert ist, sodass ggf. zwei Kalibrierungen unter zwei um 90° verschiedenen Orientierungen senkrecht zur einfallenden Strahlung erfolgen müssen. Auch können aufgrund des weißen Spektrums bei Verwendung von Gitterspektrographen höhere Beugungsordnungen auftreten, die durch geeignete Methoden unter-

drückt werden müssen. Ein Beispiel dazu ist die Kalibrierung des Spektrographen SPICE (*Spectral Imaging of Coronal Environment*) [4] der *Solar Orbiter*-Mission. Der Spektrograph arbeitet in diversen Wellenlängenabschnitten im Spektralbereich von ca. 45 nm bis 110 nm. Mit der Synchrotronstrahlung lässt sich die volle Eingangsapertur von 43,5 mm mal 43,5 mm ausleuchten, was mit den vorhandenen Transferstrahlern nicht möglich wäre. Für die Kalibrierung des Wellenlängenabschnittes um 100 nm kann die Kalibrierung bei einer reduzierten Elektronenenergie bei 150 MeV erfolgen. Dadurch lässt sich das Intensitätsverhältnis von 50-nm-Photonen zu 100-nm-Photonen um ca. zwei Größenordnungen senken, im Vergleich zum Betrieb der MLS bei Nominalenergie, und mögliche höhere Beugungsordnungen in ihrer Intensität stark reduzieren.

Herausragende Beispiele für die Kalibrierung mit von der PTB zur Verfügung gestellten Transferstrahlerquellen stellen die Kalibrierung der Spektrographen CDS (*Coronal Diagnostic Spectrometer*) [5] und SUMER (*Solar Ultraviolet Measurement of Emitted Radiation*) [6] der SOHO-Mission dar. Deren Kalibrierung erfolgte in den jeweiligen Instituten der Instrumentenentwickler (für SUMER am Max-Planck-Institut für Sonnensystemforschung, MPS, und für CDS am *Rutherford Appleton Laboratory*, RAL). Die Kalibrierung der SOHO-Spektrographen wurde später mehrmals mithilfe der NASA-Höhenforschungsrakete SERTS (*Solar EUV Rocket Telescope and Spectrograph*) validiert, deren Kalibrierung wiederum am RAL in Kooperation mit der PTB durch Einsatz der CDS-Strahlungsquelle erfolgte. Viele weitere Beispiele für die quellengestützte Kalibrierung von

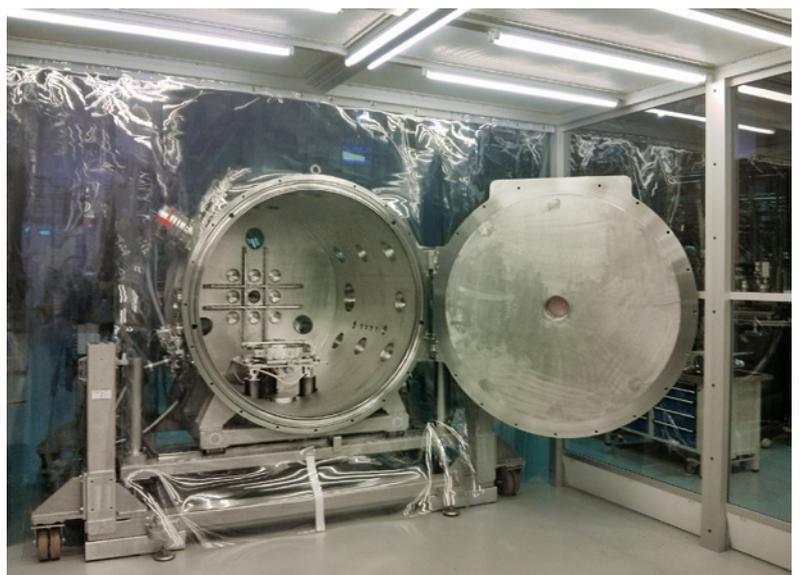


Bild 2:
Großer Vakuumentank zur Kalibrierung von Weltrauminstrumentierung an der MLS. Zum Be- und Entladen steht der Tank in einer entsprechenden Reinraum-Umgebung.

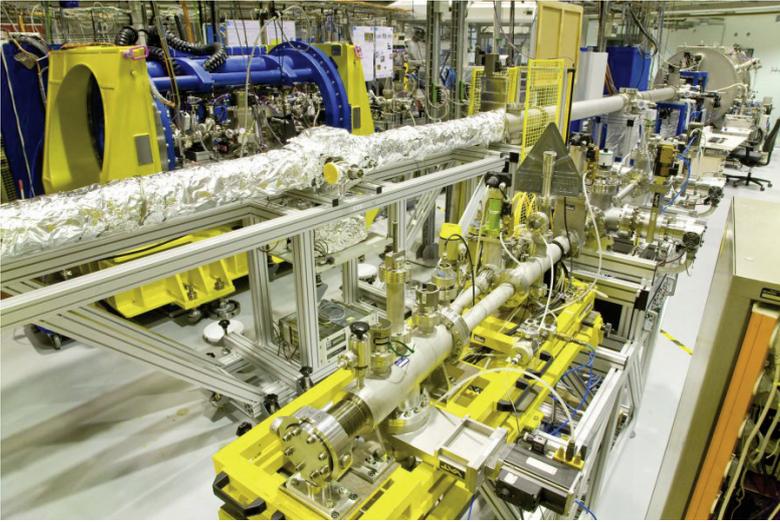


Bild 3:
Blick aus Richtung der MLS in den zur quellengestützten Kalibrierung von Weltrauminstrumenten genutzten Bereich der MLS-Messhalle. Im Hintergrund oben rechts sieht man den großen Tank (Bild 2). Der Tank ist am Ende des Strahlrohrs zur Nutzung der direkten, berechenbaren Strahlung der MLS angeflanscht. Alternativ kann auch z. B. die SUMER-Transferquelle, im Bild unten rechts, in den Strahlengang gebracht werden. Diese Quelle kann am benachbarten Messplatz, im Bild links oben, rückführbar zur MLS kalibriert werden [1].

Spektrometern sind in Bild 1 aufgeführt. Dabei wurden die SUMER-Quelle, die CDS-Quelle oder kalibrierte Deuteriumlampen als Transferstrahler verwendet.

Die oben genannten SUMER- und CDS-Transferquellen basieren auf einer Hohlkathodenentladung. Die Hohlkathode muss nach einigen 10 Stunden Betriebsdauer gewartet werden, d. h. die Kathode getauscht und die Anode gereinigt werden. Eine Kalibrierung mithilfe von Transferquellen im PTB-Labor statt im Heimatlabor des Instrumentenentwicklers bietet die Möglichkeit der zeitnahen Rekalibrierung der Transferquelle nach der Wartung, wodurch sich die mit Transferquellen erreichbaren Kalibrierunsicherheiten substanziell verbessern lassen. Bild 3 gibt einen Eindruck von dem Bereich des Labors an der MLS mit den Strahlrohren bzw. Messplätzen M2a und M2b [7], der für quellengestützte Radiometrie genutzt wird.

Empfängergestützte Charakterisierung von Weltrauminstrumentierung

Neben der quellengestützten Radiometrie [1], bei der der Speicherring als berechenbares primäres Strahlernormal dient, wird auch die empfängergestützte Radiometrie mit Synchrotronstrahlung [2] an den verschiedenen entsprechenden Strahlrohren bei BESSY II und der MLS [7] zur Charakterisierung und Kalibrierung von Instrumenten und Komponenten für Weltraummissionen eingesetzt. Radiometrische Größen werden hierbei rückgeführt auf elektrisch kalibrierte Kryoradiometer als primäre

Empfängernormale zur Messung absoluter Strahlungsleistungen monochromatisierter Synchrotronstrahlung. Wie im optischen Spektralbereich haben sich mittlerweile auch im Bereich von UV-, VUV- und Röntgenstrahlung Halbleiterphotodioden als die entsprechenden Transferempfängernormale etabliert. Vorhandene, kommerziell erhältliche Halbleiterphotodioden vermögen jedoch den Ansprüchen für die eigentlichen Detektionssysteme in diesen kurzwelligen Spektralbereichen nicht in jeder Hinsicht gerecht zu werden. Allgemein werden an die Strahlungsempfänger hohe Anforderungen an die spektrale Empfindlichkeit und insbesondere an die Strahlungsbeständigkeit gestellt. Im Einsatzbereich der Weltrauminstrumentierung umfasst dies nicht nur die Beständigkeit gegen die Intensität der zu detektierenden Strahlung, sondern insbesondere auch gegen Partikelbestrahlung (z. B. Protonen), denen sie in ihrer Einsatzumgebung ausgesetzt sind [8]. Besondere Anforderungen ergeben sich darüber hinaus beispielsweise aus der Forderung, dass die Detektoren unempfindlich gegenüber sichtbarer und infraroter Strahlung sein sollten (*solar blind*) [9]. Hierzu werden anstelle von Silizium halbleitende Materialien mit einer großen energetischen Bandlücke verwendet (*wide band-gap materials*, zum Beispiel Aluminium-Gallium-Nitrid), sodass die Energie der Photonen im sichtbaren Spektralbereich nicht zur Erzeugung eines Photostromes ausreicht. Für Spektrographen und abbildende Teleskopsysteme werden bildgebende Detektoren entwickelt, die eine orts aufgelöste Charakterisierung erfordern. Neben zeilenbasierten Detektoren (*Charged Coupled Device*, CCD) finden zunehmend Bauteile Verwendung, bei denen jedes einzelne Pixel über eine nachgeschaltete *on-chip*-Elektronik separat ausgelesen werden kann (*Active Pixel Sensor*, APS) [10].

