

**Aufbau und Charakterisierung einer Undulatorbeamline
bei BESSY II für EUV-Photoemissionsmikroskopie an
organischen Nanoschichten und Nanoinseln auf Silizium**

Dissertation

zur Erlangung des Doktorgrades
der Fakultät für Physik
der Universität Bielefeld

vorgelegt von

Martin Pohl

aus Gelsenkirchen

November 2002

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	8
2	Grundlagen.....	10
2.1	Oberflächenanalyse mit einem Photoelektronen-Emissionsmikroskop.....	10
2.2	Elektronenspeicherringe zur Erzeugung von Synchrotronstrahlung.....	15
2.3	Lineare Undulatoren – der U125/1 bei BESSY II.....	17
3	Apparativer Aufbau.....	20
3.1	Anordnung der röntgenoptischen Komponenten zur Beamline.....	21
3.2	Strahlgeometrie.....	21
3.3	Vakuumabschnitte.....	22
3.4	Gesamtaufbau der Beamline.....	23
3.5	Vorspiegel.....	25
3.6	Multilayer-Monochromator.....	29
3.6.1	Funktionsweise eines Multilayers als Röntgenspiegel.....	29
3.6.2	Multilayergitter zur Verbesserung der spektralen Auflösung.....	31
3.6.3	Verbindung von Multilayer-Spiegel und –Gitter zum Monochromator.....	34
3.7	Mechanische Ausführung des Monochromators.....	35
3.8	Reflexionseigenschaft des Multilayersystems Mo/Si.....	39
3.9	Reflexionseigenschaften des Multilayersystems TiC.....	41
3.10	Austrittsspalt.....	43
3.11	Blendensystem mit integriertem Filter.....	45
3.12	Gaszelle mit integriertem Flußdetektor.....	48
3.13	Das PEEM in Reflexionsanordnung mit Probenschleuse und Präparationskammer.....	50
3.14	Das PEEM in Transmissionsanordnung.....	54
3.14.1	Konzeption der Transmissionsprobenhalteraufnahme.....	55
3.14.2	Die Photokathode.....	57

3.14.3	Ergebnisse	57
--------	------------------	----

4 Charakterisierung der Beamline 62

4.1	Photonenflüsse der verschiedenen Spektralbereiche	62
4.2	Spektrale Auflösung.....	65
4.3	Spotform	67
4.4	Abbildungsmaßstab des Mikroskops	70
4.5	Auflösung des PEEMs	71

5 X-PEEM an organischen Inseln, Monoschichten und Metall-SAM-Doppelschichten auf Si..... 74

5.1	SAM aus Octadekylsiloxan auf Silizium	74
5.2	Das System Cu/Si im PEEM.....	75
5.3	Das System ODS/Si im PEEM	76
5.4	Interdiffusion von Cu und Si.....	76
5.5	Spektromikroskopie am System Cu/SiO ₂ /Si.....	77
5.6	Auswirkung von thermischer Belastung auf das Schichtsystem Cu/SiO ₂ /Si.....	79
5.7	Auswirkung von thermischer Belastung auf das Schichtsystem Cu/SAM/ SiO ₂ /Si	82
5.8	ODS-Inselstrukturen auf Si.....	86
5.8.1	Auswirkung von thermischer Belastung auf das Schichtsystem Cu/ODS-Inseln/SiO ₂ /Si	89
5.8.2	Mikroskopische Strukturen durch Anhäufung von ODS-Inseln auf der Oberfläche eines vicinalen Si-Wafers	92

6 Diskussion der Ergebnisse..... 98

6.1	Interdiffusion im Schichtsystem Cu/SiO ₂ /Si	98
6.2	Interdiffusion im Schichtsystem Cu/ODS/SiO ₂ /Si	98
6.3	Interdiffusion im Schichtsystem Cu/ODS-Inseln/SiO ₂ /Si	99
6.4	Ausrichtung der Inselbedeckung an nanoskopischen Oberflächen-topologien eines vicinalen Si-Wafers.....	100

7 Zusammenfassung und Ausblick..... 103

8	Anhang	105
8.1	Probenhalter für rechteckige Waferstücke	105
8.2	Das Steuerprogramm des Monochromators	106
9	Literaturverzeichnis	108

Abbildungsverzeichnis

2.1.1	Schematische Darstellung des PEEMs in Reflexionsanordnung.....	10
2.1.2	Schematisches Elektronenspektrum eines Metalls bei Photoanregung	11
2.1.3	Topologie- und Austrittsarbeitskontrast.....	13
2.1.4	Röntgenabsorptionskontrast.....	14
2.2.1	Schematischer Aufbau eines Synchrotrons der dritten Generation.....	16
2.3.1	Magnetstruktur eines linearen Undulators	17
2.3.2	Prinzipieller Aufbau eines Undulatorspektrums	18
2.3.3	Simulierter Photonenfluß des Undulators U125/1 bei BESSY II	19
2.3.4	Simulierte Brillanz des Undulators U125/1 bei BESSY II	19
3.1	Beamline U125/1-ML bei BESSY II	20
3.1.1	Anordnung der einzelnen Beamlinekomponenten	21
3.2.1	Strahlgeometrie der Beamline U125/1-ML bei BESSY II	22
3.3.1	Schematische Darstellung der Vakuumabschnitte	23
3.4.1	Aufbau der Komponenten als Beamline	24
3.5.1	Simulierte Reflektivität des Vorspiegels.....	25
3.5.2	Winkelmechanik des Vorspiegels zur vertikalen Justage des Strahls.....	26
3.5.3	Vorspiegelmechanik in Vakuumkammer auf Justagegestell	28
3.6.1.1	Schematische Darstellung der Funktionsweise eines Multilayers als Röntgenspiegel.....	30
3.6.2.1	Reflexion an einem Multilayer-Laminargitter	32
3.6.2.2	Darstellung der Lösungsbereiche der Multilayer-Laminargitterbeugung für ein MoSi-Gitter mit 3600 L/mm und einer Periodendicke von 6,8 nm	33
3.6.3.1	Multilayer-Spiegel und –Gitter in Monochromatoranordnung	35
3.7.1	Spiegelmechanik des Monochromators	36
3.7.2	Monochromatormechanik	37
3.7.3	Strahlversatz in vertikaler Richtung.....	38
3.7.4	Photo der Monochromatormechanik.....	38
3.7.5	Monochromatorkammer auf dem zugehörigen Justagegestell.....	39
3.8.1	Simulierte Reflektivität eines MoSi-Multilayers mit 15 Perioden, einer Periodendicke von 6,8 nm, einem Schichtdickenverhältnis von $\Gamma=0,40$ und einer Interdiffusionsschichtdicke von $\sigma=0,3\text{nm}$	40

3.9.1	Simulierte Reflektivität eines TiC-Multilayers mit 70 Perioden, einer Periodendicke von 2,52 nm, einem Schichtdickenverhältnis von $\Gamma=0,58$ und einer Interdiffusionsschichtdicke von $\sigma=0,3\text{nm}$	41
3.9.2	Simulierte Reflektivität eines TiC-Multilayers mit 70 Perioden, einer Periodendicke von 2,52 nm, einem Schichtdickenverhältnis von $\Gamma=0,58$ und einer Interdiffusionsschichtdicke von $\sigma=0,3\text{nm}$ im Bereich direkt vor dem Wasserfenster an der C-K-Kante	42
3.10.1	Kammer des Austrittsspalts	43
3.10.2	Mechanik des Austrittsspalts	44
3.11.1	Monochromator-Eingangsblende	46
3.11.2	Blendenklappen und Filtermagazin in der Blendenkammer	46
3.11.3	Simulierte Photonen-Transmission einer 205 nm dicken Zr-Folie auf einem 180 nm dicken Si-Träger	47
3.11.4	Simulierte Photonen-Transmission einer 1 μm dicken Al-Folie	47
3.11.5	Simulierte Photonen-Transmission einer 1 μm dicken Ti-Folie	47
3.12.1	Quanteneffizienz der verwendeten Photodiode	49
3.12.2	Gaszelle mit integriertem Flußdetektor	49
3.13.1	Schematischer Aufbau eines Photo-Elektronen-Emissions-Mikroskops (PEEM) der Firma Fokus	51
3.13.2	PEEM in Reflexionsanordnung mit Probenschleuse	52
3.13.3	PEEM mit Probenschleuse und Präparationskammer	53
3.14.1	PEEM in Transmissionsanordnung für Proben in wässriger Lösung	54
3.14.1.1	Transmissionsprobenhalteraufnahme montiert auf der Extraktorelektrode	56
3.14.3.1	Aufbau der Beamline an der Femtosekunden-Laserquelle in Wien für die Erzeugung von höheren Harmonischen	58
3.14.3.2	Justierbarer Zonenplattenhalter auf Probenhaltermechanik	59
3.14.3.3	Aufnahme des Zonenplattenfokus in erster Ordnung auf der Photokathode	60
3.14.3.4	PEEM-Bild wie in 3.14.3.3 mit anderen Dynamikbereichen	60
4.1.1	Photonenfluß der Beamline unter Verwendung der MoSi-Optiken normiert auf einen Ringstrom von 100 mA bei 0,8% energetischer Bandbreite	63
4.1.2	Photonenfluß bei Verwendung der TiC-Optiken an der Ti-L-Kante	64
4.1.3	Photonenfluß bei Verwendung der TiC-Optiken an der C-K-Kante	64
4.2.1	Energiespektrum der Beamline bei 451,6 eV	66
4.2.2	Energiespektrum der Beamline bei 104,0 eV	66

4.2.3	Energiespektrum der Beamline bei 104,0 eV	67
4.3.1	Aufnahme des Spotprofils auf einem CCD-Chip auf der optischen Achse bei einer Photonenenergie von 98,7 eV	68
4.3.2	Aufnahme des Spotprofils auf einem CCD-Chip auf der optischen Achse bei einer Photonenenergie von 453 eV	69
4.3.3	Spot auf CCD-Chip bei einer Photonenenergie von 98,7 eV.....	69
4.4.1	Bildserie zur Demonstration des Abbildungsmaßstabs des PEEMs.....	70
4.5.1	Bestimmung der Auflösung an einer Kante.....	72
4.5.2	Linescan der Intensität über Pd-Streifen auf Si	72
4.5.3	Linescan der Intensität über Pd-Streifen auf Si	73
4.5.4	Linescan der Intensität über Pd-Streifen auf Si	73
5.1.1	Octadekylsiloxan auf der Oxidschicht eines Si-Wafers.....	74
5.5.1	Absorptionskoeffizienten an der Si-L-Kante	77
5.5.2	Cu auf Si bei Photonenenergien von 99eV und 106eV.....	78
5.6.1	Heizzyklus des Schichtsystems Si/SiO ₂ /Cu.....	80
5.6.2	Kontraständerung zwischen Cu-bedeckter und –unbedeckter Si(111)-Wafer-Oberfläche durch thermische Belastung.....	81
5.7.1	Heizzyklus des Schichtsystems Cu/SAM/SiO ₂ /Si	82
5.7.2	Cu auf ODS auf SiO ₂ und ODS auf SiO ₂ bei Photonenenergien von 98,7 eV und 106,6 eV	83
5.7.3	Cu auf ODS auf SiO ₂ und ODS auf SiO ₂ aufgenommen bei einer Photonenenergie von 98,7 eV	84
5.7.4	Cu auf strukturiertem ODS auf SiO ₂ mit Photonen der Energie 98,7 eV abgebildet	85
5.7.5	Scan der Intensitäten über den Bereich der Struktur hinweg.....	85
5.8.1	Inselstrukturen aus ODS auf einem Si(111)-Wafer	86
5.8.2	ODS-Inseln auf Si(111)-Wafer	87
5.8.3	ODS-Inselstrukturen auf Si(111)-Wafer	87
5.8.4	Demonstration der verschiedenen Kontraste bei Beleuchtung mit Photonen verschiedener Energie.....	88
5.8.1.1	Veränderung von ODS-Inseln auf einem Si-Wafer durch thermische Belastung	90
5.8.1.2	Probe mit den Schichtsystemen Cu(<5nm)/ODS-Inseln/SiO ₂ /Si und ODS-Inseln/SiO ₂ /Si	91

5.8.2.1	ODS-Inseln auf einem vicinalen Si(111)-Wafer mit Oxidschicht.....	92
5.8.2.2	Probe wie in Abb. 5.8.2.1 an einer anderen Stelle der Oberfläche.....	92
5.8.2.3a)	Probe wie in Abb. 5.8.2.1 an einer anderen Stelle der Oberfläche.....	93
5.8.2.3b)	weiter vergrößerte Abbildung der Elektronenverteilung an der Probenoberfläche aus Abb. 5.8.2.3a).....	93
5.8.2.4	Linienstrukturen der Inselverteilung	93
5.8.2.5	Demonstration der Kontrastart der linearen Strukturen aus ODS-Inseln auf einem Si-Wafer.....	94
5.8.2.6	Laue- und PEEM-Bild derselben Probe	95
5.8.2.7	Inseln aus OTES auf einem vicinalen Si(111)-Wafer	96
5.8.2.8	Große und kleine Inseln aus OTES auf vicinalem Si(111)-Wafer	96
5.8.2.9	Dreidimensionale Darstellung der Abb. 5.8.2.7	96
5.8.2.10	Laue- und AFM-Aufnahme derselben Probe	97
6.4.1	Model der Diamantstruktur von Si	101
6.4.2	Ausrichtung der ODS-Inseln-Linienstrukturen zum Kristallgitter der vicinalen Si(111)-Oberfläche.....	101
8.1.1	Probenhalter für rechteckige Waferstücke.....	105
8.2.1	Bedienoberfläche des Monochromator-Steuerprogramms	106

1 Einleitung

Die Charakterisierung von Oberflächen hinsichtlich ihrer geometrischen und elektronischen Eigenschaften wie auch ihrer chemischen Zusammensetzung ist zu einem wesentlichen Gebiet der Oberflächenphysik geworden. Unter einer Vielzahl von oberflächenphysikalischen Methoden sei hier exemplarisch ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) [1]-[11] genannt, welche über Photoelektronenspektroskopie Zugang zu Informationen der elektronischen Struktur und der Elementzusammensetzung der Oberfläche ermöglicht. Die Nahkanten-Röntgenabsorptionsspektroskopie (X-Ray Absorption Near Edge Structure (XANES) [12]-[20] und Extended X-Ray Absorption Fine Structure (EXAFS) [21]-[29]) liefert neben Informationen zur Elementzusammensetzung auch Daten zur lokalen Bindungskonfiguration der Atome und Moleküle auf der Oberfläche. Sowohl ESCA als auch XANES und EXAFS haben stark von der Entwicklung hochbrillanter, energetisch durchstimmbarer Quellen für weiche Röntgenstrahlung (Synchrotronstrahlungsquellen [30]-[32]) profitiert.

Mit der Entwicklung der Nanotechnologie ist ein großes Interesse entstanden, durch Kombination von spektroskopischer Oberflächenanalytik und hochauflösenden Mikroskopieverfahren Informationen aus nanoskopischen Bereichen zu gewinnen, um so die lokalen Eigenschaften der Oberfläche zu studieren.

Die Rasterelektronenmikroskopie (Scanning Electron Microscopy (SEM) [33]-[38] und Transmissions Elektronen Mikroskopie (TEM) [39]-[42]) ergibt in Kombination mit der Röntgenfluoreszenzanalyse (EDX, Energy Dispersiv X-Ray Analysis) [43]-[45] und der Energieverlustspektroskopie (EELS, Electron Energy Loss Spectroscopy [46]-[51]) sehr leistungsfähige Laborgeräte, die jedoch auf leitfähige und strahlungsstabile Proben beschränkt bleiben, und zum Teil sehr aufwendige Präparationen erfordern. Daneben wurden neue Verfahren der Mikrospektroskopie [52]-[55] (μ -ESCA, μ -XANES) und der Spektromikroskopie [56]-[59] (X-RAY Photo Electron Emission Microscopy (X-PEEM))

entwickelt, die auf der Anregung der Probenoberfläche mit hochbrillanter, weicher Röntgenstrahlung beruhen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Beamline und ein Meßstand für die Photoemissionsmikroskopie bei Anregung mit weicher Röntgenstrahlung (PEEM) [60],[61] am Elektronenspeicherring BESSY II [62] aufgebaut, charakterisiert und erste Untersuchungen an monomolekularen, organischen Schichten und Inseln durchgeführt.

Zielsetzung der Arbeit war die Realisierung eines Instruments, welches insbesondere für die Untersuchung von Schichtsystemen aus dünnen Filmen und Inseln auf Silizium bzw. Siliziumoxid im Bereich der Si-L-Absorptionskante ($E_{ph} = 99,4 \text{ eV}$) geeignet ist.

Die Arbeit beschreibt in Kapitel 3 den Aufbau einer Undulatorbeamline [63]-[65] mit Multilayer-Monochromator [66] insbesondere für den Energiebereich 95-106 eV (Si-L-Kante) sowie für Energiebereiche an der C-K-Kante (284 eV) und der Ti-L-Kante (454 eV). Die in den Charakterisierungsmessungen ermittelten spektralen Eigenschaften der Beamline werden in Kapitel 4 vorgestellt. Kapitel 5 beschäftigt sich mit PEEM-Untersuchungen zur thermischen Stabilität eines Schichtsystems aus Cu-Schichten auf Silizium mit einer Zwischenschicht aus monomolekularen, organischen Molekülen als „Self Assembled Monolayer“ (SAM) [67]-[69] in Form von geschlossenen Schichten oder Inseln.

Die Ergebnisse werden hinsichtlich der strukturellen Änderung der Probenoberflächen bei thermischer Behandlung in Kapitel 6 im Vergleich verschiedener Probensysteme diskutiert.

2 Grundlagen

2.1 Oberflächenanalyse mit einem Photoelektronen-Emissionsmikroskop

Das Photo-Elektronen-Emissions-Mikroskop (PEEM) nutzt den äußeren Photoeffekt zur Abbildung einer Oberfläche [70]. Im Gegensatz zum verwandten Verfahren LEEM (Low Energy Electron Microscopy) [71]-[77] werden beim PEEM Photonen unter schrägem Einfall auf eine Oberfläche gebracht, wo sie Photoelektronen und die damit verbundenen Sekundärelektronen auslösen (s. Abb. 2.1.1). In einer Elektronenoptik wird dann die laterale Emissionsverteilung der Elektronen vergrößert abgebildet [78]. Diese enthält verschiedene Informationen der Oberfläche wie Topologie und chemische Zusammensetzung. Die Informationstiefe aus der Oberfläche beträgt im allgemeinen wenige Nanometer [79]. Sie hängt wesentlich von der freien Weglänge der ausgelösten Elektronen ab.

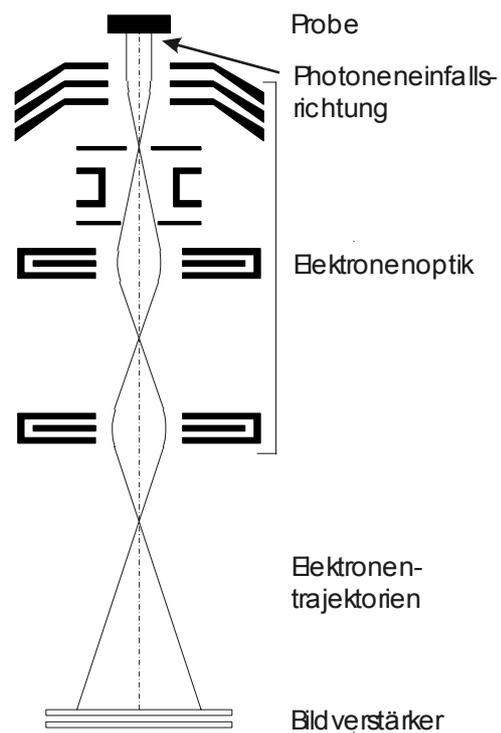


Abb. 2.1.1: Schematische Darstellung des PEEMs in Reflexionsanordnung.

Es werden im wesentlichen zwei Energiebereiche der anregenden Photonen verwendet, zum einen die Anregung mit weicher Röntgenstrahlung und zum anderen die Anregung mit UV-Licht. Bei Verwendung von Anregungsphotonen mit Energien im Bereich der Bindungsenergien der Rumpfelektronen (typischer Weise 50eV bis zu einigen keV), tragen

im wesentlichen Sekundärelektronen zur Bildhelligkeit bei [80]. Diese entstehen in einer Art Dreistufenprozeß. Zuerst wird ein Röntgenquant absorbiert und dadurch ein Rumpfniveauloch und ein Elektron erzeugt. Dieses Elektron kann entweder in einen unbesetzten Zustand oberhalb der Fermi-Kante angeregt oder als freies Photoelektron emittiert werden. Danach erfolgt eine Rekombination des Lochs entweder unter Emission eines weiteren Lichtquants (Fluoreszenz) oder eines Augerelektrons. Im dritten Schritt erzeugen diese Augerelektronen eine Kaskade von Sekundärelektronen. Für die Abbildung stehen folglich nicht nur Elektronen mit annähernd gleichen Energien zur Verfügung, sondern eine Energieverteilung von Elektronen mit einer Breite von einigen eV, die durch die Elektronenoptik des Mikroskops und die Größe der Kontrastblende in der Optik bestimmt wird. Den größten Anteil daran haben die Sekundärelektronen.

Wird zur Anregung UV-Licht mit Energien kurz oberhalb der Austrittsarbeitsschwelle vieler Materialien (ca. 5 eV, s. Tab. 2.1.1) genutzt (Schwellenemission), wird das Bild ausschließlich durch Valenzband-Photoelektronen erzeugt. Ein vollständiges, schematisches Elektronenemissionsspektrum bei Photoanregung ist in Abb. 2.1.2 zu sehen. Aus diesem

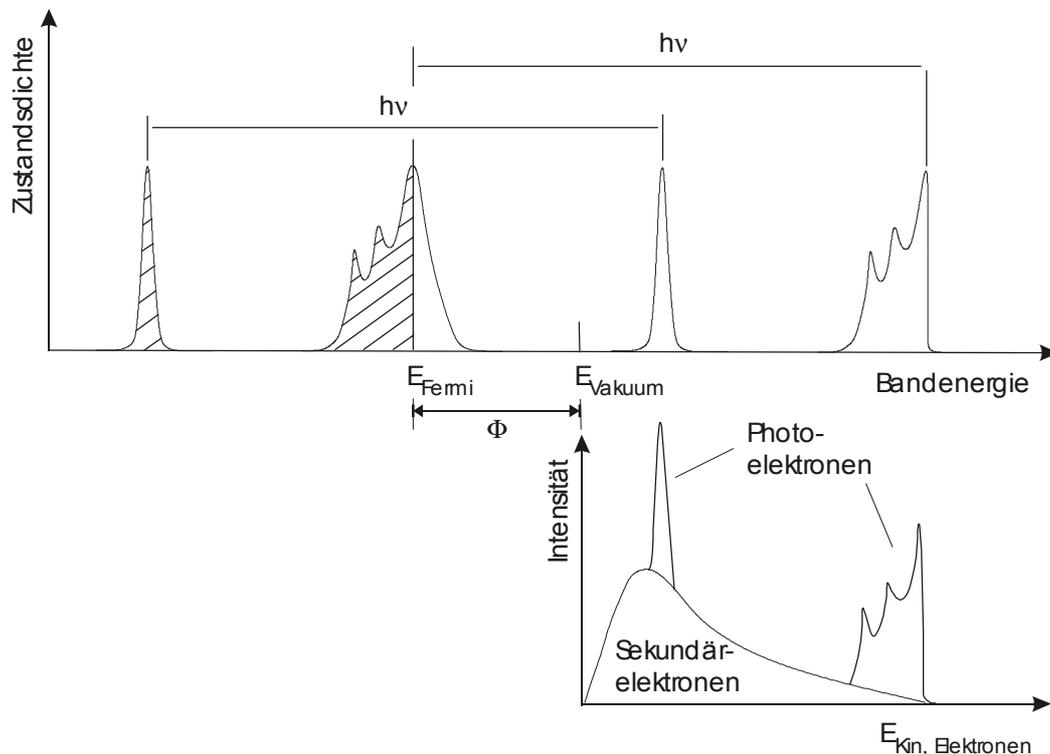


Abb. 2.1.2: Schematisches Elektronenspektrum eines Metalls bei Photoanregung. Photonen mit der Energie $h\nu$ erzeugen Photoelektronen mit der kinetischen Energie, die um die Austrittsarbeit Φ gegenüber der Photonenenergie erniedrigt ist. Das Spektrum setzt sich aus diesen Photoelektronen und einem kontinuierlichen Spektrum von Sekundärelektronen zusammen.

Spektrum wird im PEEM durch dessen Elektronenoptik und die Kontrastblende ein Bereich mit einer Breite von wenigen eV herausgeschnitten.

An der Erzeugung eines Bildes sind verschiedene Kontrastmechanismen beteiligt. Durch die Beleuchtung der Probe unter einem Einfallswinkel von 65° zur Normalen (Fokus IS-PEEM) entsteht durch Schattenwurf ein Topologiekontrast (s. Abb. 2.1.3) [81]. Eine Verzerrung des elektrischen Feldes an Oberflächentopologien erzeugt eine Überhöhung mit nachfolgender Erniedrigung des erwarteten Intensitätsverlaufs bei einem Linescan der Bildintensität über eine Stufenkante hinweg wie in Abb. 2.1.3 schematisch dargestellt ist.

Bei Beleuchtung mit UV-Licht, dessen Photonenenergie im Bereich der Austrittsarbeitsschwelle der meisten Elemente liegt, treten lokale Unterschiede in der Austrittsarbeit auf (Austrittsarbetskontrast, s. Abb. 2.1.3) [82]. Diese Unterschiede entstehen beispielsweise durch verschiedene Kristallorientierungen oder an lateralen Grenzflächen verschiedener Materialien mit unterschiedlicher Austrittsarbeit. Aus Oberflächen, deren Austrittsarbeit höher liegt als die anregende Photonenenergie, werden keine Elektronen ausgelöst. Aus Oberflächen mit niedrigerer Photonenenergie werden Elektronen emittiert.

Element	Oberflächenebene	Austrittsarbeit in eV
Ag	(100)	4,64
	(110)	4,52
	(111)	4,74
Cu	(100)	4,59
	(110)	4,48
	(111)	4,98
Ge	(111)	4,80
Ni	(100)	5,22
	(110)	5,04
	(111)	5,35
W	(100)	4,63
	(110)	5,25
	(111)	4,47
Si		5,0

Tab. 2.1.1: Austrittsarbeiten einiger Metalle [83].

Zwischen solchen Materialien entsteht bei der Schwellenemission ein extremer Hell/Dunkel-Kontrast.

Bei Anregung mit weicher Röntgenstrahlung tritt der Austrittsarbetskontrast in den Hintergrund. Hier treten Elementkontraste aufgrund der verschiedenen Wirkungsquerschnitte der Photonenabsorption und der damit verbundenen Elektronenemission auf [84].

Bei Photonenenergien, die den Röntgenabsorptionskanten verschiedener Elemente entsprechen, entsteht ein sehr starker chemischer Kontrast (Röntgenabsorptionskontrast, s. Abb. 2.1.4) [85]. Dieser beruht darauf, daß mit der schlagartig ansteigenden Absorption an einer solchen Kante die Elektronenausbeute aus der Oberfläche ansteigt (siehe auch: Spektromikroskopie am System Cu/SiO₂/Si, Abschnitt 5.5). Das bedeutet, daß ein chemisches Element bei Variation der Photonenenergie über eine Absorptionskante hinweg im PEEM-Bild plötzlich deutlich heller erscheint (elementsensitive Abbildung, Spektromikroskopie) [86]-[89]. Durch

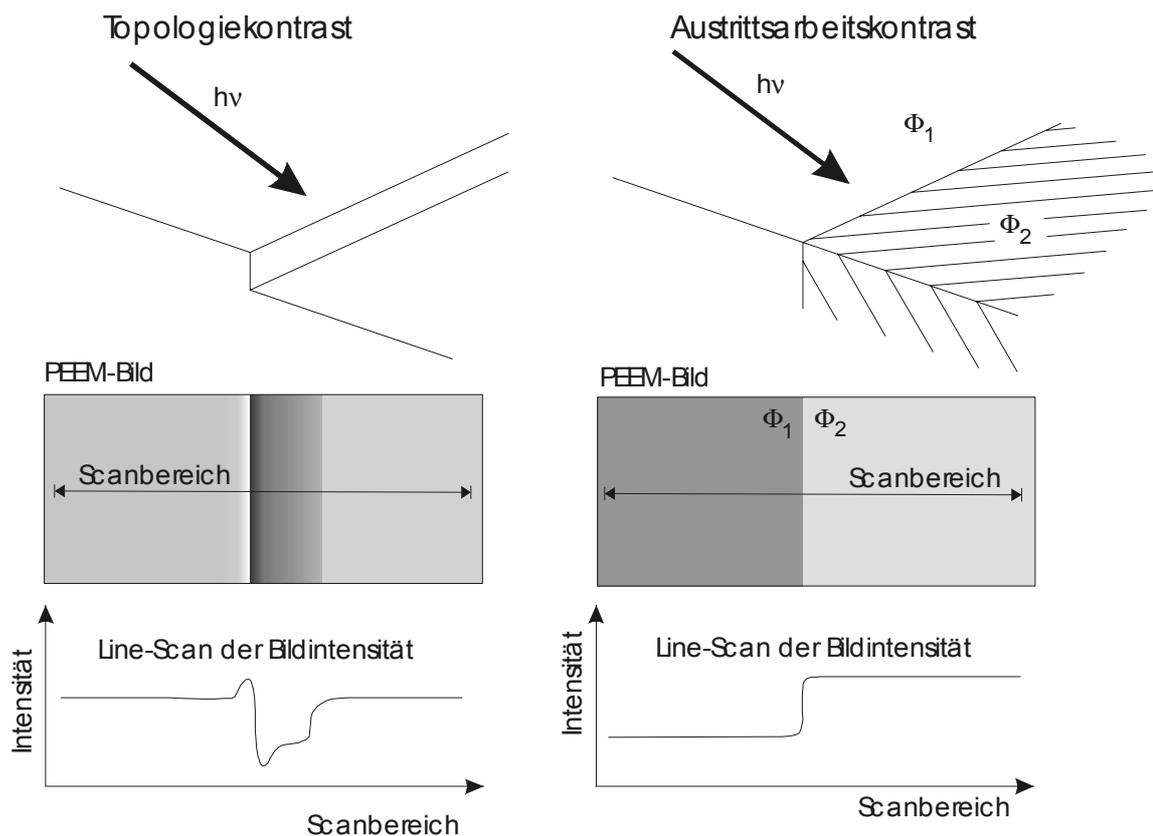


Abb. 2.1.3: Topologie- und Austrittsarbetskontrast. Beim Topologiekontrast entsteht durch schrägen Lichteinfall ein Schattenwurf, der sich durch die veränderte Elektronenemission im PEEM-Bild bemerkbar macht. Gleichzeitig entsteht eine Überstruktur in einem Line-Scan der Bildintensitäten aufgrund der Feldverzerrung an der Stufenkante. Beim Austrittsarbetskontrast beruht der Intensitätsunterschied im PEEM-Bild und dem Line-Scan der Bildintensität auf Differenzen der Austrittsarbeit zweier verschiedener Materialien oder verschiedener Kristallorientierungen eines Materials.

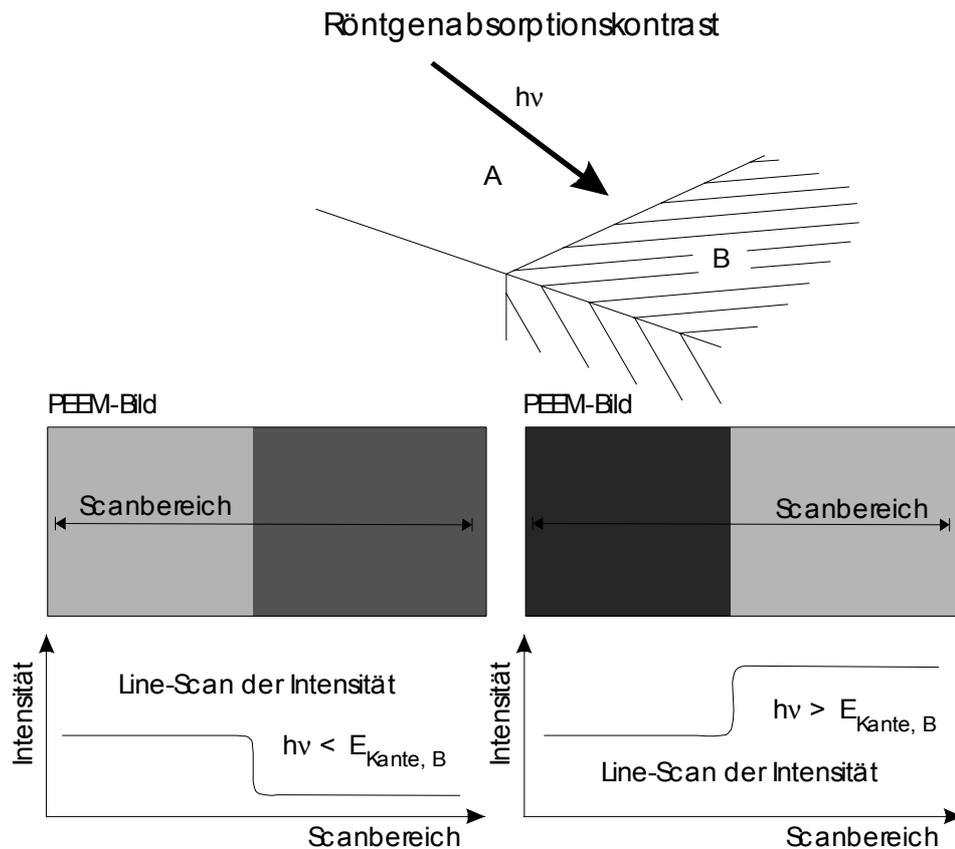


Abb. 2.1.4: Röntgenabsorptionskontrast. Dieser Kontrast entsteht durch die unterschiedliche Absorption der Strahlung von Material A und B und den damit verbundenen Elektronenemissionen. Überschreitet die Photonenenergie die Energie einer Absorptionskante des Materials B (rechts), steigt die Emission aus diesem Bereich stark gegenüber der Emission aus Material A an. Die Bildhelligkeiten des mit einer CCD-Kamera aufgenommenen PEEM-Bildes geben aufgrund von Skalierungen nicht die absolute Intensität wieder. Diese wird erst durch die Intensitätsmessung mit einem Line-Scan gezeigt.

Bildung von Differenzbildern direkt vor und hinter einer Röntgenabsorptionskante können so Verteilungen einzelner chemischer Elemente sichtbar gemacht werden. Wird die Bildintensität eines ausgewählten Probenbereichs in Abhängigkeit von der eingestrahnten Photonenenergie gemessen, so entsteht ein Röntgenabsorptionsspektrum der betreffenden Probenstelle (Mikrospektroskopie, μ -XANES) [90],[91].

Die Anregung mit weicher Röntgenstrahlung zeichnet sich im PEEM dadurch aus, daß sie an Röntgenabsorptionskanten elementselektiv ist. Im Gegensatz dazu ist der hohe Austrittsarbeitkontrast bei Anregung mit UV-Licht nicht elementselektiv. Bei einem Element können durch verschiedene Kristallorientierungen an der Oberfläche verschiedene Austrittsarbeiten auftreten (z.B. Cu: 4,59eV bei (100)-Oberfläche, 4,48eV bei (110) und

4,98eV bei (111) [92]). Gleichzeitig können auch verschiedene Elemente die gleiche Austrittsarbeit besitzen.

Aus den elektronenoptischen Eigenschaften des PEEMs ergeben sich bestimmte Anforderungen an die Lichtquellen, die zur Erzeugung der Anregungsphotonen genutzt werden sollen. Für die Schwellenemission muß die Photonenenergie einer Quelle im Bereich der Austrittsarbeiten der meisten Elemente liegen. Für diese niederenergetischen Lichtquanten mit fester Energie eignet sich für sehr viele Elemente eine Hg-Kurzbogenlampe mit einer Photonenenergie bis zu 4,9eV (siehe Tab. 2.1.1) [93].

Für die Mikrospektroskopie (μ -XANES) und Spektromikroskopie (X-PEEM) wird eine durchstimmbare Lichtquelle mit Photonenenergien bis zu einigen hundert eV benötigt. Für die Untersuchung von Proben in wässriger Lösung müssen zum Beispiel Photonen im Bereich des Wasserfensters (284 – 543 eV entsprechend dem Bereich zwischen C-K-Kante und O-K-Kante) zur Verfügung stehen. Zusätzlich sind hohe Photonenflüsse ($> 10^9$ Photonen/Sekunde) für kurze Belichtungszeiten von großer Bedeutung. Eine hohe Monochromasie der Strahlung ist dabei nur von untergeordnetem Interesse, weil die Energiebreite der Elektronenenergieverteilung im PEEM (>2 eV, je nach verwendeter Kontrastblende) die hohe Energieauflösung der Photonenenergieverteilung überdeckt. Eine Breite der Energieverteilung der einfallenden Photonen von 2 eV ist aus diesem Grund ausreichend.

Am besten ist hierfür ein Elektronenspeicherring der dritten Generation mit einer Beamline an einem Undulator geeignet. Bei dieser Quelle stehen sehr hohe Photonenflüsse über einen kontinuierlich durchstimmbaren Bereich zur Verfügung.

2.2 Elektronenspeicherringe zur Erzeugung von Synchrotronstrahlung

Um Strahlung hoher Brillanz [94] in einem großen Spektralbereich vom Infraroten bis zu harter Röntgenstrahlung zu erzeugen, wird die Synchrotronstrahlung von Elektronenspeicherringen eingesetzt [95],[96]. Diese bestehen im wesentlichen aus einer Elektronenquelle mit Beschleuniger und einem kreisförmigen Speicherring. In den heute üblichen Synchrotrons der dritten Generation ist diese Kreisform in einen Polygon abgeändert worden, in dessen geraden Abschnitten Undulatoren und Wiggler eingesetzt sind. Die Kreisbögen zwischen diesen geraden Strecken sind durch Ablenkmagneten, den sogenannten „Bending Magnets“, realisiert. Diese drei Komponenten des Speicherringes dienen als Strahlungsquelle. In ihnen werden die Elektronen aus ihrer geradlinig gleichförmigen Bewegung gezwungen, wodurch sie elektromagnetische Strahlung emittieren. Für ein

Elektronensynchrotron ergibt sich somit ein prinzipieller Aufbau wie in Abb. 2.2.1 zu sehen [97].

Im Linearbeschleuniger, dem Linac, werden die in einer Quelle erzeugten Elektronen beschleunigt und in das Boostersynchrotron eingespeist. Dort wird ihre Geschwindigkeit auf über 99% der Vakuumlichtgeschwindigkeit erhöht [98]. Anschließend werden die nun relativistischen Elektronen in den Speicherring injiziert. In den Undulatoren und Wigglern wird elektromagnetische Strahlung in Flugrichtung der Elektronen, an den Ablenkmagneten tangential dazu emittiert. Um die Elektronenenergie zu erhalten, ist ein RF-Generator in einer der geraden Strecken eingebaut, der zur „Nachbeschleunigung“ der Elektronen genutzt wird [99].

Ein solches modernes Elektronensynchrotron ist BESSY II (Berliner Elektronenspeicherringgesellschaft für Synchrotronstrahlung) in Berlin-Adlershof. Die Arbeitsparameter von BESSY II sind in Tabelle 2.2.1 zu sehen. An dieser Anlage wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Undulatorbeamline mit Multilayer-Monochromator konstruiert und aufgebaut.

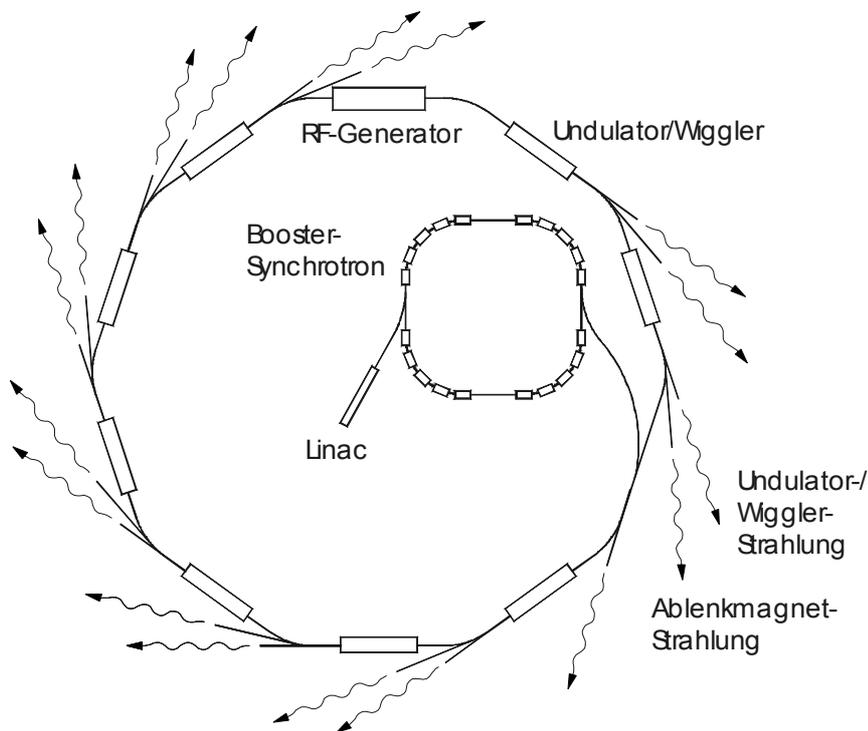


Abb. 2.2.1: Schematischer Aufbau eines Synchrotrons der dritten Generation. Im Linac werden die in einer Quelle erzeugten Elektronen beschleunigt. Anschließend werden diese im Boostersynchrotron auf die Maximalenergie beschleunigt und in den Speicherring eingelassen. Dort verursachen sie an den Ablenkmagneten und Undulatoren bzw. Wigglern Emission von elektromagnetischer Strahlung.

Elektronenenergie	0,9-1,7 GeV
Ringstrom	max. 400 mA
Strahl-Lebensdauer*Ringstrom	600 mA*h
Kritische Wellenlänge an den Dipolen	0,5 nm

Tab. 2.2.1: Betriebsparameter der Anlage BESSY II [100].

2.3 Lineare Undulatoren – der U125/1 bei BESSY II

Undulatoren bestehen aus periodischen Magnetstrukturen, durch die Elektronen hindurchfliegen, die im vorher beschriebenen Speicherring auf nahezu Lichtgeschwindigkeit beschleunigt wurden [101]. Durch das periodische Feld erfahren sie dabei eine periodische Ablenkung auf ihrer Bahn. Diese linearen Undulatoren haben den in Abb. 2.3.1 zu sehenden Aufbau.

Wie aus der klassischen Elektrodynamik bekannt, emittieren die Elektronen bei dieser beschleunigten Bewegung Energie in Form von elektromagnetischer Strahlung, in diesem Fall der sogenannten Undulatorstrahlung. Die Abweichung der Elektronenbewegung von der Undulatorachse ist dabei aufgrund des bei Undulatoren schwachen Magnetfeldes sehr klein, die räumliche Periode entspricht der Undulatorperiode λ_u , die typischer Weise einige cm beträgt. Klassisch wäre auch die Wellenlänge der emittierten Strahlung in diesem Bereich zu

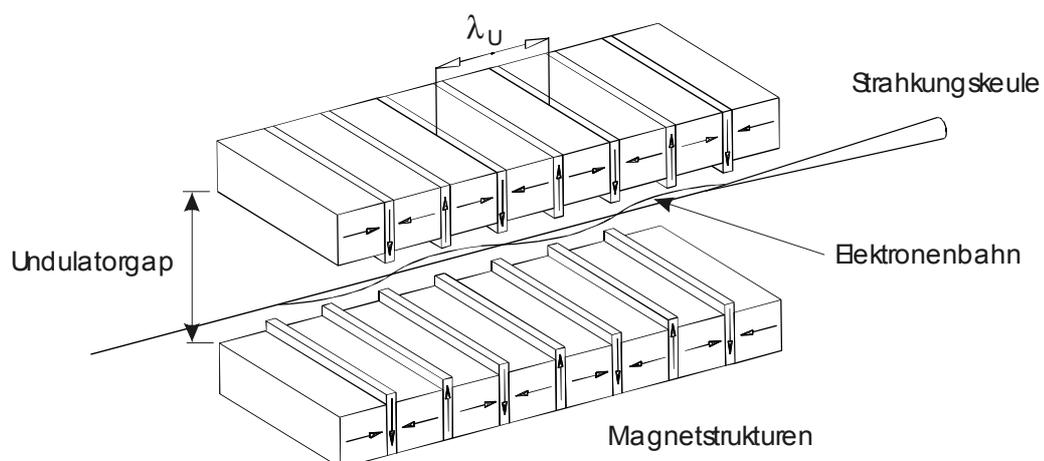


Abb. 2.3.1: Magnetstruktur eines linearen Undulators. Elektronen werden innerhalb des Magnetfeldes auf eine periodische Bahn gezwungen. Durch diese beschleunigte Bewegung emittieren sie Strahlung in Richtung der Undulatorachse.

erwarten. Durch Lorentzkontraktion und relativistische Dopplerverschiebung reduziert sich die Wellenlänge der emittierten Strahlung bis zu einigen Å [102]. Folglich ist Strahlung im Bereich des VUV (Vakuum-Ultra-Violett) über weiche bis zur harten Röntgenstrahlung zu erwarten, die in einer Strahlungskeule, die stark in Flugrichtung der Elektronen gerichtet ist, emittiert wird. Aufgrund der Abweichung der

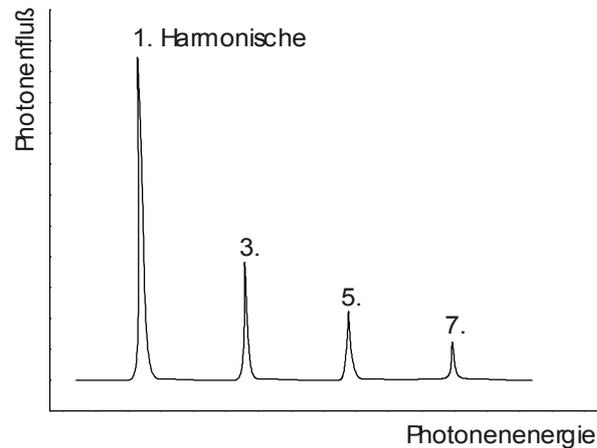


Abb. 2.3.2: Prinzipieller Aufbau eines Undulatorspektrums. Auf der optischen Achse des Undulators existieren nur ungerade Harmonische.