Neben der Charakterisierung und Kalibrierung der Strahlungsempfänger werden durch die PTB auch optische Einzelkomponenten (Spiegel, Filter, Beugungsgitter) für Raumfahrtinstrumente vermessen, hinsichtlich ihrer spektralen Reflexion bzw. Transmission oder Beugungseffizienz unter Nutzung der in den PTB-Laboratorien vorhandenen Reflektometer [11]. Ebenso wie für die Strahlungsempfänger ist auch bei den optischen Komponenten die Bestrahlungsbeständigkeit ein wesentlicher Aspekt in der Anwendung. Durch die Möglichkeit zur Messung spektraler Eigenschaften mit kleinen relativen Unsicherheiten (1 % oder besser) kann die Bestrahlungsstabilität verschiedener reflektierender Beschichtungen bzw. von Dünnschichtfiltern durch Messungen vor und nach Bestrahlungen untersucht werden.

Komplette Spektrometersysteme können ebenfalls empfängergestützt radiometrisch kalibriert werden (Bild 1), indem monochromatisierte Strahlung verwendet wird. Ob ein Instrument sich eher

für eine quellengestützte oder eine empfangergestützte Kalibrierung eignet, kann dabei nicht grundsätzlich beantwortet werden, sondern hängt individuell von den Eigenschaften des Spektrometers (wie z. B. Eingangsapertur, Winkelakzeptanz, Wellenlängenbereich, etc.) ab.

Röntgenastronomie

Gewöhnliche Materie liegt im Universum größtenteils als heißes Gas vor. Bei Temperaturen von mehr als 10^7 K emittiert das Gas besonders intensiv im Röntgenbereich. Da diese Strahlung die Erdatmosphäre nicht durchdringen kann, wird für die Untersuchungen ein Röntgenobservatorium im Weltraum mit hoher Empfindlichkeit, guter spektraler Auflösung und einem großen Sichtfeld benötigt. Durch die Beobachtung der Emissionslinien verschiedener chemischer Elemente lassen sich Aussagen über Entstehung und Entwicklung von Schwarzen Löchern und weit entfernten Galaxien unter dem Einfluss von dunkler Materie und dunkler Energie gewinnen.

Zur Kalibrierung der Instrumente der beiden existierenden Röntgensatelliten XMM-Newton der ESA und Chandra der NASA hatte die PTB bereits durch Messungen in ihrem früheren Labor bei BESSY I beigetragen [12, 13]. Derzeit werden im PTB-Labor bei BESSY II Komponenten für zukünftige Röntgenmissionen der ESA untersucht. Eine der nächsten Großmissionen, die voraussichtlich 2028 gestartet wird, hat das Thema „Das heiße und energetische Universum“. Dazu wurde bereits als Missionskonzept das *Advanced Telescope for High-Energy Astrophysics* (ATHENA) entwickelt [14], das auf den Konzepten für die nicht realisierten Missionen IXO (*International X-ray Observatory*) und XEUS (*X-ray Evolving Universe Spectroscopy*) basiert. Die angestrebte effektive Spiegelfläche von ca. 2 m^2 entspricht bei streifendem Einfall für z. B. 1-keV-Strahlung einer echten Spiegelfläche von 600 m^2 , die mit kleinen Formabweichungen und hoher Steifigkeit bei gleichzeitig geringer Masse realisiert werden muss. Die Lösung besteht im Stapeln vieler kleiner Spiegelflächen. Mit Si-Wafern, an deren Unterseiten sich Rippen befinden, lassen sich Silizium-Poren-Optiken (SPO) mit vielen Spiegelkanälen realisieren, die eine Eintrittsöffnung von typisch 1 mm^2 und eine Länge von 70 mm haben (Bild 4, oben) [15].

Die Qualität der einzelnen Spiegelkanäle lässt sich nur mit einem Nadelstrahl unter streifendem Einfall zur reflektierenden Oberfläche untersuchen. Dazu wurde im PTB-Labor bei BESSY II die *X-ray Pencil Beam Facility* (XPBF) aufgebaut [7, 15]. Dort steht seit 2005 ein kollimierter Röntgenstrahl (Durchmesser $100 \mu\text{m}$, Divergenz $< 5 \mu\text{rad}$) mit einer festen Photonenenergie von 2,8 keV zur Verfügung. Für spezielle

Untersuchungen können auch 1 keV oder 7,6 keV eingestellt werden. Das zu untersuchende Spiegelement kann mithilfe eines im Vakuum befindlichen Hexapods (Bild 4, unten), dessen Bewegung mit zwei optischen Autokollimatoren überprüft wird, mit Reproduzierbarkeiten von $2 \mu\text{m}$ und $< 5 \mu\text{rad}$ positioniert werden. Im Abstand von 5 m von der Optik befindet sich eine röntgenempfindliche CCD-Kamera, mit der sowohl der direkte als auch der reflektierte Strahl registriert werden kann. Aus Position und Form des reflektierten Strahls können Aussagen über die lokale Qualität der reflektierenden Oberfläche und insbesondere über Formabweichungen gewonnen werden.

Da für die IXO-Mission eine Fokallänge von 20 m vorgesehen war, wurde 2010 eine weitere Positioniermöglichkeit der CCD-Kamera in



Bild 4.
Oben: Silizium-Poren-Optik (SPO), die aus gestapelten Wafern mit Rippen auf der Unterseite besteht.
Unten: SPO auf dem Hexapod der *X-ray Pencil Beam Facility* (XPBF).

diesem Abstand realisiert. Für die als Wolter-Teleskop ausgelegten Spiegelsysteme, die zwei Reflexionen beinhalten, bedingt dieser Abstand bei einem Einfallswinkel von bis zu $1,4^\circ$ eine vertikale Translation der Kamera um 2 m bei gleichzeitiger Neigung um $5,6^\circ$. Auch wenn gezeigt werden konnte, dass aus den Messungen im kurzen Abstand von 5 m unter bestimmten Bedingungen auf größere Abstände extrapoliert werden kann [16], ist für die ATHENA-Mission ein weiteres Strahlrohr mit einem Kameraabstand von ca. 13 m geplant.

Neben diesen Messungen an der XPBF werden auch im Röntgenbereich einerseits Spiegel und Spiegelbeschichtungen untersucht [17], andererseits Detektoren wie z. B. DEPFET-Detektoren für die Merkur-Mission MIXS [18], pnCCDs für eROSITA [19] oder Szintillationsdetektoren für das Fermi-Gamma-Teleskop [20] kalibriert.

Literaturverzeichnis

- [1] R. Klein, S. Kroth, W. Paustian, M. Richter, R. Thornagel: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 16 (2014)
- [2] A. Gottwald, U. Kroth, M. Krumrey, P. Müller, F. Scholze: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 21 (2014)
- [3] J. Hollandt, U. Schühle, W. Paustian, W. Curdt, M. Kühne, B. Wende, K. Wilhelm: Appl. Opt. **35**, 5125 (1996)
- [4] A. Fludra et al.: Proc. SPIE **8862**, 88620F (2013)
- [5] J. Hollandt, M. C. E. Huber, M. Kühne: Metrologia **30**, 381 (1993)
- [6] K. Wilhelm, P. Lemaire, U. Feldmann, J. Hollandt, U. Schühle, W. Curdt: Appl. Opt. **36**, 6416 (1997)
- [7] M. Richter, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 3 (2014)
- [8] A. BenMoussa et al.: IEEE Trans. Nucl. Sci. **60**, 3907 (2013)
- [9] A. BenMoussa et al.: Diamond & Related Materials **18**, 860 (2009)
- [10] A. BenMoussa et al.: IEEE Trans. Electron Devices **60**, 1701 (2013)
- [11] M. Krumrey, L. Cibik, A. Fischer, A. Gottwald, U. Kroth, F. Scholze: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 35 (2014)
- [12] S. Serej, E. Kellogg, R. Edgar, F. Scholze, G. Ulm: Proc. SPIE **3765**, 777 (1999)
- [13] L. Strüder et al.: A&A **365**, L18 (2001)
- [14] D. D. M. Ferreira, A. C. Jakobsen, F. E. Christensen, B. Shortt, M. Krumrey, J. Garnæs, R. B. Simons: Proc. SPIE **8443**, 84435E (2012)
- [15] M. Krumrey, L. Cibik, P. Müller, M. Bavdaz, E. Wille, M. Ackermann, M. J. Collon: Proc. SPIE **7732**, 77324O (2010)
- [16] G. Vacanti, M. Ackermann, M. Vervest, M. Collon, R. Gunther, C. Kelly, E. Wille, L. Cibik, M. Krumrey, P. Müller: Proc. SPIE **8861**, 88611K (2013)
- [17] D. H. Lumb, F. E. Christensen, C. P. Jensen, M. Krumrey: Opt. Commun. **279**, 101 (2007)
- [18] P. Majewski et al.: Exp. Astron., (2014)
- [19] S. Granato, R. Andritschke, J. Elbs, N. Meidinger, L. Strüder, G. Weidenspointner, M. Krumrey, F. Scholze: IEEE Trans. Nucl. Sci. **60**, 3150 (2013)
- [20] E. Bissaldi et al.: Exp. Astron. **24**, 47 (2009)

Reflektometrie mit Synchrotronstrahlung

Michael Krumrey*, Levent Cibik, Andreas Fischer, Alexander Gottwald,
Udo Kroth, Frank Scholze

Einleitung

Hochwertige Reflexionsmessungen zur Charakterisierung von optischen Komponenten, zur Schichtdickenbestimmung oder zur Bestimmung optischer Konstanten von Festkörpern und dünnen Schichten dienen einer Vielzahl von Anwendungen. Bei den zu messenden Objekten kann es sich um Spiegel oder andere reflektierende Objekte wie Beugungsgitter oder Kristalle handeln, aber auch um (Folien-)Filter, deren Transmissionsgrad oft mit der Wellenlänge um viele Größenordnungen variiert. Die Reflektometrie mit Synchrotronstrahlung hat in der PTB eine lange Tradition, erste Messungen wurden bereits 1986 bei BESSY I durchgeführt [1]. Derzeit werden an den Strahlrohren im PTB-Labor bei BESSY II und bei der MLS vier Reflektometer betrieben. Dieser Beitrag gibt einen Überblick über diese Geräte und deren Eigenschaften, die Messverfahren und erreichbaren Messunsicherheiten sowie die verschiedenen Anwendungen der Reflektometrie im Röntgen-, EUV- und VUV-Bereich.

Messplätze für Reflektometrie

Reflektometrie kann an allen Strahlrohren für Empfängerkalibrierung durchgeführt werden. [2, 3]. An diesen Messplätzen steht Strahlung von hoher spektraler Reinheit zur Verfügung, räumlich gut definiert ohne Streulichthalo und mit hoher zeitlicher Stabilität. Außerdem haben die Monochromatoren eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Energie- bzw. Wellenlängeneinstellung. Da bei der Charakterisierung optischer Komponenten oft auch orts- und winkelabhängige Eigenschaften zu messen sind, können Strahlgröße und Divergenz wesentliche Bedeutung erlangen. Für Anwendungen im Röntgenbereich unter streifendem Strahlungseinfall ist dabei eine gute Winkelauflösung oft wichtiger als eine besonders gute Ortsauflösung auf den Proben. Dieses wurde bei der optischen Auslegung der Strahlrohre jeweils speziell berücksichtigt.

Für die Charakterisierung optischer Komponenten stehen vier Reflektometer zur Verfügung, mit denen die zu untersuchende Probe in allen Freiheitsgraden positioniert werden kann. Die wesentlichen Eigenschaften sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

* Dr. Michael Krumrey,
Arbeitsgruppe
„Röntgenradiometrie“, E-Mail: michael.krumrey@ptb.de

Tabelle 1:
Zusammenstellung wesentlicher Eigenschaften der PTB-Reflektometer.

Gerät	Strahlrohr	Polarisation	Max. Probengröße und -masse	Sonstiges
VUV-Reflektometer [6]	NIM MLS	beliebig	(155 mm) ² 5 kg	Probenschleuse
EUV-Reflektometer [4]	EUVR MLS	S	550 mm Ø 50 kg	am EUVR-Strahlrohr fest installiert
EUV-Ellipso-Scatterometer	SX700 BESSY II	beliebig	(190 mm) ² 5 kg	Probenschleuse, Polarisationsanalysator
Röntgen-Reflektometer [5]	FCM (PGM) BESSY II	S	(150 mm) ² 5 kg	Probenschleuse, Röntgendetektor für Einzelphotonenzählung

Das EUV-Reflektometer [4] ist aufgrund seiner Größe fest am EUVR-Strahlrohr an der MLS installiert. Das Röntgenreflektometer [5] wird am FCM-Strahlrohr und am PGM-Monochromator des PTB-Undulators bei BESSY II eingesetzt. Das VUV-Reflektometer [6] kann um die optische Achse gedreht werden und erlaubt Messungen mit beliebigiger Polarisationsorientierung. Es wird an der NIM-Strahlführung der MLS verwendet. Auch am neuen EUV-Ellipso-Scatterometer, das am SX700-Strahlrohr eingesetzt wird, kann jede beliebige lineare Polarisationsrichtung gewählt werden.

Messverfahren und Unsicherheiten

Im Gegensatz zur Quellen- oder Empfängerkalibrierung werden für die Reflektometrie keine Normale benötigt, da es sich hier um Relativmessungen der Intensität des reflektierten (beziehungsweise bei Filtern oder teilreflektierenden Proben transmittierten) Strahls zu der des einfallenden Strahls handelt. Trotzdem sind auch hier zum Erreichen von geringeren Messunsicherheiten diverse Einflussgrößen zu beachten. Bei der einfallenden Strahlung ist dies, neben der auch für die Empfängerkalibrierung wichtigen Stabilität und spektralen Reinheit, die Strahldivergenz und die spektrale Bandbreite. Beim Reflektometer kommt es neben der Genauigkeit der Winkeleinstellung auch auf die Homogenität und Linearität der verwendeten Detektoren an (meist Halbleiter-Photodioden) sowie auf die Linearität der zugehörigen Amperemeter. Eine Übersicht über die an den verschiedenen Strahlrohren erreichbaren Messunsicherheiten zeigt Tabelle 2.

Anwendungen

Röntgenbereich

Im Röntgenbereich wird der Reflexionsgrad von Spiegeln zur Anwendung in der Astrophysik [7] oder der Plasmadiagnostik [8] untersucht. Außerdem werden optische Komponenten für die Nutzung an anderen Synchrotronstrahlungsquellen betrachtet [9]. Die derzeitige Hauptanwendung der Reflektometrie im Röntgenbereich ist jedoch die Dickenbestimmung von Nanoschichten, die z. B. in der Nanotechnologie, in der Halbleiterindustrie und in der optischen Industrie bei der Herstellung von Spiegeln und optischen Vergütungen eine wichtige Rolle spielen. Die Funktion der Schicht hängt dabei oft entscheidend von deren Dicke ab. Die Röntgenreflektometrie (*X-ray reflectometry*, XRR) ist für Schichtdickenbestimmungen ein etabliertes, zerstörungsfreies Verfahren [10]. Wie in Bild 1 dargestellt, tritt bei einem Schicht-Substrat-System Reflexion sowohl an der Oberfläche der Schicht als auch an der Grenzfläche Schicht-Substrat auf. Für die meist unter flachem Winkel zur Oberfläche einfallende Röntgenstrahlung kommt es gemäß der Braggschen Gleichung zu konstruktiver Interferenz, wenn der Weg der Strahlung in der Schicht mit der Dicke d ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge λ beträgt: $m \cdot \lambda = 2 \cdot n \cdot d \cdot \sin \Theta_2$. Dabei ist n der Brechungsindex der Schicht und Θ_2 der Winkel in der Schicht, der sich vom äußeren Einfallswinkel Θ_1 durch die Brechung unterscheidet. Deren Einfluss ist jedoch gering, da n im Röntgenbereich zwar kleiner als 1 ist, sich von 1 aber meist nur um Werte $< 10^{-4}$ unterscheidet.

Tabelle 2:
Zusammenstellung typischer Messunsicherheiten
für die Bestimmung des Reflexionsgrades.

Strahlrohr	NIM	EUVR	SX700	FCM
Speicherring	MLS	MLS	BESSY II	BESSY II
Typische Wellenlänge / nm	300	13,5	13,5	0,2
Beitrag	relativer Standardmessunsicherheitsbeitrag u / %			
Stabilität der Strahlungsleistung	0,14	0,01	0,03	0,01
Winkeleinstellung und Strahldivergenz	0,01	0,01	0,01	0,20
Homogenität des Detektors	0,06	0,06	0,06	0,20
Falschlicht (Höhere Harmonische des Monochromators und Streulicht)	0,12	0,12	0,12	< 0,01
relative Messunsicherheit für den Reflexionsgrad	0,20	0,14	0,14	0,30

Bei entsprechenden optischen Konstanten kann es an der Grenzfläche auch zu einer Phasensprung kommen, wobei sich die Bedingungen für Minima und Maxima umkehren.

In jedem Fall zeigt der Reflexionsgrad bei fester Wellenlänge als Funktion des Einfallswinkels charakteristische Oszillationen, aus deren Periode die Schichtdicke bestimmt wird. Die Rückführbarkeit der Schichtdickenbestimmung, also einer Längenmessung, ergibt sich aus der Wellenlängenkali- brierung des Monochromators, die wiederum über die Bragg-Rückreflexion an einem Silizium-Einkristall auf dessen Gitterkonstante rückgeführt werden kann [11], sowie der Kalibrierung des Goniometers im Reflektometer durch ein kalibriertes Spiegelpolygon unter Verwendung eines elektronischen Autokollimators.