Elektronenflugbahn von einer Geraden entstehen höhere Harmonische mit Vielfachen der Fundamentalfrequenz. Die geraden Harmonischen werden unter einem kleinen Winkel zur optischen Achse des Undulators emittiert, die ungeraden auf ihr [103].

Durch Blendensysteme werden alle geraden Harmonischen ausgeblendet. Das entstehende Spektrum ist in Abb. 2.3.2 zu sehen. Der Undulator U125/1 bei BESSY II ist ein linearer Undulator, der linear polarisiertes Licht mit horizontaler Polarisation emittiert. Er verfügt über 32 Magnetperioden mit jeweils 125 mm Länge. Folglich ist seine Periodenzahl $N = 32$ und die Periodenlänge $\lambda_u = 125\text{mm}$. Seine Quellgröße beträgt $\delta_x = 310\mu\text{m}$ und $\delta_y = 21\mu\text{m}$ mit einer Divergenz von $\delta_x' = 17\mu\text{rad}$ und $\delta_y' = 7,1\mu\text{rad}$ bei einer Photonenergie von 100 eV [104].

Für die möglichen Photonenergien der verschiedenen Harmonischen ergeben sich durch Variation des Undulatorgaps (s. Abb. 2.3.1), also der lokalen Magnetfeldstärke am Ort der Elektronenflugbahn, bestimmte Energiebereiche. Der zugehörige Photonfluß und Brillanz sind in den Abbildungen 2.3.3 und 2.3.4 zu sehen. (simuliert für eine Elektronenenergie von 1,7 GeV und einen Ringstrom von 100mA) [105].

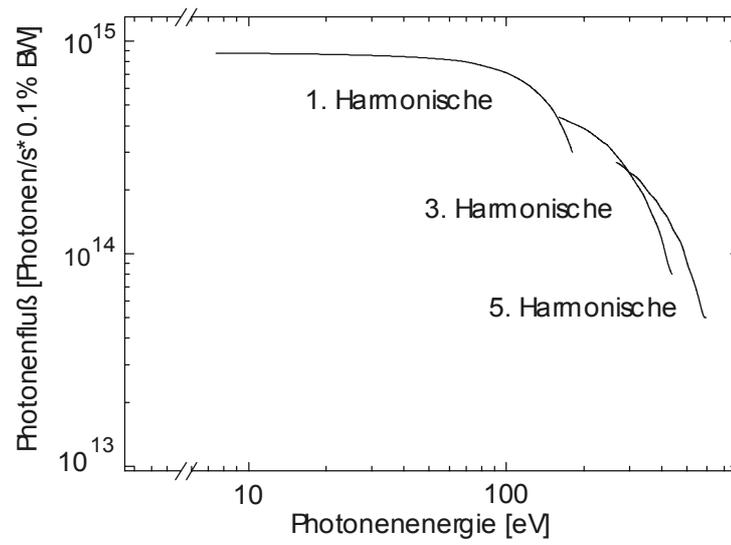


Abb. 2.3.3: Simulierter Photonenfluß des Undulators U125/1 bei BESSY II [105].

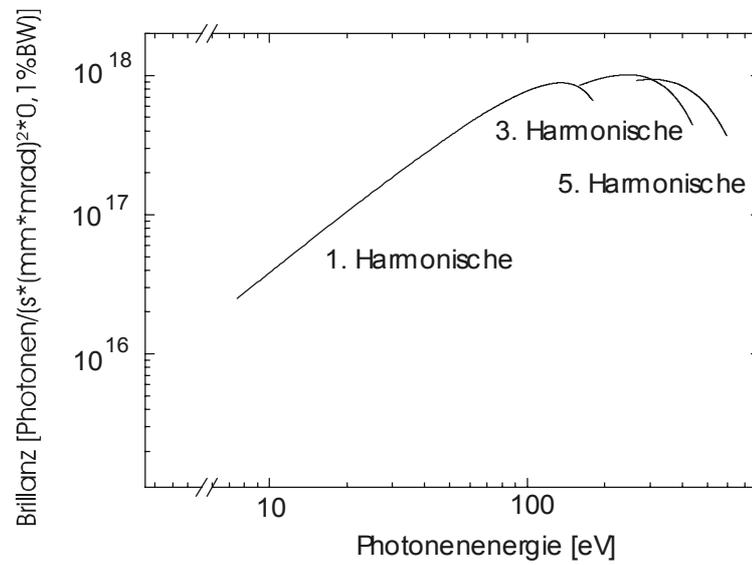


Abb. 2.3.4: Simulierte Brillanz des Undulators U125/1 bei BESSY II [105].

3 Apparativer Aufbau

In diesem Kapitel wird die im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Konzeption und Realisierung der Beamline am U125/1-ML bei BESSY II beschrieben. Die Teilkomponenten (Vorspiegel, Blendensystem, Monochromator, Austrittsspalt, Gaszelle mit Flußdetektor, PEEM mit Probenschleuse und Präparationskammer) sind in den gezeigten Abbildungen maßstäblich dargestellt.

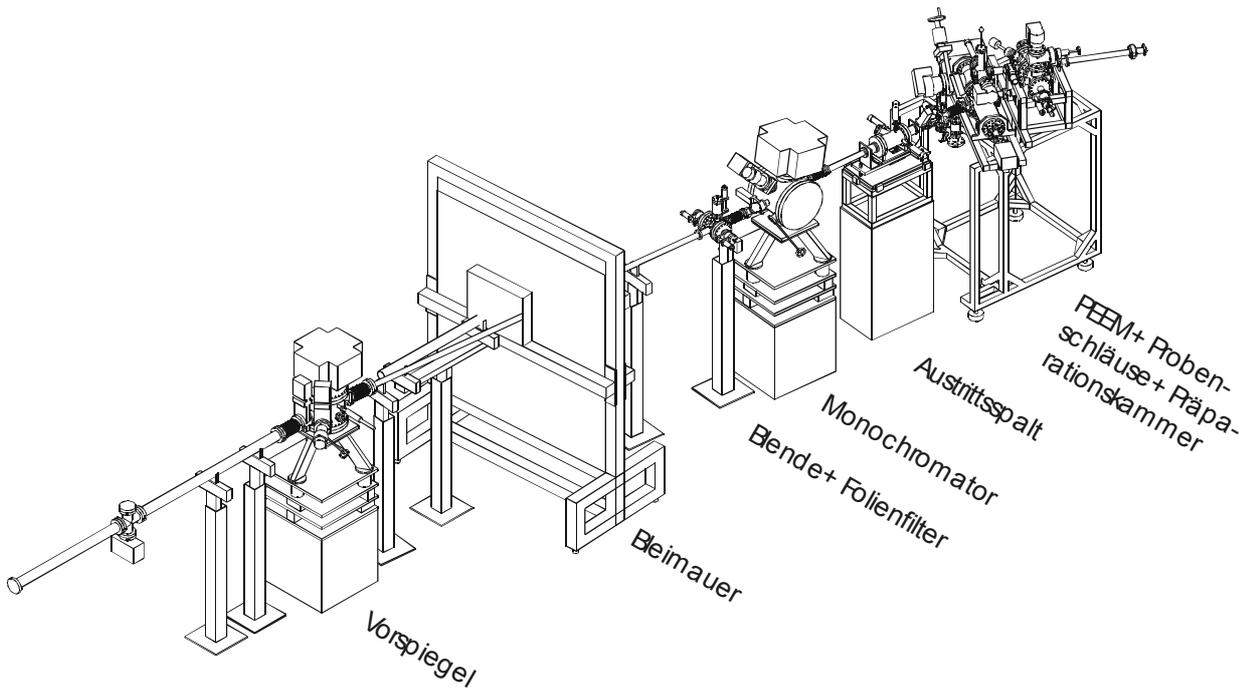


Abb. 3.1: Beamline U125/1-ML bei BESSY II. Gezeigt sind alle im Rahmen dieser Arbeit aufgebauten Komponenten, die zusammen eine Beamline mit einem Photoelektronen-Emissionsmikroskop mit Probenschleuse und Präparationskammer bilden. Der Flansch am linken Bildrand stellt die Verbindung zum Elektronenspeicherring dar.

3.1 Anordnung der röntgenoptischen Komponenten zur Beamline

Die Kombination der einzelnen, optischen Komponenten ergibt eine Beamline, die hochintensive, monochromatische Strahlung zur Verfügung stellt. Die dazu erforderliche Anordnung ist in Abb. 3.1.1 zu sehen.

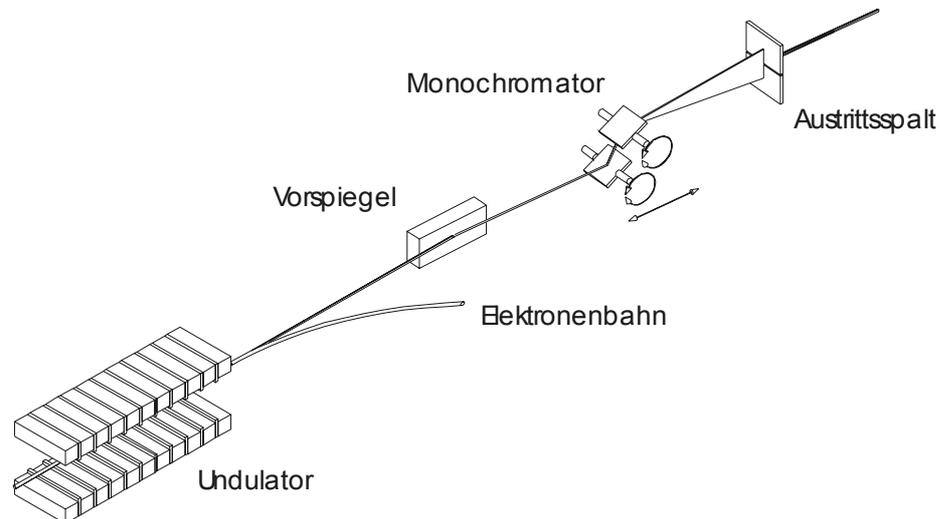


Abb. 3.1.1: Anordnung der einzelnen Beamlinekomponenten. Die verschiedenen Filter- und Blendeneinheiten und die Strahlanalyse-Komponenten sind in dieser Übersicht nicht gezeigt.

3.2 Strahlgeometrie

Die berechnete Strahlgeometrie der aufgebauten Beamline vom Quellpunkt der Strahlung bis zur Probe im PEEM ist in Abb. 3.2.1 zu sehen. Die angegebenen Längen zwischen dem Multilayerspiegel im Monochromator, Austrittsspalt und der Probe ist für eine Photonenenergie von 99eV in mm angegeben. Bei anderen Energien ändern sich diese Längen, weil der Spiegel im Monochromator linear in Richtung der optischen Achse bewegt werden muß. Die Entfernung des Spiegels zum Spalt entlang der optischen Achse bleibt dabei durch Veränderung der Spaltposition konstant und beträgt 1000mm.

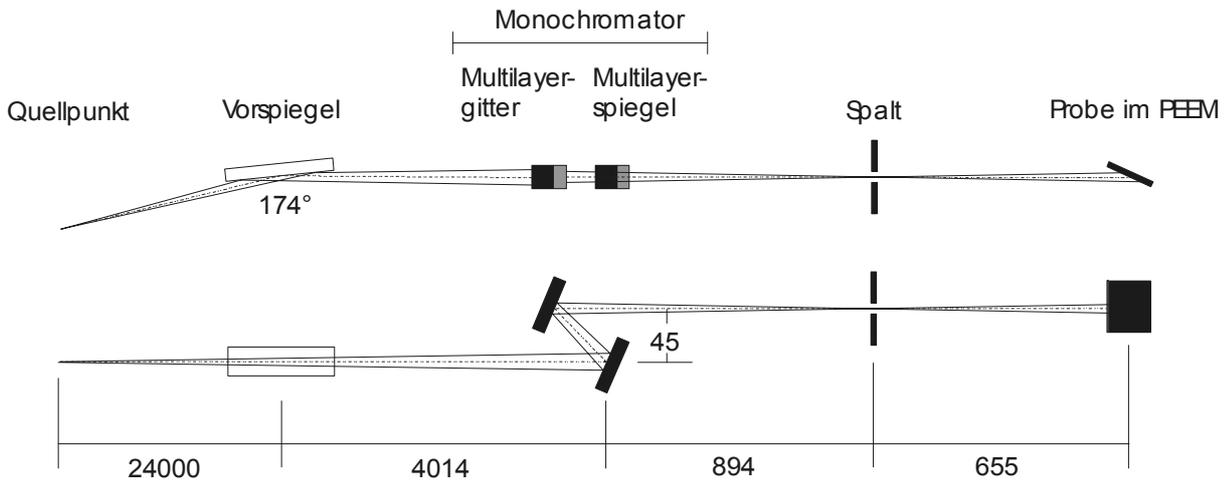


Abb. 3.2.1: Strahlgeometrie der Beamline U125/1-ML bei BESSY II. Alle Längen (in mm) sind für eine Photonenenergie von 99eV dargestellt. Für andere Photonenenergien verändert sich die Position der ersten Monochromatoroptik (Multilayerspiegel) und des Spalts.

3.3 Vakuumabschnitte

Die Aufteilung der Beamline mit angeschlossener Experimentierstation in Vakuumabschnitte gewährleistet den unabhängigen Betrieb und Wartung der einzelnen Komponenten. Zusätzlich bildet dieses System eine Sicherheitseinrichtung, die bei einem Vakuumeinbruch in einer Kammer den Druckanstieg in allen anderen Komponenten verhindert. Alle Druckmesssensoren sind mit einem Interlocksystem verbunden, das bei zu schnellem Druckanstieg oder Überschreitung einer Druckschwelle sofort alle pneumatischen Ventile schließt, die die einzelnen Abschnitte voneinander trennen [106]. Gleichzeitig ist das Interlocksystem mit dem des Speicherrings verbunden. Dadurch werden Fehlbedienungen der Ventile ausgeschlossen, die sie selbst oder andere Komponenten durch auftreffende Strahlung beschädigen könnten.

Das gesamte Vakuumsystem ist mit CF-Flanschen ausgeführt [107]. Alle Kammern und Rohre sind aus Edelstahl hergestellt.

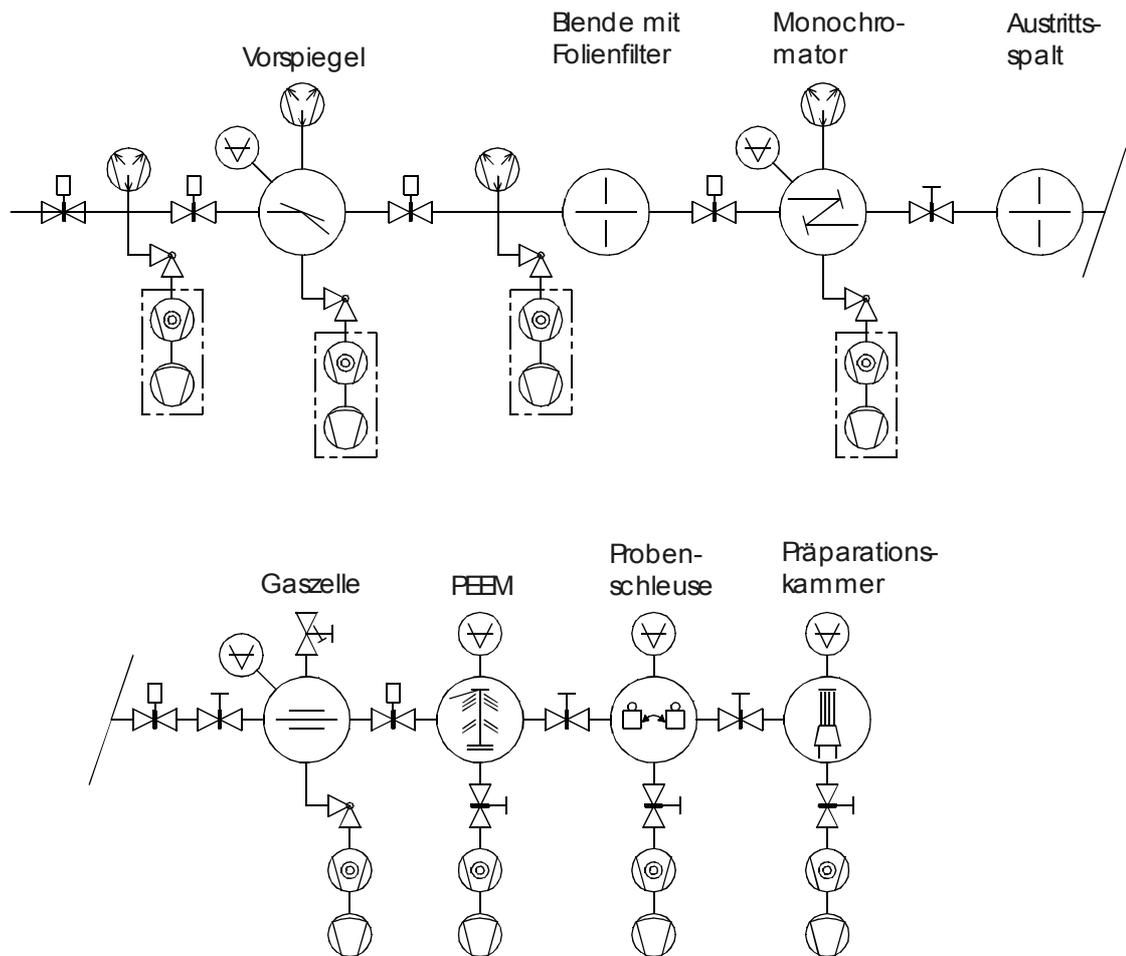


Abb. 3.3.1: Schematische Darstellung der Vakuumabschnitte. Gezeigt sind alle Beamlinekomponenten und die daran angeschlossene PEEM-Kammer mit Probenschleuse und Präparationskammer

3.4 Gesamtaufbau der Beamline

Die Anordnung der Beamlinekomponenten wurde an die Gegebenheiten der Speicherringhalle von BESSY II angepaßt. Die Strahlhöhe am Auslasssystem des Synchrotrons beträgt 1400mm zum Hallenboden. Die Beamline ist als dritte zwischen zwei weiteren angeordnet, die ebenfalls den U125/1 als Lichtquelle nutzen. Der Undulatorstrahl wird über eine Ablenkspiegeleinheit (Switch Mirror Unit (SMU)) den einzelnen Strahlrohren zugeteilt, so daß sich immer nur eine Beamline im Messbetrieb befinden kann. Für den Betrieb der hier gezeigten Beamline, die in Flucht mit dem Undulator aufgebaut wurde, wird dieser Vorspiegel aus dem Strahl entfernt. Eine zweidimensionale Darstellung der konstruierten Beamline ohne die benachbarten Beamlines und die SMU ist in Abb. 3.4.1 zu sehen.

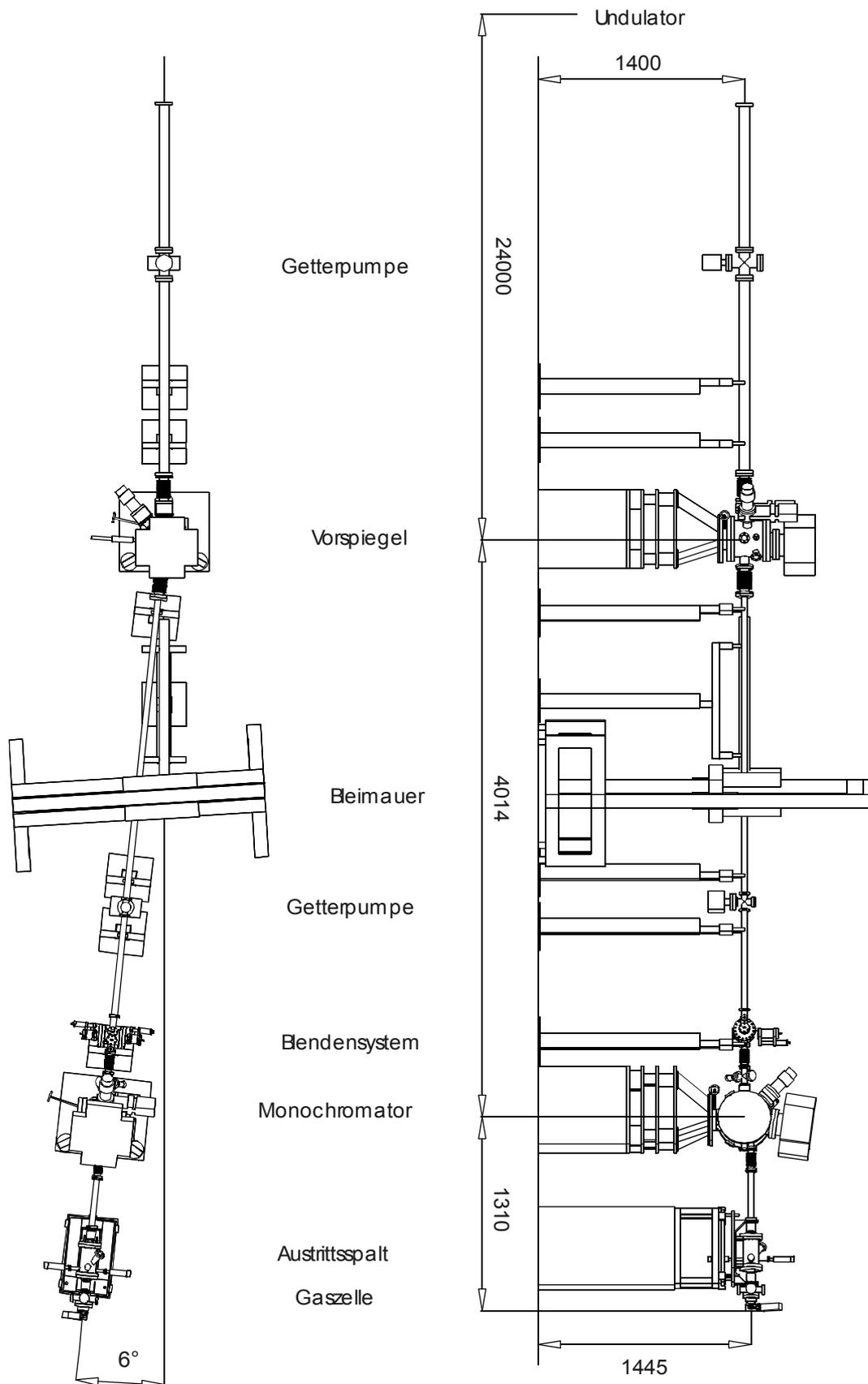


Abb. 3.4.1: Aufbau der Komponenten als Beamline.

3.5 Vorspiegel

Der hier beschriebene Plan-Vorspiegel stellt das erste optische Element der Beamline dar. Seine Aufgabe besteht darin, als spektraler Tiefpaß unerwünschte, hochenergetische Strahlungsanteile ($E_{\text{ph}} > 500 \text{ eV}$) und Neutronenflüsse vom nutzbaren Strahlungsbereich (50-500 eV) räumlich zu trennen [108].

Vorspiegel sind in den meisten Fällen als Spiegel unter streifendem Lichteinfall ausgeführt, um eine spektral breitbandige, hohe Reflexion im weichen Röntgenlicht zu ermöglichen [109]. Die Ablenkung der Photonen beruht auf der externen Totalreflexion. Der kritische Winkel für die Totalreflexion ist abhängig von der Energie der einfallenden Strahlung und vom Brechungsindex δ des Oberflächenmaterials des Spiegels. Bei festem Glanzwinkel und festem Oberflächenmaterial ergibt sich eine von der Photonenenergie abhängige Reflektivität (s. Abb. 3.5.1) [110]. Zu hohen Energien hin nimmt die Reflektivität stark ab. Der Vorspiegel arbeitet also als Tiefpassfilter. Der hochenergetische Strahlungsanteil wird nicht reflektiert, sondern vom Spiegel absorbiert oder wie die unerwünschten Neutronen transmittiert. Eine Wand aus Blei als Beamstop absorbiert diesen Teil der Strahlung [111].

Der Vorspiegel ist als planes Si-Einkristall-Substrat [112] mit oxidischer Ni-Beschichtung ausgeführt (an der Oberfläche oxidiert). Die optische Fläche hat eine Größe von 40 mm x 80 mm bei einer Substratstärke von 20mm. Der Winkeltangentenfehler der Oberfläche beträgt durchschnittlich 0,16 Bogensekunden RMS [113]. Die Oberflächenrauigkeit liegt bei 0,737nm RMS [113]. Der gewählte Glanzwinkel der einfallenden Strahlung beträgt 3° . Dies ergibt unter Berücksichtigung der Quellgröße ($\sigma_x = 310 \mu\text{m}$, $\sigma_y = 21 \mu\text{m}$ [114]) und Divergenz ($\sigma'_x = 17 \mu\text{rad}$, $\sigma'_y = 7,1 \mu\text{rad}$ [114]) der Quelle eine elliptische Ausleuchtung des Spiegels mit einer vertikalen Halbachse von 0,4mm und einer horizontalen Halbachse von 21,5mm.

Die Beschichtung aus Ni mit einer

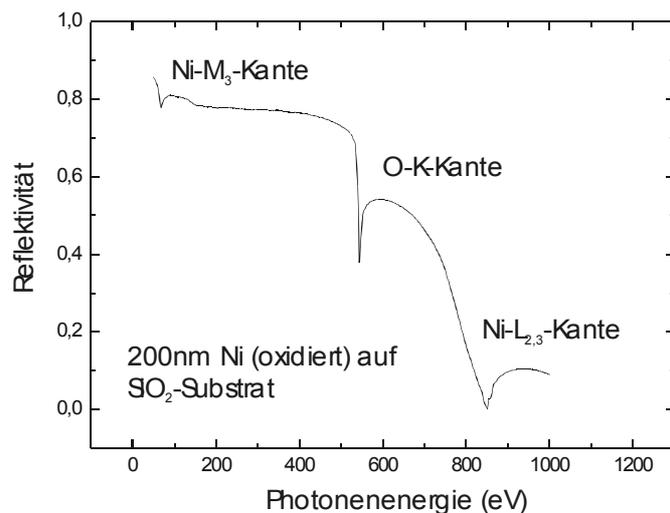


Abb. 3.5.1: Simulierte Reflektivität des Vorspiegels. Die Berechnung erfolgte für einen Glanzwinkel von 3° ohne Berücksichtigung der Oberflächenrauigkeit [116]. Der Spiegel besteht aus einem 20mm dicken Si-Substrat mit 100nm dicker Ni-Beschichtung.

Schichtdicke von ca. 200 nm wurde mit dem DC Magnetron Sputter-Verfahren aufgebracht. Daraus ergibt sich für einen Glanzwinkel von 3° eine Reflektivität des Vorspiegels nach Abb. 3.5.1. Ni weist wie in der Abbildung ersichtlich als Reflexionscoating eine Reflektivität von $>75\%$ im Bereich 90-500 eV auf.

Bedingt durch die Absorption der hochenergetischen Strahlungsanteile bei einer Gesamtstrahlungsleistung des Undulators von 600 W [115] ist eine aktive Kühlung des Substrats an dessen Seitenwänden notwendig. Diese Kühlung ist durch eine Wasserkühlung realisiert. Die Kühlbacken bilden gleichzeitig die Aufnahme des Spiegels in der Mechanik, die eine Winkeljustage um eine vertikale und eine horizontale Drehachse in der Spiegeloberfläche ermöglicht. Über große Hebel bzw. eine Mikrometerschraube kann so eine Einstellgenauigkeit von 1mrad erzielt werden. Um die Mechanik im Vakuum möglichst einfach zu halten, ist nur die Drehung um die vertikale Achse als Mechanik im Vakuum

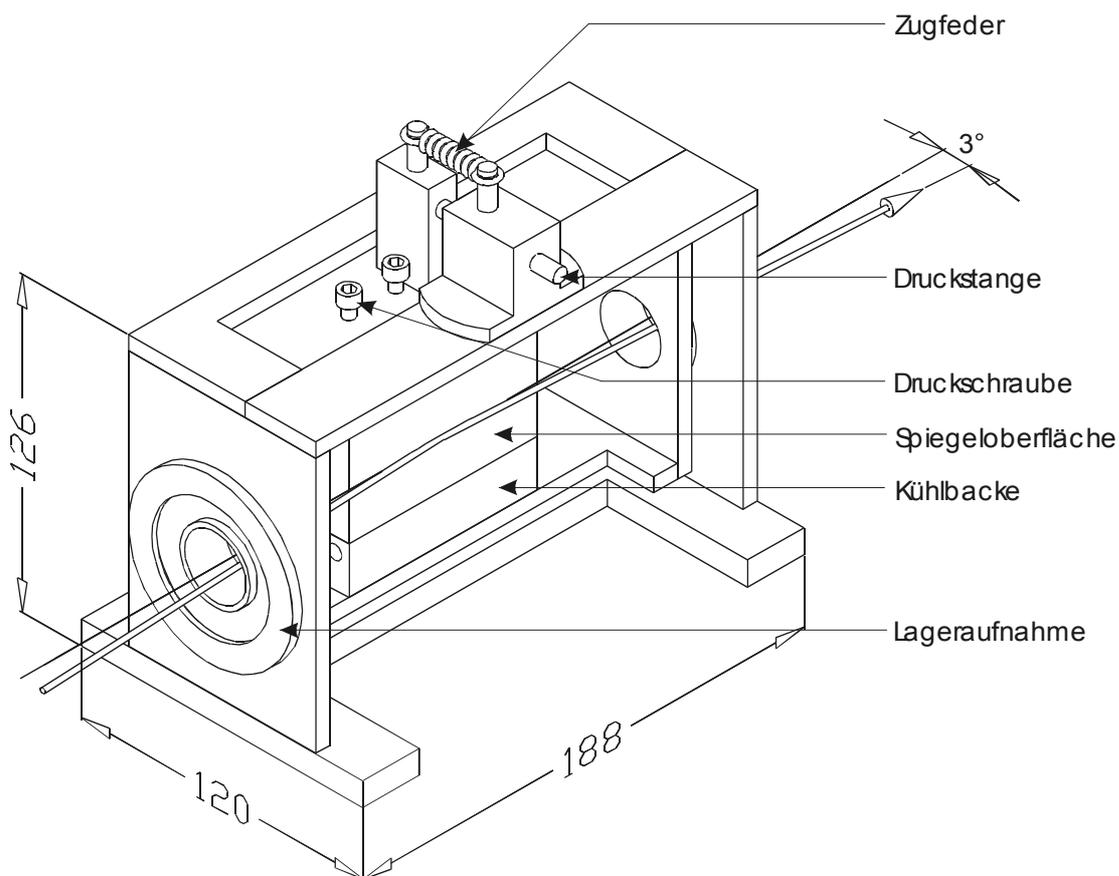


Abb. 3.5.2: Winkelmechanik des Vorspiegels in der Vakuumkammer zur vertikalen Justage des Strahls.

ausgeführt. Diese Bauform erleichtert das Erreichen eines möglichst niedrigen Basisdrucks (10^{-9} - 10^{-10} mbar). Die zweite Drehung um den Glanzwinkel ist wie auch eine $XYZ\Theta\Phi$ -Justage außerhalb der UHV-Kammer realisiert.

Der Spiegel wird mit Hilfe von Druckschrauben zwischen die Kühlbacken geklemmt. Zur Verbesserung des thermischen Kontakts wurde zwischen Spiegel und Kühlbacken eine 0,5mm starke Indiumfolie eingelegt, die sich an die Oberflächen anpaßt. Zusammen mit dem Winkelement bilden diese Komponenten den beweglichen Teil der Einheit. Die Kühlbacken sind über Wellbälge mit den Wasserzuleitungen verbunden, damit die Drehbewegung ohne Verwindung der Kühlleitung aufgenommen werden kann. Die Lagerung des Winkelements wird durch zwei Schrägkugellager gebildet, die eine nahezu spielfreie Justage bei hoher mechanischer Stabilität ermöglichen. Nicht justierbares Lagerspiel wird durch die Federwirkung der Wellbälge kompensiert. Der Innendurchmesser der Kugellager ist so groß gewählt, daß die Strahlung durch sie hindurch gelangen kann. Diese Anordnung ermöglicht eine Drehung um eine Achse direkt in der Spiegelebene bei hoher mechanischer Stabilität. Die Ansteuerung der Drehbewegung ist durch eine Druckstange mit Gegenfeder realisiert, die von einer Lineardurchführung mit Mikrometerschraube außerhalb des Vakuums angetrieben wird. Durch dieses System ist eine einfache Montage und Spielfreiheit des Antriebs gegeben. Ein Temperatursensor in einer der Kühlbacken, der die Temperatur der Backen mißt, wird als Kontrollelement der Spiegeltemperatur genutzt. Die gemessene Temperatur weicht bei Beginn der Bestrahlung des Spiegels mit Undulatorstrahlung um maximal 2°C von der vorgewählten Temperatur von 20°C ab, die mit einem geregelten Kühlagregat erzeugt wird. Alle Teile zusammen bilden die horizontale Winkeleinheit. Diese ist in einer Conflatflansch (CFF)-gedichteten Edelstahlkammer montiert, die auf einem Justagegestell angebracht ist. Diese Kammer ist auf ein großes Schrägkugellager mit Gegenlager aufgesetzt. Durch einen großen Hebelarm und eine Schraube mit Feingewinde kann sie mit der oben beschriebenen Genauigkeit um eine vertikale Achse in der Spiegeloberfläche (Glanzwinkel) gedreht werden. Darunter befindet sich ein Justagegestell, das unabhängige Bewegungen in X- bzw. Y-Richtung auf Gleitlagern und abhängige Bewegungen in Z, Φ und Θ auf Kugelgelenkköpfen ausführen kann. Membranbälge an den Strahlrohranschlußflanschen nehmen diese Bewegungen relativ zum starren Teil der Beamline auf. Die Vakuumerzeugung wird mit einem Pumpstand aus Turbomolekularpumpe mit Membranvorpumpe, der ausschließlich zum Anpumpen der Kammer verwendet wird, und einer festinstallierten Getterpumpe durchgeführt. Nach Erreichen eines Drucks von

ca. $5 \cdot 10^{-9}$ mbar wird die Turbopumpe mit Hilfe eines Ventils entkoppelt. Der Enddruck von ca. $5 \cdot 10^{-10}$ mbar wird nur mit Hilfe der Getterpumpe erreicht und gehalten.

Der gesamte Aufbau der Vorspiegelkammer mit Justagegestell und Vakuumpumpen ist mit sehr kleinen, horizontalen Ausmaßen konstruiert, da der Beamline in der Speicherringhalle von BESSY II nur sehr wenig Platz in horizontaler Ausdehnung zur Verfügung steht. Daher wurde die Getterpumpe oberhalb der Kammer platziert.

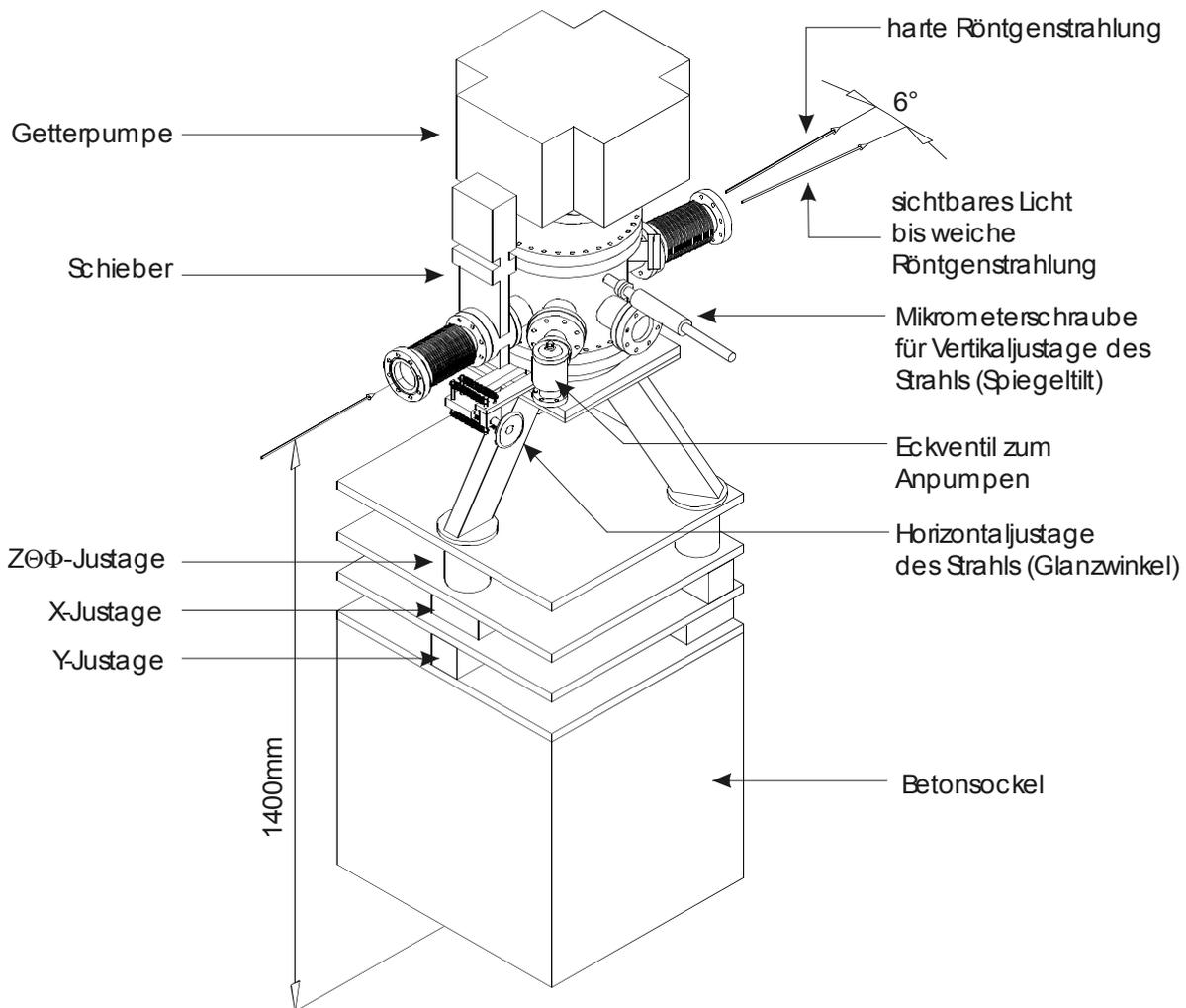


Abb. 3.5.3: Vorspiegelmechanik in Vakuumkammer auf Justagegestell.

3.6 Multilayer-Monochromator

Im Unterschied zu den an Synchrotron-Beamlines weithin gebräuchlichen Grazing-Incidence-Monochromatoren (Plan Grating Monochromator (PGM) [117],[118], Spherical Grating Monochromator (SGM) [119],[120], Thoroid Grating Monochromator (TGM) [121],[122]) wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Monochromator mit Multischichten-Optiken für nichtstreifenden Einfall aufgebaut.

Diese Optiken sind die folgenden Elemente: Ein fokussierender, konkavsphärischer Multilayerspiegel und ein planes Multilayergitter. Beide Elemente haben eine identische Multilayerbedeckung. Die Wellenlängenselektion wird durch zwei Methoden erreicht. Zum einen durch die spekulare Selektivität der Multilayerbeschichtung [123], zum anderen durch die dispersive Eigenschaft des Gitters [124]. Durch Variation des Einfallswinkels wird über die Bragg-Beziehung [125] und die Gittergleichung [126] eine räumliche Auftrennung der Wellenlängen erreicht. Am Austrittsspalt des Monochromators wird ein kleiner Teil des räumlich aufgefächerten Spektrums aus dem gesamten Wellenlängenbereich herausgefiltert.

3.6.1 Funktionsweise eines Multilayers als Röntgenspiegel

Die im Rahmen dieser Arbeit eingesetzten Multischichten bestehen aus einer periodischen Abfolge zweier Schichtmaterialien mit konstanter Doppelschichtdicke d . Die Röntgenreflektivität eines solchen Multilayers bei nahezu senkrechtem Lichteinfall beruht auf dem Kontrast der komplexen Brechungsindizes der beiden Schichtmaterialien bei der entsprechenden Wellenlänge λ [127]. Da alle Materialien im Bereich der Röntgenstrahlung einen Realteil des Brechungsindex von wenig kleiner 1 haben [128], ist die Auswahl passender Materialpaare (Spacer, Absorber) von großer Bedeutung. Sie werden so gewählt, daß der niedrigabsorbierende Spacer eine möglichst hohe Transmission für die einfallende Strahlung aufweist. Der sogenannte Absorber wird so gewählt, daß er einen möglichst großen Kontrast zum Spacer bei möglichst geringer Absorption bietet. Häufig bestehen die Multischichtsysteme dabei aus Materialien mit niedriger (Spacer) und hoher (Absorber) Ordnungszahl. Das Reflexionsmaximum eines solchen Interferenzspiegels wird in Abhängigkeit von der Periodendicke d und dem Einfallswinkel α durch die Bragg-Gleichung [129] beschrieben.

$$n\lambda = 2d \cos \alpha \quad n = 1, 2, 3, \dots$$

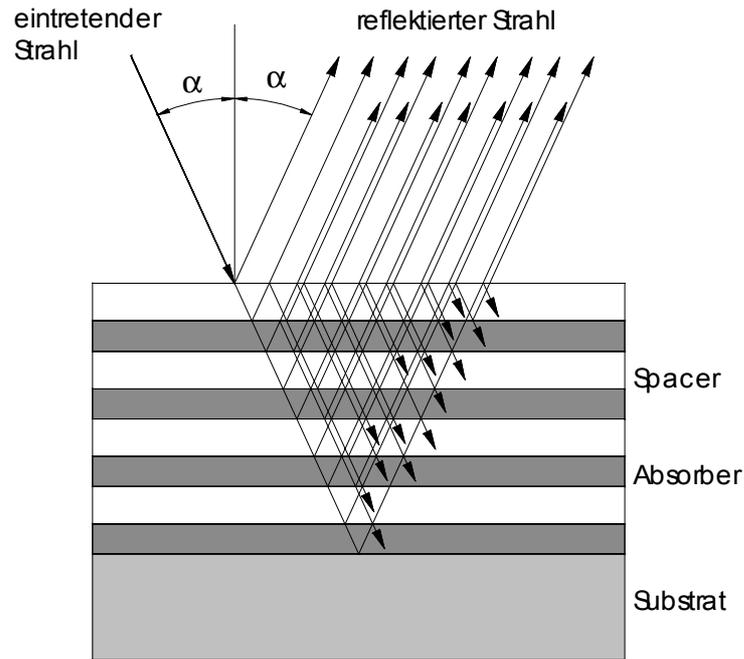


Abb. 3.6.1.1: Schematische Darstellung der Funktionsweise eines Multilayers als Röntgenspiegel.

Da dieses Gesetz ursprünglich für Einkristalle mit verschiedenen, reflektierenden Kristallebenen entwickelt wurde, muß nach Spiller [130] ein weiterer Term ergänzt werden, der die unterschiedlichen Brechungsindizes der beiden Materialien berücksichtigt.

$$n\lambda = 2d \cos \alpha \sqrt{1 - \frac{2\delta - \delta^2}{\cos^2 \alpha}}$$

δ ist Bestandteil des komplexen Brechungsindex $n=1-\delta+i\beta$. Der Realteil $1-\delta$ beschreibt die Brechung und der Imaginärteil $i\beta$ die Absorption von Strahlung in der Materie [131].

δ ergibt sich aus δ_1 und δ_2 , den Abweichungen des Realteils von 1 der am Multilayer beteiligten Materialien gewichtet mit den Schichtdicken d_1 und d_2 zu

$$\delta = \frac{d_1 \delta_1 \cdot d_2 \delta_2}{d_1 + d_2}$$

Unter Berücksichtigung des Bragg'schen Gesetzes lassen sich somit Multilayer herstellen, die einen eingegrenzten Energiebereich der einfallenden Strahlung reflektieren. Materialkombinationen für solche Multilayer sind z.B.:

Materialkombination	reflektierter Photonen-Energiebereich
Mo/Si	<100 eV (Si-L-Kante)
Metall/C	<284 eV (C-K-Kante)
Niedrig-Z-Material/Ti	<460 eV (Ti-L-Kante)
Metall/B ₄ C	<188 eV (B-K-Kante)

Tab. 3.6.1.1: Materialkombinationen zur Herstellung von Multilayern als Röntgenspiegel in verschiedenen Photonen-Energiebereichen [132].