Bild 2 zeigt die experimentelle Realisierung im Röntgen-Reflektometer mit einer ganz speziellen Probe: eine Kugel aus isoto- penreinem Silizium mit einem Durchmesser von 95 mm, die über die Bestimmung der Avogadro-Konstante der Neudefinition der Einheit Kilogramm dienen soll [12]. Mit XRR wird die Dicke der unvermeidlichen Siliziumoxidschicht auf der Kugeloberfläche bestimmt. Auf dem Oxid befindet sich darüber hinaus eine ebenfalls unvermeidliche, kohlenstoffhaltige Kontaminationsschicht. Um beide Schichtdicken voneinander trennen zu können, werden die Messungen mit fokussierter Undulatorstrahlung am PGM-Strahlrohr bei BESSY II bei verschiedenen Energien um die Sauerstoff-Absorptionskante im Bereich von 480 eV bis 560 eV durchgeführt [13]. In diesem Bereich ändern sich die optischen Eigenschaften des Oxides stark, während die für Silizium und für die Kontaminationsschicht weitgehend konstant sind. Für diese Energien kann außerdem mit Einfallswinkeln bis zu 40° gearbeitet werden, was die Messungen auf der stark gekrümmten Oberfläche erst ermöglicht. Der gemessene Reflexionsgrad ist in Bild 3 dargestellt. Die Oszillationen sind besonders nahe der Absorptionskante (529 eV) sehr ausgeprägt. Obwohl sich die Photonenenergie nur um etwa 20 % ändert, sind die Kurven sehr unterschiedlich. Aus dem ebenfalls dargestellten simultanen Fit [11] ergibt sich für das Oxid eine Dicke von 7,1 nm und für die Kontaminationsschicht eine Dicke von 0,3 nm. Die Unterscheidung der Schichten ist nur durch die Messung bei mehreren Photonenenergien möglich, bei einer einzigen Energie lässt sich nur die Gesamtschichtdicke bestimmen.

Ähnliche Vorteile durch die Wahl der Photonenenergie können sich z. B. bei Cu- und Ni-Doppelschichten auf einem Si-Substrat ergeben. Während mit der bei Laborröntgenquellen üblichen Cu-K α -Strahlung aus dem Verlauf des Reflexionsgrades nur die Gesamtdicke bestimmt werden kann

(Bild 4, oben), zeigt eine Messung bei 8400 eV, also bei einer Photonenenergie zwischen den K-Absorptionskanten von Ni (8333 eV) und Cu (8980 eV), die für Doppelschichten charakteristische Doppelstruktur (Bild 4, unten), aus der die einzelnen Schichtdicken gewonnen werden können [14].

Zur Schichtdickenbestimmung von organischen Schichten auf oxidierten Silizium-Wafern eignet sich, ebenso wie für SiO₂-Schichten auf planen Oberflächen, eine Photonenenergie von 1841 eV, also direkt oberhalb der Si-K-Absorptionskante, da hier durch die Verschiebung der Kante im Oxid der Kontrast der optischen Konstanten von Si und SiO₂ besonders groß ist [15, 16]. Für komplexe Systeme kann die Auswertung auch über eine Fou-

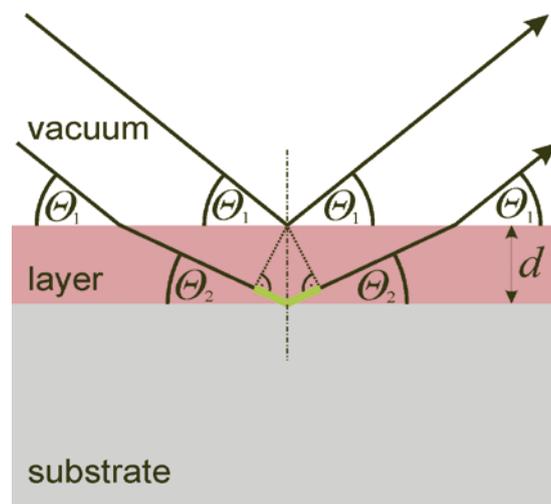


Bild 1: Prinzip der Röntgenreflektometrie zur Schichtdickenbestimmung: Durch die Wegdifferenz der an Ober- und Grenzfläche reflektierten Strahlung entstehen Interferenzen (Bild 3).

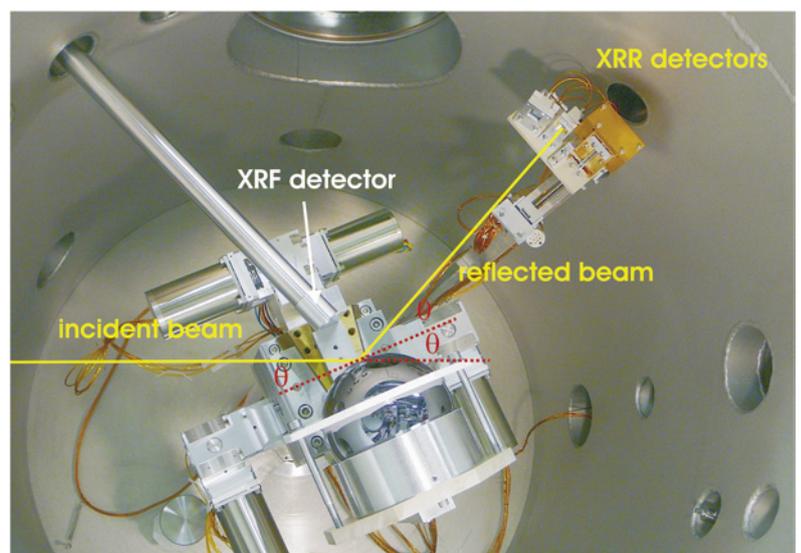


Bild 2: Blick in das Röntgenreflektometer mit einer Kugel, die für die Bestimmung der Avogadrokonstanten verwendet wird. Wenn die Probenoberfläche um den Winkel θ zum einfallenden Strahl gedreht wird, muss der Detektorarm um den Winkel 2θ gedreht werden, um den reflektierten Strahl zu erfassen. Auf dem Detektorarm sind die verschiedenen Detektoren (Photodioden mit und ohne Eingangsspalt und ein Silizium-Driftdetektor zum Zählen von Photonen) zu erkennen.

riertransformation des oszillatorischen Anteils des gemessenen Reflexionsgrads deutlich oberhalb des kritischen Winkels für die Totalreflexion erfolgen (Bild 5 oben). Die in Bild 5 (unten) sichtbaren Peaks entsprechen der Dicke von Einzelschichten oder Schichtgruppen, der Peak bei der größten Korrelationslänge entspricht der Gesamtschichtdi-

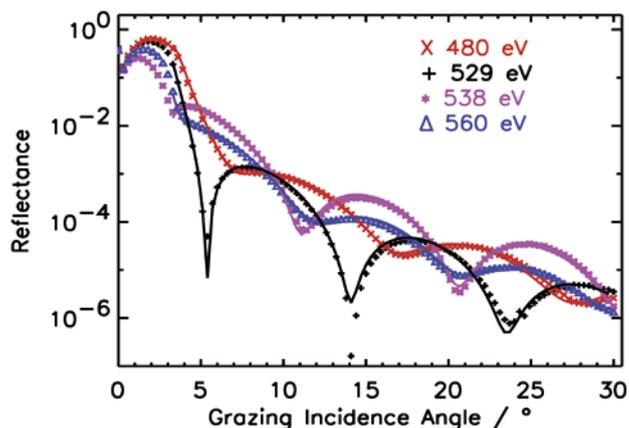


Bild 3: Gemessener Reflexionsgrad einer thermisch oxidierten Avogadro-Kugel bei verschiedenen Photonenenergien um die Sauerstoff-Absorptionskante und Ergebnis des simultanen Fits.

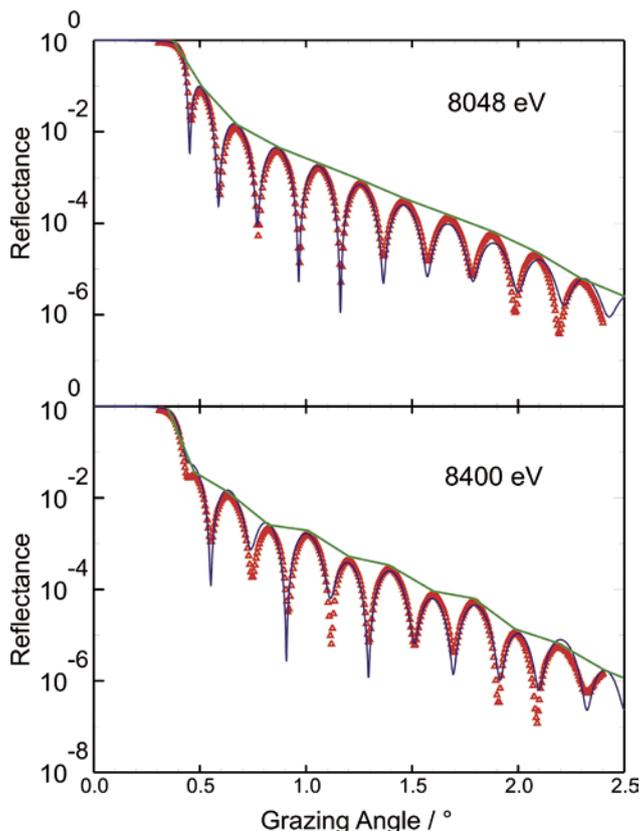


Bild 4: Gemessener und gefitteter Reflexionsgrad einer Cu-Ni-Doppelschicht auf Si. Bei 8048 eV (oben) unterscheiden sich die optischen Konstanten der beiden Elemente kaum, erst bei 8400 eV (unten) ist die charakteristische Doppelstruktur einer Doppelschicht zu erkennen.

cke. Aus der Kombination der Maxima lassen sich die einzelnen Schichtdicken bestimmen [17].