Die Wellenlängen-Bandbreite $\Delta\lambda$ des Reflexionsmaximums ist gegeben durch

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cong \frac{1}{N_{eff}}$$

N_{eff} ist die effektive Anzahl der Doppelschichten aus Spacer und Absorber, die noch zur Reflektivität beitragen. Sie ist durch die Absorption der Strahlung im Multilayer begrenzt. Die hier zum Einsatz kommenden Multischichtensysteme sind zum einen ein Mo/Si-Multilayer mit 15 Perioden bei einer Periodendicke von $d = 6,8$ nm für den Energiebereich 94-106 eV und zum anderen ein Ti/C-Multilayer mit 72 Perioden mit einer Periodendicke von $d = 2,52$ nm für die Energiebereiche 445-454 eV und 270-284 eV. Typische Werte für $\lambda/\Delta\lambda$ bei diesen Multilayern liegen bei 30-50 für 100 eV (entspricht 2-3 eV bei MoSi-Optiken) und 50-100 für 460 eV (entspricht 5-10 eV bei TiC-Optiken). Eine weiterführende Beschreibung von Multilayern ist in [133] zu finden.

3.6.2 Multilayergitter zur Verbesserung der spektralen Auflösung

Um die spektrale Auflösung eines Multilayermonochromators deutlich zu steigern, wird nicht nur die spektrale Bandbreite des Multilayer-Reflexionspeaks genutzt, sondern zusätzlich auch die Dispersion eines Reflexionsgitters [134]-[136]. Das durch die Multilayerbandbreite bestimmte Spektrum der reflektierten Strahlung wird durch die Gitterdispersion räumlich aufgespalten. Dazu müssen im Barbee-Modell [137],[138] simultan sowohl die Multilayerbedingung (Bragg-Beziehung) [139] als auch die Gittergleichung [140] für das Auftreten von Beugungsreflexion bei nichtstreifendem Einfall erfüllt sein. Diese lauten:

$$\text{Gittergleichung} \quad m\lambda = D \sin \Theta \sin \Phi_m$$

$$\text{Bragg - Gleichung} \quad n\lambda = 2d^* \sin \Theta$$

$$\text{simultane Lösung} \quad \sin \Phi_m = \frac{2md^*}{nD} = \frac{2md}{nD} \sqrt{1 - \frac{2\delta - \delta^2}{\sin^2 \Theta}}$$

In dieser Näherung ist der Winkel zwischen 0-ter und m-ter Beugungsordnung Φ_m unabhängig von der Wellenlänge des reflektierten Lichts. Dieser Beugungswinkel ist durch die Gitterordnung m , die Braggordnung n , die Gitterperiode D und die brechungskorrigierte Multilayerperiodendicke d^* bestimmt. Soll im Gegensatz zum Barbee-Modell auch die Brechung in den Multischichten berücksichtigt werden, kann die Skalare Beugungstheorie eines Multischichten-Amplitudengitters angewandt werden, die von Warburton *et al.* [141] entwickelt wurde. Für eine prinzipielle Erläuterung der Effekte reicht das Barbee Modell aus. Zur Bestimmung des Dispersionswinkels Φ muß die Lösungsmenge gefunden werden, die gleichzeitig Gitter- und Bragg-Gleichung erfüllt. Dies ist im allgemeinen Fall nur numerisch durchführbar. Durch die Einschränkung auf nicht-streifenden Einfall vereinfacht sich die Lösung für Φ zu den Beziehungen

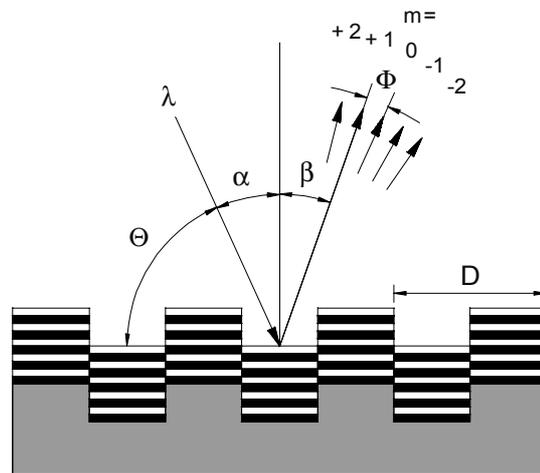


Abb. 3.6.2.1: Reflexion an einem Multilayer-Laminargitter. Der unter dem Winkel α einfallende Strahl mit der Wellenlänge λ wird unter dem Winkel β , also in der ersten Beugungsordnung des Gitters ($m = +1$) reflektiert. Der Dispersionswinkel hängt im Barbee-Modell nur von der Beugungsordnung m , der Braggordnung n , der Multilayerperiodendicke d^* und der Gitterperiode D ab.

$$\Phi = \frac{m\lambda}{D \cos \alpha}$$

$$n\lambda = d^* (2 \cos \alpha + \Phi \sin \alpha)$$

Die gemeinsamen Lösungen der beiden Gleichungen lassen sich in einer Graphik (s. Abb. 3.6.2.2) darstellen. Hierfür wurde nur die erste Braggordnung ($n=1$) verwendet, weil sie die höchste Multilayerreflektivität bei gleichzeitiger Gitterdispersion ermöglicht. Für nahezu senkrechten Einfall ($\alpha = 1^\circ$) ergibt sich für die verschiedenen Gitterordnungen die gleiche Situation. Für größere Einfallswinkel ($\alpha = 24^\circ$) wird für unterschiedliche Gitterordnungen der Bandpaßbereich des Multilayers verschoben, der in der Multilayerbedingung durch $n = 1 \pm 1/N_{\text{eff}}$ erscheint. In einer Monochromatoranordnung mit Multilayer-Spiegel und -Gitter ergibt sich daraus eine Verschiebung der Reflektivitätskurven des Gitters ($m \neq 0$) zu der des Spiegels, der in der Graphik wie ein Gitter in nullter Beugungsordnung ($m = 0$) dargestellt ist. Diese Verschiebung und die Beugungseffizienz des Gitters verkleinern die Reflektivität der Optikkombination aus Spiegel und Gitter.

Die innerhalb der Multilayerbandbreite variierenden Wellenlängen werden durch die Dispersion des Gitters räumlich aufgespalten. Durch kleine Änderungen des Winkels Φ lassen sich deshalb hinter einem ortsfesten Spalt, der nur einen Teil des Spektrums transmittiert,

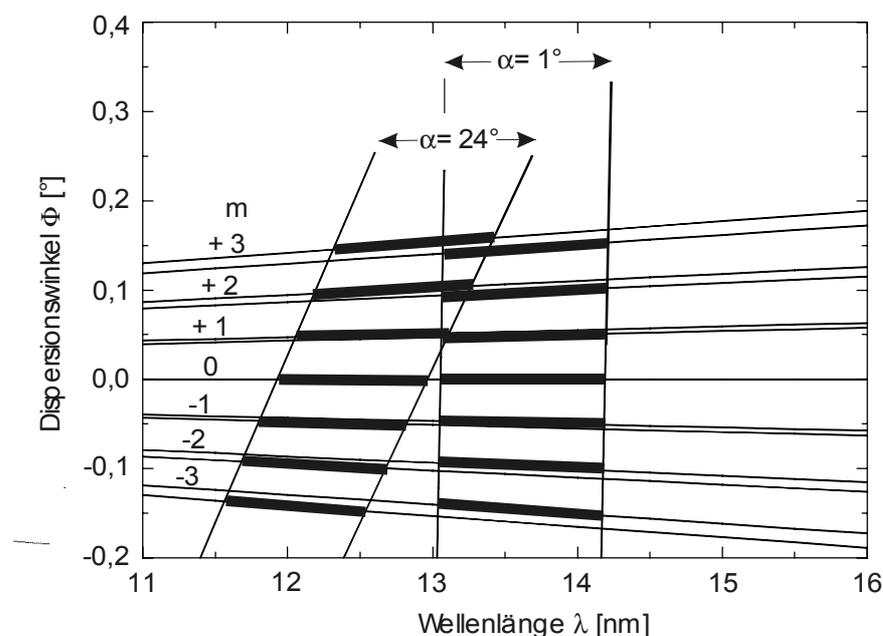


Abb. 3.6.2.2: Darstellung der Lösungsbereiche der Multilayer-Laminargitterbeugung für ein MoSi-Gitter mit 3600 L/mm und einer Periodendicke von 6,8 nm.

verschiedene Wellenlängen selektieren. Die Beziehung zwischen den Winkeländerungen $\Delta\Phi$ und den Wellenlängenänderungen $\Delta\lambda$ wird durch die Dispersionsgleichung des Gitters beschrieben:

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{nD}{2md^*} \Delta\Phi$$

Mit der Größe des Spalts läßt sich der Akzeptanzwinkel $\Delta\Phi$ und damit die Breite des Wellenlängenspektrums $\Delta\lambda$ hinter dem Spalt festlegen. Durch diesen Effekt wird die Auflösung eines Monochromators mit Multilayergitter bestimmt.

Eine weitere wichtige Aufgabe des Gitters ist die Trennung der weichen Röntgenstrahlung von der ebenfalls im Speicherring erzeugten niederenergetischen Strahlung. Sie wird von einem Multilayer an dessen Oberfläche über eine Totalreflexion unter demselben Winkel wie die Röntgenstrahlung reflektiert. Die Dispersion des Multilayergitters erzeugt eine Reflexion unter einem deutlich von diesem verschiedenen Winkel, sodaß dieser Strahlungsanteil an Blendensystemen abgeblockt werden kann.

3.6.3 Verbindung von Multilayer-Spiegel und –Gitter zum Monochromator

Der Multilayer-Monochromator entspricht in seinem Aufbau einem Doppelkristallmonochromator für harte Röntgenstrahlung. Ein räumlich fixierter ein- und auslaufender Strahl wird durch die simultane Einfallswinkelvariation der beiden optischen Elemente bei gleichzeitiger Linearbewegung des ersten Elements erreicht. Das erste optische Element ist ein fokussierender Multilayerspiegel [142] mit 1m Brennweite auf einem runden Si-Substrat mit 1'' Durchmesser [143]. Das zweite Element ist ein laminares Multilayergitter [144] mit einer Liniendichte von 3600 Linien/mm auf einem Schwarzglas-Substrat [145]. Diese Anordnung erfordert die Verwendung eines Austrittsspalts in der Fokalebene des Spiegels zur Wellenlängenselektion.

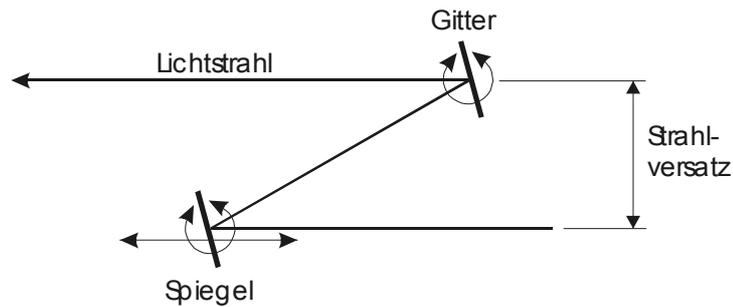


Abb. 3.6.3.1: Multilayer-Spiegel und –Gitter in Monochromatoranordnung.

3.7 Mechanische Ausführung des Monochromators

Die Mechanik des Monochromators erlaubt eine Variation des Einfallswinkels der Strahlung zwischen 15° und 65° . Für Spiegel und Gitter existiert ein Magazin für drei Optiken, so daß Multilayer-Paare für drei verschiedene Wellenlängenbereiche im Vakuum getauscht werden können. Zusätzlich zur Variation des Einfallswinkels besteht die Möglichkeit einer Justage um eine zweite Drehachse, die sogenannte Tiltachse, die sich als Schnitt der Reflexions- und Einfallsebene ergibt.

Alle Bewegungen werden mit UHV-tauglichen Schrittmotoren [146] ausgeführt. Zur Kalibrierung der Dreh- und Linearbewegung existieren elektrische Anschläge, die als definierte Null-Position genutzt werden. Gleichzeitig dient eine Winkelskala auf ihnen der optischen Kontrolle des Einfallswinkels.

In den Optikmagazinen werden die Optiken von hinten durch Kupferstempel gegen einen Anschlag gedrückt. Dadurch wird deren Oberfläche genau in die Ebene der Drehachsen gelegt und eine passive Kühlung über die Kupferstempel, die über eine Indiumfolie thermisch kontaktiert sind, ermöglicht. An den Seiten des Optikmagazins sind Laufrillen für Kugeln eingefräst. Identische Rillen sind in den Seiten der Wippe vorhanden. Zusammen mit den Kugeln bilden sie eine Linearführung in horizontaler Richtung, mit der die drei Positionen des Optikmagazins angewählt werden können. Die Ansteuerung erfolgt über einen rückseitigen Motor mit aufgesetzter Gewindestange.

In den Seiten der Wippe sind kugelgelagerte Achsen befestigt, die eine Drehung um die Tiltachse ermöglichen. Mit dieser Drehung werden nur kleine Winkel zur horizontalen Justage des Strahls hinter dem Monochromator und der Optiken untereinander ausgeführt. Auch hier erfolgt die Ansteuerung über einen rückseitigen Motor mit Gewindestange. Allerdings existiert keine starre Verbindung zur Wippe, sondern ein Federblech mit

aufgesetzter Mutter, das die Linearbewegung der Mutter auf der Gewindestange in eine Drehbewegung der Wippe übersetzt. Über den langen Hebelarm von 85,5mm und die Gewindesteigung von 0,5mm bei einer Schrittauflösung des Motors von 400 Halbschritten pro Umdrehung können minimale Winkelschritte von $15\mu\text{rad}$ erreicht werden.

Das Gegenstück zur Wippe, das ihre Drehachse aufnimmt, ist das Winkelement. In dessen Boden und Deckel sind einzelne Achsen angebracht, die zusammen eine horizontale Drehachse durch die Optikoberfläche zur Variation des Einfallswinkels bilden. Der Antrieb wird durch ein Schneckengetriebe gebildet [147], dessen Motor am Linearelement befestigt ist.

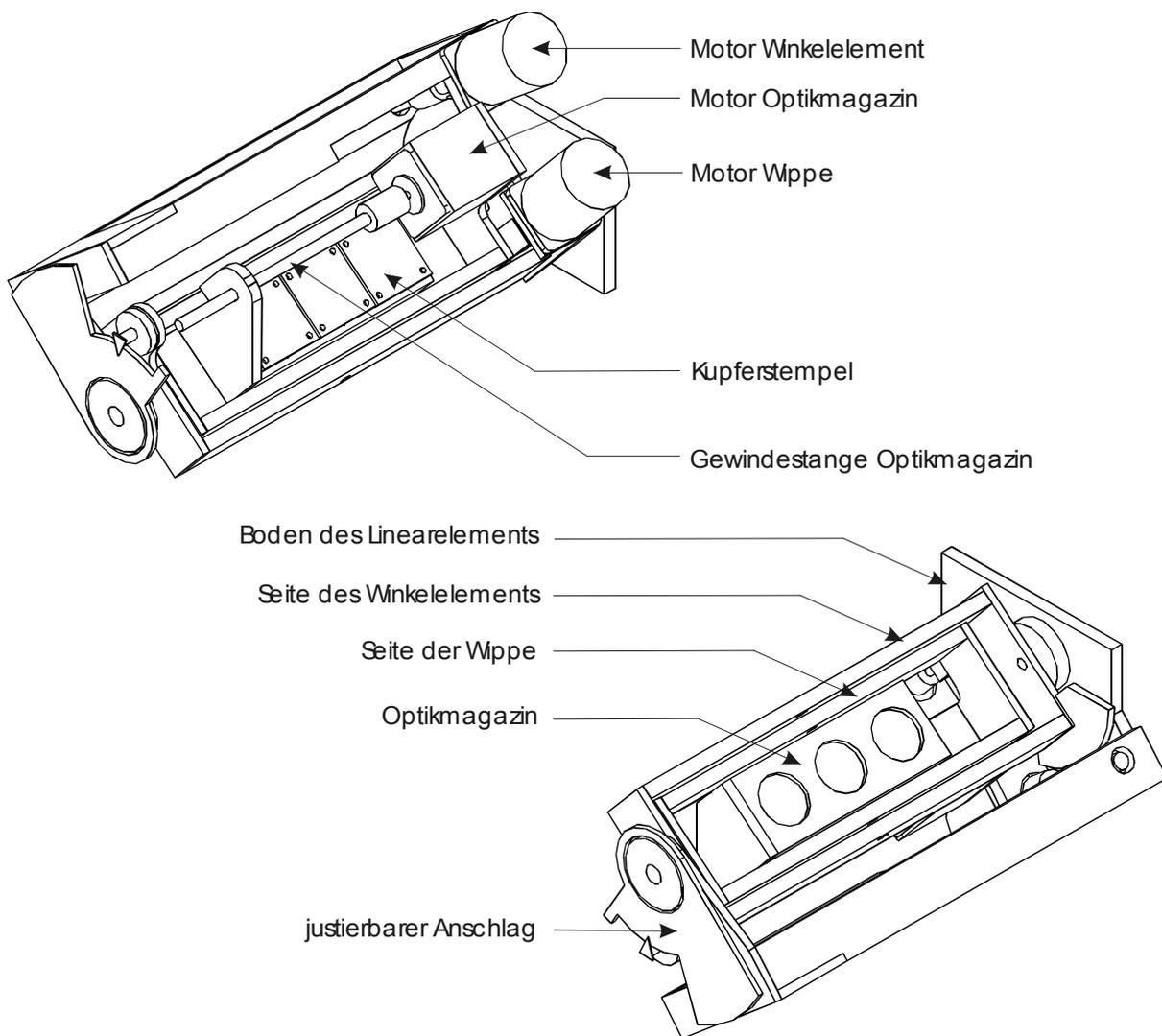


Abb. 3.7.1: Spiegel- bzw. Gittermechanik des Monochromators. Im Optikmagazin können drei verschiedene Optiken eingesetzt werden, die im Vakuum getauscht werden können. Die Wippe dient der Justage des Tiltwinkels und das Winkelement der Variation des Einfallswinkels der Strahlung.

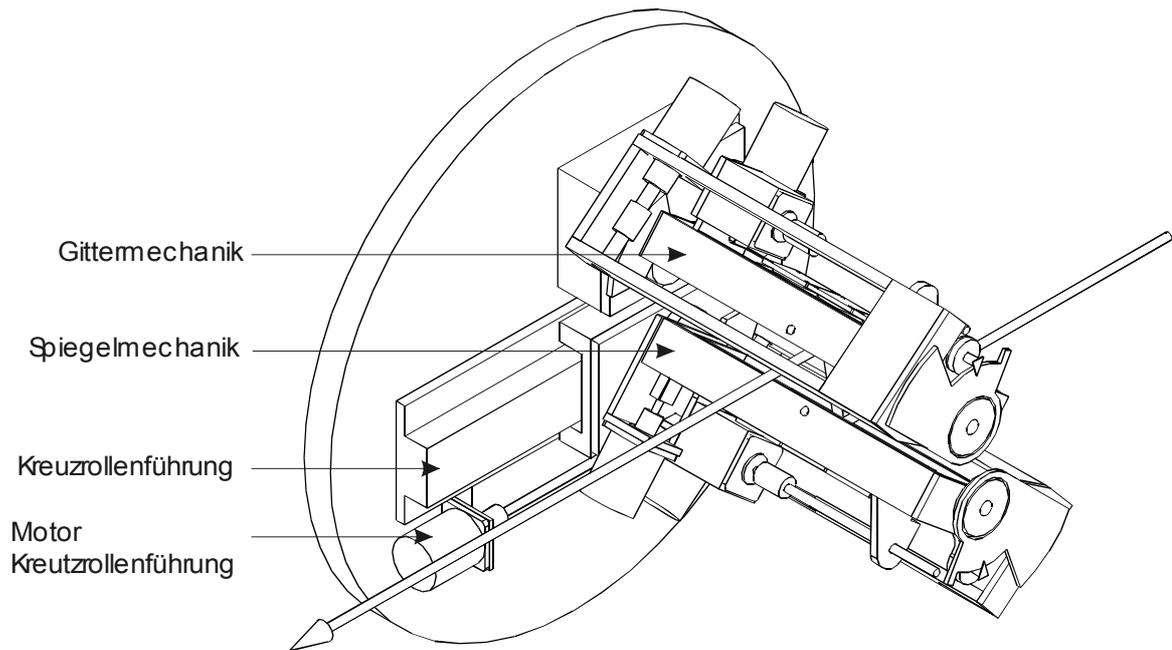


Abb. 3.7.2: Monochromatormechanik. Die Gitter- und Spiegelmechanik sind auf der Grundplatte bzw. der Kreuzrollenführung für eine Linearbewegung des Spiegels montiert.

Die mechanische Auflösung dieses Getriebes läßt sich aus der Schrittzahl des eingesetzten Motors (500 Schritte/Umdrehung) und der Übersetzung des Schneckengetriebes zu $0,13\text{mrad}/\text{Halbschritt}$ bzw. $0,0072^\circ/\text{Halbschritt}$ berechnen. Das unsymmetrisch um die Achse verteilte Gewicht des Winkелеlements und aller daran befestigten Komponenten erzeugt eine Spielfreiheit des Getriebes, weil das Schneckenrad immer gegen eine Flanke der Schnecke gedrückt wird.

Zwei identische Aufbauten dieser Art um 180° zueinander gedreht bilden zusammen mit einem Linearantrieb für einen der Aufbauten den Monochromator. Der Linearantrieb bewegt die Einheit, die den fokussierenden Spiegel aufnimmt, in Richtung der optischen Achse auf einer UHV-tauglichen Kreuzrollenführung mit überlaufenden Rollenkäfigen [148]. Über einen weiteren Schrittmotor mit elektrischen Endanschlägen kann so der Spiegel gegenüber dem Gitter in Strahlrichtung verschoben werden.

Die gesamte Mechanik ist in einer CFF-gedichteten Edelstahlkammer untergebracht, die auf dem gleichen Justagegestell montiert ist wie der Vorspiegel (siehe Abb. 3.7.5). Da auch am Ort des Monochromators sehr beengte Platzverhältnisse herrschen, wurde bei der Konstruktion wieder auf möglichst kleine horizontale Ausdehnungen geachtet. Ebenso wie die Vorspiegelkammer besitzt die Monochromatorkammer eine Getterpumpe, die auf ihrer

Oberseite angebracht wurde, und einen Pumpstand, der zum Anpumpen dient. Der Basisdruck der Monochromatorkammer liegt bei 10^{-9} mbar.

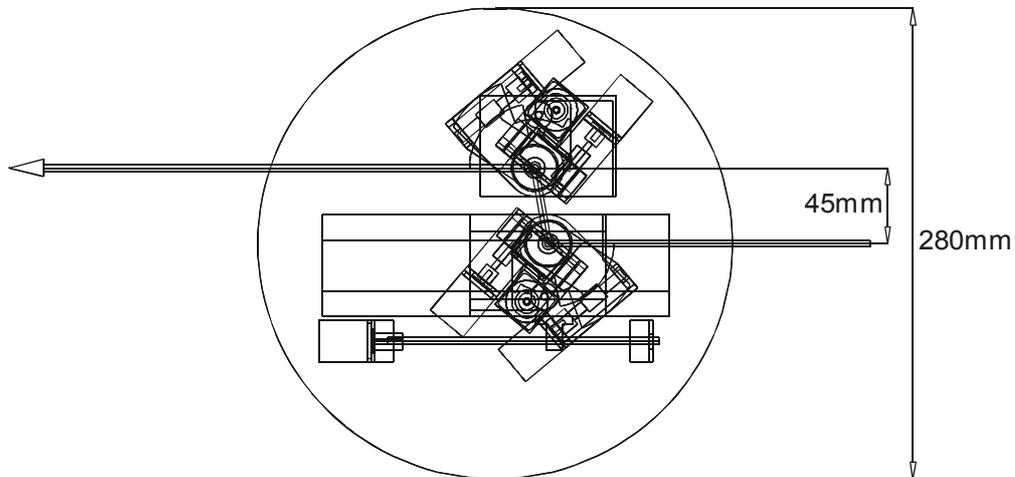


Abb. 3.7.3: Strahlversatz in vertikaler Richtung.

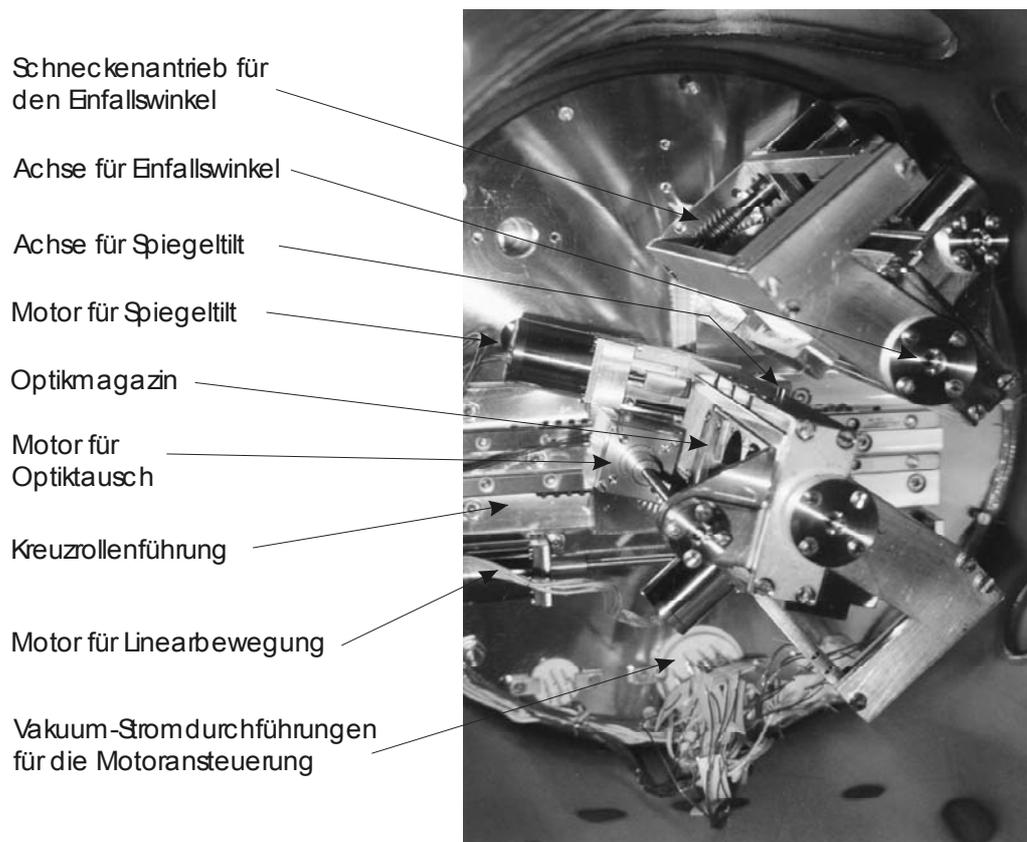


Abb. 3.7.4: Photo der Monochromatormechanik. In dieser Aufnahme sind die Endanschlüsse mit Winkelskalen der Einfallswinkelachsen nicht montiert.

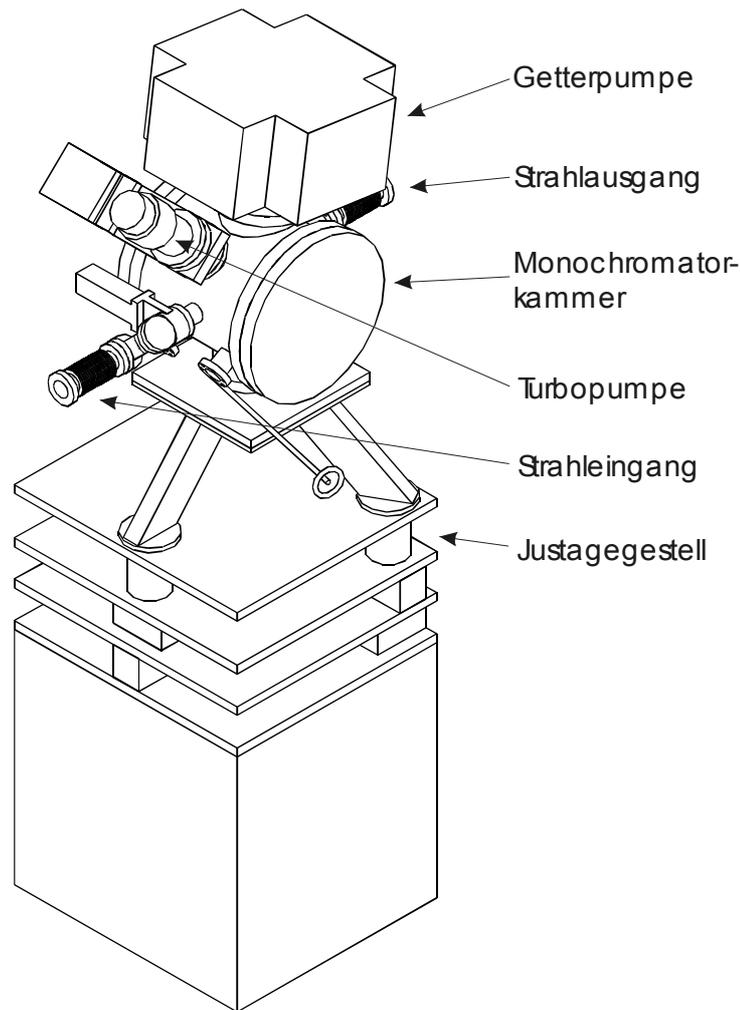


Abb. 3.7.5: Monochromatorkammer auf dem zugehörigen Justagegestell. Die Justage erfolgt in drei linearen, zueinander senkrechten Bewegungen und über drei Winkel mit zueinander senkrechten Achsen.

3.8 Reflexionseigenschaft des Multilayersystems Mo/Si

Als Multilayersystem für Photonenenergien nahe 100eV hat sich das System Mo/Si in den letzten Jahren bewährt. Die damit erreichten Peakreflektivitäten bei senkrechtem Einfall liegen bei 71% [149]. Auf der Basis eines Fresnel-Codes wurden Peakreflektivitäten für unterschiedliche Photonenenergien mit Hilfe eines Computerprogramms abhängig von den zugehörigen Einfallswinkeln simuliert und auf diesem Weg durch Variation der verschiedenen Parameter optimiert [150]. Für das hier zum Einsatz kommende Mo/Si-System wurden Peakreflektivitäten für unterschiedliche Einfallswinkel und den zugehörigen Energien mit Hilfe eines Computerprogrammes [151] berechnet und die Ergebnisse in Abb. 3.8.1

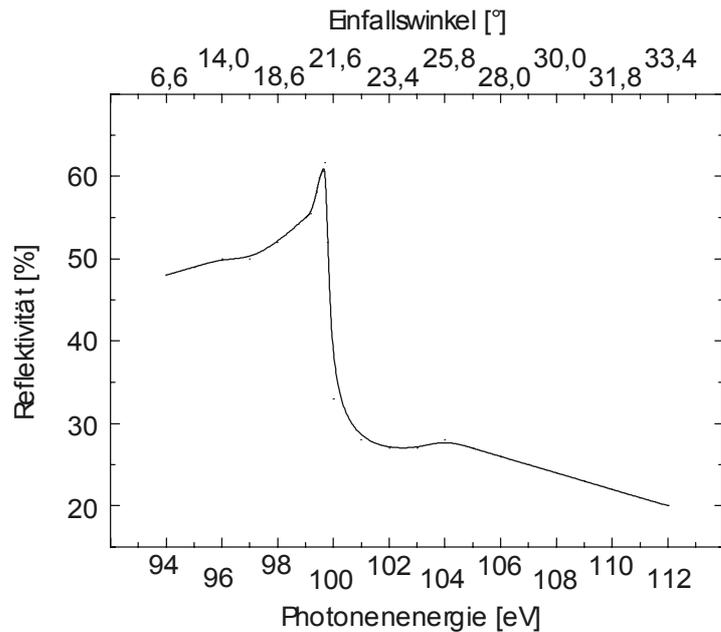


Abb. 3.8.1: Simulierte Reflektivität eines MoSi-Multilayers mit 15 Perioden, einer Periodendicke von 6,8nm, einem Schichtdickenverhältnis von $\Gamma=0,40$ und einer Interdiffusionsschichtdicke von $\sigma=0,3\text{nm}$ [151]. Deutlich zu sehen ist der Einbruch der Reflektivität an der Si-L-Absorptionskante bei Photonenergien von 99,8eV. In der oberen Skala sind die zugehörigen Einfallswinkel angegeben, die die Bragg-Beziehung erfüllen.

aufgetragen. Dieses Paar aus Multilayer-Spiegel und –Gitter [152] hat eine Periodenzahl von 15, eine Periodendicke von 6,8nm und ein Schichtdickenverhältnis (Absorberdicke/Periodendicke) von $\Gamma=0,40$. Daraus ergibt sich für den Multilayer-Spiegel in einem Energiebereich an der Si-L-Absorptionskante bei etwa 100eV die in Abb. 3.8.1 gezeigte, simulierte Reflektivitätskurve.

Es zeigt sich ein Anstieg der Reflektivität bis zur Si-L-Kante bei 99,4 eV mit einem nachfolgendem, steilen Abfall für Photonenergien oberhalb von 100 eV. Im Bereich von 100-108 eV werden noch Reflektivitäten über 20% erreicht. Dieser Bereich wird in der vorliegenden Arbeit genutzt, um Photonenergien unter- und oberhalb der Si-L-Kante zur Verfügung stehen zu haben. Das genutzte Computerprogramm verwendet für die Berechnungen gemessene Werte optischer Konstanten. Diese existieren nur für einige Meßpunkte. Zwischen diesen Punkten verwendet das Programm extrapolierte Werte. Dies führt an den Absorptionskanten (Si-L-Kante bei 99,8eV) zu Fehlern, die bis zu 50% des errechneten Reflexionswertes betragen können. In Bereichen, die nicht direkt an einer Absorptionskante liegen, stimmen die Simulationen gut mit Messungen überein, sofern ausreichende Kenntnisse über die Grenzflächen des Schichtsystems vorhanden sind, die zur Wahl des Wertes von σ führen [153].

3.9 Reflexionseigenschaften des Multilayersystems TiC

Für Photonenenergien bei 460eV, nahe der Ti-L-Kante, kann die Materialkombination Ti/C als Multilayer verwendet werden. Dieser Energiebereich liegt im Wasserfenster. Abb. 3.9.1 zeigt eine Simulation der Reflektivität des im Monochromator eingesetzten Ti/C-Multilayers mit Hilfe des in Abschnitt 3.8 erwähnten Computerprogramms [154]. Er besitzt 70 Perioden mit einer Periodendicke von 2,52 nm und einem

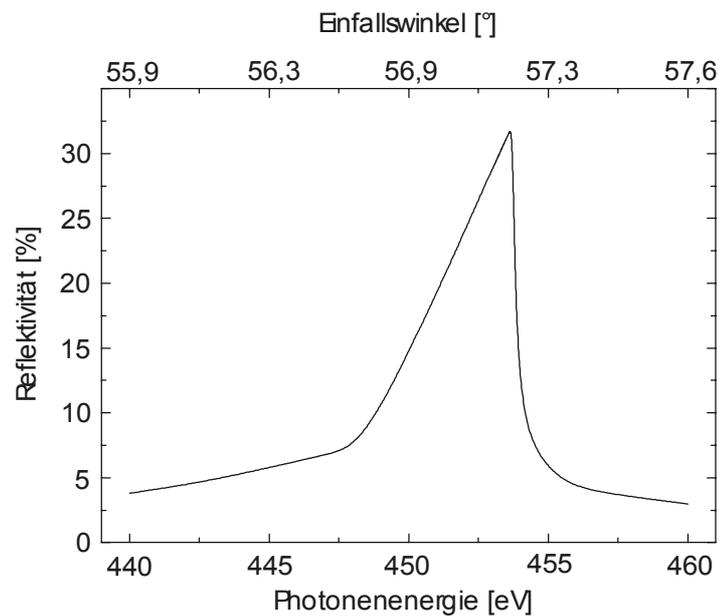


Abb. 3.9.1: Simulierte Reflektivität eines TiC-Multilayers mit 70 Perioden, einer Periodendicke von 2,52nm, einem Schichtdickenverhältnis von $\Gamma=0,58$ und einer Interdiffusionsschichtdicke von $\sigma=0,3\text{nm}$ [154]. Der gezeigte Bereich liegt innerhalb des Wasserfensters an der Ti-L₃-Kante.

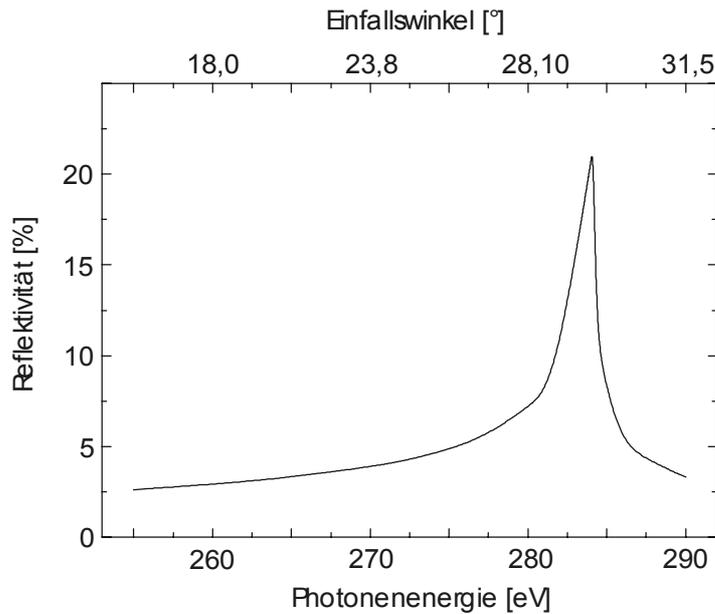


Abb. 3.9.2: Simulierte Reflektivität eines TiC-Multilayers mit 70 Perioden, einer Periodendicke von 2,52nm, einem Schichtdickenverhältnis von $\Gamma=0,58$ und einer Interdiffusionsschichtdicke von $\sigma=0,3\text{nm}$ [154] im Bereich direkt vor dem Wasserfenster an der C-K-Kante.

Schichtdickenverhältnis von $\Gamma=0,58$. Wird der Multilayer an der C-K-Kante betrieben, so existiert ebenfalls eine Reflektivität des Spiegels. In diesem Bereich werden die Absorptions- bzw. Transmissionseigenschaften der beiden Materialien vertauscht. Ti fungiert als Absorber und C als Spacer. Die in diesem Energiebereich direkt vor dem Wasserfenster liegende, simulierte Reflektivität ist in Abb. 3.9.2 zu sehen. Die Reflexionseigenschaften des Ti/C-Multilayers lassen einen Einsatz nur in einem sehr schmalen Spektralbereich unmittelbar an den Kanten zu.

Die an der Ti-L-Kante zu erwartenden Reflektivitäten liegen mit 30% um einen Faktor 2 niedriger als für das Mo/Si-System im Bereich 94-106 eV. An der C-K-Kante sind für denselben Ti/C-Multilayer Peakreflektivitäten von 20% im Energiebereich 270-284 eV zu erwarten. Diese Werte der Reflektivität direkt an den Absorptionskanten können, wie in Abschnitt 3.8 erwähnt, mit Fehlern bis zu 50% ihres Wertes behaftet sein. Ein Vergleich mit der gemessenen Reflektivität eines ähnlichen Multilayer-Spiegels zeigt aber, daß die Fehler der Berechnung im einstelligen Prozentbereich liegen. Der vermessene Ti/C-Multilayer [155] zeigt bei einer Photonenergie von 450eV eine Reflektivität von 11% gegenüber der simulierten Reflektivität von 14% des hier verwendeten TiC-Multilayers.

3.10 Austrittsspalt

Der Austrittsspalt ist senkrecht zur Dispersionsebene des Gitters angeordnet, um mit der einstellbaren Breite seiner Öffnung die energetische Bandbreite der transmittierten Strahlung zu begrenzen [156]. Gleichzeitig begrenzt er den Photonenfluß. Eine hohe spektrale Auflösung bedeutet dabei geringen Photonenfluß hinter dem Spalt und umgekehrt. Da bei verschiedenen Experimenten unterschiedliche Anforderungen existieren, muß die Spaltgröße und damit die Auflösung variabel sein.

Diese Wellenlängenselektion durch den Spalt muß im Fokus des Strahls erfolgen, weil nur dort die Aufspaltung allein auf der Gitterdispersion und nicht auf der endlichen Größe des Strahls beruht, wenn Abbildungsfehler der Optiken und die sehr kleine aber nicht verschwindende Quellgröße unberücksichtigt bleiben.

Die Brennweite des fokussierenden Spiegels im Monochromator beträgt 1m. In dieser Entfernung auf der optischen Achse ist der Austrittsspalt des Monochromators montiert.

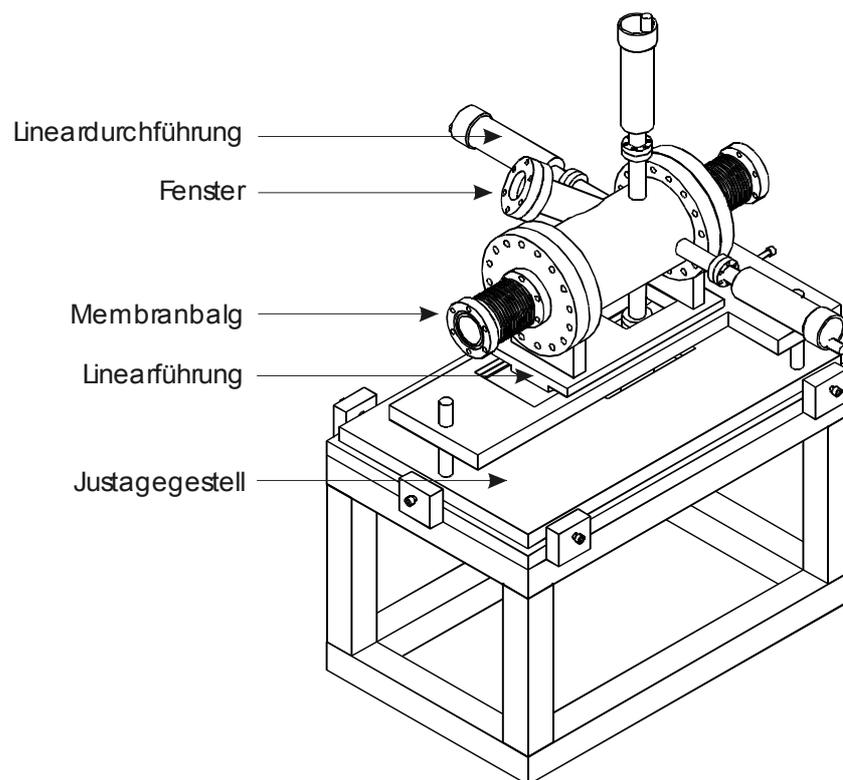


Abb. 3.10.1: Kammer des Austrittsspalts. Sie wird mit einer Linearführung entlang der optischen Achse verschoben, um die Verschiebung des Brennpunkts hinter dem Monochromator auszugleichen. Durch das Fenster kann der Punkt auf der Leuchtstoffbeschichtung der Klingen beobachtet werden.

Durch die lineare Bewegung des Spiegels ändert der Fokuspunkt mit dem Einfallswinkel des Strahls seine geometrische Position auf der optische Achse um maximal 122mm. Die Vakuumkammer, in dem der Austrittsspalt untergebracht ist, befindet sich auf einem XYZ $\Theta\Phi$ -justierbaren Gestell (s. Abb. 3.10.1). Mit Hilfe von Kreuzrollenführungen kann der Spalt zusätzlich manuell um den Betrag der Positionsänderung des Fokus in Richtung der optischen Achse verschoben werden, um den Austrittsspalt immer auf den Ort des Brennpunkts justieren zu können. Durch ein seitliches Fenster kann die auf den Spalt auftreffende Strahlung auf der mit einem Leuchtstoff beschichteten Oberfläche der Spaltklingen beobachtet werden. Die Klingen, die den Spalt bilden, werden über Andruckplatten auf Klingenböcken befestigt. Diese gleiten auf Achsen, um eine Linearbewegung zu ermöglichen. Federn in den Böcken drücken sie auseinander. Die Lineardurchführungen, deren Druckstangen durch die Öffnung direkt auf die Klingenböcke drücken, wirken den Federn entgegen. Durch unsymmetrische Einstellungen der Durchführungen kann der Spalt mit beliebigen Öffnungen zwischen 100 μ m und 10mm genau auf die optische Achse justiert werden. Ein zweites, gespiegeltes und um 90° gedrehtes Element hinter dem Spalt bildet einen dazu senkrechten Spalt, der als Blende verwendet wird. Diese Mechanik ermöglicht eine leichte Montage und Justage des Spalts (s. Abb. 3.10.2).