Insgesamt bietet die Röntgenreflektometrie die Möglichkeit, Schichtdicken im Nanometer-Bereich mit relativen Unsicherheiten bis hinunter zu etwa 1 % zu bestimmen. Durch die Verwendung monochromatisierter Synchrotronstrahlung ist dies auch für Schichtkombinationen möglich, für die mit konventioneller Röntgenstrahlung kein hinreichender Kontrast zu beobachten ist.

EUV-Bereich

Das Hauptarbeitsgebiet im EUV-Bereich ist seit vielen Jahren die Charakterisierung von optischen Komponenten und Detektoren für die EUV-Lithographie. Diese Arbeiten sind in einem eigenen Artikel dargestellt [18]. Ganz allgemein bietet die kurzwellige Strahlung aber auch vielfältige Anwendungsmöglichkeiten bei der Charakterisierung von Mikro- und Nanostrukturen, auch diese Anwendung wird an anderer Stelle in diesem Heft eingehend dargestellt [19]. Prinzipiell sind im EUV-Spektralbereich die gleichen Messungen möglich wie mit härterer Röntgenstrahlung, die kritischen Winkel für die Reflexion sind aber größer und man kann somit bei steileren Einfallswinkeln messen. Dies ist von Vorteil etwa bei gekrümmten Oberflächen, wie im Falle der oben erwähnten Siliziumkugel, oder kleinen Proben. Eine weitere Besonderheit des Spektralbereichs von EUV und weicher Röntgenstrahlung ist, dass zwar der Reflexionsgrad für alle Materialien unter senkrechtem Einfall praktisch verschwindend klein ist, durch den Aufbau von Multi-Schicht-Bragg-Reflektoren der Reflexionsgrad im Maximum der Resonanz jedoch deutlich über 50 % liegen kann, was den Aufbau spiegeloptischer Systeme mit großer numerischer Apertur und großem Gesichtsfeld erlaubt, ähnlich wie etwa im UV- oder VUV-Bereich. Die wichtigste Anwendung dafür ist die EUV-Lithographie für die Halbleiterindustrie bei einer Wellenlänge von 13,5 nm [18]. Es gibt aber auch Multi-Schicht-Systeme optimiert für Reflexion bei kürzeren Wellenlängen, zum Beispiel bei 3 nm im sogenannten „Wasserfenster“ zwischen den Absorptionskanten von Kohlenstoff und Sauerstoff. In diesem Spektralbereich lassen sich sehr gut organische Substanzen in wässriger Umgebung untersuchen und zum Beispiel mikroskopisch hochauflösend abbilden. Für eine Optimierung der entsprechenden auf Schichtsystemen basierenden Optiken ist es notwendig, deren optische Materialeigenschaften zu untersuchen. Dies kann durch die Messung des winkelabhängigen Reflexionsgrades unter Nutzung der Fresnel-Gleichungen geschehen. Mit dem Brechungsindex in seiner komplexen Form $n = 1 - \delta + i\beta$ lassen sich die Formeln auch für den Fall absorbierender Medien einheitlich

darstellen, durch rekursive Anwendung auch für Mehrschichten. Der Reflexionsgrad R einer dicken Schicht lässt sich für S- bzw. P-polarisierte Strahlung, die aus dem Vakuum unter dem hier auch für komplexe Werte definierten Winkel Θ_1 zur Oberfläche auftritt, berechnen nach:

$$R_s = \left| \frac{\sin\Theta_1 - (1 - \delta + i\beta)\sin\Theta_2}{\sin\Theta_1 + (1 - \delta + i\beta)\sin\Theta_2} \right|^2 \quad (1)$$

$$R_p = \left| \frac{(1 - \delta + i\beta)\sin\Theta_1 - \sin\Theta_2}{\sin\Theta_1 + (1 - \delta + i\beta)\sin\Theta_2} \right|^2 \quad (2)$$

Dabei ist Θ_2 der Winkel in der Schicht, der sich mit dem Brechungsgesetz in seiner komplexen Form berechnen lässt gemäß [20]:

$$\cos\Theta_2 = \frac{\cos\Theta_1}{1 - \delta + i\beta} \quad (3)$$

Ein Beispiel für die Bestimmung der optischen Konstanten aus winkelabhängigen Reflexionsmessungen ist in Bild 6 für eine dicke SiO_2 -Schicht gezeigt. Man beachte die deutlichen Abweichungen der gemessenen optischen Konstanten im Spektralbereich von 7 nm bis 16 nm von den allgemein genutzten tabellierten Werten [21].

Eine andere Anwendung der Reflektometrie im EUV-Bereich zeigt Bild 7. Hier wurde die spekulare Reflexion an einer Gitterstruktur mit rechteckigem Linienprofil gemessen [22]. Die

Interferenz der an den Oberflächen der Linien und auf den Grundflächen der Gräben reflektierten Teilwellen führt, wie oben für die Reflexion von einer homogenen Schicht beschrieben, zu einem Interferenzeffekt, der in diesem Falle die Bestimmung der Linienhöhe erlaubt.

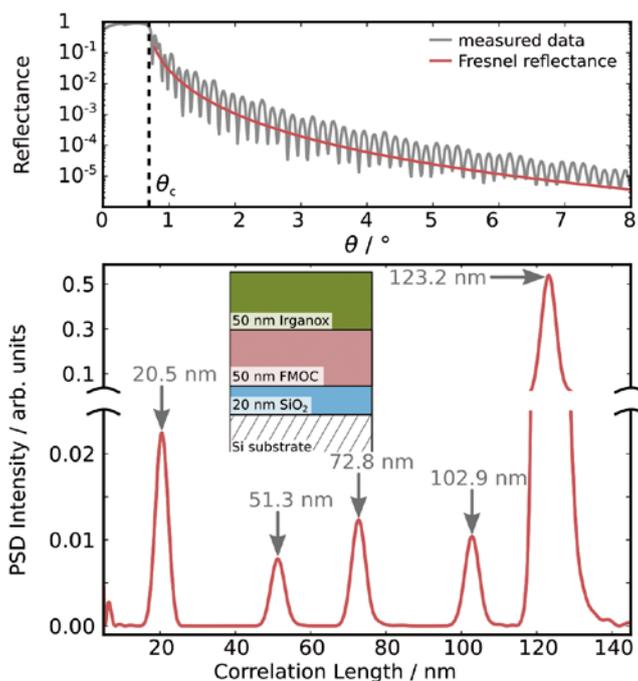


Bild 5: Si-Wafer mit SiO_2 -Schicht und organischer Doppelschicht: Gemessener Reflexionsgrad (oben) und Fouriertransformation des oszillatorischen Anteils (unten). Die Peaks entsprechen einzelnen Schichten und Schichtgruppen, als Einzeldicken ergeben sich 20,5 nm (SiO_2), 52,3 nm (FMOC) und 50,5 nm (Irganox 1010).