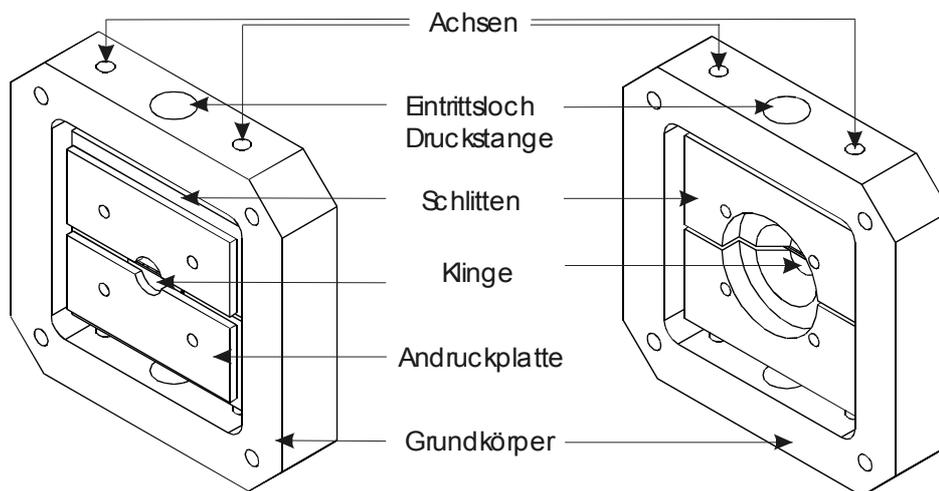


Abb. 3.10.2: Mechanik des Austrittsspalts. Die Klingen des Austrittsspalts werden durch Federn, die sich in den Schlitten befinden, auseinandergedrückt. Durch die Eintrittslöcher wirken die Druckstangen der Lineardurchführungen dieser Kraft entgegen. Durch Veränderungen der Lineardurchführungseinstellungen kann der Spalt justiert werden.

3.11 Blendensystem mit integriertem Filter

Zwischen Vorspiegel und Monochromator ist ein Blendensystem aus einzelnen Klingen montiert, die unabhängig voneinander mit Lineardurchführungen von außen justiert werden können. Sie dienen dazu, Beugungserscheinungen einer Blende im Auslasssystem [157] und niederenergetisches Streulicht aus den Up- und Downstream-Ablenkmagneten [158] und den Undulatorendpolen [159] vom Undulatorstrahl zu trennen. Da die Distanz zwischen der Blende im Auslasssystem und dem ersten Spiegel des Monochromators etwa 28m beträgt [160], sind die einzelnen Beugungsordnungen, die an der erwähnten Blende entstehen, dort bereits klar voneinander getrennt. Dieses Licht wird nicht wunschgemäß fokussiert, weil es auf den Rand der Monochromatoroptiken trifft. Auch die niederenergetische Streustrahlung ist weit um die optische Achse verteilt. Mit dem Blendensystem können diese außeraxialen Strahlanteile ausgeblendet werden, während die niederenergetische Undulatorstrahlung ungeschwächt durchgelassen wird. Eine Wasserkühlung der Klingen verhindert deren Aufheizung durch die absorbierte Energie.

Direkt hinter den Klingen ist in derselben Vakuumkammer ein wassergekühltes Magazin für Folienfilter installiert, das mit einer Lineardurchführung in den Strahl geführt werden kann. In diesem Magazin können drei Folien (Ti, Al, Zr) aufgenommen werden. Mit ihrer Hilfe können unerwünschte Strahlungsbestandteile auf der optischen Achse des Systems unterdrückt werden.

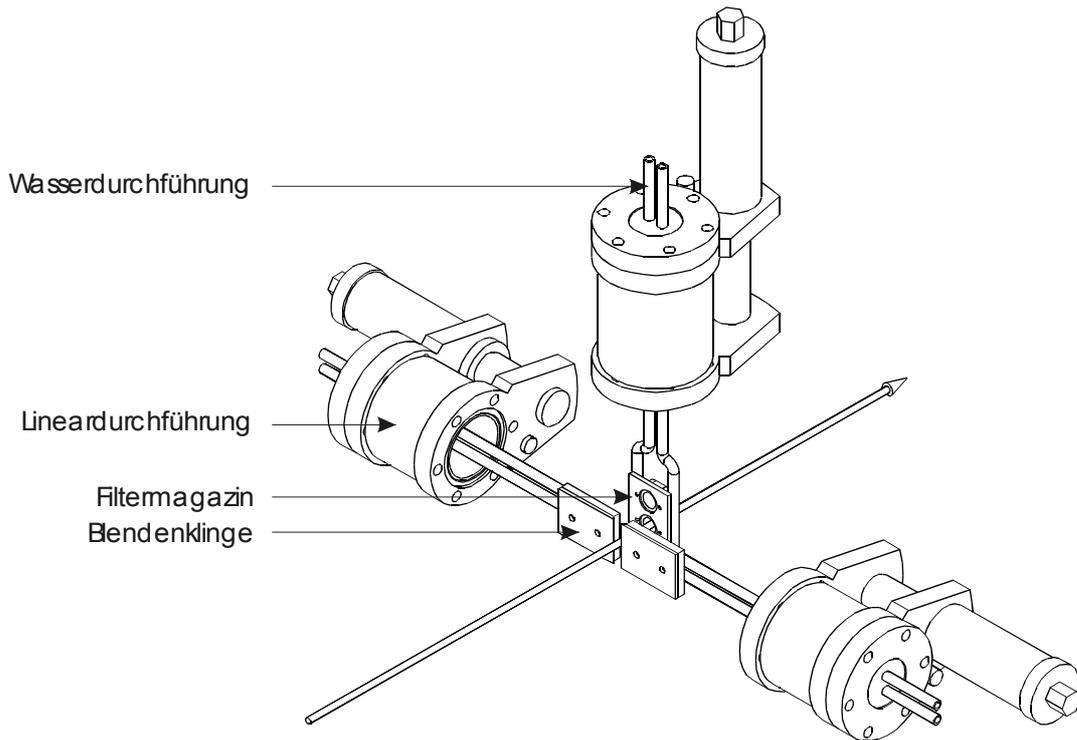


Abb. 3.11.1: Monochromator-Eingangsblende. Diese dient zur Ausblendung von Beugungmaxima durch die Blendenklingen und niederenergetischen Anteilen der Strahlung mit Hilfe des Filtermagazins.

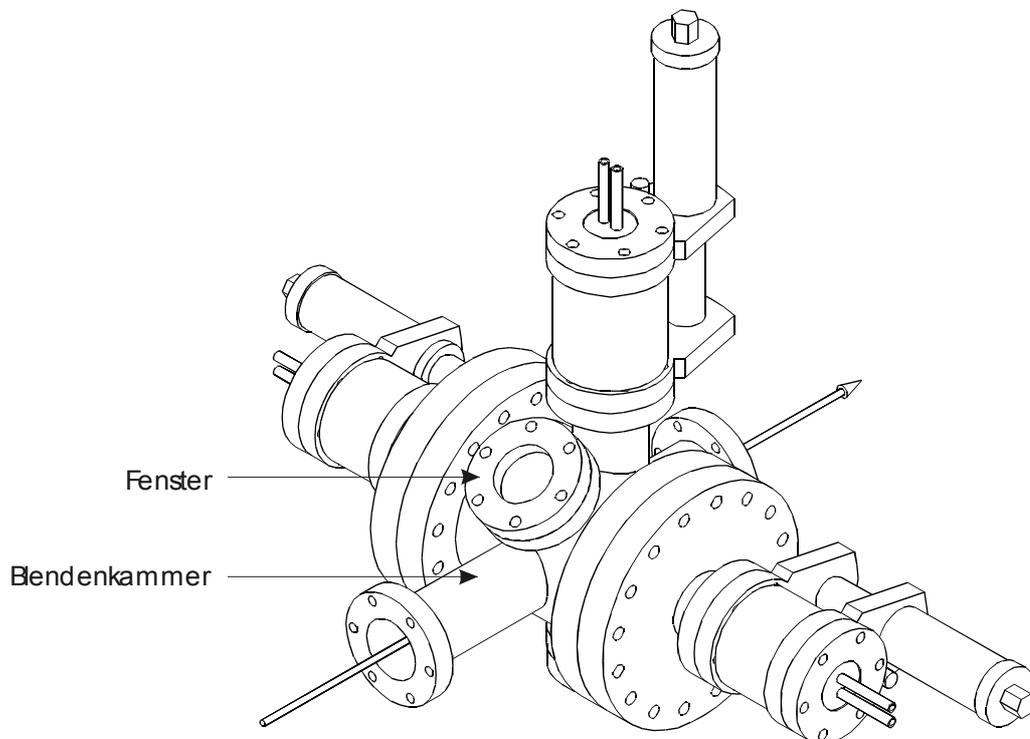


Abb. 3.11.2: Blendenklingen und Filtermagazin in der Blendenkammer. Auf einer Leuchtstoffbeschichtung kann das Strahlprofil durch das Fenster beobachtet werden.

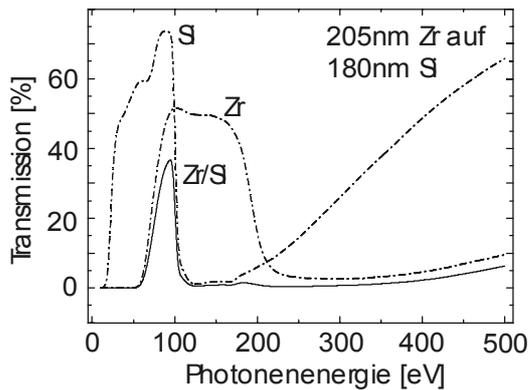


Abb. 3.11.3: Simulierte Photonen-Transmission einer 205 nm dicken Zr-Folie auf einem 180 nm dicken Si-Träger [161]. Die Transmission ist nur im Bereich von ca. 60 eV bis zur Si-L-Kante bei 100 eV transparent mit einer maximalen Transmission von 35 %.

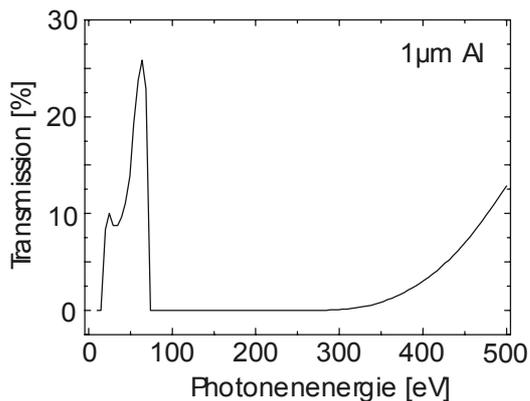


Abb. 3.11.4: Simulierte Photonen-Transmission einer 1 µm dicken Al-Folie [161]. Unterhalb der Al-L-Kante bei 73 eV liegt die Transmission trotz der großen Dicke der Folie bei bis zu 25 %. Oberhalb von 300 eV steigt die Transmission auf ca. 7 % bei 460 eV (Ti-L-Kante).

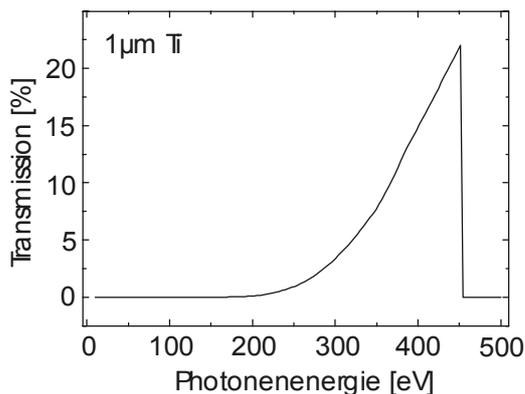


Abb. 3.11.5: Simulierte Photonen-Transmission einer 1 µm dicken Ti-Folie [161]. Ab 200 eV steigt die Transmission bis zu 25 % an der Ti-L-Kante bei 453 eV.

Diese Strahlungsanteile sind niederenergetische Anteile, die an der Oberfläche der Multilayer reflektiert werden. Erst durch Nutzung von Gitterordnungen ungleich der nullten Ordnung können sie ohne Verwendung der Folienfilter eliminiert werden. Die Transmissionskurven der verwendeten Filter sind in den Abbildungen 3.11.3-3.11.5 zu sehen. Sie wurden mit Hilfe eines Computerprogramms [161] berechnet. Dieses verwendet gemessene Daten von optischen Konstanten mit interpolierten Werten zwischen den Meßpunkten zur Berechnung der Transmission. Daraus ergeben sich Fehler bei der Simulation, die aber im Bereich weniger Prozente liegen [162].

An den Wasserdurchführungen der horizontalen Lineardurchführungen sind die Klingen aus Edelstahl auf einen mit den Leitungen verlöteten Kupferblock aufgeschraubt. Durch das

Sichtfenster kann die Justage der Blende ebenso verfolgt werden wie die des Folienmagazins an der vertikalen Lineardurchführung. Dazu ist die Oberfläche der Klingen mit einem Leuchtstoff [163] beschichtet, der über einen Fluoreszenzvorgang die Röntgenstrahlen sichtbar macht. Direkt hinter dieser Kammer ist ein Leuchtschirm montiert, der mit einer Drehdurchführung in den Strahl gebracht werden kann. So kann die Strahlgeometrie hinter der Blende und dem Filter beobachtet werden.

3.12 Gazelle mit integriertem Flußdetektor

Die hinter dem Austrittsspalt des Monochromators in eine Beamline integrierte Gazelle ermöglicht die Eichung der Beamline. Sie arbeitet nach dem Prinzip der Photoionisation in Gasen [164]-[166]. Bei dieser Ionisation entsteht durch Variation der eingestrahlten Lichtwellenlänge ein Spektrum von Photoabsorptionslinien. Aus der Kenntnis der absoluten Lage dieser Linien auf einer Wellenlängenskala sind sowohl die Bestimmung der eingestrahlten Wellenlänge als auch der spektralen Auflösung des Monochromators möglich, der zur Monochromatisierung der Strahlung verwendet wird. Dazu wird ein elektrisches Feld in einem Plattenkondensator erzeugt, in dem Elektronen bzw. Ionen, die durch Photoionisation in einem Testgas erzeugt wurden, über die entsprechende Elektrode abgezogen und als Photostrom in Abhängigkeit von der eingestrahlten Lichtwellenlänge gemessen werden. Notwendig ist dazu eine Vakuumkammer mit Gaseinlassventil, einem vakuumdichten Fenster, das durchlässig für Photonen des zu untersuchenden Spektralbereichs ist, und einem Kondensator zur Erzeugung des elektrischen Feldes bzw. zum Abziehen der Elektronen bzw. Ionen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine solche Gazelle konstruiert und aufgebaut. In ihrer Edelstahlkammer sind zwei parallele Kupferplatten mit einer Fläche von $107 \times 30 \text{ mm}^2$ in einem Abstand von 14 mm zueinander symmetrisch um die optische Achse montiert. Die Aufhängung erfolgt über Keramiken, um eine elektrische Isolation zu gewährleisten. Über Kabel sind die Platten mit jeweils einer BNC-Durchführung verbunden. Die Durchführung, die die Platte mit von Null verschiedenem Potential kontaktiert, ist mit geerdetem Schild ausgeführt. Die Kontaktierung der zweiten Platte, an der der Strom gemessen wird, ist mit schwimmender Abschirmung versehen, um den Massekontakt über ein Strommeßgerät herzustellen.

Die Kammer hat neben Ein- und Ausgangsflansch der Strahlung noch vier weitere Flansche (s. Abb. 3.12.2). An einem von ihnen ist ein Gasdosierventil montiert, über das ein Testgas in

die Kammer eingelassen werden kann. Wird die Gaszelle nicht betrieben, stellt sie ein Rohrstück der Beamline dar. Im Betrieb werden die Ventile vor und hinter der Kammer geschlossen, um sie gegenüber den anderen Komponenten der Beamline abzudichten. Das Ventil vor der Kammer ist als Folien-Fensterventil ausgeführt. Es ist abhängig von

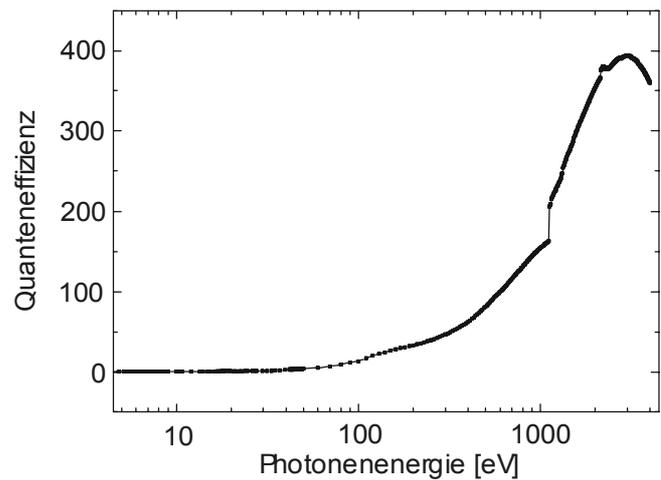


Abb. 3.12.1: Quanteneffizienz der verwendeten Photodiode [168].

Strahlung und gleichzeitig vakuumdicht. Zwei weitere Flansche dienen als Anschluß eines Pumpstands und eines Drucksensors. Der letzte Flansch nimmt die Mechanik auf, an der ein

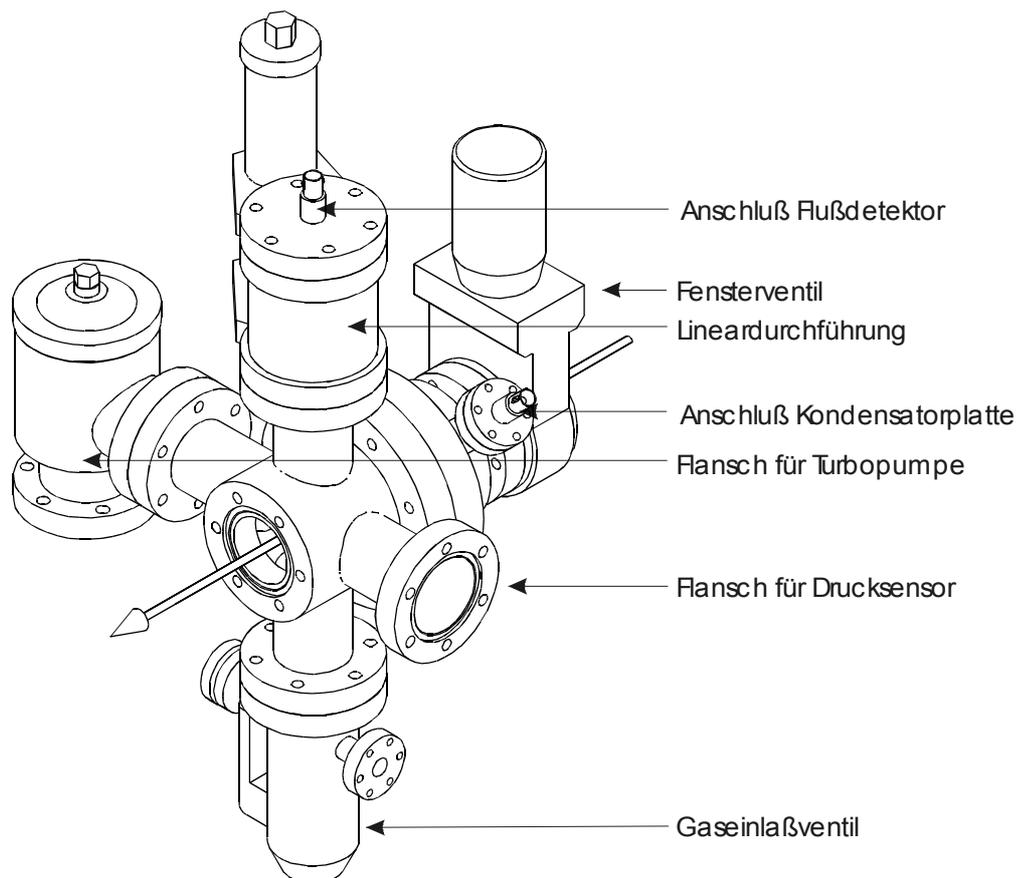


Abb. 3.12.2: Gaszelle mit integriertem Flußdetektor. Über das Gaseinlaßventil wird das der Photonenenergie angepaßte Prüfgas eingelassen.

Flußdetektor, eine spezielle Photodiode für Röntgenstrahlung der Firma Hamamatsu [167], befestigt ist. Sie kann mit Hilfe der Lineardurchführung in den Strahl geführt oder aus diesem entfernt werden. Ihre Quanteneffizienz ist in Abb. 3.12.1 beschrieben.

Die Gaszelle ist das letzte Element der Beamline vor der Experimentierstation. Daher wurde sie gleichzeitig als separat zu pumpende Kammer ausgeführt, die bei einem Wechsel des Experiments den einzigen zu belüftenden Teil der Beamline darstellt. Dadurch werden Evakuierungszeiten deutlich gesenkt. Die Gesamtlänge der Gaszelle ist minimiert, um den Abstand der Probe vom Fokuspunkt der Strahlung so klein wie möglich zu halten, weil die Größe des ausgeleuchteten Probenbereiches mit dem Abstand wächst. Da die Größe des im PEEM abbildbaren Bereichs der Probenoberfläche einen maximalen Durchmesser von ca. 500 μm hat, liegt der optimale Abstand vom Spalt bei ca. 500 mm, wenn die Größe des Strahlquerschnitts und die Fokallänge des Spiegels zur Berechnung herangezogen werden.

Resonante Photoionisation im Energiebereich 90-460 eV kann unter anderem an Kr (91 eV) und an N_2 (400 eV) gemessen werden. Da diese Energien mit den hier verwendeten Optiken nicht zur Verfügung stehen, wurde die Energiekalibrierung mit Hilfe eines Gitterspektrographen erreicht. Messungen der Photonenflüsse wurden mit der integrierten Photodiode durchgeführt.

3.13 Das PEEM in Reflexionsanordnung mit Probenschleuse und Präparationskammer

Festkörperoberflächen werden im PEEM in Reflexion beleuchtet. Die Strahlung trifft die Oberfläche auf derselben Seite, aus der die Photoelektronen austreten. Der Winkel der Lichteinfallrichtung zur optischen Achse des Mikroskops beträgt im hier verwendeten Gerät 65° . Die Erzeugung eines Abbilds der Elektronenemissionsverteilung im PEEM mit Hilfe von Elektronenlinsen ist in Abb. 3.13.1 am Beispiel des hier verwendeten Focus IS-PEEM schematisch dargestellt. Die Abbildung geschieht mit Hilfe von drei Elektronenlinsen, der Objektivlinse und den beiden Projektivlinsen. Die Objektivlinse ist als Tetrodenlinse [169] ausgeführt, die aus der Probe (Massepotential), der Extraktorelektrode (0-20kV), der Fokuselektrode (0-2,5kV) und der Säulenelektrode (0-2kV) besteht. Durch diese Linse werden die emittierten Elektronen von der Probe „abgezogen“ und in einem ersten Zwischenbild abgebildet [170]. Hinter dieser Linse befinden sich die beiden Objektive, die die Endvergrößerung erzeugen [171]. Weitere Informationen zu Elektronenoptiken sind bei

[172]-[178] zu finden. In der hinteren Objektivbrennebene befindet sich eine Kontrastblende. Sie besteht aus fünf im Vakuum austauschbaren und justierbaren Einzelblenden mit Durchmessern von 1500, 500, 150, 70 und 30µm. Diese Blende unterdrückt die chromatische Abberation, die durch die Emission von Sekundärelektronen aus der Probenoberfläche entsteht [179]. Diese Sekundärelektronen sind der wesentliche Bestandteil der bilderzeugenden Elektronen, weil die Primärelektronen in zu geringer Zahl vorhanden sind. Da die Energieverteilung der sekundären Elektronen aber sehr breit ist, kommt der Kontrastblende eine entscheidende Funktion bei der Erzeugung von hohen Auflösungen zu.

Im Anschluß an die Kontrastblende durchläuft der Elektronenstrahl einen Oktupol-Stigmator/Deflektor. Mit ihm kann ein axialer Astigmatismus

korrigiert und das Bildfeld des Mikroskops auf der Probe verschoben werden. Dahinter ist in der ersten Zwischenbildebene eine variable Irisblende montiert. Mit ihrer Hilfe kann ein Bildausschnitt erzeugt werden. Wird die integrale Bildintensität des ausgewählten Bereichs in Abhängigkeit der eingestrahnten Photonenenergie gemessen, so entsteht ein Röntgenabsorptionsspektrum der betreffenden Probenstelle (Mikrospektroskopie) [180].

Um die abgebildete Elektronenverteilung sichtbar zu machen, wird sie am Ende der Mikroskopsäule in einer Vielkanalplatte verstärkt und in einem YAG-Kristall (Yttrium-Aluminium-Granat-Einkristall) in Photonen im sichtbaren Bereich umgewandelt [181]. Durch ein vakuumdichtes Fenster können die entstandenen Bilder mit Hilfe einer CCD-Kamera aufgenommen werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde für ein solches kommerziell

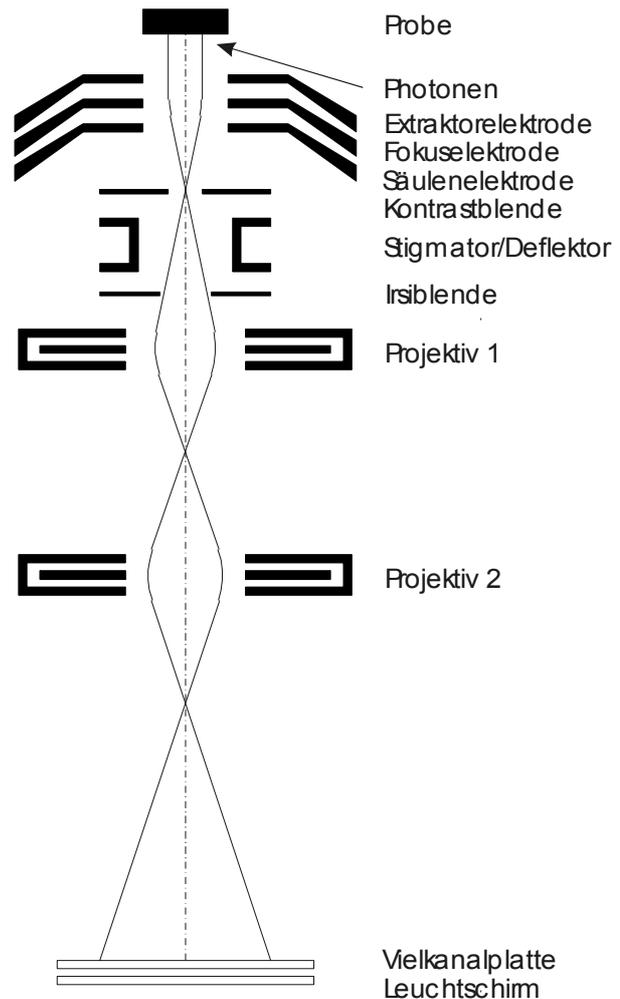


Abb. 3.13.1: Schematischer Aufbau eines Photoelektronen-Emissions-Mikroskopes (PEEM) der Firma Focus. Das eingestrahlte Licht löst Elektronen aus der Probenoberfläche aus. Die räumliche Emissionsverteilung dieser Elektronen wird durch die Elektronenoptik vergrößert auf einen Leuchtschirm abgebildet.

erhältliches PEEM der Firma Focus eine Vakuumkammer konstruiert, die an die Ansprüche des PEEMs und an die räumlichen Gegebenheiten der Speicherringhalle von BESSY II angepaßt ist. Bei der Konstruktion wurden möglichst große Pumpquerschnitte und der Einbau einer abgeänderten Probenhalteraufnahme berücksichtigt, die die hier gestellten Anforderungen besser erfüllt, als die Standardaufnahme. Die Kammer besteht im wesentlichen aus einem Zentralrohr mit einer horizontalen Achse und kurzen, kleineren Rohren mit verschiedenen Ausrichtungen.

Oberhalb der PEEM-Kammer ist eine Probenschleuse montiert. Diese kann aufgrund ihres sehr großen Pumpquerschnitts sehr schnell abgepumpt werden, so daß der Probenwechsel deutlich verkürzt wird. In ihr befindet sich ein Probenmagazin für 15 Proben. Aus diesem

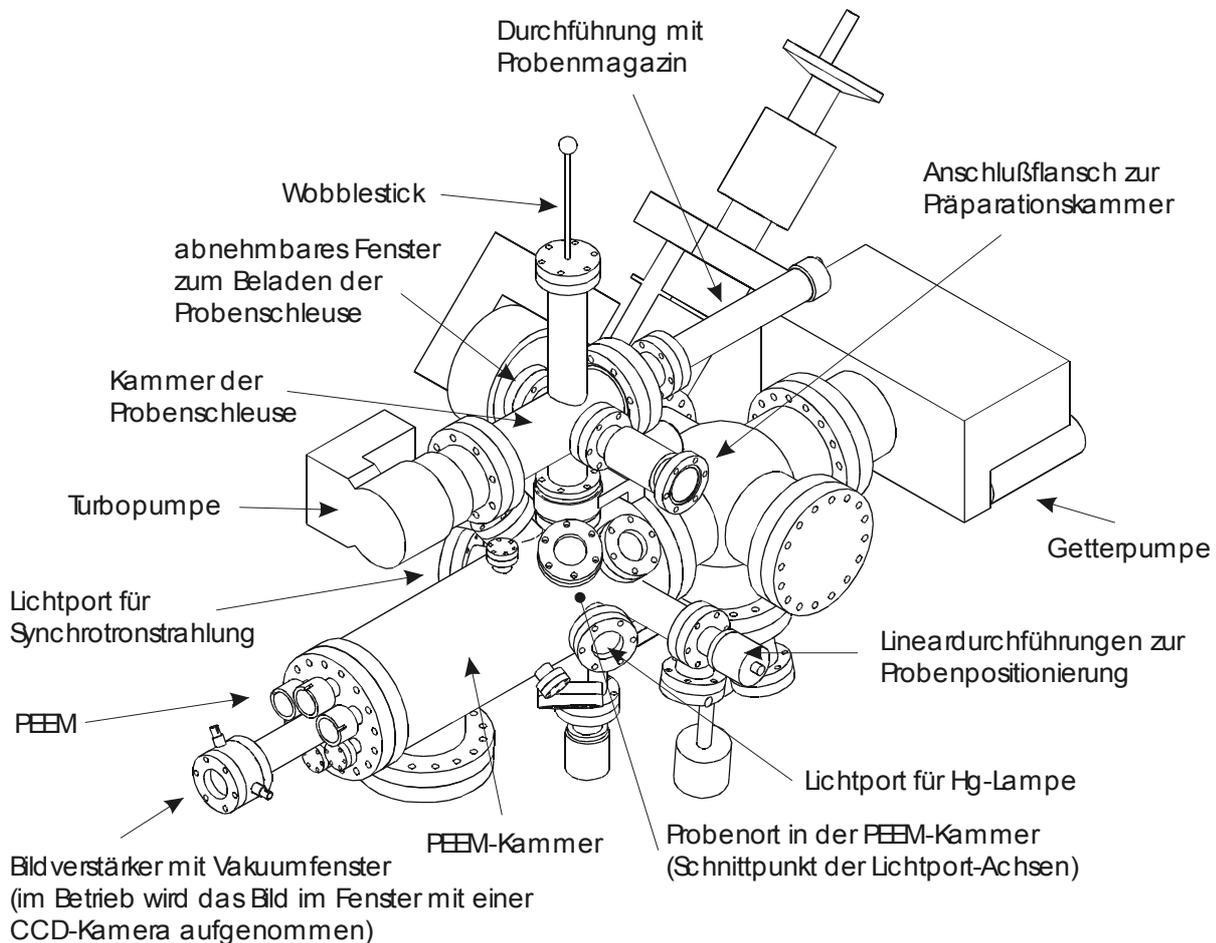


Abb. 3.13.2: PEEM in Reflexionsanordnung mit Probenschleuse. Über ein abnehmbares Fenster können Proben in das Probenmagazin der Probenschleuse eingesetzt werden. Aus diesem Magazin für 15 Proben kann mit Hilfe des Wobblesticks eine Probe bei geöffnetem Ventil zwischen Schleuse und PEEM-Kammer in die Probenhalteraufnahme des PEEMs eingesetzt werden.

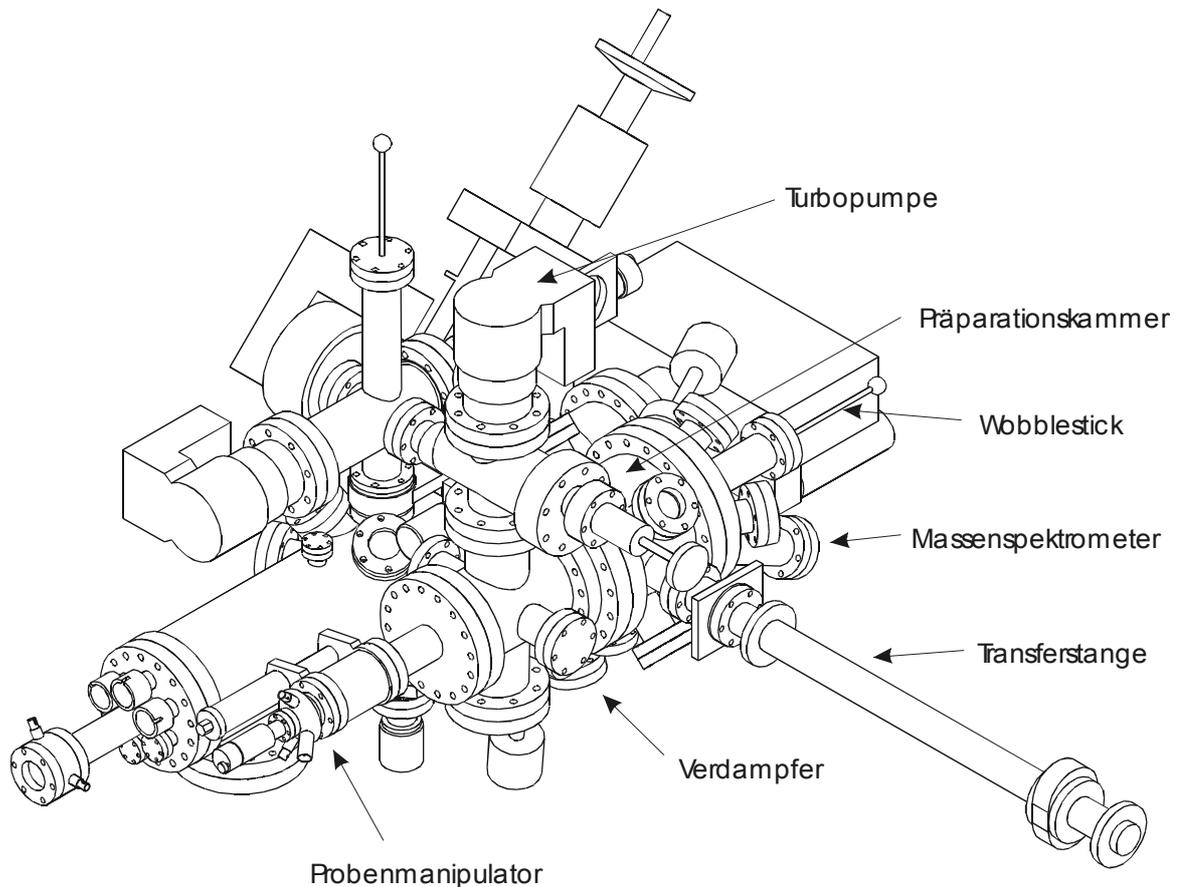


Abb. 3.13.3: PEEM mit Probenschleuse und Präparationskammer. Über die Transferstange und den Wobblestick an der Präparationskammer können Proben aus der Probenschleuse in eine Probenhalteraufnahme des Probenmanipulators transferiert werden. Dort können die Proben mit Hilfe einer Elektronenstoß- oder Strahlungsheizung auf bis zu 1000°C erhitzt werden. Mit einem Verdampfer und einer Ionen-Sputter-Quelle können die Probenoberflächen manipuliert werden. Zur Überwachung des Restgases steht ein Massenspektrometer zur Verfügung.

können mit Hilfe eines Wobblesticks einzelne Proben im Vakuum in das PEEM oder mit Hilfe einer Transferstange in eine Präparationskammer transferiert werden. Diese Präparationskammer ist über ein Ventil mit der Probenschleuse verbunden. In ihr kann die Probe mit einem zweiten Wobblestick von der Transferstange an einen speziellen Probenmanipulator für die Standardprobenhalter übergeben werden. In diesem sind die Probenhalter elektrisch isoliert aufgehängt. Mit einem Wolframfilament und einem Hochspannungsnetzgerät, das das Probenpotential bestimmt, kann die Probe über Elektronenbeschuss oder einfache Strahlungsheizung auf über 1000°C geheizt werden. Durch Drehung des Probenmanipulators können die Probenoberflächen zu einem thermischen Verdampfer zur Beschichtung mit dünnen Metallschichten (z.B. Cu) und einer Ionen-

Sputterquelle zur Substratreinigung hin ausgerichtet werden. Weitere Flansche an der Kammer ermöglichen den Einbau von weiteren Verdampfern oder Analysegeräten für LEED- oder Auger-Spektren. Ein eingebautes Massenspektrometer dient der Restgasanalyse während der Präparation.

3.14 Das PEEM in Transmissionsanordnung

Wie oben erläutert wird die zu untersuchende Probe im Standard-PEEM unter 25° zur Probenoberfläche von der Seite beleuchtet. Diese Technik ist bei Festkörperoberflächen sinnvoll, aber ermöglicht nicht die Untersuchung von Proben in Lösung (z.B. organische Materialien). Diese können nur in Transmissionsanordnung abgebildet werden. Dabei wirft die eigentliche Probe einen Schatten auf eine Photokathode aus der Photoelektronen ausgelöst werden und im PEEM zu einem Bild der zu untersuchenden Probe führen [182]-[184]. Die Photokathode bildet die Rückwand der Probenküvette. Um die wässrige Lösung durchstrahlen zu können, muß die Beleuchtungswellenlänge so gewählt werden, daß diese Strahlung nicht vom Wasser, aber von organischen Molekülen absorbiert wird. Diese Wellenlängen ergeben den Bereich des sogenannten Wasserfensters [185]. Unter diesen Bedingungen können zum Beispiel biologisch relevante Moleküle (Proteine, DNA usw.) in natürlicher Umgebung abgebildet werden. Die zugehörige Anordnung ist in Abb. 3.14.1 zu sehen.

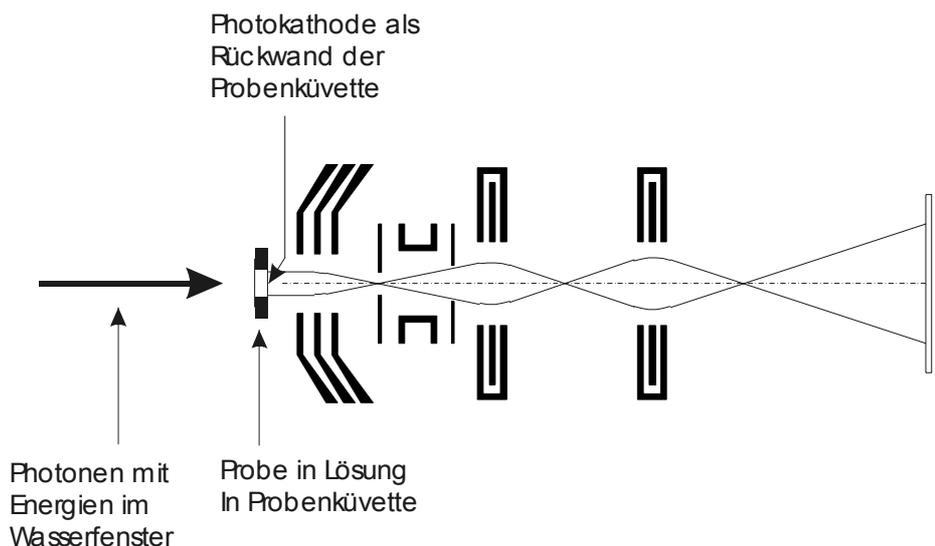


Abb. 3.14.1: PEEM in Transmissionsanordnung für Proben in wässriger Lösung. Die Strahlung durchdringt die Lösung und wirft ein Schattenbild der Probe auf eine Photokathode. Die aus ihr ausgelöste Elektronenverteilung, die dem Schattenbild entspricht, wird mit dem PEEM abgebildet.

Für diese Anordnung ist eine Probenhalteraufnahme notwendig, der eine Durchstrahlung von hinten ermöglicht. In diesem beweglichen Probenhalter muß eine Naßzelle zur Aufnahme der Lösung vorhanden sein, deren hinterer Abschluß durch eine Photokathode gebildet wird. Die Photokathode hat dann im PEEM dieselbe Position wie die in Reflexionsanordnung zu untersuchenden Festkörperoberflächen.

3.14.1 Konzeption der Transmissionsprobenhalteraufnahme

Um den modularen Aufbau des PEEMs nicht zu zerstören, wurde eine kompakte Probenhalteraufnahme entwickelt, die so klein ist, daß sie wie die Originalaufnahme direkt am PEEM befestigt wird. Da sie aber bedingt durch das Vorhandensein von Flüssigkeitszuleitungen zu der Naßzelle relativ große Stellkräfte benötigt, ist das Antriebssystem des ursprünglichen Halters, das durch Piezo-Microslides [186] realisiert war, nicht mehr verwendbar. Diese Microslides haben nur sehr kleine Stellkräfte und einen Weg von $\pm 2.5\text{mm}$. Aus diesem Grund wurde ein System mit Lineardurchführungen an Mikrometerschrauben außerhalb des Vakuums realisiert. Um Schwingungen des PEEMs relativ zur PEEM-Kammer, die durch die Durchführungen direkt auf die Probe übertragen würden, zu verhindern, wurde eine zusätzliche Arretierung des PEEMs in seiner Kammer konstruiert. Die so entstandene Probenhalteraufnahme ist in Abb. 3.14.1.1 zu sehen. Der XY-Tisch kann um $\pm 5\text{mm}$ in X- und Y-Richtung durch die beiden Lineardurchführungen mit Mikrometerschrauben und Federn, die die erforderliche Gegenkraft erzeugen, bewegt werden. Die mit dieser Mechanik erreichte Genauigkeit liegt unter $1\mu\text{m}$. Hinter dem Tisch liegen zueinander senkrecht angeordnete Kreuzrollenführungen, deren Lagerspiel durch Federn eliminiert wird. Die komplette Mechanik ist über die Dreipunktaufnahme der Justiereinheit auf dem Kopfelement befestigt, um die Probenoberfläche bzw. die Photokathodenoberfläche genau senkrecht zur optischen Achse des Mikroskops auszurichten. Andernfalls wird die Abbildung stark verzerrt oder völlig unmöglich. Die gesamte Probenhaltereinheit ist elektrisch isoliert auf einer speziell dafür entwickelten Extraktorelektrode befestigt, die den ersten Teil der Elektronenoptik bildet. Sie ermöglicht eine gute Einsicht auf die Probe. Als Material wurde Titan gewählt, weil dessen Oberfläche wenig anfällig gegenüber Änderungen der elektrischen Eigenschaften durch Oxidation ist [187].

An dem XY-Tisch können entweder eine Naßzelle oder ein normaler Halter für Festkörperproben befestigt werden. Die Mechanik eignet sich sowohl für die Transmissionsanordnung als auch für die Reflexionsanordnung unter einem Winkel von 25°

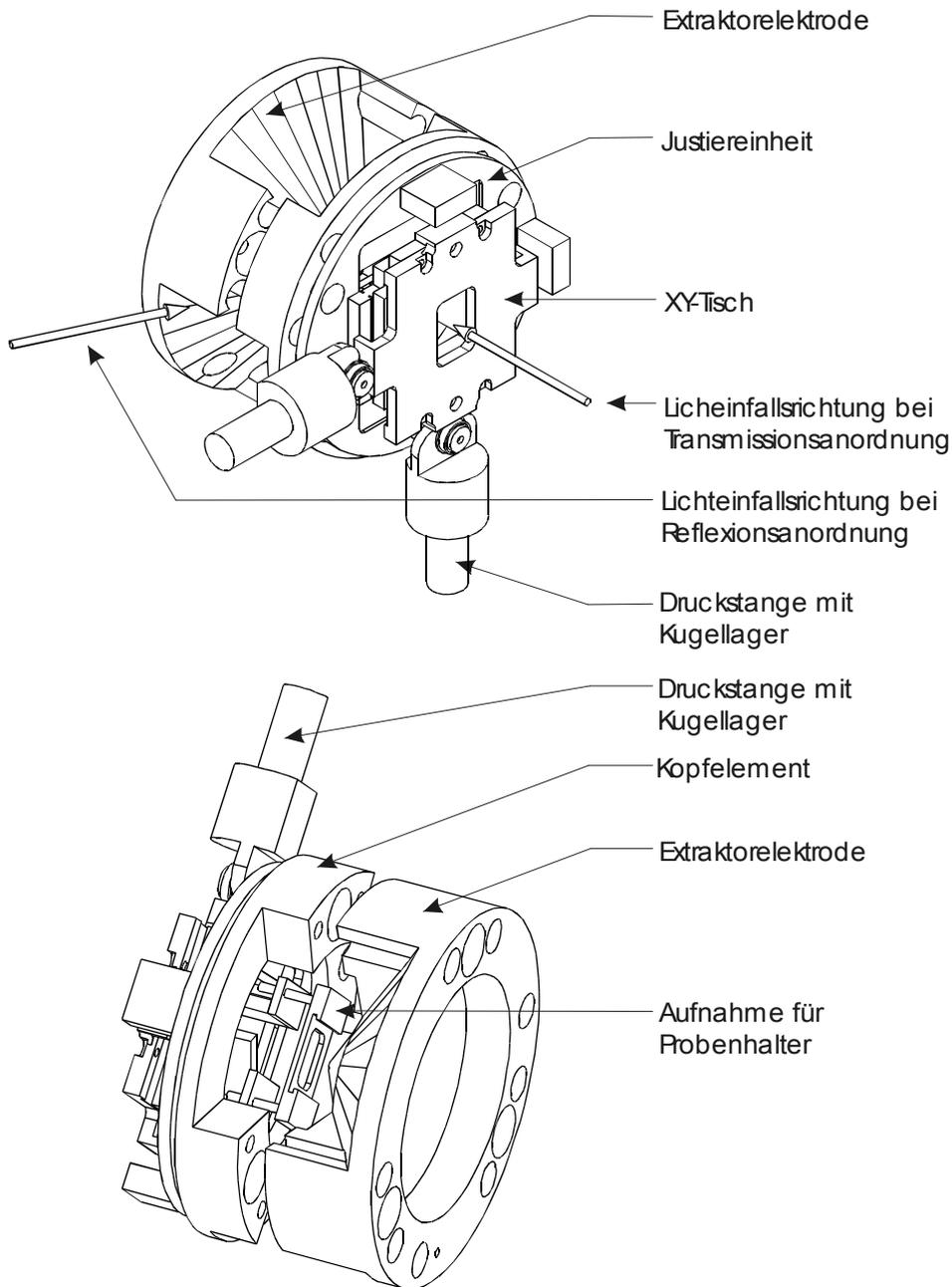


Abb. 3.14.1.1: Transmissionsprobenhalteraufnahme montiert auf der Extraktor-elektrode. Die Mechanik kann sowohl in Transmissions- als auch in Reflexionsanordnung verwendet werden. In Reflexion kann eine hier nicht gezeigte Elektronenstoßheizung montiert werden.

zur Probenoberfläche. Wird das PEEM in Reflexion betrieben, kann zusätzlich noch eine Probenheizung am XY-Tisch befestigt werden. Sie besteht aus einem Filament und der elektrisch isolierten Probe. Die Probe kann außerhalb des Geräts entweder auf Massepotential oder auf ein positives Potential gelegt werden. So kann die Heizung als Strahlungsheizung (Probenpotential auf Masse) oder als Elektronenstoßheizung (Probenpotential positiv)

betrieben werden. Die so erreichbaren Temperaturen liegen bei über 1000°C. Sie können über ein Thermoelement an der Probenhalteraufnahme kontrolliert werden.

3.14.2 Die Photokathode

Das Material, aus dem die Photokathode besteht, soll eine möglichst hohe Konversionseffizienz im gewünschten Wellenlängenbereich besitzen [188]. Gleichzeitig müssen möglichst viele Elektronen aus der dem Lichtstrahl abgewandten Seite austreten können, die vorher durch die Photonen ausgelöst wurden. Die dafür optimale Schichtdicke ist experimentell zu bestimmen. Dieses Material sollte möglichst einfach zu handhaben sein. Sollte ein Träger für eine Beschichtung erforderlich sein, darf dieser den Konversionsprozess und den Elektronentransport möglichst wenig stören.

Ein geeignetes Material ist ein undotierter Si-Wafer, dessen Stärke durch Ätzen herabgesetzt wurde. Ein besseres Material ist eine dünne Schicht aus CsI [188]. Diese Schicht muß auf einen Träger aufgebracht werden, da keine Folien hergestellt werden können. Ein weiteres Problem ist die starke Herabsetzung der Konversionseffizienz durch spontane Oxidation von CsI [189]. Dies bedingt die Herstellung der CsI-Schicht innerhalb der Vakuumkammer und einen Transfer in die PEEM-Kammer innerhalb des Vakuums.

Da die technischen Voraussetzungen für diese Probenpräparation im vorliegenden Fall noch nicht gegeben waren, wurde eine undotierte Si-Membran mit einer Stärke von ca. 180nm verwendet (siehe folgendes Kapitel).

3.14.3 Ergebnisse

Mit dieser Transmissionsanordnung wurde an einer kohärenten VUV-Lichtquelle die Größe eines von einer Zonenplatte [190] erzeugten Fokus vermessen.

Diese Lichtquelle ist die Höhere Harmonischen Lichtquelle des Instituts für Photonik an der Technischen Universität Wien [191],[192]. Sie erzeugt Laserpulse im fs-Bereich mit einer Wiederholfrequenz von 1kHz und fokussiert sie auf ein Gas-Target. Im Gas werden Höhere Harmonische erzeugt, deren Wellenlänge bis in das VUV reicht. Nach Herausfiltern des Fundamentalstrahls und der tiefsten Harmonischen durch Zr-Filter durchläuft der Strahl einen Multilayermonochromator, der Strahlung mit 90eV selektiert. Dahinter wird der monochromatische, kohärente Strahl durch eine Zonenplatte auf eine Photokathode fokussiert.

Die Größe dieses Fokus wurde mit Hilfe des PEEMs vermessen, um die Lichtquelle zu charakterisieren.

Die verwendete Photokathode ist eine Si-Folie mit einer Stärke von ca. 180 nm, die in einen undotierten Si-Wafer hineingeätzt wurde [193]. Die Zonenplatte hat einen Durchmesser von 1mm und eine kleinste Strukturgröße von $D_{rN} = 130\text{nm}$ bei einer Zonenzahl von 1923. Hergestellt wurde sie mittels ACR-Coating auf einem Si-Wafer [194]. Zur Unterdrückung der nullten Beugungsordnung am Ort des Fokus wird ein $250\ \mu\text{m}$ dicker Edelstahl draht über die Zonenplatte gespannt. Für die ausgewählte Photonenenergie von 90 eV wird eine Fokallänge von $f(90\text{eV}) = 9,4\text{mm}$ erreicht. Zur Justage des Abstands zwischen Zonenplatte und Photokathode wird der Halter der ZP auf einem Microslide montiert, der einen Weg von $\pm 2,5\text{mm}$ bei einer Auflösung von einigen nm in Richtung der optischen Achse aufweist.

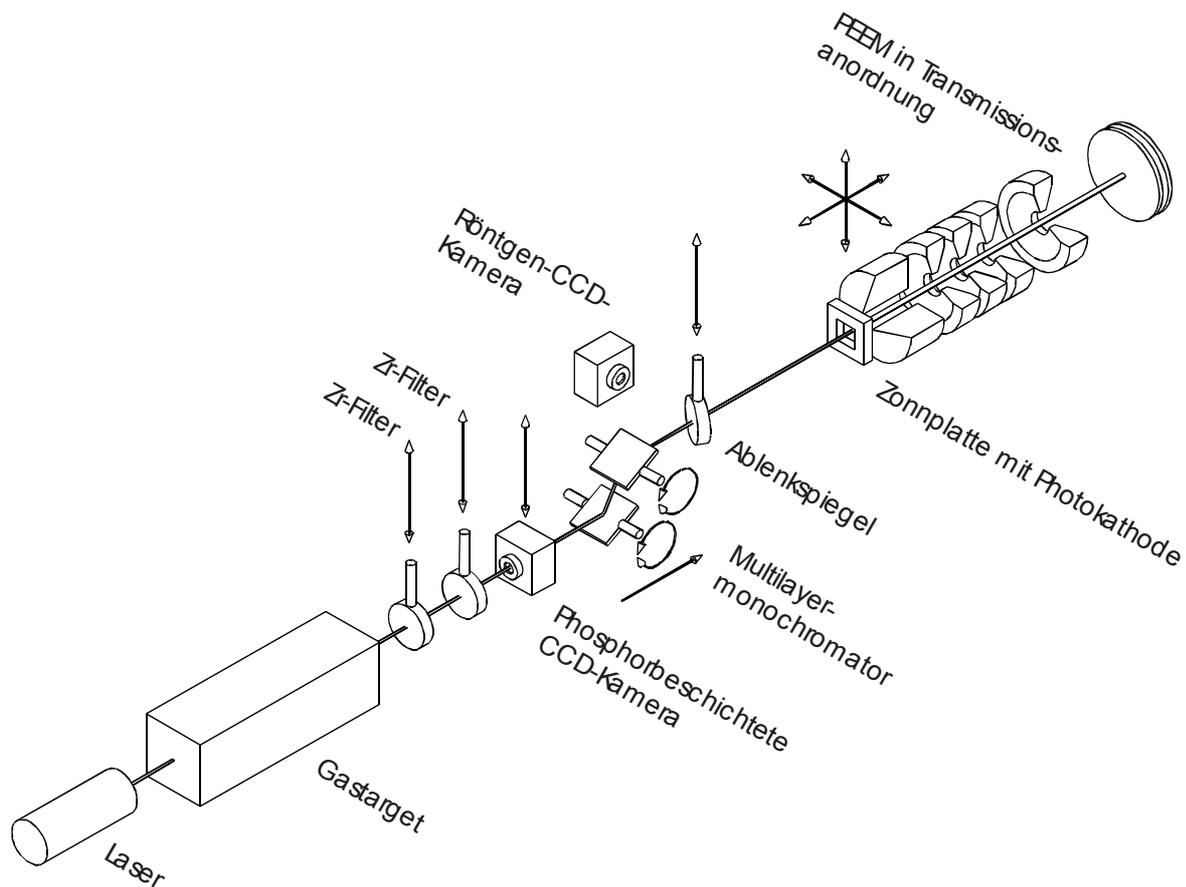


Abb. 3.14.3.1: Aufbau der Beamline an der Femtosekunden-Laserquelle in Wien für die Erzeugung von Höheren Harmonischen. Die im Gastarget entstehenden höheren Harmonischen mit Energien bis über 100eV werden monochromatisiert und mit der Zonenplatte auf die Photokathode fokussiert. Der Fokus wird dann im PEEM abgebildet.

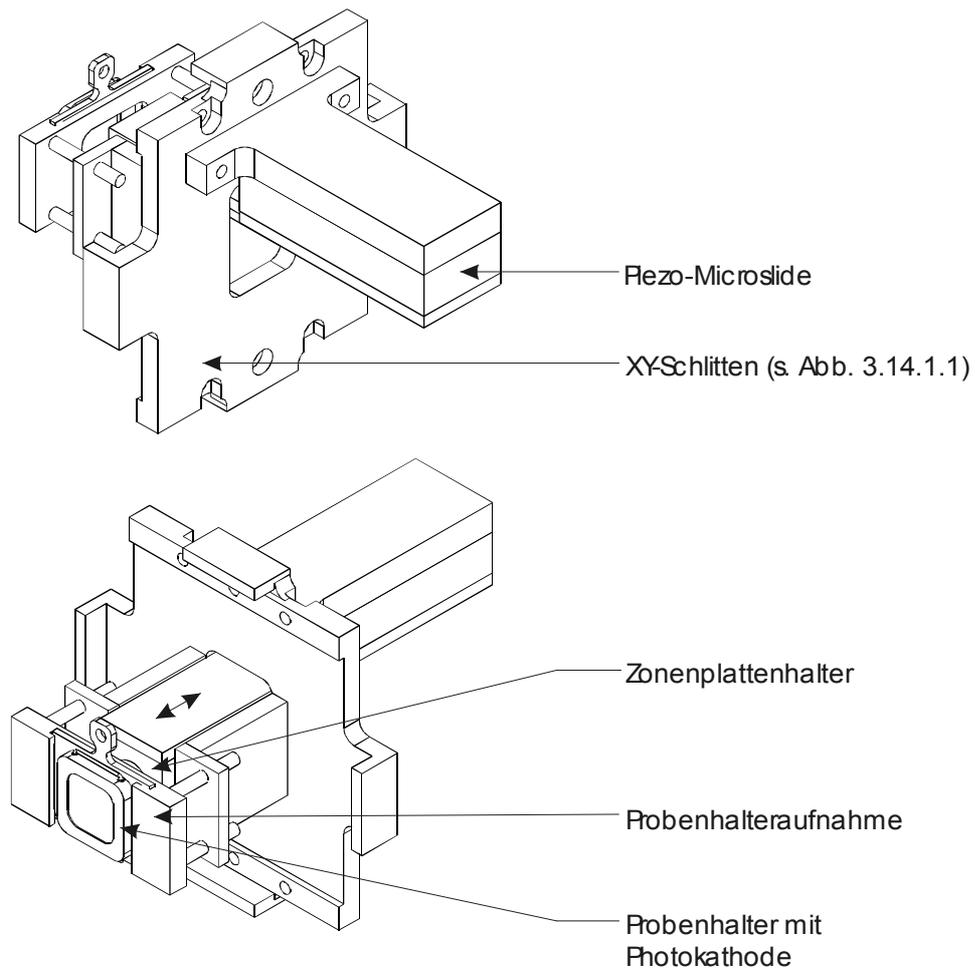


Abb. 3.14.3.2: Justierbarer Zonenplattenhalter auf Probenhaltermechanik (einzelne Elemente zur besseren Übersicht nicht dargestellt, vollständige Ansicht s. Abb. 3.14.1.1). Der auf dem Microslide montierte Zonenplattenhalter kann mit dessen Hilfe um 5mm entlang der optischen Achse (senkrecht zur Probenoberfläche) bewegt werden, um den Fokuspunkt der Zonenplatte auf die Oberfläche der Photokathode im Probenhalter zu justieren.

Diese Mechanik wird fest mit dem XY-Tisch des Probenhalters verbunden. Die Photokathode ist so in einem Probenhalter befestigt, daß sie in die standardisierte Probenhalteraufnahme des PEEMs paßt.

Mit dieser Anordnung wurden Aufnahmen mit dem PEEM gemacht (s Abbildungen 3.14.3.3 und 3.14.3.4). Die Aufnahme bei einer Photonenenergie von 90eV wurde 60s belichtet bei einem Pixelbinning von 4x4 Pixeln. Etwa in der Mitte des Bildes ist der Spot der fokussierten Strahlung zu sehen. Er befindet sich in einem diagonal verlaufenden, dunklen Streifen, an dessen Rändern Intensität schlagartig auftaucht. Dabei handelt es sich um den Schattenwurf des Mittenstopps mit dem Licht der nullten Beugungsordnung. Um den extrem hellen Fleck links unten im Bild zu verstehen, ist es sinnvoll den Dynamikbereich der Bilder zu ändern.

Bei einer Vergrößerung des Skalierungsbereichs wird der Fokus immer schwächer und die nullte Ordnung verschwindet. Gleichzeitig trennt sich der helle Fleck in zwei deutlich voneinander zu unterscheidende Flecken auf. Wird der Bereich der Skalierung erweitert, erscheint nur noch der hellste Fleck mit einigen Details. Dieser stellt sich als Schattenwurf der

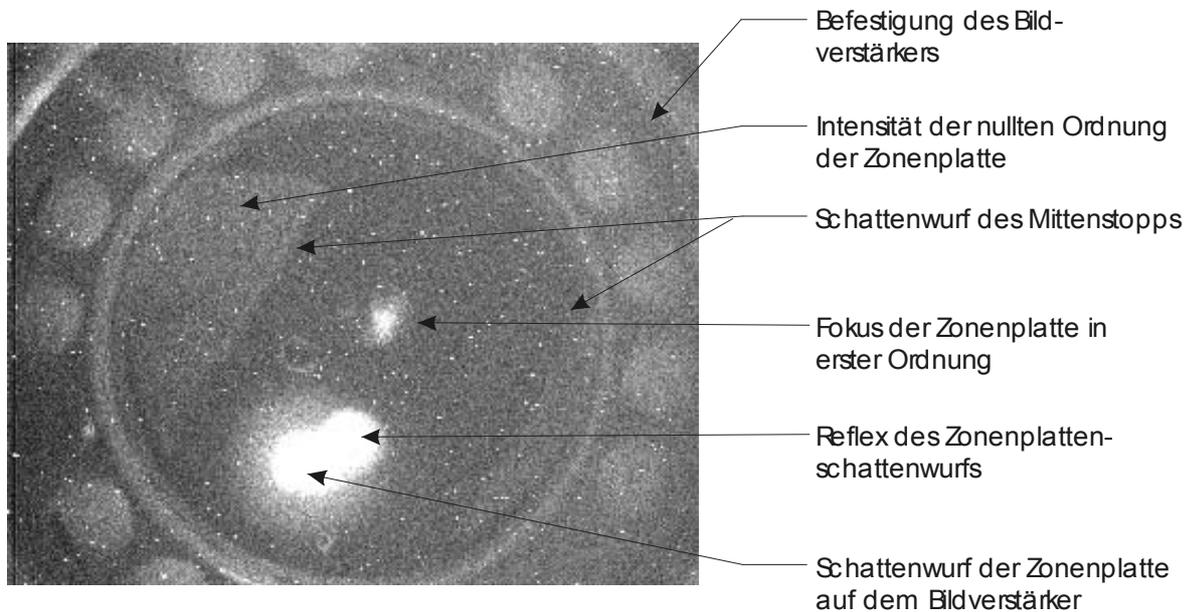


Abb. 3.14.3.3: Aufnahme des Zonenplattenfokus in erster Ordnung auf der Photokathode. Der Fokus befindet sich in der Mitte des Bildes im Schattenwurf des Mittenstopps. Die beiden größeren, hellen Bereiche des Bildes sind ein Schattenwurf und dessen Reflex der Zonenplatte auf der Vielkanalplatte des Bildverstärkers, also kein Bild der Elektronenverteilung auf der Photokathodenoberfläche. Der Dynamikbereich des Bildes wurde hier sehr stark eingeschränkt, weil sonst Bildbereiche mit geringer Intensität nicht erkennbar wären.

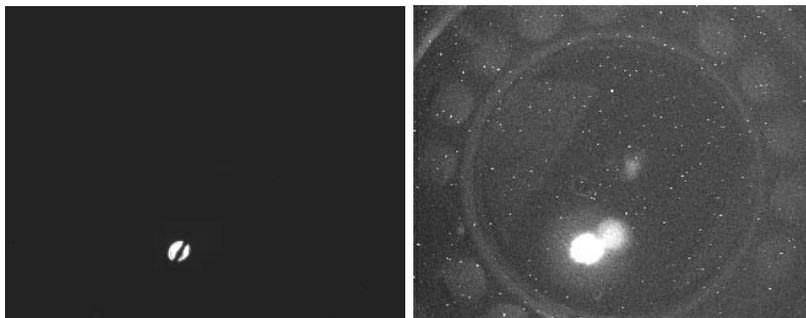


Abb. 3.14.3.4: PEEM-Bild wie in Abb. 3.14.3.3, mit anderen Dynamikbereichen. Links ist der Dynamikbereich voll ausgeschöpft. Es erscheint nur das intensive Bild des Schattenwurfs der Zonenplatte auf die Vielkanalplatte des Bildverstärkers. Rechts wurde der Dynamikbereich eingeschränkt. Dadurch erscheint der deutlich schwächere Reflex des Schattenwurfs und ein sehr schwaches Bild des Zonenplattenfokus in erster Ordnung.

Zonenplatte auf den Bildverstärker des PEEMs heraus. Ein großer Anteil der hochenergetischen Strahlung durchläuft sowohl die Zonenplatte als auch die Photokathode ohne Wechselwirkung bis auf die Abschattung durch die nicht transparenten Bereiche der ZP und den Mittenstopp. In der Vielkanalplatte des Bildverstärkers werden Elektronen aus der dort vorhandenen Beschichtung ausgelöst und im YAG-Kristall wieder in Photonen umgewandelt. Der zweite Fleck mit deutlich schwächerer Intensität direkt daneben ist ein Reflex am Fenster der Vakuumkammer. Dieser Schattenwurf und sein Reflex sind keine elektronenoptischen Bilder des PEEMs. Das eigentlich interessante Bild ist der Fokus innerhalb des Schattens des Mittenstops und die Intensität der nullten Beugungsordnung. Die Größe des Fokus ist mit etwa $25\mu\text{m}$ anzugeben. Dieser Wert weicht noch deutlich von der beugungsbegrenzten Auflösung von 160nm [195] ab. Diese Größe ist nicht die tatsächliche Spotgröße, sondern resultiert aus einer Fehljustage der Zonenplatte in Richtung der optischen Achse.

4 Charakterisierung der Beamline

Die Charakterisierung der Beamline enthält Aussagen über die spektralen und geometrischen Eigenschaften der Strahlung, die am Ort der Probe zur Verfügung stehen. Sie beruhen auf Messungen des Photonенflusses mit dem Flußdetektor, auf Messungen der spektralen Strahleigenschaften mit einem Gitterspektrographen, sowie auf Berechnungen der Strahlgeometrie anhand der geometrischen Eigenschaften der enthaltenen Optiken und Quelle und Vermessung des Strahlprofils mit Hilfe einer Röntgen-CCD-Kamera.

4.1 Photonенflüsse der verschiedenen Spektralbereiche

Die Photonенflüsse wurden mit der vorher beschriebenen, von der PTB Typ-geeichten Photodiode [196] gemessen, die sich in der Gaszelle befindet. Für die beiden Multilayerpaare Mo/Si und Ti/C wurden die entsprechenden Winkelbereiche des fokussierenden Spiegels und des Gitters in erster Ordnung im Monochromator variiert und gleichzeitig die erforderlichen gap-Einstellungen des Undulators angepaßt. Der Austrittsspalt des Monochromators wurde auf eine definierte Spaltbreite gesetzt. Daraus ergab sich die in den Graphiken angegebene energetische Bandbreite. Nachträglich wurden die gemessenen Werte auf einen Ringstrom des Speicherringes von 100 mA normiert (s. Abb. 4.1.1 – 4.1.3)

Im Bereich direkt vor der Si-L-Kante, also zwischen 95-100eV, ist der Photonенfluß von 2×10^{12} Photonен/s auf dem Niveau der in diesem Bereich hellsten Beamline bei BESSY II. Diese Beamline ist die Beamline U125/1-PGM am selben Undulator. Theoretische Rechnungen ergaben bei 100eV einen zu erwartenden Fluß von 2×10^{12} Photonен/s bei 100mA Ringstrom und einem Monochromatorgitter mit 300 l/mm bzw. 9×10^{11} Photonен/s bei 100mA Ringstrom und einem Monochromatorgitter mit 1200 l/mm [197]. Diese Beamline wurde

nicht hinsichtlich des maximalen Flusses optimiert, sondern der maximalen Auflösung. Dennoch sind die Intensitäten aller anderen Beamlines in diesem Energiebereich geringer. Der Fluß hinter der Si-Kante (ca. 10^{11} Photonen/s) ist trotz des Abfalls ausreichend, um in diesem Wellenlängenbereich Mikroskopie zu betreiben. Die Photonenflüsse in den Bereichen der C-K-Kante und der Ti-L-Kante mit ca. 1×10^9 Photonen/s sind um drei Größenordnungen geringer als bei 99 eV. Dies ist auf den geringeren Fluß des Undulators in diesen Bereichen (3. Harmonische bei 280 eV, 5. Harmonische bei 450 eV) und die deutlich geringeren Reflektivitäten der Multilayeroptiken zurückzuführen. Auch die unvermeidbare Verunreinigung aller Optikoberflächen durch Kohlenstoff senkt den Fluß im Bereich der Kohlenstoffkante. Als Richtwert gilt, daß bei einem Gasdruck von 10^{-9} mbar die Monolagenzeit etwa eine Stunde beträgt [198].

Die Aufspaltung an der Ti-L-Kante ist auf die Aufspaltung der Kante in eine L_2 - und L_3 -Kante zurückzuführen. Auch in diesen beiden hochenergetischen Bereichen kann Mikroskopie betrieben werden.

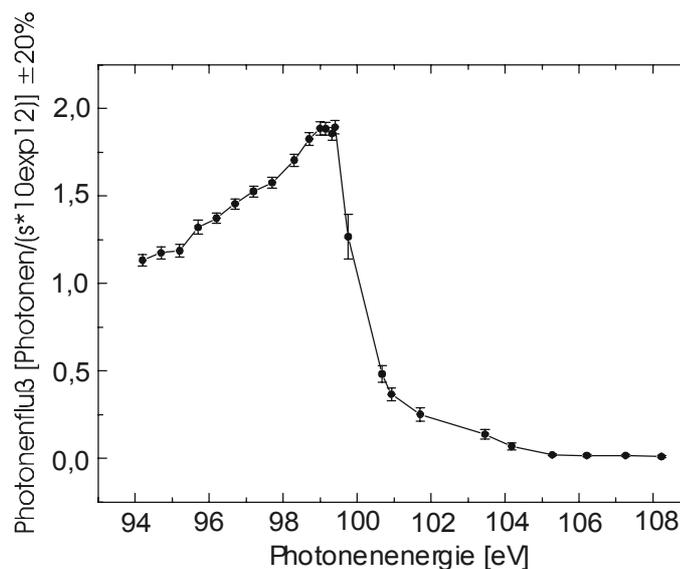


Abb. 4.1.1: Photonenfluß der Beamline unter Verwendung der MoSi-Optiken normiert auf einen Ringstrom von 100mA bei 0,8% energetischer Bandbreite. Der starke Einbruch korreliert mit dem Einbruch der Multilayerreflektivitäten an der Si-L-Kante. Die angegebenen Fehler ergeben sich aus dem Rauschen der Meßwerte verursacht durch Instabilitäten der Photodiode und Ungenauigkeiten der Monochromatormechanik. Der Skalierungsfehler der Meßwerte von 20% ergibt sich aus der Ungenauigkeit der Photodiodeneichung [199].

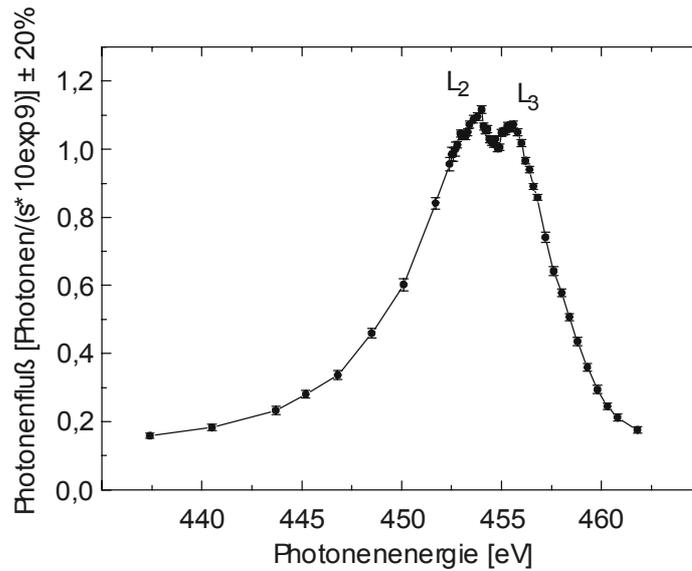


Abb. 4.1.2: Photonenfluß bei Verwendung der TiC-Optiken an der Ti-L-Kante. Der Fluß ist normiert auf einen Ringstrom von 100mA bei einer energetischen Bandbreite von 0,8 %.

Die angegebenen Fehler ergeben sich aus dem Rauschen der Meßwerte verursacht durch Instabilitäten der Photodiode und Ungenauigkeiten der Monochromatormechanik. Der Skalierungsfehler der Meßwerte von 20% ergibt sich aus der Ungenauigkeit der Photodiodeneichung [199].

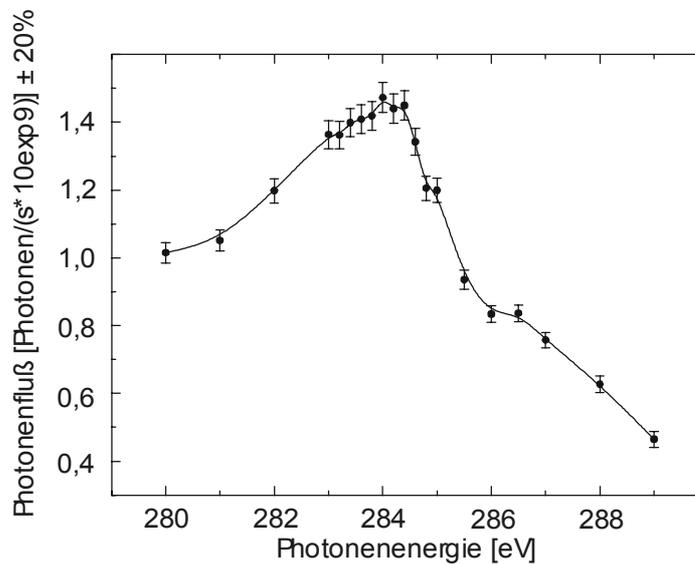


Abb. 4.1.3: Photonenfluß unter Verwendung der TiC-Optiken an der C-K-Kante. Der Fluß wurde auf 100mA Ringstrom bei einer energetischen Bandbreite von < 2 % normiert.

Die angegebenen Fehler ergeben sich aus dem Rauschen der Meßwerte verursacht durch Instabilitäten der Photodiode und Ungenauigkeiten der Monochromatormechanik. Der Skalierungsfehler der Meßwerte von 20% ergibt sich aus der Ungenauigkeit der Photodiodeneichung [199].

4.2 Spektrale Auflösung

Wie bereits in Abschnitt 3.11 beschrieben konnte zu den vorhandenen Monochromatoroptiken kein geeignetes Testgas gefunden werden, mit dem eine Bestimmung der spektralen Auflösung des Monochromators mit Hilfe der Gaszelle möglich ist. Aus diesem Grund wurde ein Gitterspektrograph zur Eichung verwendet. Dieser besteht aus einem Gitter mit 1000 Linien/mm mit einem dazu senkrechten Gitter aus Stützstegen, das eine Periode von $1,5\mu\text{m}$ aufweist. Hinter dem Gitter wurde im Abstand von 906 mm eine zum Gitter schwenkbare CCD-Kamera montiert. Durch den großen Schwenkbereich konnten die 0., die 1. und die 2. Beugungsordnung des Spektrographen-Gitters abgebildet werden. Wie in [200] beschrieben kann aus den gemessenen Spektren die absolute Peak-Wellenlänge und das spektrale Auflösungsvermögen bestimmt werden. Die geometrischen Gegebenheiten des Spektrographen begrenzen dabei das maximal zu messende Auflösungsvermögen. Die kleinste meßbare Wellenlängendifferenz $\Delta\lambda_g$ ist durch die folgende Gleichung gegeben.

$$\Delta\lambda_g = \frac{d}{m} \left[\frac{D+q}{g} + \frac{D}{b} \right]$$

mit

d = Gitterperiode (100nm)

m = Gitterordnung (1)

D = Größe des Eintrittspalts des Spektrographen ($50\mu\text{m}$)

q = Quellgröße (gegeben durch die Spaltgröße des Austrittspalts) (variabel)

g = Abstand der Strahlungsquelle (Austrittsspalt des Monochromators)
zum Gitter (659mm)

b = Abstand des Gitters zum CCD-Chip (906mm)

Daraus läßt sich das geometrisch begrenzte Auflösungsvermögen des Spektrographen für verschiedene Wellenlängen λ bzw. Photonenenergien berechnen. Für eine Photonenenergie von 451,6 eV ergibt dies ein Auflösungsvermögen von $\lambda/\Delta\lambda = 45$ bei einer Spaltgröße des Austrittspalts von $350\mu\text{m}$. Dies ist mit guter Übereinstimmung der in Abb. 4.2.1 zu sehende Wert. Das Auflösungsvermögen wird in diesem Fall nicht durch den Monochromator limitiert, sondern durch den Spektrographen. Eine exakte Aussage über das Auflösungsvermögen des Monochromators bei einer Photonenenergie von 451,6 eV ist mit dieser Anordnung nicht möglich. Für die Photonenenergie 104,0 eV ist das geometrisch

begrenzte Auflösungsvermögen $\lambda/\Delta\lambda = 287$ für eine Spaltöffnung von $200\ \mu\text{m}$ und $\lambda/\Delta\lambda = 141$ für eine Spaltöffnung von $500\ \mu\text{m}$. Die gemessenen spektralen Auflösungen bei Photonenenergien um $100\ \text{eV}$ sind also nicht durch das Auflösungsvermögen des Spektrographen begrenzt. Eine Abschätzung des spektralen Auflösungsvermögens für die Energiebereiche um $450\ \text{eV}$ und $285\ \text{eV}$ läßt sich aus der Kantensteilheit der Flußkurven mit

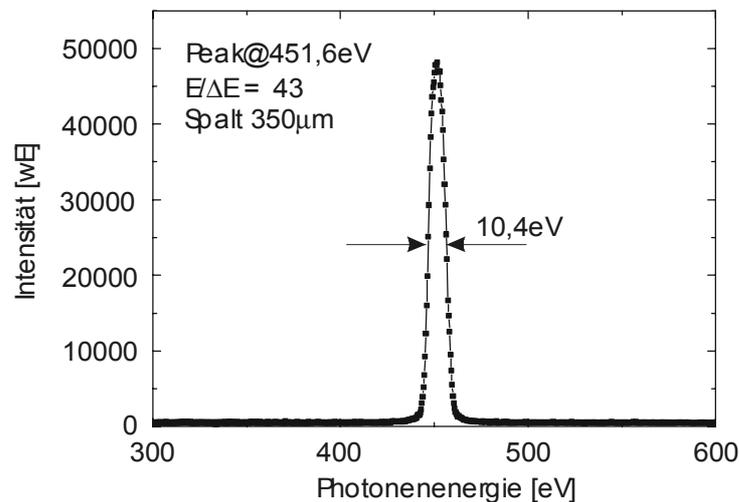


Abb. 4.2.1: Energiespektrum der Beamline bei $451,6\ \text{eV}$. Die Spaltbreite des Austrittspaltes betrug ca. $350\ \mu\text{m}$. Die spektrale Auflösung von $E/\Delta E = 43$ ist durch das geometrisch begrenzte Auflösungsvermögen des Gitterspektrographen limitiert.

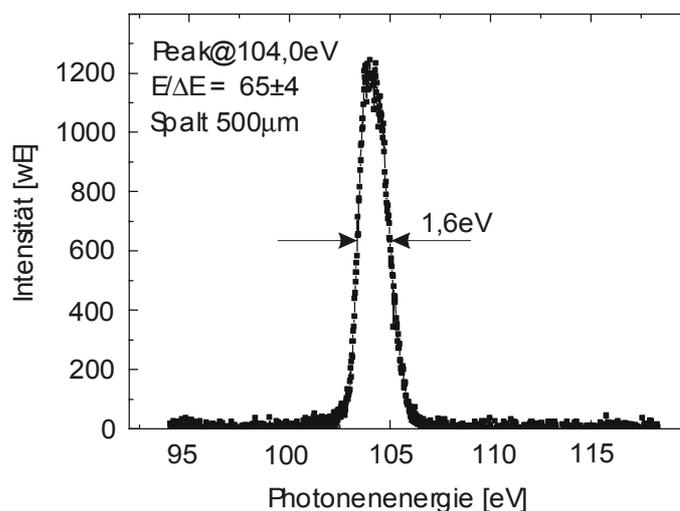


Abb. 4.2.2: Energiespektrum der Beamline bei $104,0\ \text{eV}$. Die Spaltbreite des Austrittspaltes betrug ca. $500\ \mu\text{m}$. Die spektrale Auflösung von $E/\Delta E = 65\pm 4$ ist durch das Auflösungsvermögen des Monochromators bei dieser Größe des Austrittspaltes limitiert.

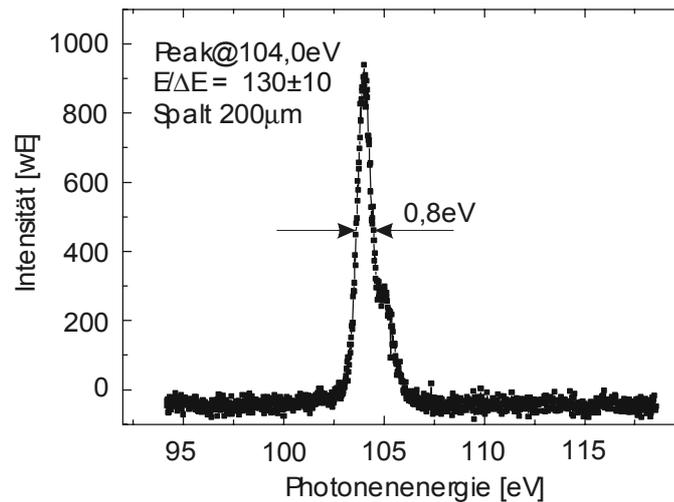


Abb. 4.2.3: Energiespektrum der Beamline bei 104,0 eV. Die Spaltbreite des Austrittsspalt betrug ca. 200 μm . Die spektrale Auflösung von $E/\Delta E = 130 \pm 10$ ist durch das Auflösungsvermögen des Monochromators bei dieser Größe des Austrittsspalt limitiert.

Hilfe des Rayleigh-Kriteriums erzielen. Danach liegt die spektrale Auflösung im Bereich um 450 eV bei 0,8 % bzw. $\lambda/\Delta\lambda = 125 \pm 20$ und im Bereich um 285 eV bei < 2 % bzw. $\lambda/\Delta\lambda = 50 \pm 10$.

4.3 Spotform

Spotform und –größe, die auf dem CCD-Chip einer Kammera aufgenommen wurden, sind in den Abbildungen 4.3.1 bis 4.3.3 zu sehen. Aus der Position des CCD-Chips auf der optischen Achse kann die Größe des Spots am Ort der Probe im PEEM errechnet werden. Der Abstand des Chips vom Austrittspalt des Monochromators betrug 1601 mm der Abstand der Probe im PEEM zum Spalt 683 mm. Daraus folgen für die Spotgröße am Ort der Probe im PEEM die Maße $1300 \times 750 \mu\text{m}^2$ für Photonenenergie von 98,7 eV bei einer Blendengröße der rechteckigen Blende im Auslasssystem von $1,4 \times 1,4 \text{mm}^2$. Diese Blende begrenzt die Quellgröße der Strahlung. Durch die Beleuchtung der Probe unter einem Winkel von 25° zur Oberfläche hat der ausgeleuchtete Teil der Probenoberfläche die Maße $3100 \times 750 \mu\text{m}^2$. Die streifenhafte Substruktur des Spots ist auf Beugungseffekte an der Blende zurückzuführen. Sie existiert im wesentlichen in der vertikalen Dimension, weil die Blende vor dem Monochromator die Beugungstreifen der horizontalen Dimension ausblendet. Form und Größe des Spots bei einer Photonenenergie von 453 eV und einer Blendengröße der Blende

im Auslasssystem von $0,2 \times 0,2 \text{ mm}^2$ sind in Abb. 4.3.2 zu sehen. Am Ort der Probe im PEEM hat er die Maße $1540 \times 880 \mu\text{m}^2$. Der ausgeleuchtete Teil der Probenoberfläche beträgt $3650 \times 880 \mu\text{m}^2$. Die Streifenstruktur innerhalb des Spots ist aufgrund der deutlich kleineren Wellenlänge kaum vorhanden. Diese Struktur skaliert mit der Größe der Blende. Eine kleinere Blende bedeutet größere Abstände der Streifen aufgrund der Beugungsbedingungen. Dieser Effekt ist in Abb. 4.3.3 zu sehen. Ab einer Blendengröße von ca. $3 \times 3 \text{ mm}^2$ ist keine Beugung mehr zu sehen. Hier ist die Größe erreicht, bei der die Quellgröße der Strahlungsquelle nicht mehr durch die Blende limitiert wird.

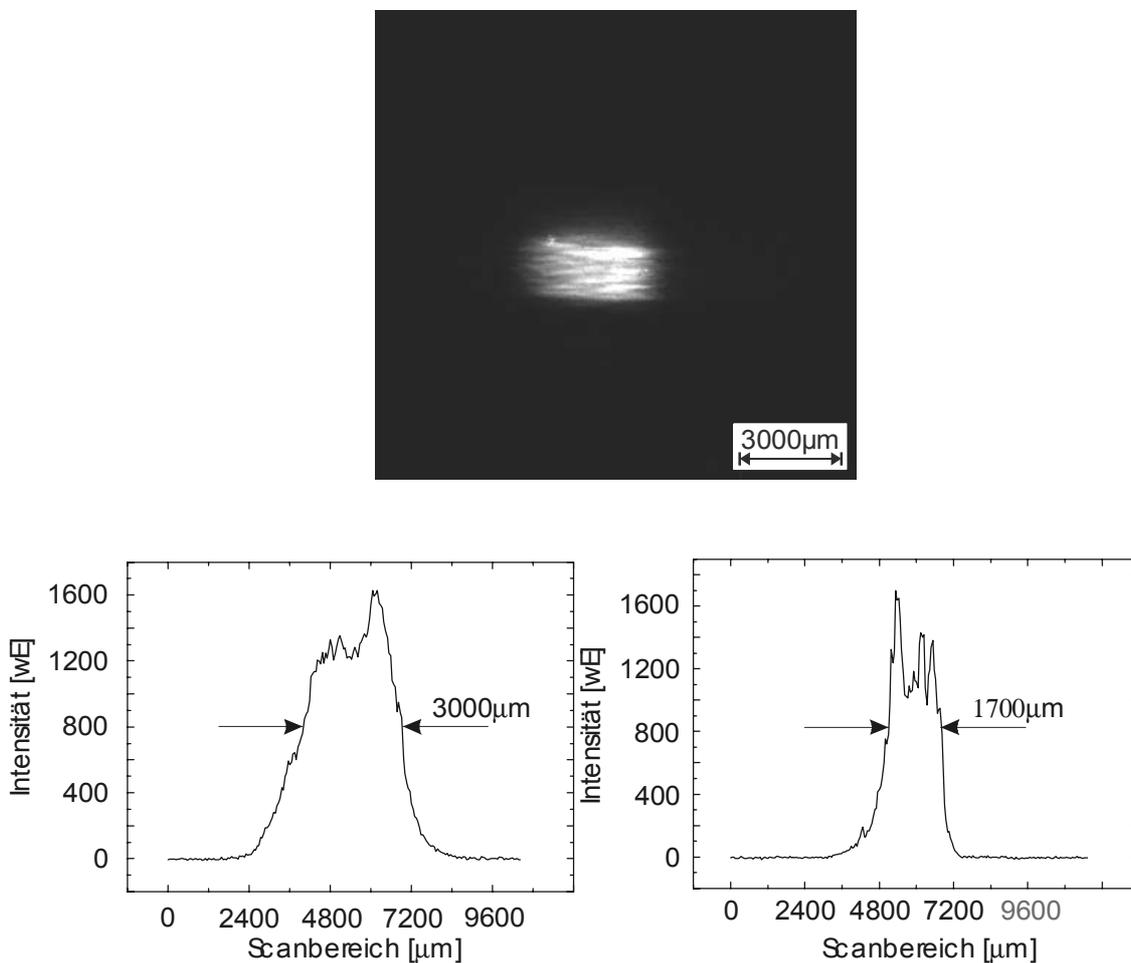


Abb. 4.3.1: Aufnahme des Spotprofils auf einem CCD-Chip auf der optischen Achse bei einer Photonenenergie von 98,7 eV. Die Position des Chips und die Ausrichtung zur optischen Achse entspricht nicht der Probenposition im PEEM. Die Intensitätsprofile des Spots in vertikaler (links) und horizontaler Richtung (rechts) gelten deshalb nicht am Ort der Probe im PEEM.

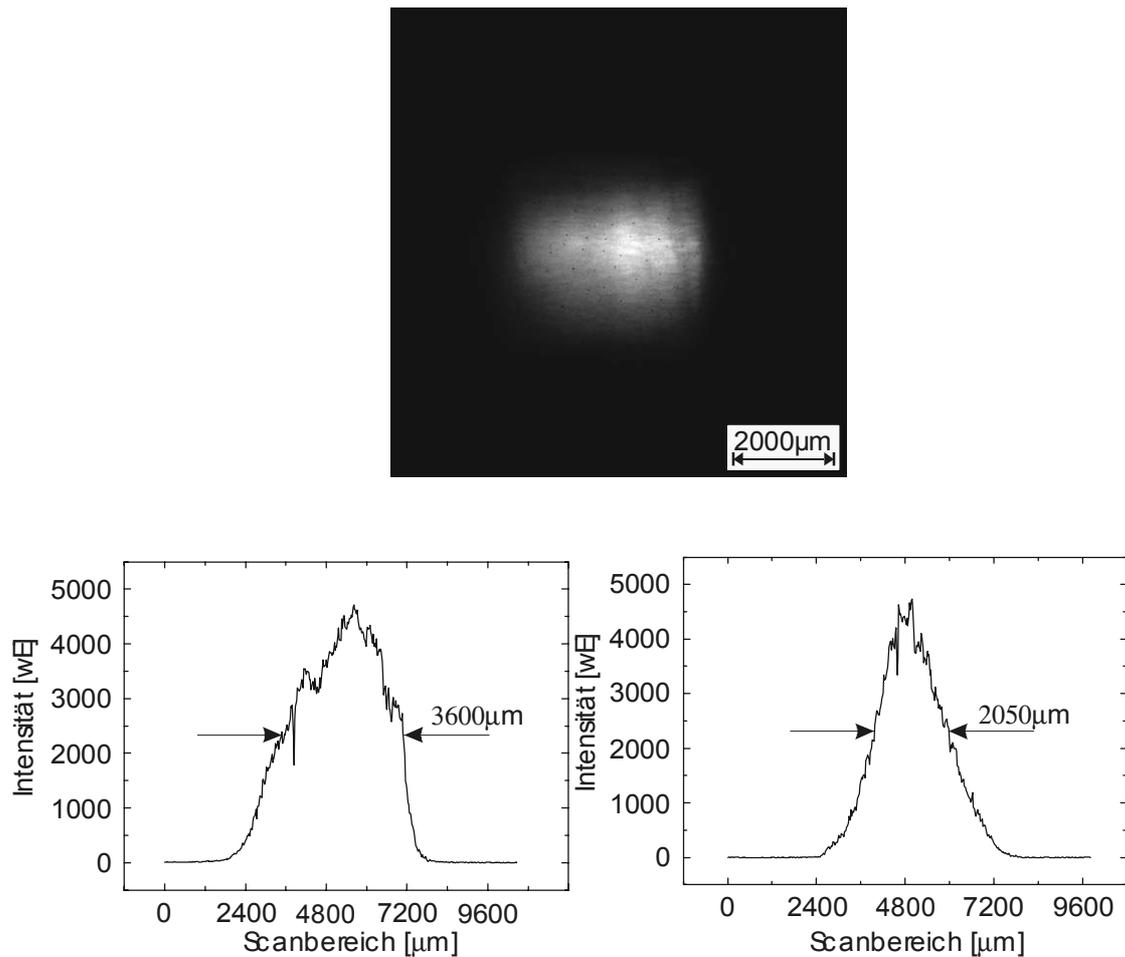


Abb. 4.3.2: Aufnahme des Spotprofils auf einem CCD-Chip auf der optischen Achse bei einer Photonenenergie von 453 eV. Die Position des Chips und die Ausrichtung zu optischen Achse entspricht nicht der Probenposition im PEEM. Die Intensitätsprofile des Spots in vertikaler (links) und horizontaler Richtung (rechts) gelten deshalb nicht am Ort der Probe im PEEM.