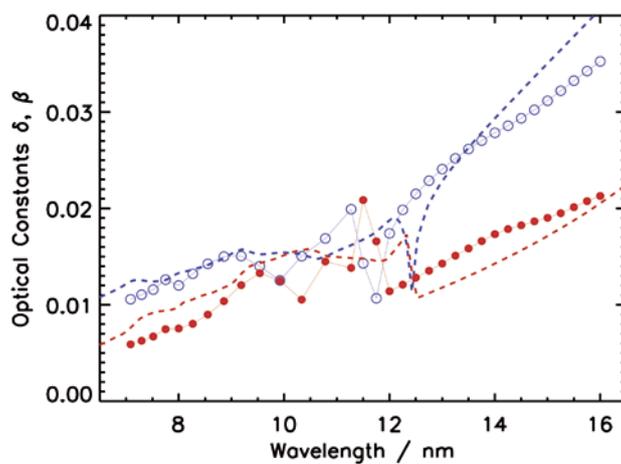
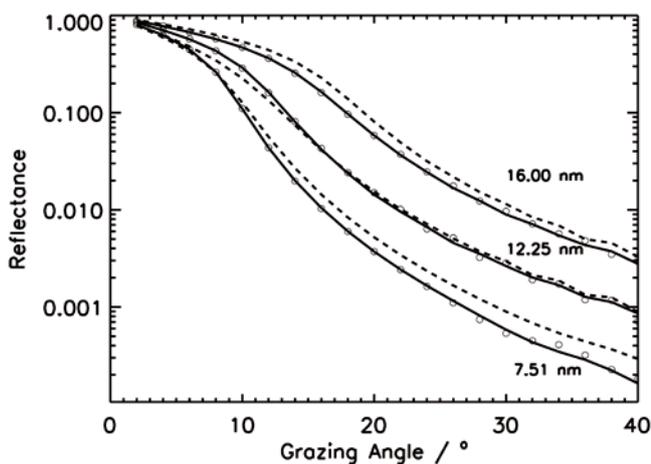


Bild 6: Bestimmung der optischen Konstanten δ und β von SiO_2 (Brechungsindex $n = 1 - \delta + i\beta$) im Spektralbereich von 7 nm bis 16 nm aus dem Reflexionsgrad R_s in Abhängigkeit vom Einfallswinkel Θ_1 zur Oberfläche. Links sind einige der Messkurven bei verschiedenen Wellenlängen gezeigt, aus denen für jede einzelne Wellenlänge die rechts gezeigten Werte für δ (blaue Kreise) und β (rote Punkte) ermittelt wurden. Zum Vergleich sind tabellierte Daten aus der Literatur [19] gezeigt. Die gestrichelten und durchgezogenen Linien links stellen die Anpassung der Messpunkte mit den alten und den neuen optischen Daten dar.

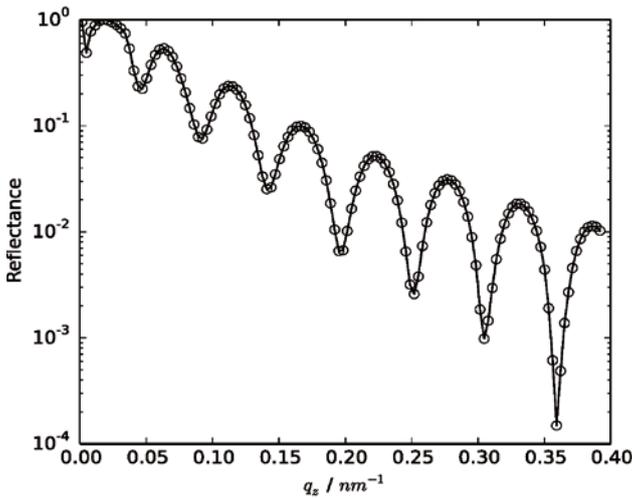


Bild 7: Reflexionsgrad eines geätzten Silizium-Liniengitters als Funktion des Einfallswinkels bei 13,5 nm. Aus den Oszillationen lässt sich eine Linienhöhe von 114 nm bestimmen.

UV-/VUV-Bereich

Im Bereich der UV- und Vakuum-UV-(VUV-) Strahlung, d. h. im Wellenlängenintervall zwischen 40 nm und 400 nm, werden an dem *Normal-Incidence-Monochromator-Messplatz* (NIM) für Empfängerkalibrierung [2, 3] routinemäßig auch optische Komponenten (z. B. Spiegel, Filter, Dispersionsgitter) mit Reflexions- und Transmissionsmessungen untersucht. Die reflektierende Schicht ist dabei meist metallisch, aber auch Metallkarbide oder dielektrische Schichten für wellenlängen-selektive Reflexion bzw. Anti-Reflexionsbeschichtungen (AR-Beschichtungen) finden Verwendung. Insbesondere im VUV-Spektralbereich, d. h. für Wellenlängen kleiner als 200 nm, ist die Eindring-

tiefe der Strahlung sehr gering, je nach Wellenlänge und Material nur einige 10 Nanometer oder geringer, sodass die optischen Eigenschaften überwiegend von der Qualität der unmittelbaren Oberfläche bestimmt sind. Tiefenprofile und Multi-Schichtsysteme haben dagegen, anders als in den kurzwelligeren Spektralbereichen, eine nachrangige Bedeutung. Neben der direkten Bestimmung des Reflexionsgrades für Anwendungen oder für Referenzspiegel liefert der Verlauf des spektralen Reflexions- bzw. und Transmissionsgrads auch hier Daten zur Bestimmung der optischen Konstanten von Festkörpern bzw. dünnen Schichten [23]. Auch grundlegende Untersuchungen der elektronischen Zustände (Bandlücken) eines Festkörpers sind möglich, wobei die Variation der Temperatur während der Messung beispielsweise Aufschluss über unterschiedliche physikalische Ursachen von Absorptions- und Reflexionsprozessen zulässt [24, 25]. Die Möglichkeit zur Messung des polarisationsabhängigen Reflexionsgrads als Funktion des Einfallswinkels erlaubt die gezielte Untersuchung und Entwicklung polarisierender optischer Elemente. Ein Beispiel hierzu sind Polarisationspiegel für die Wasserstoff-Lyman- α -Wellenlänge bei 121,6 nm, die in der stellaren Astrophysik eine herausragende Bedeutung besitzt (Bild 8) [26].

Das Polarisationsvermögen P wird dabei berechnet als:

$$P = \frac{R_s - R_p}{R_s + R_p} \tag{4}$$

Die Messung erfordert eine vorangehende Bestimmung des Polarisationsgrades der monochroma-

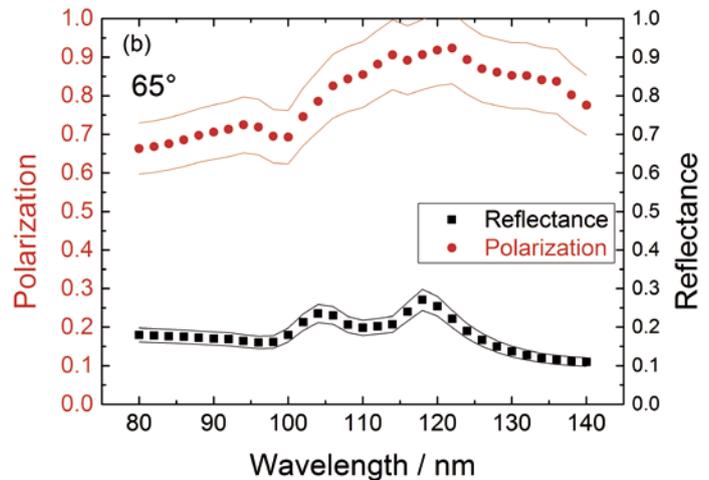
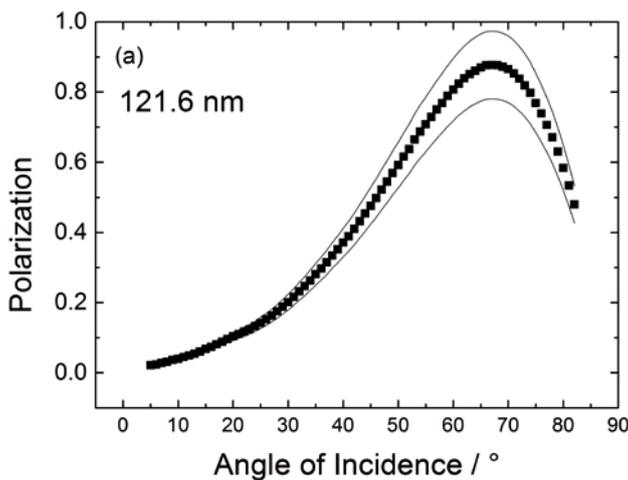


Bild 8: Gemessene Eigenschaften eines MgF_2 -Reflexionspolarisators.
 a) Polarisationsvermögen für die Wasserstoff-Lyman-Alpha-Wellenlänge von 121,6 nm als Funktion des Einfallswinkels.
 b) Reflexionsgrad und Polarisationsvermögen im Wellenlängenbereich zwischen 80 nm und 140 nm. Die Linien geben jeweils den Bereich der Standardmessunsicherheit an.

tisierten Synchrotronstrahlung. Diese Techniken bilden auch die Basis für die VUV-Ellipsometrie [27], bei der die Änderung der Polarisation bei der Reflexion gemessen wird, um daraus Schichtdicken und Materialeigenschaften zu bestimmen.