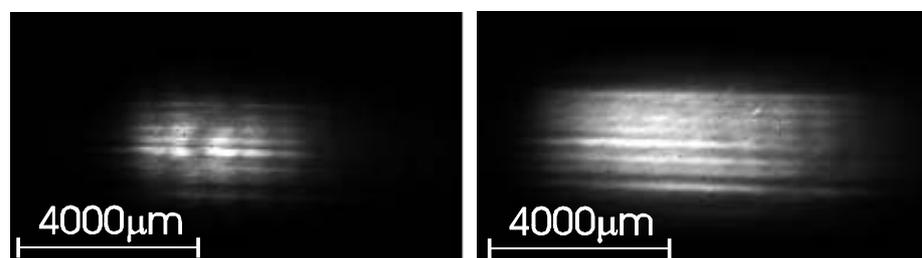


Abb. 4.3.3: Spot auf CCD-Chip bei einer Photonenenergie von 98,7 eV. Im linken Bild hat die Blende im Auslasssystem des Speicherrings eine Größe von $0,2 \times 0,3 \text{ mm}^2$, im rechten $1,2 \times 0,8 \text{ mm}^2$. Bei größerer Blende ändern sich die Intensität und die Größe des Spots. Die durch die Beugung hervorgerufenen Streifen-Substruktur des Spots tritt bei kleinerer Blende deutlicher hervor.

4.4 Abbildungsmaßstab des Mikroskops

Das Mikroskop kann mit verschiedenen Vergrößerungsmaßstäben betrieben werden. Zwischen dem kleinsten (Übersichts-Modus) und dem größten kann stufenlos variiert werden. Dies wird nicht allein durch Änderung der Projektiveinstellungen erreicht, sondern bei kleinen Maßstäben zusätzlich durch eine niedrige Spannung (0-300V) an der Extraktorelektrode. Bei größeren Maßstäben wird im Normalfall mit Extraktorspannungen von einigen 1000V gearbeitet, um eine bessere Auflösung zu erzielen.

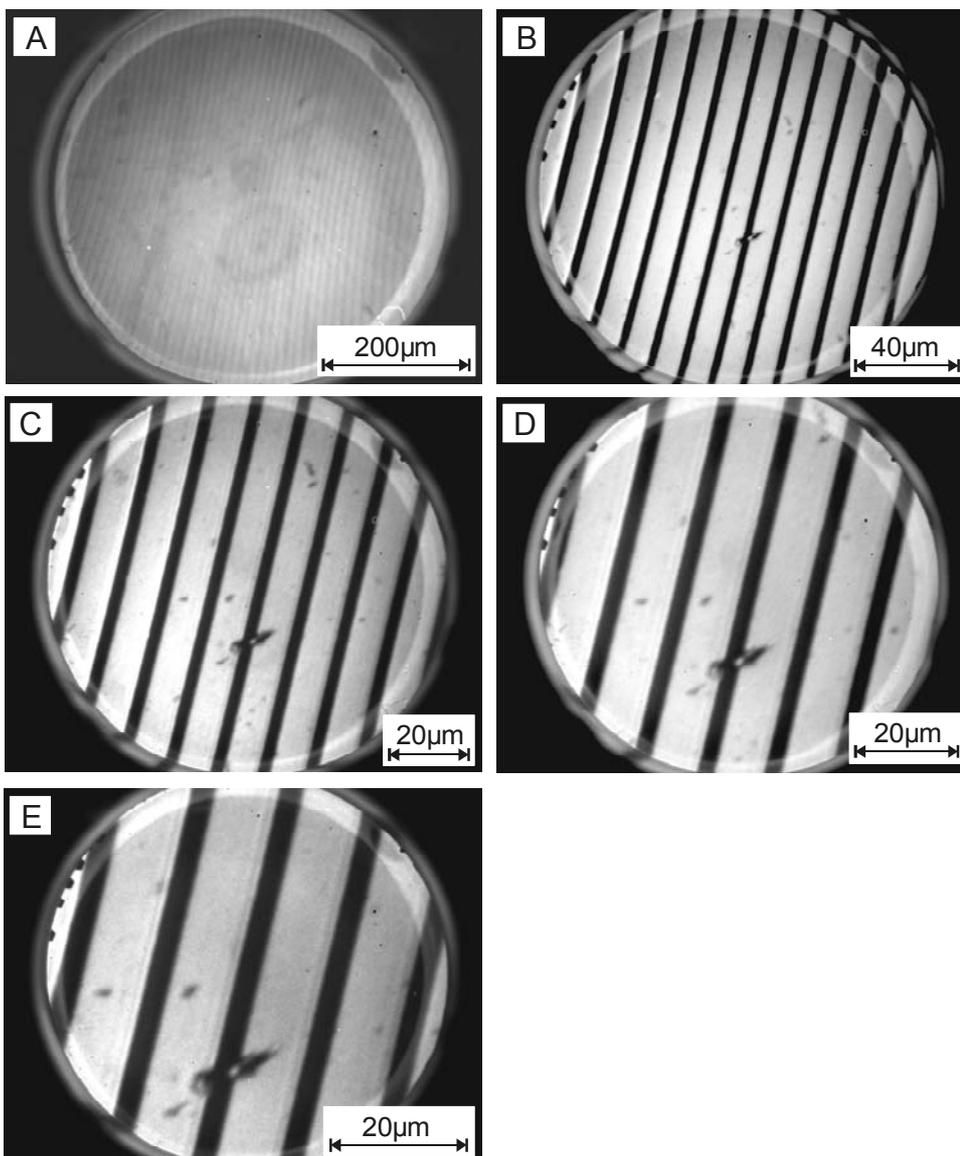


Abb. 4.4.1: Bildserie zur Demonstration des Abbildungsmaßstabs des PEEMs. Die Bildfelddiagonalen der verschiedenen mit einer UV-Lampe aufgenommenen Bilder betragen 580µm bei A), 168µm bei B), 114µm bei C), 82µm bei D) und 63µm bei E).

Die zu erreichenden Bildfelder haben Durchmesser zwischen $580\mu\text{m}$ (A), aufgenommen bei einer Extraktorspannung von 244V , und $63\mu\text{m}$ (E), bei einer Extraktorspannung von 11kV . Die Bilder mit den dazwischenliegenden Bildfeldgrößen wurden ebenfalls bei einer Extraktorspannung von 11kV aufgenommen. Die Variation erfolgte über die Änderung der Spannung am Projektiv 2 zwischen 300V (B) und 0V (E).

4.5 Auflösung des PEEMs

Die laterale Auflösung [201] im PEEM hängt neben den elektronenoptischen Einstellungen (Extraktorspannung etc.) und der Anregungsenergie sehr stark von der Probe ab [202]. Der chemische Kontrast und die Oberflächenbeschaffenheit haben entscheidenden Einfluß auf die Auflösung [203].

Zur Charakterisierung des PEEMs wurde ein Si-Wafer mit aufliegenden Pd-Streifen mit einer Periode von $13.43\mu\text{m}$ verwendet. Diese Probe zeigt einen hohen Kontrast zwischen Si und Pd. Aus einem Line-Scan der Intensität über mehrere Perioden kann das Auflösungsvermögen nach dem Rayleigh-Kriterium bestimmt werden. Dazu wird (Abb. 4.5.1) durch die zu messende Kante des Intensitätsprofils eine Gerade gelegt, die diese repräsentiert. Die beiden Maximalniveaus an der Kante werden ebenfalls durch eine Gerade ersetzt. Bei einer Entfernung, die 13% der Kantenhöhe H beträgt, werden ober- und unterhalb der beiden Kantenniveaus dazu parallele Geraden gezogen. Der horizontale Abstand der Schnittpunkte zwischen diesen Geraden und der Geraden, die die Meßkurve repräsentiert, ergibt die laterale Auflösung X des Mikroskops an dieser Kante. Diese Methode entspricht dem Rayleigh-Kriterium.

Bei Beleuchtung mit einer Hg-Lampe wird das beste Auflösungsvermögen erreicht. Bei hochenergetischer Strahlung um 98eV ist das Auflösungsvermögen bei kleinem Monochromator-Austrittsspalt ($200\mu\text{m}$) besser als bei großem Spalt ($400\mu\text{m}$). Dies ist auf die energetische Bandbreite der emittierten Elektronen zurückzuführen. Die Hg-Lampe ($h\nu=4.9\text{eV}$) löst nur Valenzelektronen aus den Pd-Streifen aus. Aus dem Si-Untergrund können keine Elektronen emittieren, weil die Austrittsarbeitsschwelle von Si oberhalb von 4.9eV liegt. Die emittierten Elektronen aus den Pd-Atomen werden innerhalb einer sehr schmalen kinetischen Energieverteilung emittiert. Der chromatische Fehler im PEEM wird dadurch minimiert. Bei der hochenergetischen Strahlung beträgt die Breite der Energieverteilung dagegen einige eV. Bei großem Austrittsspalt wird diese Verbreiterung

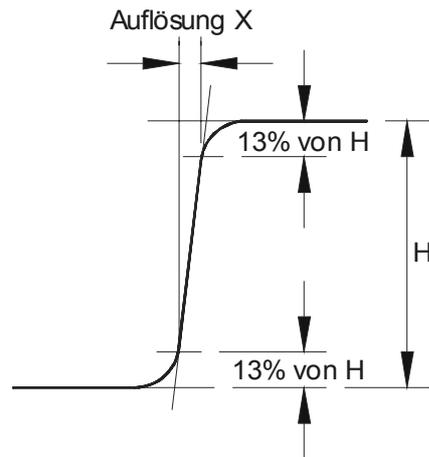


Abb. 4.5.1: Bestimmung der Auflösung an einer Kante. Die Auflösung X ist die horizontale Entfernung der Schnittpunkte des Intensitätsscans mit den Geraden, die 13% ober- bzw. unterhalb der beiden Niveaus liegen.

noch verstärkt, weil eine breitere Photonenenergieverteilung zur Emission der Elektronen beiträgt.

Die gemessene Auflösung von minimal (730 ± 50) nm liegt etwa eine Größenordnung oberhalb des vom Hersteller spezifizierten Werts von < 40 nm [204]. Dies ist auf eine nicht zu korrigierende Fehljustage der Linsenelemente des Objektivs untereinander zurückzuführen.

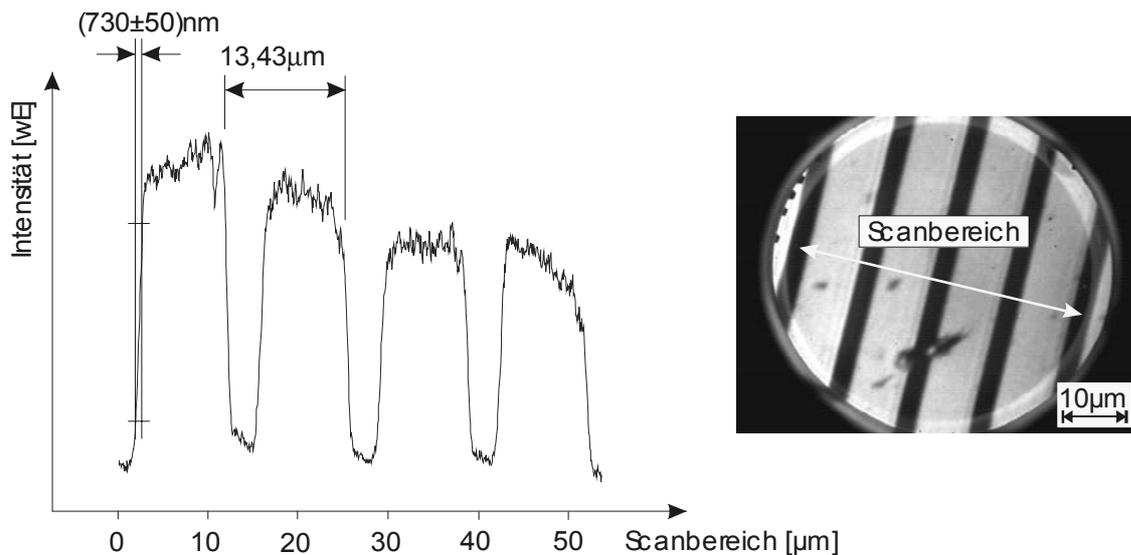


Abb. 4.5.2: Linenscan der Intensität über Pd-Streifen auf Si. Die Beleuchtung der Probe erfolgte durch eine Hg-Kurzbogenlampe ($E=4,9$ eV).

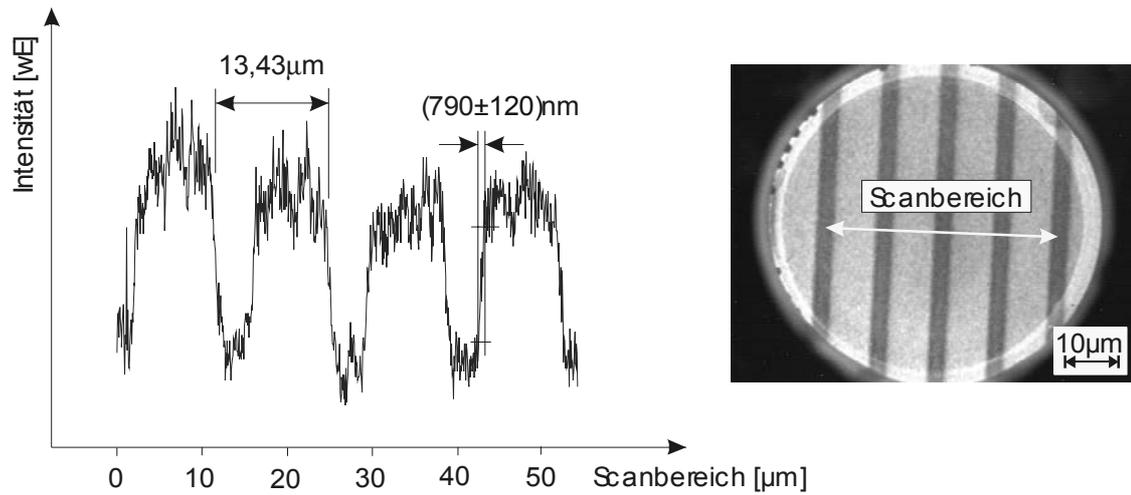


Abb. 4.5.3: Linescan der Intensität über Pd-Streifen auf Si. Die Beleuchtung der Probe erfolgte durch Synchrotronstrahlung bei 99eV. Die Spaltbreite des Monochromator-Austrittspalts betrug ca. 200 μm.

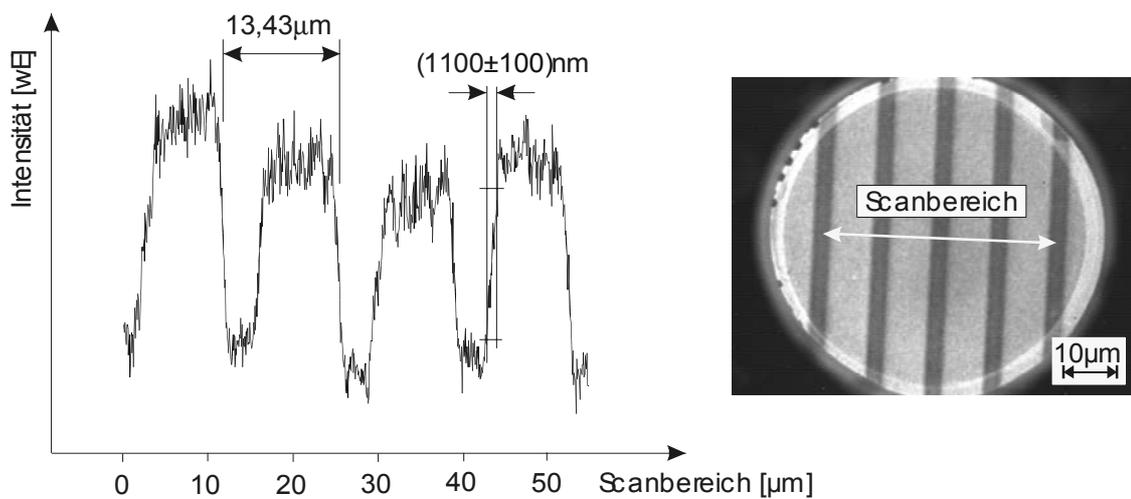


Abb. 4.5.4: Linescan der Intensität über Pd-Streifen auf Si. Die Beleuchtung der Probe erfolgte durch Synchrotronstrahlung bei 99eV. Die Spaltbreite des Monochromator-Austrittspalts betrug ca. 400 μm.

5 X-PEEM an organischen Inseln, Monoschichten und Metall-SAM- Doppelschichten auf Si

5.1 SAM aus Octadekylsiloxan auf Silizium

Ein Self Assembled Monolayer (SAM) ist eine selbstorganisierte Monolage aus Molekülen auf einer Oberfläche [205]. Eine aus Oktadekyltrichlorsilan (OTS) oder Oktadekyltriethoxysilan (OTES) erzeugte Schicht zeigt als SAM den in Abb. 5.1.1 gezeigten Aufbau [206].

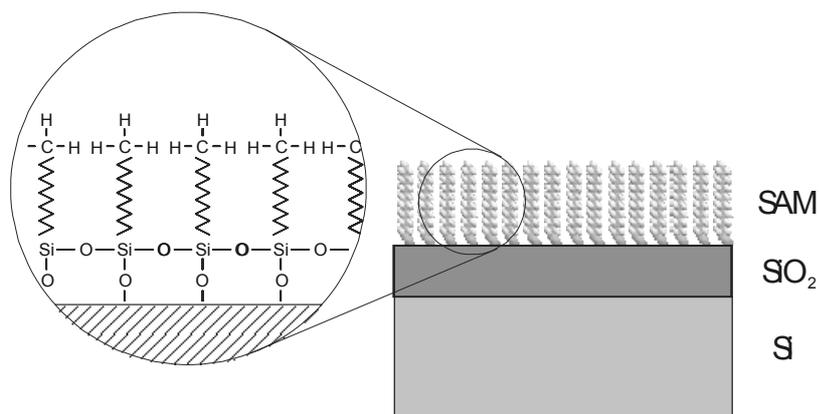


Abb. 5.1.1: SAM-Moleküle, hergestellt aus OTS oder OTES, auf der Oxidschicht eines Si-Wafers. Die Moleküle sind kovalent an die Oberfläche des Wafers gebunden. Die Kohlenwasserstoffketten bilden untereinander van der Waals-Bindungen aus.

Diese Moleküle bestehen wie die meisten SAM-Moleküle aus einer Kohlen-Wasserstoff-Kette mit einer Kopf- und einer Endgruppe. Bei OTS ist diese Kette 17 Kohlenstoffatome lang und verfügt über eine Trichlorsilankopf- und eine Methylendgruppe [207]. Bei OTES befinden sich an den Stellen der Chloratome Ethylgruppen (CH₂-CH₃-Moleküle) [208]. Während des Herstellungsprozesses wird eine Waferoberfläche mit natürlicher Oxidschicht hydroxiliert und anschließend mit OTS in Lösung in Kontakt gebracht [209],[210]. Dabei werden Chloridionen vom OTS und Hydroxidionen von der hydroxilierten Waferoberfläche abgespalten und gehen als HCl in Lösung. Die Si-Atome der verbleibenden OTS-Moleküle (OTS ist hier nicht mehr die korrekte Bezeichnung, weil die Chloratome abgespalten wurden.) mit nun drei offenen Bindungen gehen kovalente Bindungen zu Sauerstoffatomen der Waferoberfläche und der Nachbarmoleküle ein. Dadurch entsteht eine Monolage aus kovalent an die SiO₂-Schicht gebundenen Oktadecylsiloxan-Molekülen (ODS) [211]. Zwischen der SAM-Schicht und der Waferoberfläche kann auf verschiedene Art und Weisen Wasser gebunden werden [211]. Die Präparation mit OTES verläuft nach der gleichen Methode und erzeugt ebenfalls eine ODS-Monolage. Das Filmwachstum beginnt mit einigen großen Inseln, in deren Zwischenräumen viele, deutlich kleinere Inseln wachsen, bis schließlich eine geschlossene Monolage aus ODS-Molekülen erreicht ist [212],[213]. Diese Monolage ist eine, bis auf Defekte, geschlossene Schicht aus nahezu senkrecht stehenden Kohlenwasserstoffketten mit den Methyl-Endgruppen mit relativ großer mechanischer Stabilität gegenüber Erwärmung [214]-[216]. Abhängig vom Zeitpunkt des Abbruchs des Wachstumsprozesses können verschieden große Inseln oder geschlossene SAM-Filme erzeugt werden [217], [218]. Dabei eignet sich OTS besonders für geschlossene Schichten und OTES für Inselpräparationen [219].

5.2 Das System Cu/Si im PEEM

Eine Probe aus Si und Cu läßt sich im PEEM mit Hilfe zweier Kontraste abbilden. Bei der Schwellenphotoemission entsteht ein sehr scharfer Kontrast, weil die Austrittsarbeit von Si (5 eV für Si(111) [220]) oberhalb der Energie der anregenden Photonen (ca. 4,9 eV bei Verwendung einer Hg-Kurzbogenlampe) liegt, die von Cu aber unterhalb (4,59 eV bei (100)-Oberfläche, 4,48 eV bei (110) und 4,98 eV bei (111) [221]). Folglich werden nur aus Bereichen mit Cu-Bedeckung Elektronen ausgelöst. Bei Oberflächenbereichen, die aus Mischungen oder chemischen Verbindungen von Cu und Si bestehen, hängt die Elektronenausbeute vom Verhältnis der Elementanteile ab. Bei höheren Photonenenergien

hängt der Kontrast zwischen verschiedenen Bereichen der Probenoberfläche von der Photonenenergie ab. Werden Bilder direkt unterhalb der Si L₂- und L₃-Kante (99,42 eV bzw. 99,82 eV [222]) aufgenommen, so erscheint Cu deutlich heller als Si. Oberhalb der Kante ist die Emission von Elektronen aus dem Si aufgrund der erhöhten Absorption der Strahlung so weit gestiegen, daß sich der Kontrast umkehrt, Si also heller erscheint als Cu. Eine genauere Beschreibung dieses Effekts ist im Kapitel „5.5 Spektromikroskopie am System Cu/SiO₂/Si“ ausgeführt.

In dieser Arbeit wurden Proben untersucht, die aus einem Si(111)-Wafer mit aufgedampftem Cu bestehen. Um einen Bereich zu erzeugen, der nicht mit Cu bedampft wird, wurde ein Teil der Oberfläche abgedeckt. So entsteht eine Stufe zwischen Cu und Si. An dieser Stufe wird das elektrische Feld, das zwischen Probe und Extraktorelektrode besteht, durch die unterschiedlichen Höhen der Bereiche und durch Kontaktpotentialdifferenzen gekrümmt [223]. Diese Krümmung des Feldes begrenzt die Auflösung in diesem Probenbereich.

5.3 Das System ODS/Si im PEEM

Bei der Schwellenphotoemission verhält sich der Kontrast zwischen ODS und Si ähnlich wie bei Cu und Si. Die Austrittsarbeit von ODS liegt so niedrig, daß bei Photonenenergien unterhalb von 4,9eV im Gegensatz zu Si bereits Photoelektronen ausgelöst werden [224].

Bei höheren Photonenenergien nimmt die Emission aus ODS ab, weil der Absorptionskoeffizient von CH₂ klein wird. Da die ODS-Moleküle zusätzlich noch sehr dünne Schichten ergeben, ist die Emission aus ihnen gering. Photoelektronen, die aus Si bzw. SiO₂-Schichten unterhalb der ODS-Schicht stammen, werden durch Streuung an den Atomen der ODS-Schicht unterdrückt. Folglich ist der Kontrast zwischen ODS und Si bei diesen Photonenenergien im PEEM gering, aber ausreichend, um die Verteilung der Materialien auf der Probenoberfläche abzubilden.

5.4 Interdiffusion von Cu und Si

Schichtsysteme aus Cu und Si interdiffundieren [225]-[227]. Während des Interdiffusionsprozesses entstehen abhängig von den Prozessparametern unter anderen die Kupfersilizide Cu₃Si, Cu₁₅Si₄ oder Cu₅Si [228]. Weitere Verbindungen sind ebenfalls möglich, aber bei den hier untersuchten Prozessen mit Temperaturen <400°C mit nur sehr

geringem Anteil vorhanden. Die Vermischung der beiden Elemente findet im wesentlichen in der Cu-Schicht statt [229].

Dieser Effekt kann mit verschiedenen Methoden untersucht werden [230],[231]. Eine Methode ist die Photoelektronen-Emissionsmikroskopie, die eine lateral ausgedehnte Beobachtung in Echtzeit ermöglicht. Als Indikator der Interdiffusion wird die Änderung des Kontrastes zwischen den Schichtsystemen Cu/SiO₂/Si bzw. SiO₂/Si genutzt. Sie wird durch die Änderung der chemischen Beschaffenheit der Probenoberfläche aufgrund der Interdiffusion des Schichtsystems verursacht.

5.5 Spektromikroskopie am System Cu/SiO₂/Si

In PEEM-Bildern des Systems Cu/SiO₂/Si lassen sich Kontraste zwischen Si und Cu durch die Bildung von Differenzbildern an der Si-Kante deutlich erhöhen. Dazu wird ein Bild, das bei einer Photonenenergie unterhalb der Si-L-Kante (ca. 99,8 eV) aufgenommen wurde, pixelweise von einem Bild, das bei Photonenenergien oberhalb der Kante aufgenommen wurde,

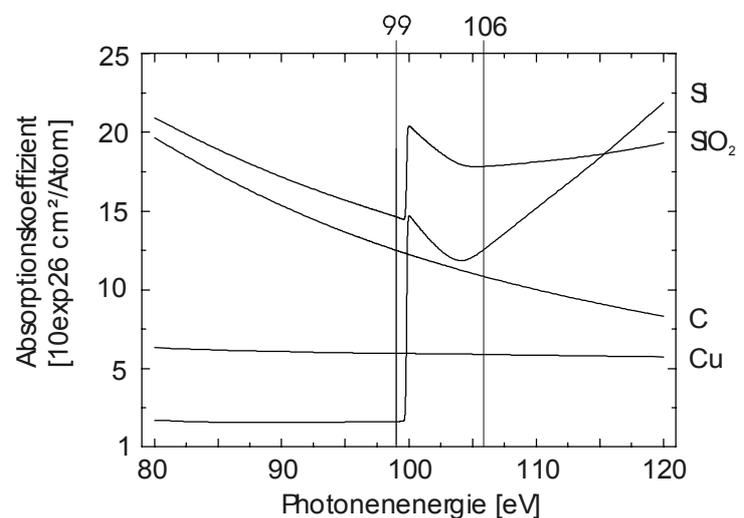


Abb. 5.5.1 : Absorptionskoeffizienten an der Si-L-Kante. Die Koeffizienten stehen in annähernd linearem Zusammenhang zu den Photoelektronenausbeuten im PEEM [232].

abgezogen. An der Kante steigt die Elektronenausbeute aus dem Si sprunghaft an. Dies ist auf die Änderung des Photonenabsorptionskoeffizienten (s. Abb. 5.5.1) von Si zurückzuführen. Zwischen diesem und der Elektronenausbeute besteht ein annähernd linearer Zusammenhang [233]. Die Absorptionskoeffizienten für Cu und CH₂ ändern sich an der Si-L-Kante kaum, wogegen bei Si und SiO₂ ein Sprung zu erkennen ist. Dadurch ändert sich die Elektronenausbeute aus Cu bzw. CH₂ und somit die Helligkeit in diesen Bildbereichen bei Überschreiten der Kante nur sehr wenig. Die Bereiche, in denen Si bzw. SiO₂ an der Probenoberfläche zu finden ist, werden deutlich heller. Dies geht soweit, daß Si heller erscheint als Cu bzw. CH₂ im Gegensatz zu den Bildern, die mit $h\nu < 99,8$ eV aufgenommen wurden. Dabei ist die Intensität der Elektronenemission proportional zu den

Absorptionskoeffizienten mit elementabhängigen Proportionalitätsfaktoren. Dieser Effekt ist dadurch begründet, daß die Intensität der Elektronenemission aus den einzelnen Probenbereichen auch von der Sekundärelektronen-Ausbeute abhängt, die für unterschiedliche Materialien variiert.

Bildet man nun die Differenz von Aufnahmen vor und hinter der Si-L-Kante, wird der Intensitätskontrast der Bereiche herausgearbeitet, und die Si-Anteile auf der Probenoberfläche können identifiziert werden (s. Abb. 5.5.2). Vor der Differenzbildung müssen die Intensitätsänderungen berücksichtigt werden, die nicht durch die Änderung der Photonenenergie verursacht wurden. Diese sind z. B. Änderungen des Photonenflusses

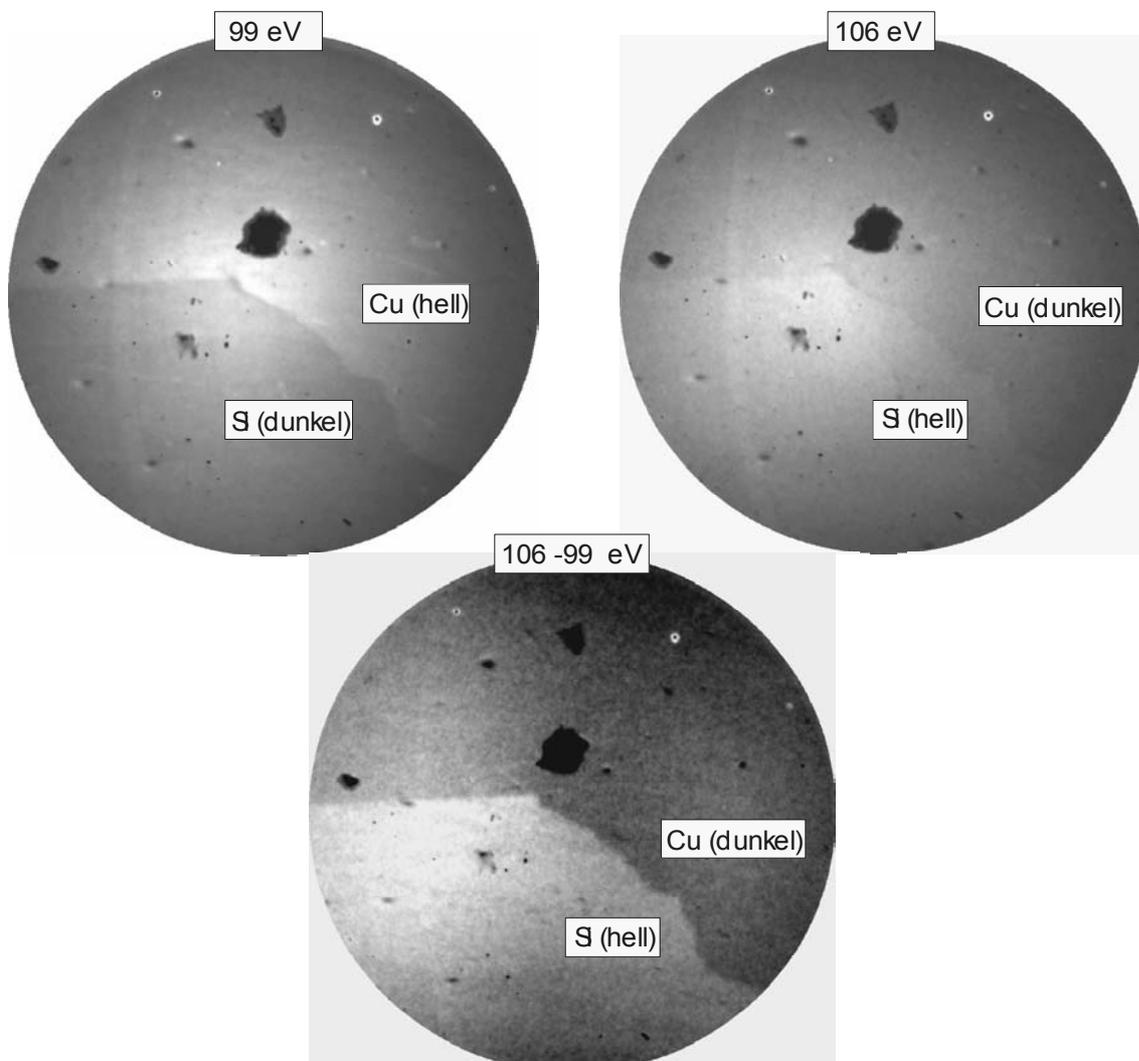


Abb. 5.5.2: Cu auf Si bei Photonenenergien von 99 eV und 106 eV. Im Differenzbild erscheinen die Si-Anteile sehr hell, die Cu-Anteile dunkel. Der Kontrast zwischen den beiden Bereichen ist im Gegensatz zu den Einzelbildern stark erhöht.

bedingt durch Änderung des Ringstromes im Speicherring und der Einbruch des Photonenflusses hinter der Si-L-Kante bedingt durch die Multilayerreflektivität der Monochromatoroptiken. Um diese Effekte auszugleichen, müssen die einzelnen Bildintensitäten normiert werden. Unter der Annahme, daß im Bereich der Cu-Bedeckung durch den Photonenenergiewechsel keine Änderung der Intensität erfolgt, sondern nur durch den Einbruch des Photonenflusses an der Kante, kann dieser Effekt durch eine Normierung der Intensität eliminiert werden. Ist die Änderung des Ringstroms bekannt, kann auch dieser Effekt durch eine Multiplikation der Intensität mit einem entsprechenden Faktor eliminiert werden.

5.6 Auswirkung von thermischer Belastung auf das Schichtsystem Cu/SiO₂/Si

Die hier untersuchte Probe besteht aus einem Si(111)-Wafer mit nativer Oxidschicht, auf die in einer Präparationskammer aus einem elektronenstrahlgeheizten Wolfram-Tiegel Kupfer mit einer Reinheit von >99,9% aufgedampft wurde. Der Basisdruck in der Kammer während dieses Vorgangs betrug $1 \cdot 10^{-7}$ mbar.

Um den Intensitätskontrast zwischen einem Cu-bedeckten und –unbedeckten Bereich bei der Abbildung im PEEM detektieren zu können, wurde vor dem Bedampfen ein Si-Bruchstück, das eine sehr scharfe Bruchkante hat, auf der Probe befestigt. Nach dem Bedampfungsvorgang wurde dieses Stückchen im Vakuum mit einem Wobblestick entfernt, so daß eine scharfe Kante zwischen dem Cu-bedeckten und –unbedeckten Bereich entstand. Die beiden verschiedenen Schichtsysteme haben damit folgende Form erhalten: SiO₂(ca.2nm)/Si und Cu(<5nm)/SiO₂(ca.2nm)/Si. Nach dem Aufbringen des Kupfers wurde die Probe in das PEEM transferiert und dort mit Synchrotronlicht unterschiedlicher Wellenlänge beleuchtet. Verschiedene Heizzyklen (s. Abb. 5.6.1) wurden durchlaufen: 5min bei 160°C / 5min bei 200°C / 5min bei 300°C / 5min bei 350°C. Die Heizung im PEEM wurde nur als Strahlungsheizung verwendet, das heißt, das Probenpotential lag auf Masse.

Zwischen den einzelnen Hochtemperaturphasen wurden Bilder der abgekühlten Probe aufgenommen. Diese sind in Abb. 5.6.2 zu sehen. Die Aufnahmen bei Photonenenergien vor der Si-L-Kante zeigen den erwarteten Hell-Dunkel-Kontrast zwischen Si und Cu. Bei Wechsel zu größeren Photonenenergien hinter der Si-L-Kante wechselt der Kontrast wie im Abschnitt 4.5 beschrieben. Zur besseren Detektion des Kontrastes wurden die Bilder nach der

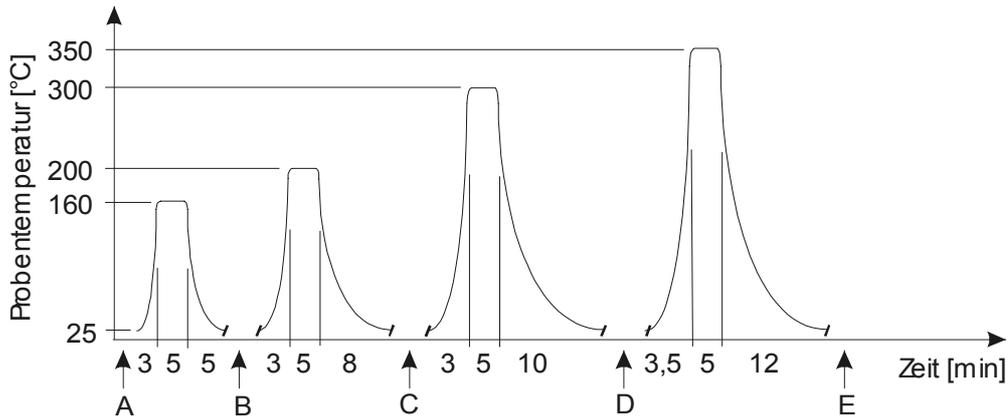
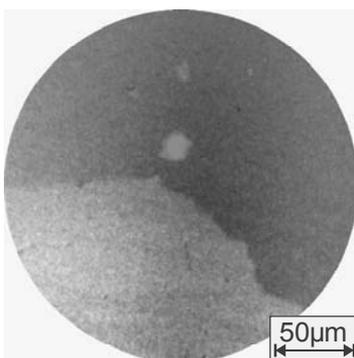
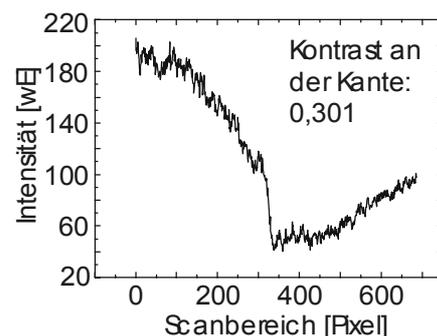


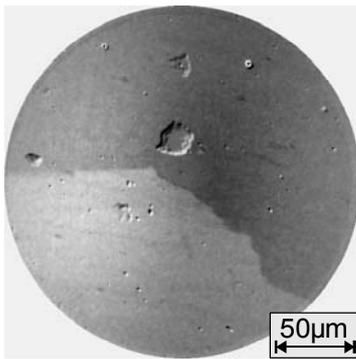
Abb. 5.6.1: Heizzyklus des Schichtsystems Si/SiO₂/Cu. Nach jedem Abkühlen wurden Aufnahmen bei verschiedenen Photonenenergien gemacht.

oben beschriebenen Methode der Differenzbildung behandelt. Die verwendeten Photonenenergien lagen direkt vor (98,7 eV) und hinter (106,0) eV der Si-L-Kante. Die „niederenergetischen“ Bilder wurden von den „hochenergetischen“ pixelweise abgezogen. Dadurch erscheinen die Si-Bereiche der Oberfläche deutlich heller als die mit Cu bedeckten Teile der Oberfläche. Nach einer Erhitzung der Probe auf 300°C ist ein signifikanter Einbruch des Kontrastes zwischen der Cu-bedeckten und unbedeckten Oberfläche zu erkennen. Durch einen Scan der Intensitäten entlang einer Linie kann dieser Kontrasteinbruch quantifiziert werden. Die Differenz der Intensitätswerte an der Bedampfungskante dividiert durch die Summe der Werte ergibt den Intensitätskontrast. Oberhalb von 200°C nimmt er plötzlich um eine Größenordnung von 0,213 auf 0,029 ab. Aufgrund des Rauschens der Meßkurve ist die Ungenauigkeit der Kontrastwerte sehr hoch (bis zu 50%). Eine weitere Fehlerquelle liegt in der Überdeckung der beiden voneinander abgezogenen Bilder. Durch thermische Drift kann sich der Bildausschnitt der Probenoberfläche verschieben. Dieser Effekt kann nicht vollständig ausgeglichen werden, wodurch die Bedampfungskante im Differenzbild an Schärfe verliert. Trotzdem kann der Einbruch des Kontrastes beobachtet werden, weil der Meßeffect deutlich größer als die Unsicherheit ist.

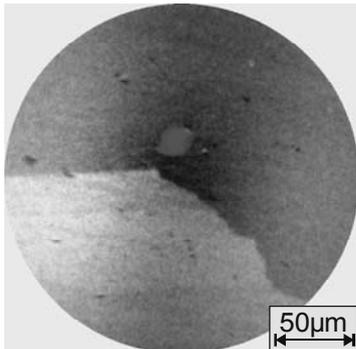
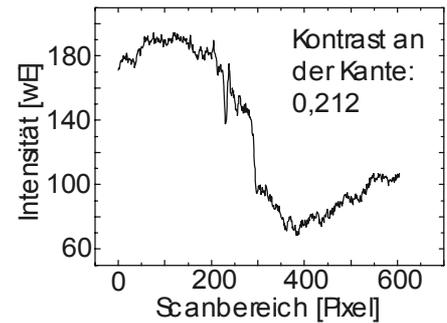


Aufnahme an der Bedampfungskante vor dem Aufheizen der Probe (Heizzustand A). Ein über mehrere Scans gemittelter Linescan der Intensität vom unbedeckten Bereich (hell) über die Kante zum Cu-bedeckten Bereich (dunkel) zeigt die Intensitätsverteilung in diesem Bereich. Die genaue Position der Scanlinie ist weiter unten zu sehen.

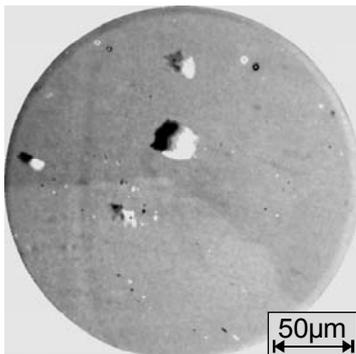
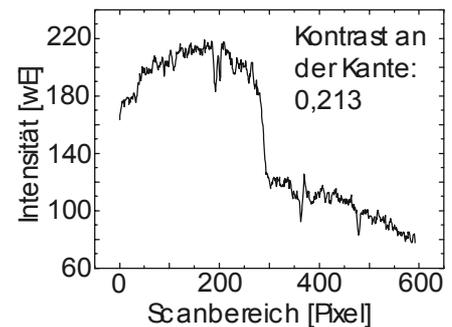




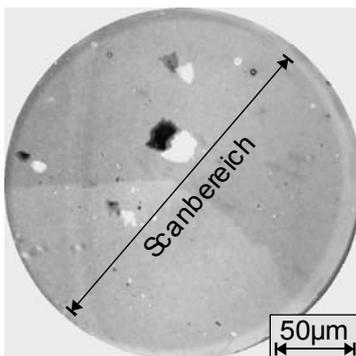
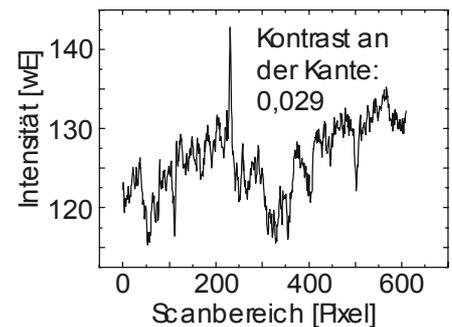
Probe im Heizzustand B, nach Aufheizen auf 160°C und nachfolgendem Abkühlen.



Probe im Zustand C, nach Aufheizen auf die Temperaturen 160°C und 200°C.



Probe im Zustand D. Im Bild und im Linescan ist ein deutlicher Einbruch des Intensitätsunterschieds zu erkennen.



Probe im Zustand E. Der Intensitätsunterschied an der Bedampfungskante hat sich im Vergleich zum Bild des Zustandes D nicht signifikant geändert.

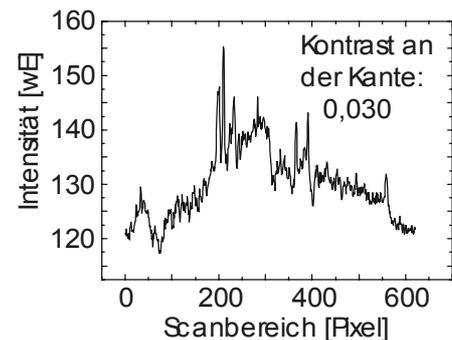


Abb. 5.6.2: Kontraständerung zwischen Cu-bedeckter und -unbedeckter Si(111)-Wafer-Oberfläche durch thermische Belastung. Alle Bilder sind durch Differenzbildung von Aufnahmen bei Photonenenergien vor (98,7 eV) und hinter (106,6 eV) der Si-L-Kante entstanden. Die Angaben der Temperaturbehandlung beziehen sich auf Abb. 5.6.1. Der Durchmesser des gesamten Bildfeldes beträgt jeweils 260µm.