Literaturverzeichnis

- [1] M. Kühne, K. Danzmann, P. Müller, B. Wende: Proc. SPIE **688**, 76 (1986)
- [2] M. Richter, G. Ulm: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 3, 3 (2014)
- [3] 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)
- [4] J. Tümmler, F. Scholze, G. Brandt, B. Meyer, F. Scholz, K. Vogel, G. Ulm, M. Poier, U. Klein, W. Diete: Proc. SPIE **4688**, 338 (2002)
- [5] D. Fuchs, M. Krumrey, P. Müller, F. Scholze, G. Ulm: Rev. Sci. Instrum. **66**, 2248 (1995)
- [6] M. Krumrey, M. Kühne, P. Müller, F. Scholze: Proc. SPIE **1547**, 136 (1991)
- [7] D. H. Lumb, F. E. Christensen, C. P. Jensen, M. Krumrey: Opt. Commun. **279**, 101 (2007)
- [8] P. Troussel, B. Villette, B. Emprin, G. Oudot, F. Bridou, F. Delmotte, M. Krumrey: Rev. Sci. Instrum. **85**, 013503 (2014)
- [9] F. Choueikani, B. Lagarde, F. Delmotte, M. Krumrey, F. Bridou, M. Thomasset, E. Meltchakov, F. Polack: Opt. Lett. **39**, 2141 (2014)
- [10] P. Colombi et al.: J. Appl. Cryst. **41**, 143 (2008)
- [11] M. Krumrey, G. Gleber, F. Scholze, J. Wernecke: Meas. Sci. Technol. **22**, 094032 (2011)
- [12] B. Andreas et al.: Phys. Rev. Lett. **106**, 030801 (2011)
- [13] I. Busch, Y. Azuma, H. Bettin, L. Cibik, P. Fuchs, K. Fujii, M. Krumrey, U. Kuetgens, N. Kuramoto, S. Mizushima: Metrologia **48**, S62 (2011)
- [14] M. Kolbe, B. Beckhoff, M. Krumrey, G. Ulm: Spectrochim. Acta B. **60**, 505 (2005)
- [15] M. Krumrey, M. Hoffmann, G. Ulm, K. Hasche, P. Thomsen-Schmidt: Thin Solid Films **459**, 241 (2004)
- [16] M. P. Seah et al.: Surf. Interface Anal. **36**, 1269 (2004)
- [17] J. Wernecke, A. G. Shard, M. Krumrey: Surf. Interface Anal. **46**, 911 (2014)
- [18] F. Scholze, C. Laubis, A. Barboutis, C. Buchholz, A. Fischer, J. Puls, C. Stadelhoff: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [19] F. Scholze, A. Haase, M. Krumrey, V. Soltwisch, J. Wernecke: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)
- [20] E. D. Palik (Hrsg.): Handbook of Optical Constants of Solids, Academic Press, Orlando (1985)
- [21] B. L. Henke, E. M. Gullikson, J. C. Davis: Atomic Data and Nuclear Data Tables **54**, 181 (1993)
- [22] V. Soltwisch, J. Wernecke, A. Haase, J. Probst, M. Schoengen, M. Krumrey, F. Scholze: Proc. SPIE **9050**, 905012 (2014)
- [23] F. Bridou, M. Cuniot-Ponsard, J.-M. Desvignes, A. Gottwald, U. Kroth, M. Richter: Appl. Phys. A **102**, 641 (2011)
- [24] M. Letz, A. Gottwald, M. Richter, V. Libermann, L. Parthier: Phys. Rev. B **81**, 155109 (2010)
- [25] M. Letz, A. Gottwald, M. Richter, L. Parthier: Phys. Rev. B **79**, 195112 (2009)
- [26] F. Bridou, M. Cuniot-Ponsard, J.-M. Desvignes, M. Richter, U. Kroth, A. Gottwald: Opt. Commun. **283**, 1351 (2010)
- [27] M. Kolbe, E. Darlatt, A. Gottwald, H. Kaser, M. Richter: PTB-Mitteilungen **124**, Heft 4 i. Vb., (2014)



Kleinste Ausführung (Durchmesser 34 mm) einer Referenzausgasungsprobe für Wasserdampf mit $6 \cdot 10^{-7}$ mbar L/s

Vorteile

- Konstante Ausgasungsraten von 10^{-8} Pa L/s bis zu 10^{-4} Pa L/s
- Vergleichbarkeit von Messungen an verschiedenen Standorten
- Rückführung auf ein nationales Normal

Referenzausgasungsprobe

Die verlässliche, quantitative Messung von Ausgasraten von Vakuumkomponenten hat in den letzten Jahren erheblich an Bedeutung gewonnen. Mit der neuen Referenzausgasungsprobe der PTB lassen sich solche Ausgasratenmesssysteme kalibrieren und auf ein nationales Normal rückführen. Durch die kompakte Bauweise findet die Referenzausgasungsprobe in vielfältigen Einsatzszenarien Verwendung.

Technische Beschreibung

Die Bestimmung der Ausgasrate („outgassing rate“) in Vakuumsystemen hat große Bedeutung, da die verbleibenden Spurengase mit den beabsichtigten technischen Prozessen in unerwünschte Wechselwirkung treten können. Quantitativen Ausgasratenmessungen mangelt es an der notwendigen metrologischen Qualität der Quadrupol-Massenspektrometer und daran, dass die Messverfahren nicht standardisiert sind und die Messgröße nicht rückgeführt ist. In der EUV-Lithographie z. B. oxidieren die eingesetzten Röntgenspiegel bei Vorhandensein von Wasserdampf und Kohlenwasserstoffen so schnell, dass der Lithographieprozess unwirtschaftlich wird. Bisherige Verfahren der Ausgasratenmessung sind zum Teil nur schlecht vergleichbar und ungenau.

Die neue Referenzausgasungsprobe hingegen liefert einen genau bekannten, konstanten oder über Jahre nur langsam abnehmenden Gasstrom. Sie ist für die Ausgasung von einzelnen Gasen oder aber auch Gasmischungen konzipiert. Die möglichen Ausgasraten von 10^{-8} Pa L/s bis zu 10^{-4} Pa L/s entsprechen denen von üblichen Vakuumkomponenten. Die Probe kann wegen ihrer Kompaktheit an die gleiche Stelle wie ein zu messendes Objekt platziert werden, sodass das Messsystem vor jeder Benutzung kalibriert werden kann.

Anwendung

Die Referenzausgasungsprobe kann zur Validierung und Kalibrierung von Ausgasratenmesssystemen im HV- und UHV-Bereich und für Vergleichsmessungen unterschiedlicher Apparaturen eingesetzt werden. Auch Partialdruckmessgeräte können bei bekanntem Saugvermögen des Vakuumsystems kalibriert werden.

Wirtschaftliche Bedeutung

„Lokale“ Lösungen in der Halbleiterindustrie, der Raumfahrttechnik, bei Vakuumanlagenbauern oder bei Hochenergiebeschleunigern werden unnötig, weil die Systeme künftig mit der Referenzausgasungsprobe kalibriert werden können und die Messergebnisse vergleichbar werden. Doppelmessungen in verschiedenen Anlagen werden vermieden.

Entwicklungsstand

Das System wurde auf Laborebene getestet. Eine Patentanmeldung ist eingereicht.

Ansprechpartner:

Dr. Bernhard Smandek
Technologietransfer
Telefon: +49 531 592-8303
Telefax: +49 531 592-69-8303
E-Mail: bernhard.smandek@ptb.de

Dr. Karl Jousten
Arbeitsgruppe Vakuummetrologie
Telefon: +49 30 3481-7262
E-Mail: karl.jousten@ptb.de

www.technologietransfer.ptb.de

Röntgenanalytik für 450-mm-Wafer

Die Einführung der 450-mm-Technologie bei der Waferherstellung und die weitere Verkleinerung kritischer Abmessungen erfordert verbesserte Röntgenanalyse-Methoden. Daher hat die PTB eine Metrologie-Kammer für die Charakterisierung von 450-mm-Wafern konzipiert, deren Kernstück ein mehrachsiger, zum Patent angemeldeter Manipulator ist.

Technische Beschreibung

Durch die Übertragung modernster Herstellungstechnik auf großformatige Wafer stoßen Analyseverfahren an ihre Grenzen. Nur diese Vielzahl von Röntgenmethoden, die in einer einzelnen Kammer integriert sind, ermöglicht zum Beispiel die Identifizierung von analytischen Artefakten, von wesentlichen Tiefeninformationen oder Verteilungen von Elementen.

Die neue PTB-Erfindung ermöglicht durch die räumliche Stapelung von translatorischen, rotatorischen und goniometrischen Bewegungskomponenten mehrere Röntgenmethoden in das kleinstmögliche Volumen zu integrieren. Gleichzeitig kann die Kristallorientierung des Siliziumkristalls an jedem beliebigen Punkt des Wafers eingestellt werden. Innerhalb des für die Branche vergleichsweise kleinen 1-m²-Footprints (Abmessung des Einbauraums) kann eine vollständige zweidimensionale Abtastung durchgeführt werden. Der Manipulator ermöglicht Bewegungen des Wafers zum aktuell angewendeten Analyseverfahren.

Anwendung

Diese verschiedenen Analyseverfahren können mittels des Manipulators angewandt werden.

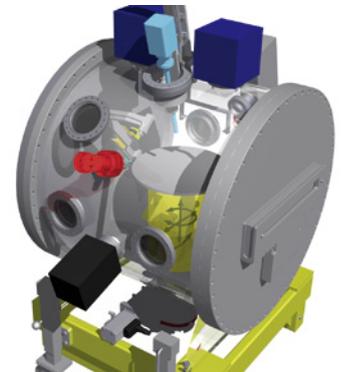
- TXRF – Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse
- GIXRF – Röntgenfluoreszenzanalyse unter streifendem Einfall
- XRF – Röntgenfluoreszenzanalyse
- XRR – Röntgenreflektometrie
- XRD – Röntgendiffraktometrie
- GISAXS – Kleinwinkel-Röntgenstreuung unter streifendem Einfall
- Ellipsometrie
- VUV-Reflektometrie

Wirtschaftliche Bedeutung

Die Metrologie steht am Anfang der Wertschöpfungskette der Umwandlung von neuen Materialien in Produkte. Im Fertigungsprozess von Wafern ist die Röntgenanalyse zwingend zur Qualitätskontrolle notwendig.

Entwicklungsstand

Derzeit wird ein Funktionsmuster im PTB-Laboratorium am Elektronenspeicherring BESSY II zur Unterstützung von Forschungsinstituten und Industrie erfolgreich eingesetzt. Eine Patentanmeldung wurde eingereicht.



Multifunktionale Kammer mit kleinstmöglichem Volumen erfüllt Kriterien von Cluster-tool-Abmessungen

Vorteile

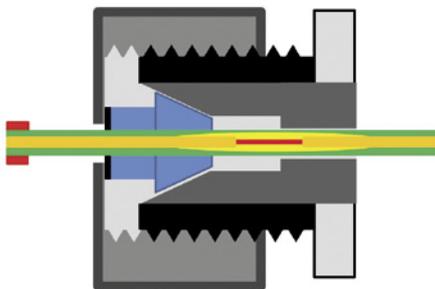
- Umfassende 450-mm-Wafer-Charakterisierung in einem Gerät
- Zweidimensionale Abtastung in 1-m²-Footprint
- Einstellung der Kristallorientierung an jedem beliebigen Wafer-Punkt
- Höchste Zuverlässigkeit und Reproduzierbarkeit

Ansprechpartner:

Dr. Bernhard Smandek
 Technologietransfer
 Telefon: +49 531 592-8303
 Telefax: +49 531 592-69-8303
 E-Mail: bernhard.smandek@ptb.de

Ina Holfelder
 Arbeitsgruppe
 Röntgen- und IR-Spektrometrie
 Telefon: +49 30 3481 7173
 E-Mail: ina.holfelder@ptb.de

www.technologietransfer.ptb.de



Schematische Darstellung der kompakten Vakuumdurchführung

Vorteile

- Rotatorische und longitudinale Verschiebbarkeit
- Kompressionsfrei
- Integrierte Zugentlastung
- Geeignet für hochempfindliche Materialien wie Glasfasern
- Wiederverwendbar
- Leckrate $< 5 \cdot 10^{-10}$ hPa L/s

Ansprechpartner:

Andreas Barthel
 Technologietransfer
 Telefon: +49 531 592-8307
 Telefax: +49 531 592-69-8307
 E-Mail: andreas.barthel@ptb.de

Prof. Dr. Volker Ebert
 Dipl. Phys., B.Sc. Bernhard Buchholz
 Fachbereich Gasanalytik
 und Zustandsverhalten
 Telefon: +49 531 592-3200
 E-Mail: volker.ebert@ptb.de

www.technologietransfer.ptb.de

Kompakte Vakuumdurchführung für hochempfindliche Materialien wie z. B. Glasfasern

Wie führt man hochempfindliche Materialien, z. B. Glasfasern auf engstem Raum in Vakuumbehälter ein, ohne den rotatorischen bzw. longitudinalen Freiheitsgrad zu verlieren? Die neue Entwicklung der PTB schafft diesem Problem Abhilfe. Sie ermöglicht die Positionierung und nachträgliche Justage von Glasfasern unter Minimierung des Bruchrisikos aufgrund einer kompressionsfreien Halterung mit integrierter Zugentlastung sowie der Vermeidung von Scher- und Torsionsbelastungen.

Technische Beschreibung

Derzeit gängige Durchführungen zur Durchleitung von Kabeln oder Fasern in Vakuum- oder Druckbehältern haben den großen Nachteil, dass das einzuführende Gut nur ungenügend oder nur minimal justiert werden kann. Die neue PTB-Vakuumdurchführung stellt eine ganzheitliche Lösung dieses Problems dar.

In der Vakuumdurchführung wird die einzuleitende Faser in ein Edelstahlröhrchen integriert. Dieses dickwandige, polierte Edelstahlröhrchen wird durch einen speziellen, konischen Teflon-Stopfen geführt, welcher wiederum in einem kommerziell verfügbaren Rohranschluss (Swagelok, Gyrolok o. ä.) sitzt. Die Grenzflächen zwischen Rohranschluss und Stopfen sowie zwischen dem Edelstahlröhrchen und Stopfen werden durch plastische Verformung beim Anziehen einer rückseitigen Überwurfmutter abgedichtet; eine elastische Verformung wird über einen Pufferholraum ausgeglichen. Durch die neuartige Konstruktion wird das Torsionsmoment beim Verschrauben auf den Stopfen beschränkt und die Faser geschützt. Die zwischen Faserkern und Fasermantel oft auftretenden Leckagen werden durch das Vergießen der bis auf den Kern aufgetrennten Faser im Rohrinernen verhindert.

Anwendung

Die Vakuumdurchführung findet in bestehenden TDLAS-Messverfahren Anwendung. Neben der notwendigen Positionierung ist – um Faserbrüche zu vermeiden – besonders bei den flugfähigen Instrumenten aufgrund der hohen Vibrationen die belastungsfreie Führung der Faser essenziell.

Wirtschaftliche Bedeutung

Der Markt für Vakuum- und Prozessleitechnik hat wachsenden Bedarf an flexibel anpassbaren Lösungen, die den Einsatzbereich bestehender Anwendungen auf neue Geschäftsfelder erweitern.

Entwicklungsstand

Das Verfahren wurde in der PTB getestet. Ein Funktionsmuster ist vorhanden. Eine deutsche Patentanmeldung ist anhängig.

Imke Frischmuth + Jens Simon (Hrsg./Editor)

Metrologisches Lesebuch

Messkunst in der PTB –

in der Vergangenheit, in der Gegenwart und für die Zukunft

Künstler nennen sie sich eher nicht, die Wissenschaftler und Techniker des Messens. Doch ihre Arbeit ist durchaus eine Kunst der besonderen Art, geht es ihnen doch um nicht weniger als darum, ihre Messungen so gut und so präzise, d. h. so kunstvoll wie irgend möglich auszuführen, um der technisch-wissenschaftlichen Welt einen vertrauenswürdigen Bezugsrahmen zu geben. In Deutschland hat diese Messkunst – oder genauer: die Metrologie, die Wissenschaft vom Messen – eine eindeutige Heimat: die Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Wie dieser metrologische Bezugsrahmen aussieht, davon handelt dieses Lesebuch, indem es die institutionelle und wissenschaftliche Geschichte der PTB skizziert, die Möglichkeiten der heutigen Metrologie beleuchtet und die Ansprüche der großen metrologischen Zukunftsaufgaben umreißt.

DIN A4 | 336 Seiten | ISBN 978-3-86918-301-5

€ 34,90 (zzgl. Versand)



A Metrological Textbook

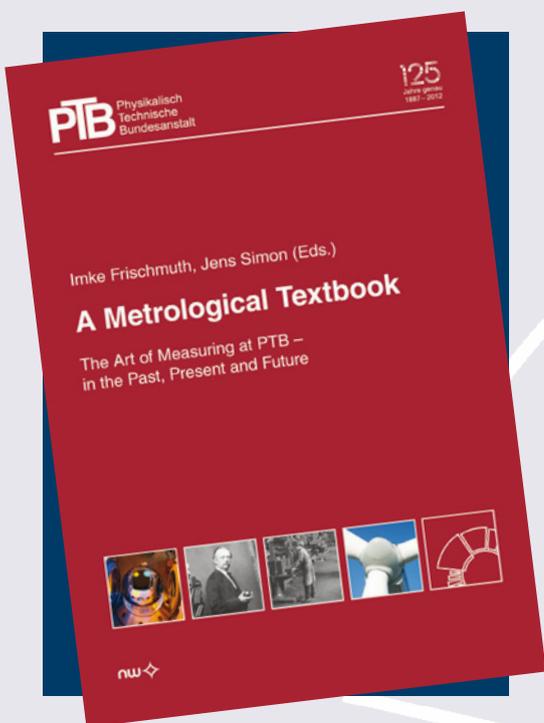
The Art of Measuring at PTB –

in the Past, Present and Future

They do not consider themselves as “artists” – the scientists and technicians of measurement. Nevertheless, their work is a special kind of “artistry” in which they aim for nothing less than to perform their measurements so well and so accurately, i.e., as artistically as ever possible, in order to provide the scientific/technical world with a reliable frame of reference. In Germany, this art of measurement – or more precisely: metrology, the science of measurement – clearly has a home: the Physikalisch-Technische Bundesanstalt. What this metrological frame of reference looks like is the topic of this textbook. It outlines PTB’s institutional and scientific history, examines the potential of today’s metrology and defines the demands of metrology’s great future tasks.

DIN A4 | 336 Seiten | ISBN 978-3-86918-302-2

€ 34,90 (plus shipping costs)



Zu beziehen über den:
Carl Schünemann Verlag GmbH
Zweite Schlachtpforte 7 | 28195 Bremen
Tel. (04 21) 3 69 03-0 | Fax (04 21) 3 69 03-39 | www.schuenemann-verlag.de