5.7 Auswirkung von thermischer Belastung auf das Schichtsystem Cu/SAM/ SiO₂/Si

Dieses Schichtsystem wurde ebenfalls auf einen Si(111)-Wafer mit Oxidschicht aufgebracht. Auf einer geschlossenen SAM-Schicht aus OTS-Molekülen auf der Oberfläche des Wafers wurde wie oben ein Cu-bedeckter und -unbedeckter Bereich mit einem Verdampfer erzeugt. Zusätzlich wurden vor dem Bedampfen mit einer Stahlnadel einige Strukturen in die SAM-Schicht eingebracht. Die

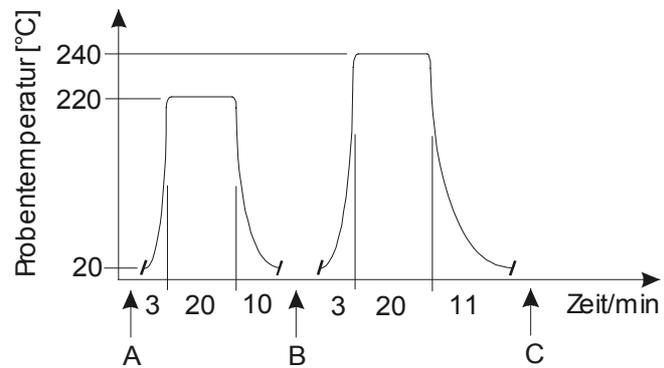


Abb. 5.7.1: Heizzyklus des Schichtsystems Cu/ODS/SiO₂/Si. Zwischen Abkühlen und Aufheizen wurden Aufnahmen bei unterschiedlichen Photonenenergien gemacht.

Nadel verletzte dabei die SAM-Schicht, während die Si- bzw. SiO₂-Schicht unversehrt blieb. Es ist bisher ungeklärt, ob die SAM-Schicht vollständig entfernt wurde.

Unter der Annahme, daß die ODS-Schicht vollständig entfernt wurde, ergeben sich drei Schichtsysteme. (1) ODS(2nm)/SiO₂(2nm)/Si, (2) Cu(<5nm)/ODS(2nm)/SiO₂(2nm)/Si und (3) Cu(<5nm)/SiO₂(2nm)/Si.

Aufnahmen mit verschiedenen Beleuchtungswellenlängen wurden in dem in Abb. 5.7.1 zu sehenden Heizzyklus gemacht. Die Bilder dieses Schichtsystems zeigen keine Kontrastumkehr zwischen den Cu-bedeckten (2) und unbedeckten Bereichen (1) bei Wechsel der Photonenenergie zwischen Energien vor und hinter der Si-L-Kante wie in Abb. 5.7.2 ersichtlich. Dieser Effekt beruht darauf, daß die hochenergetische Strahlung die ca. 2nm dicke ODS-Schicht fast ungehindert passieren kann, die aus dem darunter liegenden Si ausgelösten Elektronen aber nicht. Durch Streuprozesse gehen viele Elektronen für die Abbildung im PEEM verloren. Daher existiert lediglich eine Kontrastschwächung, aber keine Umkehrung. Folglich ist im wesentlichen der Kontrast zwischen ODS und Cu zu beobachten. Bei dieser Probe ist eine Differenzbildung wie in Abschnitt 4.5 beschrieben nicht sinnvoll. Die Detektion der Kontraständerung kann nur bei einer Photonenenergie erfolgen. In der Folge der Bilder, die bei einer Photonenenergie von 98,7 eV aufgenommen wurden, zeigt sich keine Änderung des Kontrastes zwischen diesen Bereichen. Somit haben die Heizzyklen keinen meßbaren Einfluß auf die chemische Beschaffenheit der Probenoberflächen (s. Abb. 5.7.3).

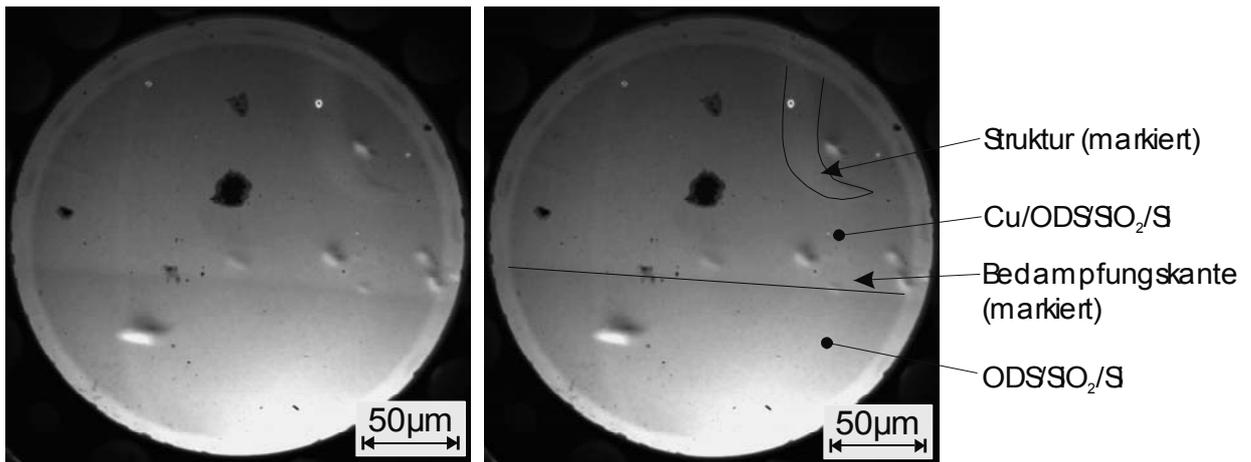
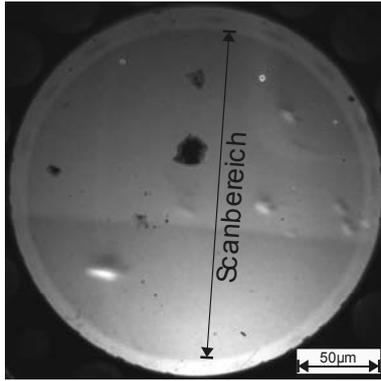
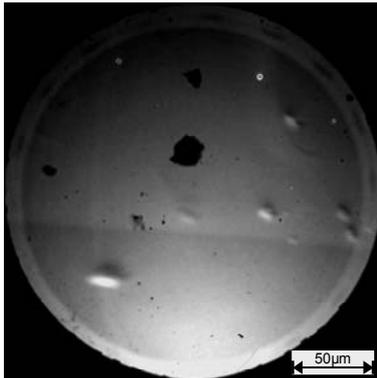
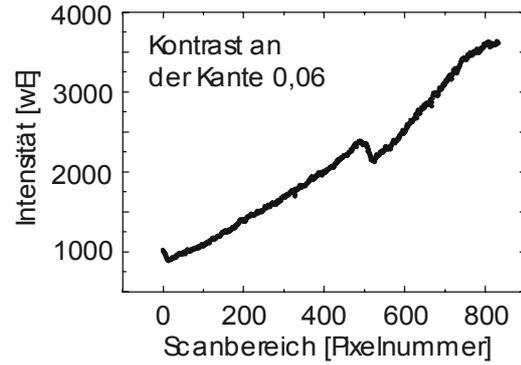


Abb. 5.7.2: Cu auf ODS auf SiO₂ (hell) und ODS auf SiO₂ (dunkel) bei Photonenergien von 98,7 eV (links) und 106,6 eV (rechts). Die durch die Si-Anteile der Oberfläche zu erwartende Kontrastumkehr bei Wechsel der Photonenergie wird durch die ODS-Bedeckung unterdrückt.

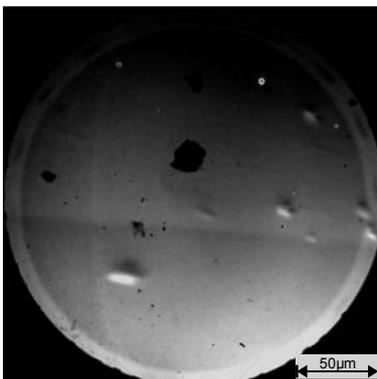
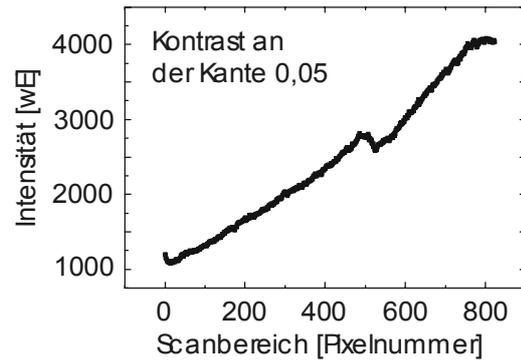
Bei der Betrachtung der Struktur (s. Abb. 5.7.4) in der SAM-Schicht zeigt sich ein anderes Verhalten. Im Verlauf der Heizzyklen sinkt der Kontrast zwischen dem ODS-bedeckten Bereich und der unbedeckten Struktur, die beide von Cu überdeckt werden. Die Intensität aus der Struktur nimmt über die Heizzyklen hinweg soweit ab, daß sie unter den Wert der Intensität neben der Struktur fällt (s. Abb. 5.7.5). Die Schichtsysteme (2) Cu(<5nm)/ODS(2nm)/SiO₂(2nm)/Si und (3) Cu(<5nm)/SiO₂(2nm)/Si zeigen ein unterschiedliches Verhalten relativ zum Schichtsystem (1) ODS(2nm)/SiO₂(2nm)/Si. Während zwischen den Systemen (1) und (2) keine signifikante Änderung über die Heizzyklen hinweg festzustellen ist, ändert sich der Kontrast zwischen (2) und (3) und somit auch zwischen (1) und (3) deutlich.



Probe vor dem Heizen (A). Der Kontrast an der Bedampfungskante beträgt 0,06.



Probe im Heizzustand B. Der Kontrast an der Bedampfungskante beträgt 0,05.



Probe im Heizzustand C. Der Kontrast an der Bedampfungskante beträgt wie im Zustand B 0,05.

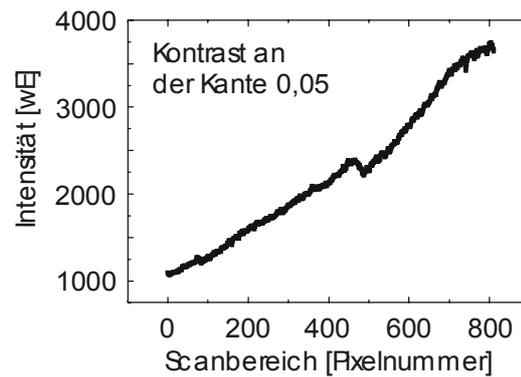


Abb. 5.7.3: Cu auf ODS auf SiO₂ (hell) und ODS auf SiO₂ (dunkel) aufgenommen bei einer Photonenenergie von 98,7 eV über mehrere Heizzyklen. Die Heizzustände A,B und C beziehen sich auf Abb. 5.7.1.

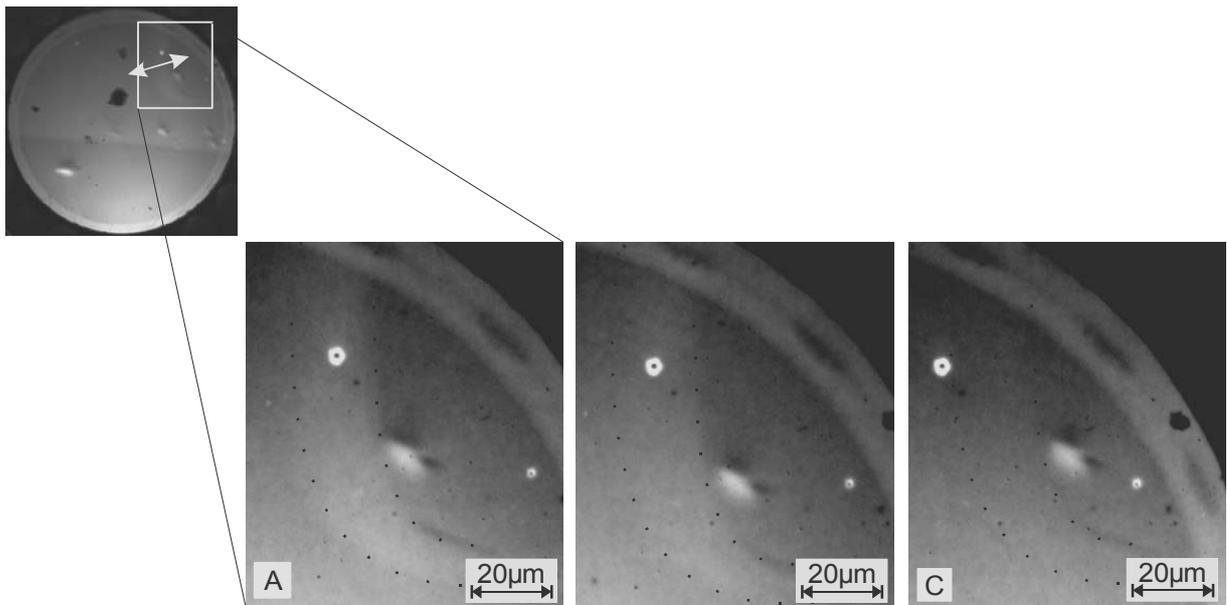


Abb. 5.7.4: Cu auf strukturiertem ODS (Kratzer, durch punktierte Linie markiert) auf SiO_2 mit Photonen der Energie 98,7 eV abgebildet. Die Bilder entsprechen den Heizzuständen A (links), B (Mitte) und C (rechts) aus Abb. 5.7.1.

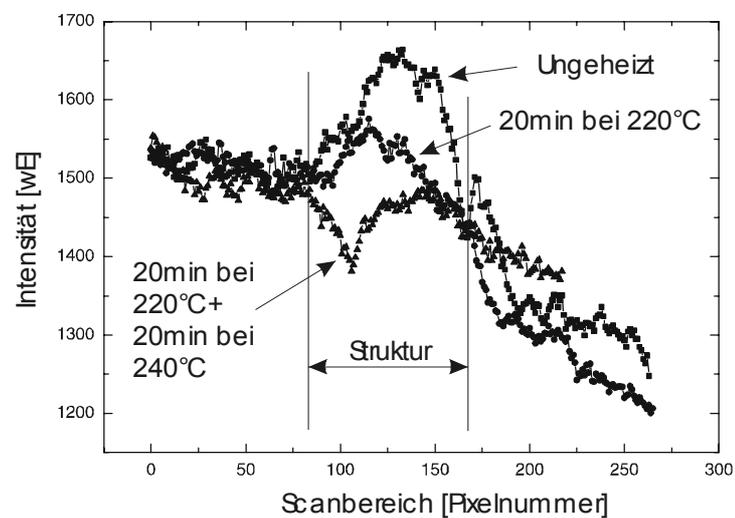


Abb. 5.7.5: Scan der Intensitäten über den Bereich der Struktur hinweg. Die Intensität im Bereich des Kratzers fällt durch die Temperatureinwirkung unter das Niveau der Umgebung. Hier hat im Gegensatz zur Umgebung eine Änderung der chemischen Beschaffenheit stattgefunden.

5.8 ODS-Inselstrukturen auf Si

Inselstrukturen wurden aus Oktadecyltriethoxysilan (OTES) präpariert. Diese ODS-Moleküle bilden ausgeprägte Inselstrukturen bevor sie zu einem geschlossenen Film zusammenwachsen. Abhängig von der Inkubationszeit ist die Oberfläche eines Si-Wafers mehr oder weniger von diesen Inseln bedeckt. Eine Vermessung der Oberfläche mit einem AFM (Atomic Force Microscope) zeigt diese Verteilung in Abb. 5.8.1 mit hoher Auflösung. Diese Strukturen können auch im PEEM wie in Abb. 5.8.2 ersichtlich abgebildet werden. Aufgrund des schlechten Auflösungsvermögens des vorhandenen PEEMs können die kleinen Inseln nicht aufgelöst werden. Die in Abb. 5.8.2 gezeigte Probe ist wie in Abb. 5.8.1 ein Si (111) Wafer mit aufgetragenen ODS-Inseln. Für die Abbildung im PEEM wurde ein Si-Bruchstück als Bedampfungskante aufgeklebt und im Vakuum mit Cu bedampft. Nach dem Entfernen des Si-Stückchens wurde die Probe mit einer Hg-Kurzbogenlampe ($h\nu = 4,9 \text{ eV}$) im PEEM beleuchtet und abgebildet. Der Kontrast wird durch den Austrittsarbeitkontrast dominiert. Deutlich ist die Kante zwischen dem mit Cu bedampften Bereich (hell) und dem unbedampften Bereich (dunkel) zu erkennen. In diesen Bereichen sind die Inseln hell hervorgehoben. Da die Cu-Schicht sehr dünn ist ($< 5 \text{ nm}$), sind die Inseln, die unter ihr liegen, ebenfalls gut zu erkennen. Die vereinzelt, sehr hellen Punkte auf der Aufnahme entstehen durch Partikel auf der Probenoberfläche. An ihnen entstehen extreme Feldstärken des

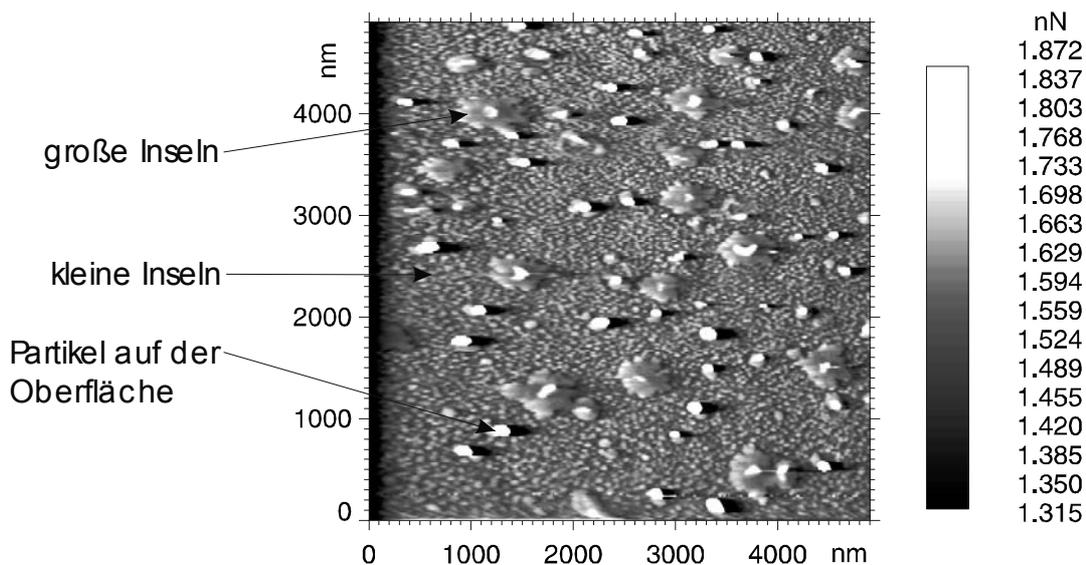


Abb. 5.8.1: Inselstrukturen aus ODS auf einem Si(111)-Wafer. Das Bild wurde mit einem AFM aufgenommen. Neben einigen großen Inseln mit Größen um 500nm und Höhen von ca. 2nm existieren viele kleine Inseln.

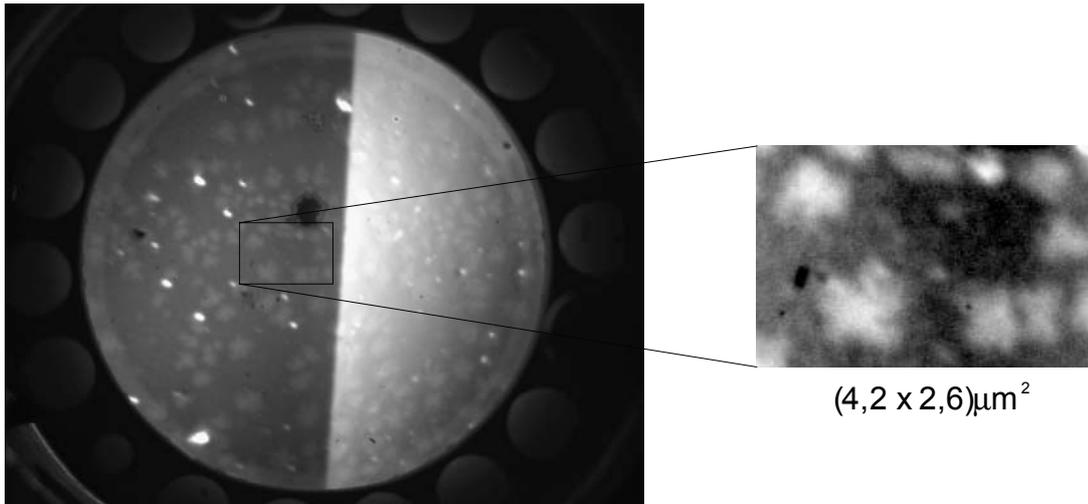


Abb. 5.8.2: ODS-Inseln auf Si(111)Wafer. Das Bild wurde mit einer Hg-Kurzbogenlampe aufgenommen, die Strahlung mit einer Energie bis 4,9eV liefert. Deshalb erscheint Si dunkel und Cu hell. Auch die großen ODS-Inseln sind erkennbar, weil ihre Austrittsarbeit unterhalb von 4,9eV liegt.

elektrischen Feldes zwischen Probe und Extraktorlinse, die zu den sehr starken Elektronenemissionen führen. Die Dominanz des Austrittsarbeitkontrastes rührt daher, daß bis auf die Partikel auf der Probenoberfläche keine großen Unebenheiten existieren. Sind Unebenheiten vorhanden, verschiebt sich die Dominanz der Kontraste. In Abb. 5.8.3 ist eine Probe mit annähernd gleicher Präparation der Inseln wie oben aber ohne Cu-Bedeckung zu sehen (Parameter wie Luftdruck und Luftfeuchtigkeit etc. wurden bei der Präparation nicht berücksichtigt). An einem Kratzer in der SiO₂-Schicht haben sich während der Präparation ODS-Inseln angesammelt. Während die Inselverteilung auf den ebenen Probenbereichen statistisch ist, tritt an der Topologie des Kratzers eine Häufung auf (s. Abb. 5.8.4). Wird diese Probe mit Synchrotronstrahlung der Energien vor und hinter der Si-L-Kante (< 99,8 eV bzw. >99,8 eV) beleuchtet, ändert sich der Kontrast zwischen den Inseln und der Si-Unterlage. Bei einer Beleuchtung mit Energien vor der Kante tritt ein Materialkontrast zwischen den ODS-Molekülen und Si bzw. SiO₂ aufgrund der unterschiedlichen Emissionswahrscheinlichkeiten auf. Hinter der Si-Kante ist die

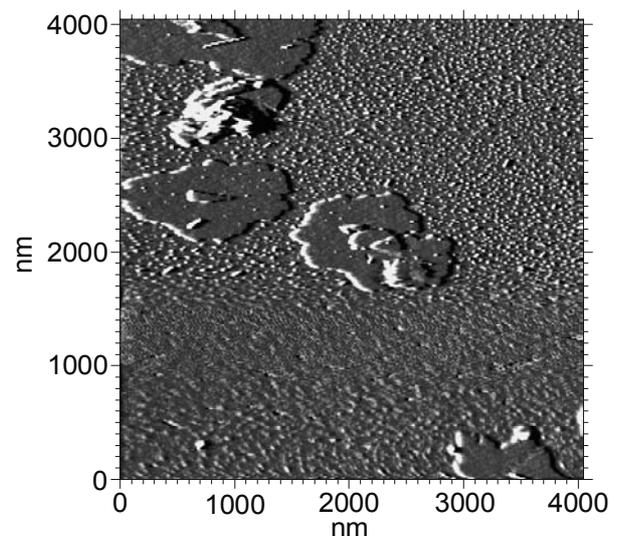
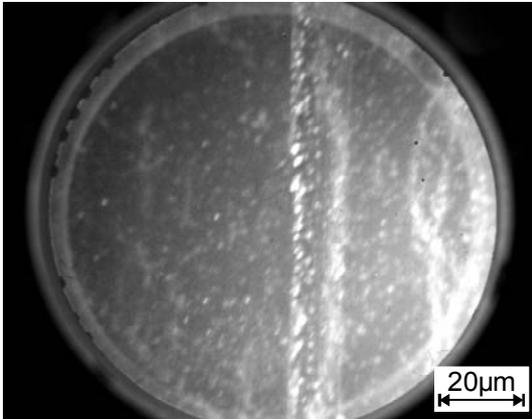
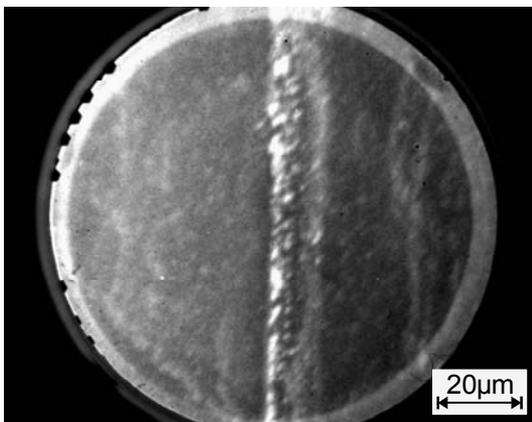


Abb. 5.8.3: ODS-Inselstrukturen auf Si(111)-Wafer. Die Aufnahme wurde mit einem AFM hergestellt.

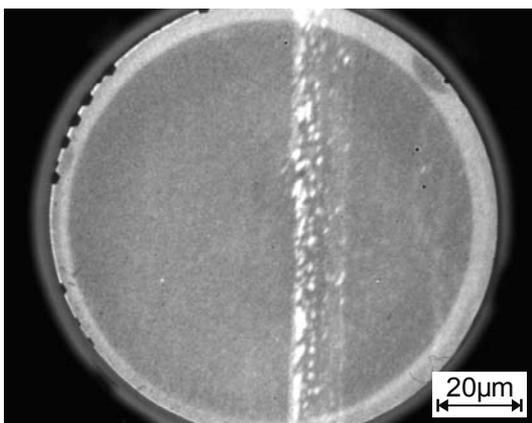
Emission aus dem Si so stark angestiegen, daß dieser Kontrast verschwindet. Auf den Topologiekontrast hat die Wellenlängenänderung wenig Einfluß. Aus diesem Grund ist die Anhäufung der Inseln an der Topologie des Kratzers in beiden Fällen zu sehen.



a) Beleuchtung der Probe mit $h\nu = 4,9$ eV. Der Kontrast zwischen den ODS-Inseln und der Si-Unterlage entsteht aufgrund der verschiedenen Austrittsarbeiten. Zusätzlich erzeugt die Struktur des Kratzers einen Topologiekontrast.



b) Beleuchtung der Probe mit $h\nu = 98,7$ eV. Der Kontrast zwischen den ODS-Inseln und der Si-Unterlage wird dominiert von einem Materialkontrast, der aufgrund der verschiedenen Emissionswahrscheinlichkeiten entsteht. Zusätzlich erzeugt die Struktur des Kratzers einen Topologiekontrast.



c) Beleuchtung der Probe mit $h\nu = 101,5$ eV. Der starke Anstieg der Elektronenemission aus dem Si bei dieser Beleuchtung zerstört den Kontrast zwischen den Kohlenwasserstoffketten des ODS und dem Si. Der Topologiekontrast an der Stelle des Kratzers bleibt aber erhalten. Dadurch sind Inseln, die sich am Kratzer angelagert haben, auch weiterhin sichtbar.

Abb. 5.8.3a-c: Demonstration der verschiedenen Kontraste bei Beleuchtung mit Photonen verschiedener Energie. Die Probe besteht aus einem Si-Wafer mit einem senkrechten Kratzer. Auf dieser Oberfläche wurden ODS-Inseln präpariert.

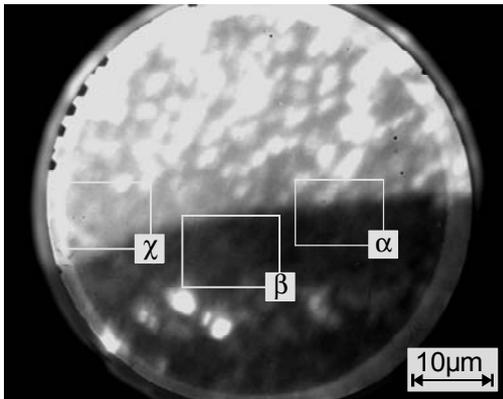
5.8.1 Auswirkung von thermischer Belastung auf das Schichtsystem

Cu/ODS-Inseln/SiO₂/Si

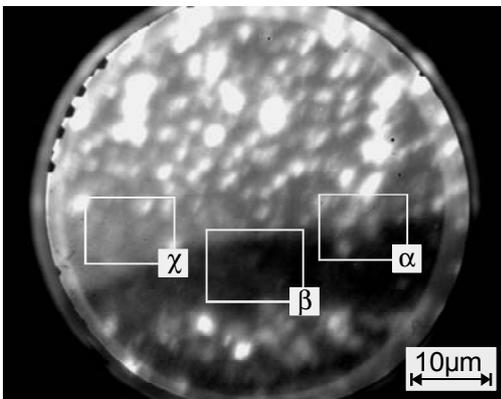
Verschiedene Proben mit Inselbedeckung wurden Heizzyklen unterworfen. Diese bestanden wie bei den flächig mit ODS bedeckten Proben aus einer kurzen Aufheizphase, einer Heizphase mit konstanter Temperatur und einer Abkühlphase. Vor den Aufheizphasen bzw. nach den Abkühlphasen wurden Bilder der Elektronenverteilung der Probenoberfläche aufgenommen. Wie in Abb. 5.8.1.1a-c zu sehen verändern sich die Inselstrukturen durch die Erwärmung. Die Kanten nehmen an Schärfe zu (Bereiche β und χ in Abb. 5.8.1.1), und einzelne Inseln scheinen größer zu werden (Bereich α in Abb. 5.8.1.1). Die Kontraste zwischen den einzelnen Bereichen ändern sich durch die Erhitzung ebenfalls. Werden die mit Cu bedeckten Bereiche und die angrenzenden, unbedeckten Bereiche betrachtet, so ist zu erkennen, daß der Kontrast durch die Temperaturbehandlung abnimmt. Der Kontrast zwischen den Inselstrukturen und der entsprechenden Unterlage nimmt zu. Ein signifikanter Unterschied in der Kontraständerung zwischen Inseln und Unterlage, die auf Cu-bedeckten und -unbedeckten Bereichen liegen, ist nicht festzustellen.

Die Kontraständerung zwischen den Cu-bedeckten und -unbedeckten Bereichen ist besonders deutlich zu erkennen, wenn die Skalierung der Graustufenverteilung der Bilder so gewählt wird, daß der unbedeckte Bereich in allen Bildern der Heizperiode gleich hell ist (s. Abb. 5.8.1.2 a-c). Hier wird deutlich, daß die Elektronenemission aus dem Cu-bedeckten Bereich über einen Heizzyklus hinweg stark abnimmt.

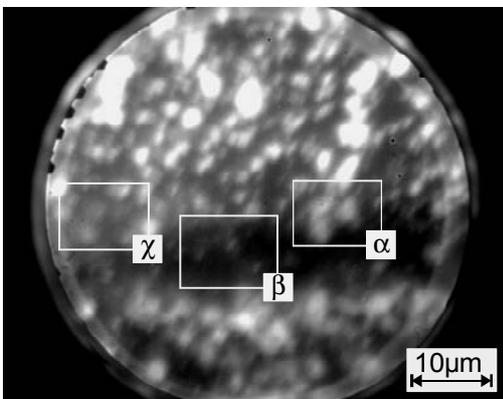
Zusätzlich ist in Abb. 5.8.1.2 zu erkennen, daß die Bedeckung des Si-Wafers mit Inseln durch die Wärmeeinwirkung abnimmt. In Abb. 5.8.1.2.a) ist die Bedeckung auf dem unbedampften Bereich deutlich höher als in Abb. 5.8.1.2.b) bzw. 5.8.1.2.c). Die Bedeckung nimmt über die Heizzyklen hinweg ab. Dies geschieht über die Entfernung einzelner Inseln. Andere Inseln, besonders solche, die in einer Art Inselverband auf der Waferoberfläche gebunden sind, treten deutlicher hervor, weil der Kontrast zwischen SiO₂-Unterlage und ODS-Inseln durch die geringere Bedeckung zunimmt. Dieser Effekt ist auf dem Cu-bedeckten Bereich nicht zu beobachten.



a) Ungeheizte Probe. Im Bereich α liegt die Grenze zwischen dem Cu-bedeckten (hell) und -unbedeckten (dunkel) Bereich. Im Bereich β ist schwach eine Verteilung von großen, breiten und wenig intensiven Inseln zu erkennen. Der Bereich γ ist mit Inseln verschiedener Intensität bedeckt.

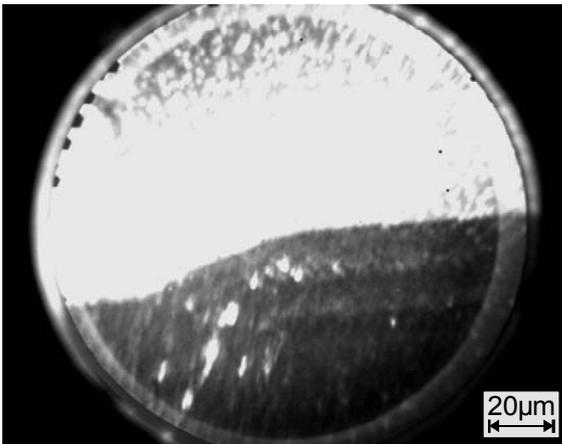


b) Probe 15 min bei 200°C geheizt und wieder abgekühlt. Im Bereich α ist unterhalb der Grenze eine ODS-Insel zu sehen, die bei a) nicht auftrat. Im Bereich β treten die Inselstrukturen etwas deutlicher hervor, im Bereich γ ebenfalls. Die Größe der Inseln in β und γ nimmt etwas ab. Dadurch können sie besser voneinander getrennt werden.

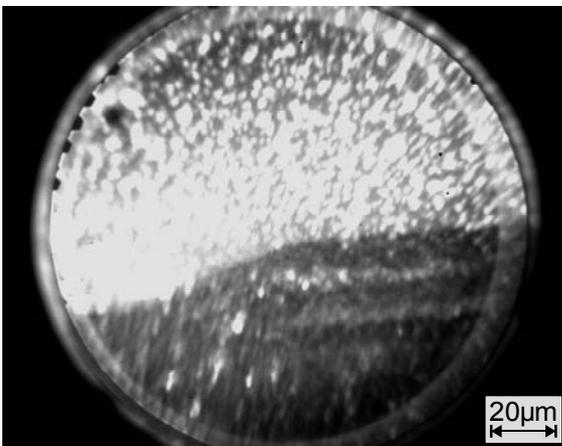


c) Probe wieder aufgeheizt und 15 min bei 300°C geheizt und wieder abgekühlt. Im Bereich α ist die untere der drei zentralen Inseln deutlich größer geworden und hat ihren Abstand zu den anderen deutlich verkleinert. Dies ist nicht auf eine Änderung der Position zurückzuführen, sondern auf das Anwachsen. In den Bereichen β und γ setzen sich die Inseln deutlicher vom Untergrund ab und werden kleiner.

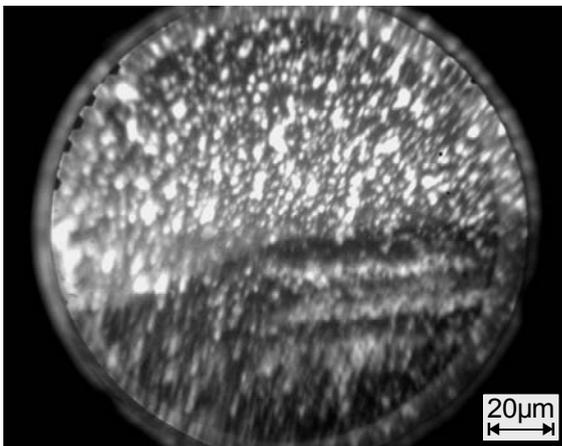
Abb. 5.8.1.1a-c: Veränderung von ODS-Inseln auf einem Si-Wafer durch thermische Belastung. Diese Probe ist ein Si-(111)-Wafer mit aufbrachten ODS-Inseln mit (hell) und ohne (dunkel) Cu-Bedeckung (<5nm). Im Laufe des Temperaturzyklus ist eine Veränderung der Inselposition und -struktur zu erkennen.



a) Ungeheizte Probe im Heizzustand a) aus Abb. 5.8.1.1. Durch die Helligkeitsanpassung ist der Cu-bedeckte Bereich (oben) überstrahlt, so daß einzelne Objekte nicht mehr aufgelöst werden können.



b) Probe im Heizzustand b) nach Abb. 5.8.1.1. Die Elektronenemission aus dem Cu-bedecktem Bereich hat so weit abgenommen, daß die Überstrahlung der einzelnen Objekte deutlich zurückgegangen ist.



c) Probe im Heizzustand c) nach Abb. 5.8.1.1. Die weitere Verringerung der Elektronenemission erlaubt eine Auflösung der einzelnen Objekte im Cu-bedeckten Bereich.

Abb. 5.8.1.2a-c: Probe mit den Schichtsystemen (1) Cu(<5nm)/ODS-Inseln/SiO₂/Si (heller Bereich oben) und (2) ODS-Inseln/SiO₂/Si (dunkler Bereich unten). Die Bildhelligkeiten der beiden ersten Bilder sind so angepasst, dass sie im nicht von Cu bedeckten Bereich dem unteren Bild angepaßt sind. Die Länge der Bildfelddiagonalen entspricht 180 µm.

5.8.2 Mikroskopische Strukturen durch Anhäufung von ODS-Inseln auf der Oberfläche eines vicinalen Si-Wafers

In großen Bereichen der Oberflächen verschiedener Proben, die auf vicinalen Si(111)-Wafern präpariert wurden, sind regelmäßige Strukturen der Inselverteilung zu erkennen. Dies sind parallele Linien in zwei Richtungen, die sich unter einem Winkel von ca. 60° schneiden.

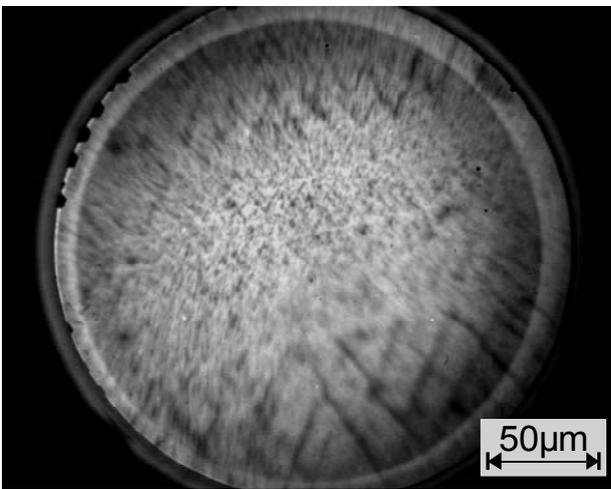


Abb. 5.8.2.1: ODS-Inseln auf einem Si(111)-Wafer mit Oxidschicht. Die Strukturen werden aus Ansammlungen von Inseln gebildet. Das Bild wurde bei einer Photonenenergie von 4,9 eV aufgenommen. Die Bildfelddiagonale beträgt 260 μm.

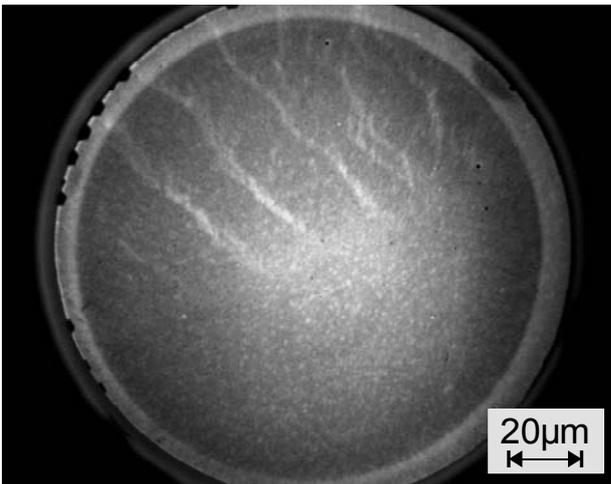


Abb. 5.8.2.2 : Probe wie in Abb. 5.8.2.1 an einer anderen Stelle der Oberfläche. Die linearen Strukturen weichen etwas von einer Geraden ab und reichen nur bis zu einer Grenze. Jenseits der Grenze sind die ODS-Inseln statistisch verteilt. Das Bild wurde bei einer Photonenenergie von 98,7 eV aufgenommen. Die Bildfelddiagonale beträgt 260 μm.

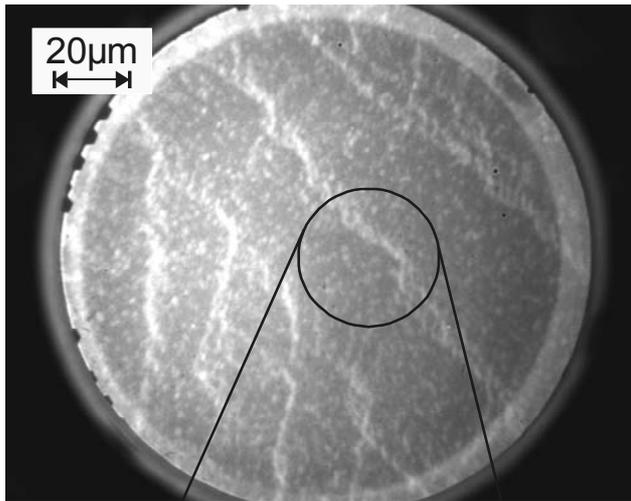


Abb. 5.8.2.3.a) : Probe wie in Abb. 5.8.2.1 an einer anderen Stelle der Oberfläche. Die linearen Strukturen weichen etwas von einer Geraden ab. Die Linien werden durch kurze Linien gebildet, die sich unter einem konstanten Winkel zueinander anordnen. Das Bild wurde bei einer Photonenenergie von 98,7eV aufgenommen. Die Bildfelddiagonale beträgt 180 μ m.

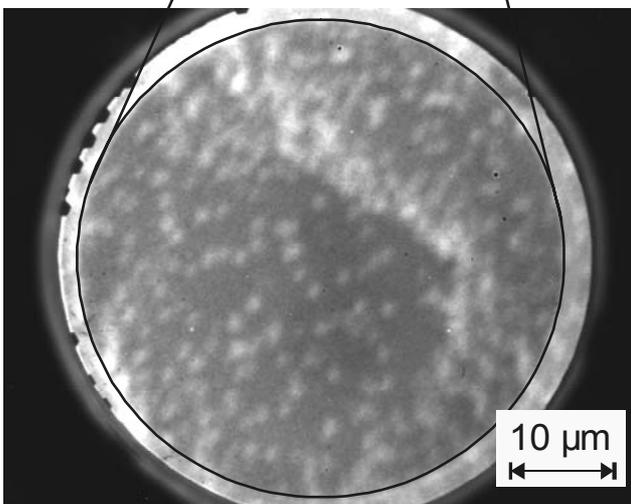
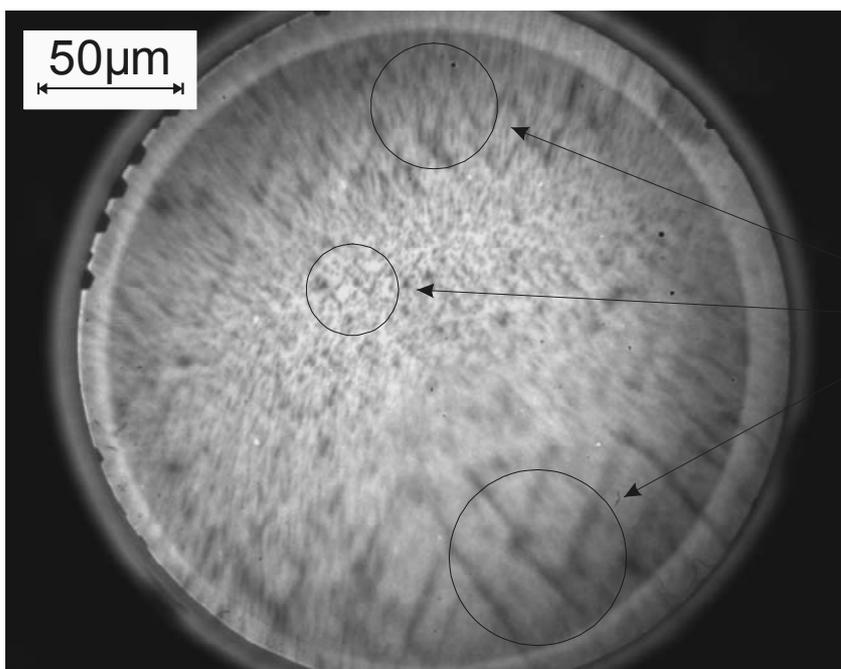


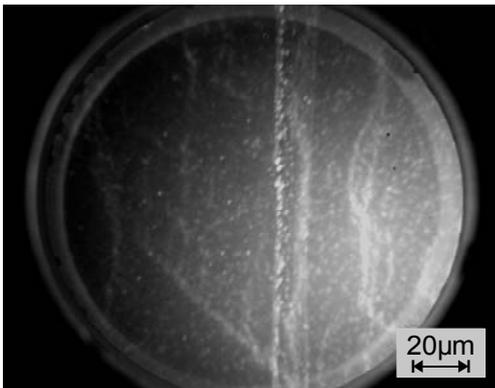
Abb. 5.8.2.3.b) : Weiter vergrößerte Abbildung der Elektronenverteilung an der Probenoberfläche aus Abb. 5.8.2.3.a). Die Linien werden durch eine Anhäufung von einzelnen Inseln gebildet. Das Bild wurde bei einer Photonenenergie von 98,7eV aufgenommen. Die Bildfelddiagonale beträgt 60 μ m.



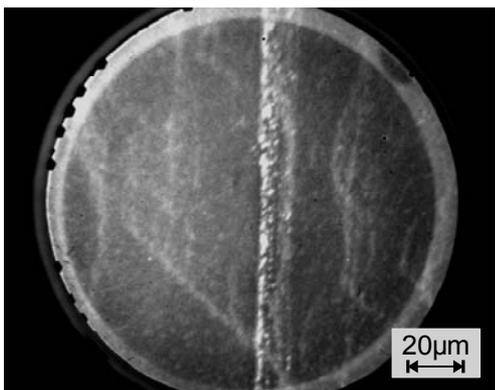
Bereiche mit Linienstruktur der Inselverteilung mit gleicher Linienrichtung und unterschiedlicher Periode

Abb. 5.8.2.4: Linienstrukturen der Inselverteilung. Die Richtung der Linien ist auf dem gesamten Probenbereich identisch, die Periode variiert.

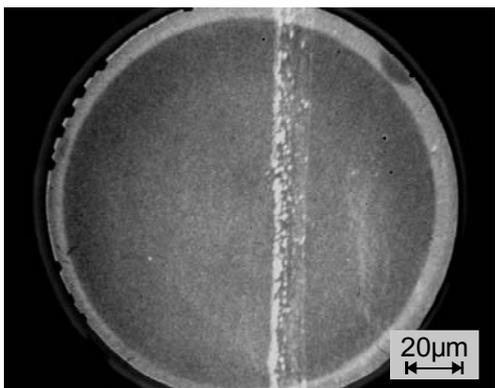
Die Strukturen entstehen durch eine starke Anhäufung der Inseln auf diesen Linien. Zwischen den Linien sind sie statistisch verteilt. Der Wechsel zwischen Beleuchtung mit Photonen mit 98,7 eV und 101,5 eV zeigt, daß die Linien nicht durch eine starke Topologie des Untergrundes wie im Falle der Struktur (Kratzer) in Abb. 5.8.2.5 gekennzeichnet sind. Die Linien sind an einigen Stellen gleichmäßig unterbrochen, so daß senkrecht zur



a) Aufnahme linearer Strukturen neben einem Kratzer im Substrat bei einer Photonenenergie von 4,9 eV (Beleuchtung mit einer Hg-Hochdruck-Kurzbogenlampe).



b) Aufnahme derselben Probenstelle bei einer Photonenenergie von 98.7 eV. Es existieren keine wesentlichen Kontrastunterschiede.



c) Aufnahme der Probenstelle bei 101,5 eV. Der Kontrast zwischen den linearen Strukturen und dem Untergrund ist verschwunden. Zwischen dem Kratzer und dem Untergrund existiert er weiterhin.

Abb. 5.8.2.5a-c: Demonstration der Kontrastart der linearen Strukturen aus ODS-Inseln auf einem Si-Wafer mit nativer Oxidschicht. Beim Wechsel der Photonenenergie von 98,7 eV auf 101,5 eV verschwinden die linearen Strukturen. Die Abbildung des bereits erwähnten Kratzers bleibt erhalten. Es handelt sich also nicht um einen Topologiekontrast.

Symmetrieachse des Schnittwinkels ein breiter Streifen mit teilweiser statistischer Inselverteilung und teilweiser Anordnung in denselben Richtungen mit einer anderen Periode entsteht (s. Abb. 5.8.2.4). Der Vergleich einer PEEM-Aufnahme mit einer Laueaufnahme derselben Probe zeigt die Übereinstimmung zwischen Kristallrichtungen und Ausrichtungen der Linienstrukturen (s. Abb. 5.8.2.6). Aus der Laueaufnahme läßt sich auch der Fehlschnitt des Si-Wafers von $2,5^\circ$ zur (111)-Fläche ableiten.

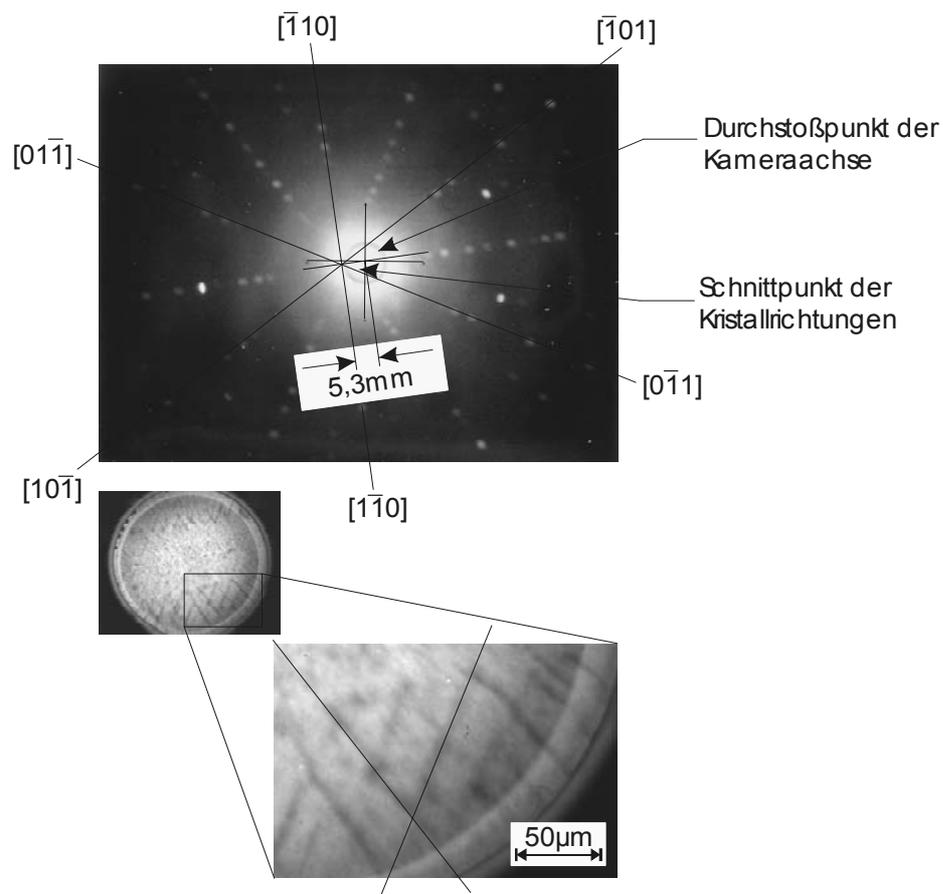


Abb. 5.8.2.6: Laue- und PEEM-Bild derselben Probe. Die Kristallrichtungen des Si-Wafers haben eine feste Beziehung zu den Richtungen der Inselstrukturen.

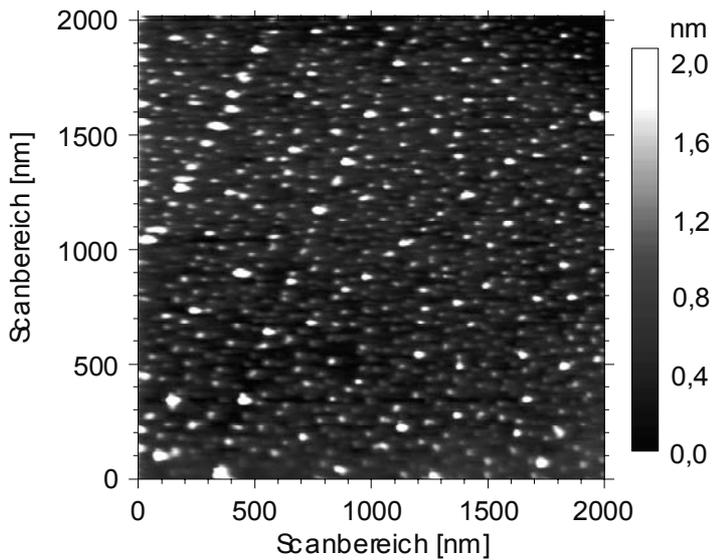


Abb. 5.8.2.7: Inseln aus OTES auf einem vicinalen Si(111)-Wafer. Die Aufnahme wurde mit einem Raster-Kraft-Mikroskop gemacht. Durch Anhäufung von Inseln an Linienstrukturen sind zwei Richtungen zu erkennen. Diese stimmen mit Kristallrichtungen des Substrates überein.

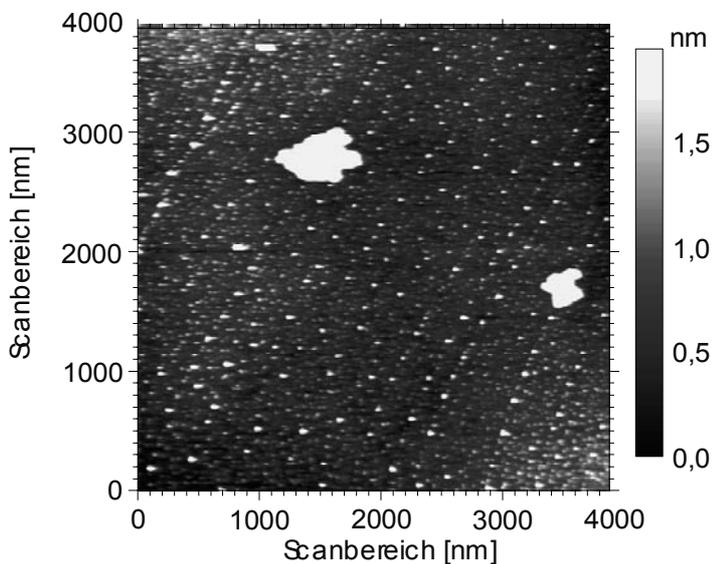


Abb. 5.8.2.8: Große und kleine Inseln aus OTES auf vicinalen Si(111)-Wafer. Dieses Raster-Kraft-Mikroskopbild wurde auf derselben Probe wie in Abb. 5.8.2.7 aufgenommen. Bei diesem vergrößerten Maßstab sind auch zwei große Inseln zu erkennen. Die Abweichung der Linienstrukturen von Geraden mit verschiedenen Richtungen ist auf eine Verzerrung der Aufnahme zurückzuführen, also nicht real [234].

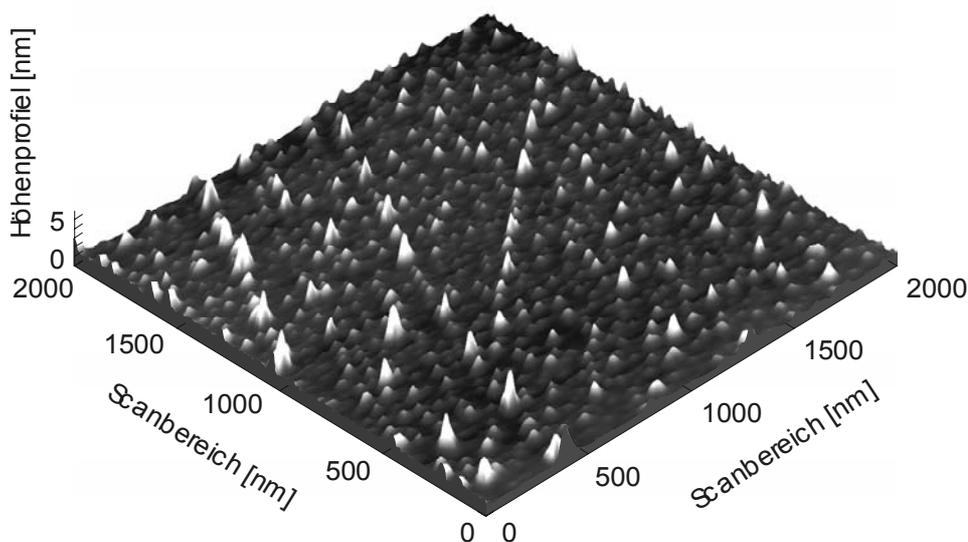
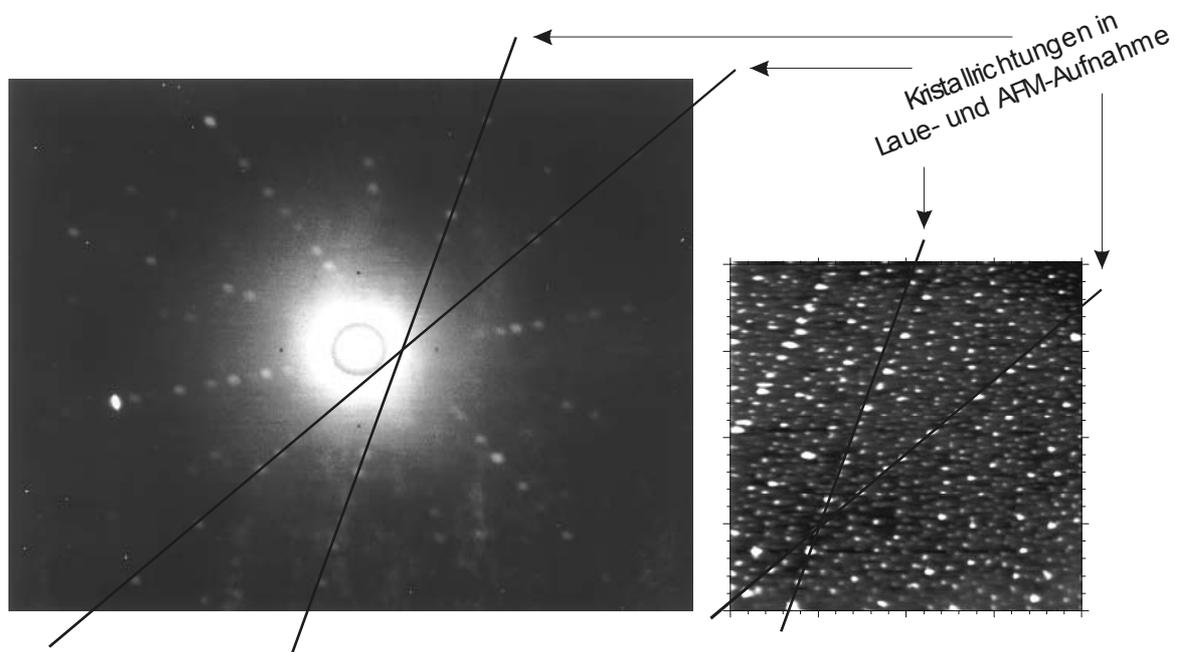


Abb. 5.8.2.9: Dreidimensionale Darstellung der Abbildung 5.8.2.7. Deutlich ist das Kreuz aus zwei Linien zu sehen, die durch die Anhäufung von Inseln entstehen.

Aufnahmen der Probenoberfläche in kleineren Bereichen (Quadrate mit 2 bzw. 4 μm Kantenlängen) mit Hilfe eines Raster-Kraft-Mikroskops zeigen ebenfalls diese Linienstrukturen, die durch Anhäufung von Inseln entstehen. Die Größe der Inseln bei dieser Präparation liegt deutlich unter denen der Inseln in den Abbildungen 5.8.2.1 bis 5.8.2.6. In Abb. 5.8.2.8 sind zwei große Inseln zu sehen, die die Größe der Inseln in den PEEM-Bildern widerspiegeln. Die Richtungen der Linienstrukturen in den Abbildungen 5.8.2.7 und 5.8.2.8 sind nicht die gleichen wie in den PEEM-Bilder. Sie entsprechen aber ebenfalls Kristallrichtungen des vicinalen Si(111)-Substrates. Diese Orientierung kann in einer Laue-Aufnahme derselben Probe in Abb. 5.8.2.10 bestätigt werden.



Ab. 5.8.2.10: Laue- und AFM-Aufnahme derselben Probe. Die Laueaufnahme entspricht der in Abb. 5.8.2.6 mit den dort angegebenen Kristallrichtungen. Die Abweichungen der durch Inseln gebildeten Strukturen von einer Geraden sind nicht real, sondern durch eine Verzerrung des Bildes hervorgerufen.

6 Diskussion der Ergebnisse

6.1 Interdiffusion im Schichtsystem Cu/SiO₂/Si

Der in Abschnitt 4.6 erläuterte Einbruch des Intensitätskontrastes zwischen den Schichtsystemen (1) Cu(<5nm)/SiO₂/Si und (2) SiO₂/Si ist auf eine Interdiffusion zwischen Cu und Si zurückzuführen. Ab einer Temperatur oberhalb von 200°C setzt diese Interdiffusion plötzlich ein. Dadurch verändert sich im Cu-bedeckten Bereich die chemische Beschaffenheit der Oberfläche. Die extreme Dominanz des Cu-Anteils wird durch die immer größer werdenden Si-Anteile der Oberfläche verdrängt. In der Cu-Schicht bilden sich Mischphasen aus Cu, Si und verschiedenen Cu-Siliziden wie in Abschnitt 5.4 bereits erläutert.

6.2 Interdiffusion im Schichtsystem Cu/ODS/SiO₂/Si

Im Schichtsystem Cu/ODS/SiO₂/Si ist diese Interdiffusion bis zu Temperaturen von 240°C nicht zu beobachten. Der Intensitätskontrast zwischen den Schichtsystemen Cu/ODS/SiO₂/Si und ODS/SiO₂/Si ändert sich während der Heizzyklen nicht. An der Defektstruktur (Kratzer) ist ein anderes Verhalten zu beobachten.

Der Unterschied der Schichtsysteme Cu/ODS/SiO₂/Si (Cu-bedeckter Bereich neben dem Kratzer) und Cu/SiO₂/Si (Cu-bedeckter Kratzer) im PEEM-Bild ist vermutlich auf eine Oxidation der Cu-Schicht durch Sauerstoff aus der SiO₂-Schicht der Unterlage zurückzuführen. Diese Oxidation führt zu einer Steigerung der Elektronenemission. Andernfalls wäre zwischen diesen beiden Bereichen kein Kontrast zu erwarten, weil der Topologiekontrast aufgrund der geringen Schichthöhe des ODS (ca. 2 nm) nicht ausreichend ist, um die Bereiche zu trennen. Während der Heizzyklen findet zwischen der Cu-Schicht und der darunterliegenden SiO₂- bzw. Si-Schicht eine Interdiffusion statt, so daß der Si-Anteil an

der Oberfläche wie im Abschnitt 5.1 durch Mischphasen und Silizidbildung stark zunimmt. Dadurch sinkt die Elektronenemission aus diesem Bereich bei Beleuchtung mit Photonenenergien unterhalb der Si-L-Kante im Verlauf der Heizzyklen. Das Schichtsystem Cu/ODS/SiO₂/Si zeichnet sich also im Gegensatz zum System Cu/SiO₂/Si dadurch aus, daß die Interdiffusion von Cu und Si bzw SiO₂ zumindest bis zu Temperaturen von 240°C unterdrückt wird. Aussagen über das Verhalten der Proben mit flächiger ODS-Bedeckung bei höheren Temperaturen können wegen nicht vorhandener Daten nicht getroffen werden.

Eine weitere Interpretationsmöglichkeit für die helle Struktur des Kratzers liegt in der Annahme einer Oberflächenkontamination der Probe durch die Stahlnadel. Sie könnte eine Veränderung der Cu-Bedeckung bewirken, die zu einer erhöhten Elektronenemission führt. Auf den Prozess der Interdiffusion hat diese Kontamination aber keinen entscheidenden Einfluß.

Eine Bestätigung der Aussagen mit Hilfe von Schichtaufnahmen mit einem Sputter-Auger-Spektrometer schlug fehl, weil die Tiefenauflösung des Geräts nicht ausreicht. Die Ursache hierfür liegt in den Effekten der atomaren Vermischungen durch den Sputterprozeß selbst [235]. Eine Trennung von einzelnen Schichten war sowohl bei geheizten als auch bei ungeheizten Proben somit nicht möglich.

6.3 Interdiffusion im Schichtsystem Cu/ODS-Inseln/SiO₂/Si

Eine Interdiffusion zwischen Cu und SiO₂ bzw. Si aus der Unterlage ist auch bei den mit ODS-Inseln bedeckten Proben zu beobachten. Bei „makroskopischer“ Betrachtung der Abbildungen (Ignorierung der Inselstrukturen) ist das gleiche Verhalten des Intensitätskontrastes an der Bedampfungskante zu beobachten wie bei den vorherigen Proben ohne ODS-Bedeckung. Die Intensitätsverhältnisse unterscheiden sich in diesen Aufnahmen aufgrund der anderen Photonenenergie (4,9 eV) und dem damit verbundenen Kontrast (Austrittsarbeitkontrast) von denen der Aufnahmen bei flächiger ODS-Bedeckung.

Eine Aussage über die Interdiffusions-hemmende Wirkung der ODS-Inseln kann nicht eindeutig getroffen werden. Der Kontrast zwischen den Cu-bedeckten Inseln und der Cu-bedeckten Unterlage, also den Schichtsystemen Cu/ODS/SiO₂/Si und Cu/SiO₂/Si, nimmt während der Heizzyklen zu. Dies deutet darauf hin, daß sich der Cu-Anteil der Oberfläche unterschiedlich ändert. Die Interdiffusion zwischen Cu und Si kann diesen Effekt dadurch erklären, daß die Cu-Bedeckung auf den Inseln durch die Barriere der ODS-Moleküle geschützt ist, die Cu-Schicht direkt auf der SiO₂- bzw. Si-Unterlage nicht. Ein ähnlicher

Effekt ist aber auch auf den Cu-freien Bereichen zu beobachten. Durch die Wärmeeinwirkung wird der Kontrast zwischen den Inselstrukturen und der Si-Unterlage größer (siehe Abb. 5.8.1.2). Dieser Effekt ist vermutlich auf eine Veränderung der Probenoberfläche zurückzuführen, der auf dem Verschwinden einzelner ODS-Moleküle oder ganzer Gruppen von Molekülen von der Oberfläche beruht. Dies kann durch das Aufbrechen der kovalenten Bindungen der Moleküle zur Unterlage oder intramolekularer Bindungen erklärt werden. Da die Verbindung der ODS-Inseln zum Si-Untergrund deutlich schwächer ist als bei einer flächigen Bedeckung [236], ist das Ablösen von ganzen Molekülen von der Unterlage wahrscheinlicher. ODS-Inseln, die unterhalb der Cu-Schicht liegen, sind eventuell durch diese Schicht in soweit geschützt, daß das Aufbrechen von Bindungen langsamer erfolgt bzw. unbemerkt bleibt, weil die Moleküle und Molekülbruchstücke unter der Cu-Schicht festgehalten werden. Das Anwachsen von Inseln (Abb. 5.8.1.1 Bereich α) läßt außerdem auf eine Mobilität der ODS-Moleküle bei höheren Temperaturen schließen, die dazu führt, daß die Entstehung von wenigen großen Inseln gegenüber vielen kleinen Inseln bevorzugt ist. Treffen diese Annahmen über die Schichtsysteme zu, so unterdrücken auch Inseln in Größen um 500 nm die Interdiffusion von Cu und Si, wobei Teile der ODS-Moleküle, die nicht von Cu bedeckt sind, abhängig von der Temperatur von der SiO₂-Oberfläche abgelöst werden oder ihre Position auf der Oberfläche ändern.

6.4 Ausrichtung der Inselbedeckung an nanoskopischen Oberflächen- topologien eines vicinalen Si-Wafers

Die Erzeugung der regelmäßigen Strukturen auf der Probenoberfläche durch die Anhäufung von Inseln in den Abbildungen 5.8.2.1 - 5.8.2.5 ist auf eine Strukturierung der Probenoberfläche zurückzuführen. Diese Strukturierung hat eine so geringe Topologie, daß sie keinen Topologiekontrast erzeugt. Sie ist durch die Kristallausrichtung der Si(111)-Unterlage bestimmt. Die Lage der (111)-Ebene im Kristallgitter von Si ist in Abb. 6.4.1 zu sehen. Eine Ansicht normal zu dieser (111)-Ebene als Oberfläche zeigt die Abb. 6.4.2. Die hexagonale Struktur der Oberflächenatome ist so gedreht, daß sie mit den Laueaufnahmen im Abschnitt 5.8.2 und somit mit den PEEM- und AFM-Aufnahmen in ihrer Ausrichtung übereinstimmt. Die eingezeichnete Drehachse der Schnittverkipfung zur (111)-Oberfläche verläuft in Richtung einer $\langle 110 \rangle$ Kristallrichtung. Das heißt, daß der Normalenvektor der Probenoberfläche um $2,5^\circ$ (s. Abschnitt 5.8.2) in Richtung einer $\langle 112 \rangle$ Kristallrichtung verkippt ist bzw. der Gradient der Oberfläche relativ zur (111)-Ebene in Richtung einer

$\langle 112 \rangle$ Kristallrichtung weist. Der Vergleich von PEEM-Aufnahme und Kristallmodell zeigt, daß die Ausrichtung der Linienstrukturen ebenfalls mit $\langle 112 \rangle$ Kristallrichtungen übereinstimmen. Die Ausrichtung in den AFM-Aufnahmen ist an einer $\langle 110 \rangle$ und einer $\langle 112 \rangle$ Kristallrichtung orientiert. Dies ist dadurch zu erklären, daß die Stufen, die zur Erzeugung der vicinalen Oberfläche notwendig sind, in Richtung der Linienstrukturen verlaufen. Sie werden durch eine bevorzugte Anlagerung der Inseln an solchen Oberflächentopologien dekoriert und somit im PEEM sichtbar. Der Effekt, daß sich ODS-Inseln an Stufen oder Oberflächenrauigkeiten vermehrt anlagern wurde bereits früher beobachtet [237].

Werden monoatomare Stufen angenommen, die eine Höhe von ca. 0,3 nm haben, sind diese in einem Abstand von ca. 7 nm bei einem Fehlschnitt des Wafers von $2,5^\circ$ zu erwarten. Im PEEM-Bild sind aber Perioden im Abstand von bis zu 20 μm zu erkennen. Dies läßt sich

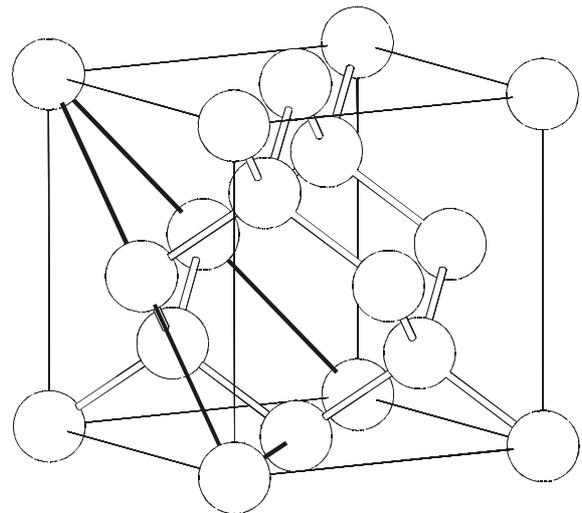


Abb. 6.4.1: Model der Diamantstruktur von Si. Das mit dicken Linien eingezeichnete Dreieck kennzeichnet die (111)-Ebene.

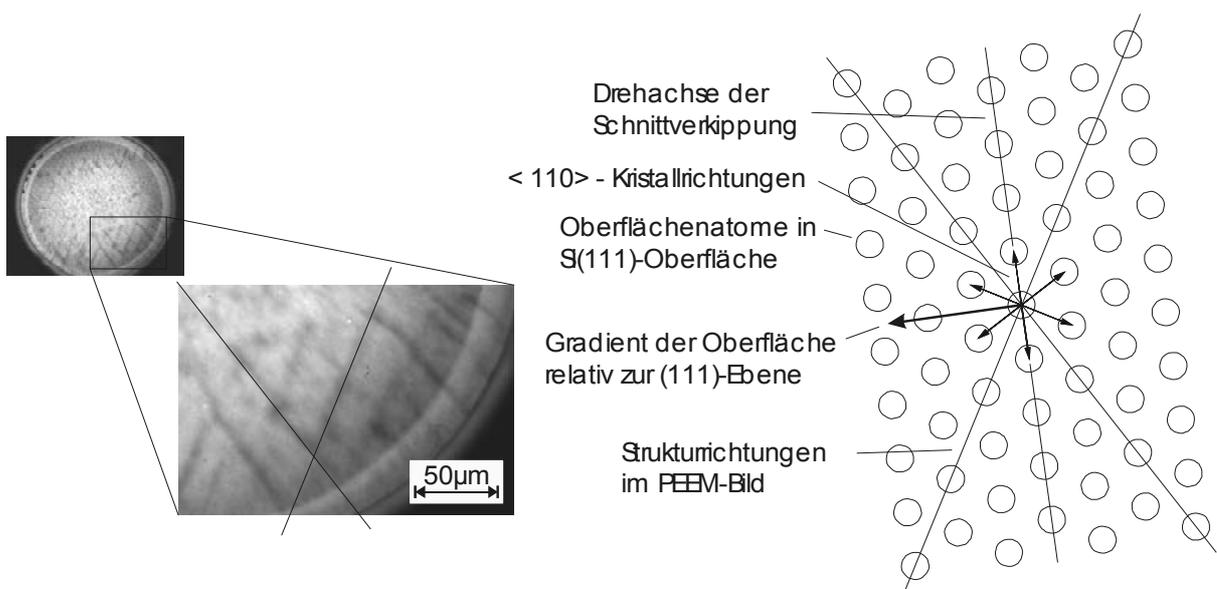


Abb. 6.4.2: Ausrichtungen der ODS-Inseln-Linienstrukturen zum Kristallgitter der vicinalen Si(111)-Oberfläche. Die Anhäufung der ODS-Inseln wird durch Stufenkanten in den $\langle 112 \rangle$ Richtungen erzeugt. Diese sind für den Schrägschnitt zur (111)-Ebene notwendig.

nur mit einer Überstruktur der Stufen erklären. Diese Überstruktur wird aus Treppen mit mehreren monoatomaren Stufen gebildet, denen größere ebene Bereiche folgen, bis eine weitere Treppe erreicht wird. Daraus ergeben sich Periodenlängen, die deutlich über dem erwähnten Abstand von 7nm liegen. Dieser Effekt von nicht-monoatomaren Oberflächensprüngen wurde bereits auf vicinalen Si(111)-Oberflächen beobachtet, die thermisch behandelt wurden [238]. Auch auf vicinalen Si(100)-Oberflächen wurden Untersuchungen durchgeführt, die zeigen, daß die Treppenstruktur der Oberfläche auch durch mehratomare Stufen erzeugt wird [239]-[241]. Die Größen der ODS-Inseln, die im Bereich von 1 μm liegen, zeigen, daß eine Periode unterhalb dieser Größe mit diesen Inseln nicht dekoriert werden können. Weiterhin ist die native Oxidschicht der Si(111)-Wafer nicht in diesem Kristallgitter angeordnet, sondern amorph. Diese Struktur unterdrückt die Ordnung der vicinalen Kristallfläche an der Oberfläche. Die vorliegende Probenoberfläche ist also durch periodische Strukturen in Richtung der Kristallrichtungen gekennzeichnet, die durch die Abweichung der vicinalen Oberfläche von der (111)-Ebene verursacht werden.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde am Elektronenspeicherring BESSY II in Berlin-Adlershof eine Undulatorbeamline mit Multischichtenmonochromator für weiche Röntgenstrahlung im Bereich der Si-L-Kante, der C-K-Kante und der Ti-L-Kante als Strahlungsquelle für ein Photoelektronen-Emissionsmikroskop (PEEM) konstruiert und aufgebaut. Durch Messungen des Photonenflusses, des spektralen Auflösungsvermögens und des Strahlquerschnittes wurde die Beamline charakterisiert.

Die Messungen ergaben sehr hohe Flüsse im Bereich der Si-L-Kante und für die Mikroskopie ausreichende Flüsse im Bereich der C-K- und Ti-L-Kante. Die mäßige spektrale Auflösung eignet sich ebenfalls sehr gut für den Betrieb eines PEEMs.

Eine Vakuumkammer für das kommerzielle PEEM mit Probenschleuse und Probenpräparationskammer wurde ebenfalls für die Bedürfnisse bei BESSY II konstruiert und aufgebaut. Diese drei Kammern wurden als kompakte, mobile Einheit entworfen, um den Betrieb an verschiedenen Strahlungsquellen zu gewährleisten. Das PEEM wurde unter Verwendung einer Hg-Kurzbogenlampe und der hochbrillanten Strahlung im Bereich der Si-L-Kante charakterisiert.

An der Kurz-Puls-Laserquelle des Instituts für Photonik der Technischen Universität Wien wurde mit dem PEEM die Größe eines Zonenplattenfokus vermessen. Für die erforderliche Transmissionsanordnung wurde eine Transmissionsprobenhalteraufnahme entworfen und gebaut, die sich sowohl für die Transmissions- als auch für die Reflexionsanordnung eignet.

Die hochenergetische Strahlung bei BESSY II im Bereich der Si-L-Kante (100 eV) wurde zur Untersuchung des Einflusses von hohen Temperaturen auf die Schichtsysteme Cu/SiO₂/Si, Cu/ODS/SiO₂/Si, Cu/ODS-Inseln/SiO₂/Si und ODS-Inseln/SiO₂/Si genutzt. Die bekannte Interdiffusion von Cu und Si bzw. SiO₂ konnte im PEEM am Schichtsystem Cu/SiO₂/Si abgebildet werden. Beim Schichtsystem Cu/ODS/SiO₂/Si konnte gezeigt werden, daß die Interdiffusion durch einen ODS-Zwischenlayer bis zu Temperaturen von 240°C unterdrückt wird. An ODS-Inseln konnte dieser Effekt nicht eindeutig nachgewiesen werden,

die Ergebnisse deuten aber auf das Vorhandensein eines Barriereeffektes hin. Gleichzeitig konnte das Aufbrechen von kovalenten Bindungen bei Temperaturen zwischen 300°C und 400°C, das zu Verlusten von ODS-Molekülen auf der Probenoberfläche führt, gezeigt werden.

Eine Dekoration von Stufen einer vicinalen Si[111]-Oberfläche im atomaren Bereich mit Inseln aus OTES konnte sowohl im PEEM als auch in einem AFM gezeigt werden. Die dabei entstehenden Linienstrukturen sind an den Kristallrichtungen der Si-Oberfläche orientiert.

Für zukünftige Untersuchungen an organischen Molekülen in wässriger Umgebung ist die Entwicklung einer Naßzelle notwendig. Erste Konzepte dazu wurden bereits erprobt [242]. Die erforderliche Strahlung im Wasserfenster wird von der konstruierten Beamline bereitgestellt (s. Abschnitt 4.1). Die Aufnahme einer Naßzelle an dem für die Transmissionsanordnung entwickelten Probenhalter ist vorgesehen.

Eine Verbesserung der Auflösung des PEEMs durch eine neues Objektiv ist wünschenswert. Mit der zu erwartenden Auflösung um 40nm sind Aufnahmen mit großen Bildfeldern (100-200µm) möglich, die eine Beobachtung der mit ODS-Inseln dekorierten Stufentopologien auf vicinalen Si(111)-Oberflächen in großen Bereichen gestattet. Im Gegensatz zum AFM (Bildfelder maximal 5x5µm²) kann dann die Stufendekoration bei Variation der Inselgrößen zwischen 50nm und 500nm untersucht werden.

8 Anhang

8.1 Probenhalter für rechteckige Waferstücke

Für die hier verwendeten Proben, die im wesentlichen aus rechteckigen Si-Waferstücken mit den Maßen $10 \times 11 \times 0,5 \text{ mm}^3$ bestehen, haben sich die Standardprobenhalter der Firma Omicron als unzureichend erwiesen. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit ein neuer Probenhalter für rechteckige Proben konstruiert. Bei der Verwendung von Molybdän können die Halter bis zu Temperaturen von 2000°C geheizt werden. Wegen dieser Temperaturbelastung sind die Druckklammern aus Wolframdraht gefertigt. Die Klammern sind somit sehr temperaturbeständig und können aufgrund ihrer Einbaulage im PEEM auch dann nicht durch Ausdehnungseffekte aus ihrer Position verschoben werden, wenn sie durch extreme Temperaturen ihre Spannung verlieren. Das Waferstückchen wird mit der Druckklammer gegen einen definierten Anschlag des Probenhalters gedrückt, der wiederum in der Probenhalteraufnahme im PEEM durch Federn arretiert wird. So hat jede Probe im

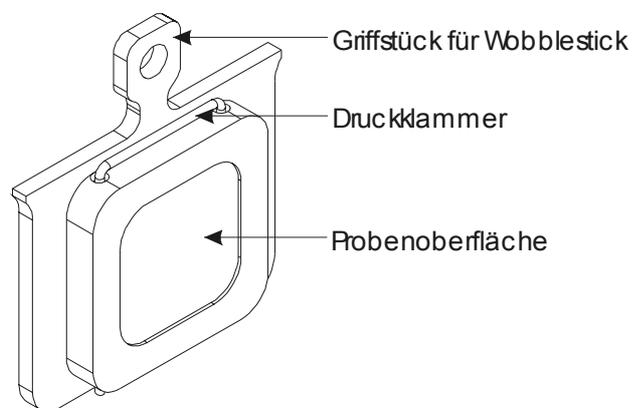


Abb. 8.1.1: Probenhalter für rechteckige Waferstücke.

PEEM dieselbe Ausrichtung und denselben Abstand zur Extraktorelektrode. Dies ist besonders für die Vergleichbarkeit der Messungen und den schnellen Wechsel von Proben von großer Bedeutung.

8.2 Das Steuerprogramm des Monochromators

Für die routinemäßige Handhabung des Monochromators wurde ein Steuerprogramm geschrieben. Über dieses werden die Einfallswinkel des Strahls auf den Optiken und die zugehörige Linearbewegung der ersten Optik gesteuert. Die Eingabegröße ist die gewünschte Wellenlänge (Sollwellenlänge) und der Multilayertyp (Multilayer). Das Programm errechnet mit Hilfe der brechungskorrigierten Bragg-Gleichung [243] den notwendigen Einfallswinkel mit zugehöriger Linearposition. Nach einer Umrechnung in eine Schrittzahl der Motoren von ihrem Nullpunkt aus, wird ein Abgleich zwischen Sollschrittzahl (Sollposition) und Istschrittzahl (Position) durchgeführt.

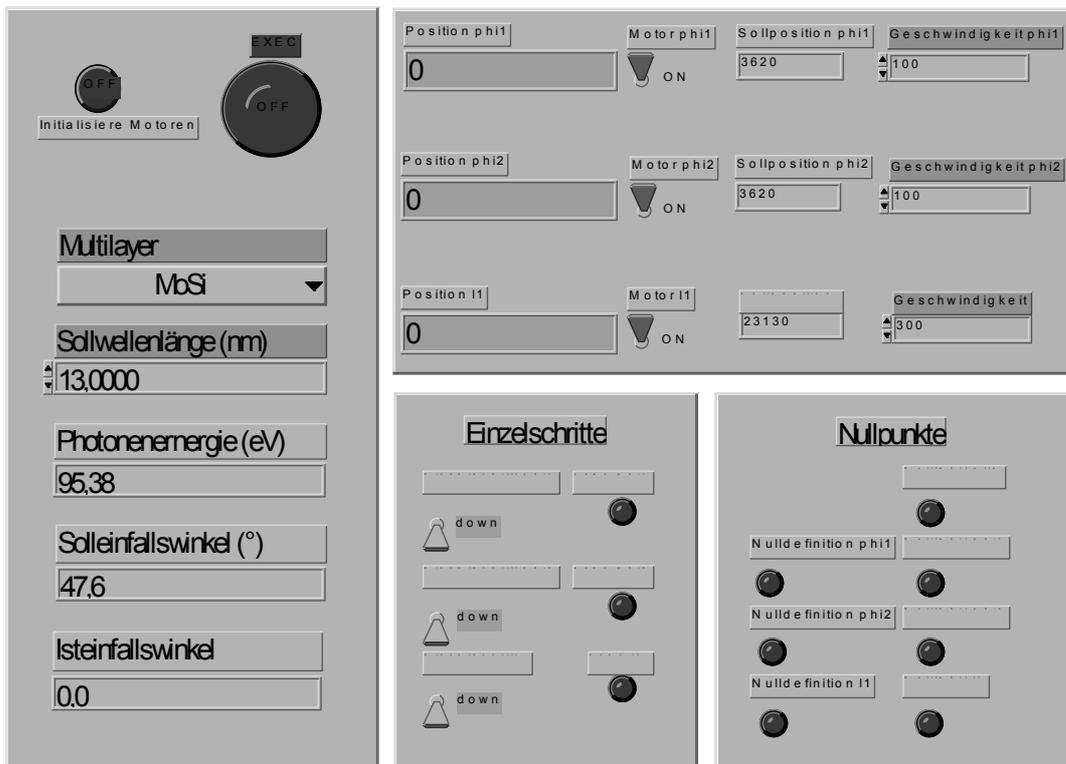


Abb. 8.2.1: Bedienoberfläche des Monochromator-Steuerprogramms. Die Eingabegrößen sind die Multilayertypen und die Sollwellenlänge. Alle anderen Schalter dienen Servicezwecken.

Jeder Motor kann zusätzlich manuell in Einzelschritten zu Justagezwecken verfahren werden. Zur Eichung könne alle Motoren gleichzeitig oder separat auf ihre Nullposition gefahren werden. Eventuell muß manuell oder mit Einzelschritten nachgefahren werden, bis die Position mit dem Anschlag der Bewegung übereinstimmt. Durch „Nulldefinition...“ wird diese Position dann als Nullposition definiert.

9 Literaturverzeichnis

- [1] O. Schmidt, Ch. Ziethen, G. H. Fecher, M. Merkel, M. Escher, D. Menke, U. Kleineberg, U. Heinzmann, G. Schönhense, Chemical microanalysis by selected-area ESCA using an electron energy filter in a photoemission microscope, *J. Electr. Spectr. Rel. Phenom.* 88-91 (1998), 1009-1014
- [2] M Zharnikov, M. Neuber, M. Grunze, Novel contrast mechanisms in photoelectron microscopy, *J. Electr. Spectr. Rel. Phenom.* 98-99 (1999), 25-40
- [3] J. M. Walls, *Methods of surface analysis*, Cambridge University Press (1989), 74-80, 127-167
- [4] G. Ertl, J. Küppers, *Low Energy Electrons and Surface Chemistry*, VCH Verlagsgesellschaft mbH Weinheim (1985), 65 ff
- [5] A. Zangwill, *Physics at Surfaces*, Cambridge University Press (1988), 266 f
- [6] B. Feuerbacher, B. Fitton, R.F. Willis, *Photoemission and the Electronic Properties of Surfaces*, John Wiley & Sons (1978), 381-408
- [7] R. W. Cahn, E. A. Davies, I. M. Ward, *Modern techniques of surface science*, Cambridge University Press (1986), 106 ff
- [8] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 381
- [9] Surface Science Western, University of Western Ontario, Internet: www.uwo.ca/ssw/services/auger.html
- [10] National Center for Photovoltaics at the National Renewable Energy Laboratory, Internet: www.nrel.gov/measurements/auger.html
- [11] M. Jacka, Scanning Auger Microscopy: recent progress in data analysis and instrumentation, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomina* 114-116 (2001), 277-282
- [12] B. P. Tonner, G. R. Harp, S. F. Koranda, J. Zhang, An electrostatic microscope for synchrotron radiation x-ray absorption microspectroscopy, *Rev. Sci. Instrum.* 63 (1992), 564
- [13] P. J. Durham, Theory of XANES in: D. C. Koningsberger, R. Prins (Hrsg), *X-Ray Absorption* in: J. D. Winnefordner, I. M. Kolthoff (Hrsg), *Chemical Analysis*, Band 92, Wiley (1988)
- [14] A. Bianconi, A. Marcelli, in: R. Z. Bachrach (Hrsg), *Synchrotron Radiation Research* (1992) Plenum Press, 63
- [15] D. D. Vendskiy, Theory of X-Ray Absorption Fine Structure, in: J. C. Fuggle, J. E. Inglesfield (Hrsg), *Topics in Applied Physics*, 69, Springer Verlag (1992)
- [16] H. Fricke, *Phys. Rev.* 16 (1920), 202
- [17] G. Hertz, *Ann. Phys.* 3 (1920), 19
- [18] W. Kossel, *Zeit. F. Phys.* 1 (1920), 119
- [19] W. Kossel, *Zeit. F. Phys.* 2 (1920), 470

-
- [20] J. Stöhr, NEXAFS spectroscopy, Springer Series in Surface Science 25, Springer Verlag (1996)
- [21] B. B. Ray, Zeit. F. Phys, 55 (1929), 119
- [22] B. Kievet, G. A. Lindsay, Phys. Rev. 36 (1930), 648
- [23] R. Kronig, Zeit. F. Phys. 70 (1931), 317
- [24] E. A. Stern, Theory of EXAFS, in: D. C. Koningsberger, R. Prins (Hrsg), X-Ray Absorption in: J. D. Winnefordner, I. M. Kolthoff (Hrsg), Chemical Analysis, Band 92, Wiley (1988), 3
- [25] J. Stöhr, NEXAFS spectroscopy, Springer Series in Surface Science 25, Springer Verlag (1996), Anhang
- [26] P. A. Lee, P. H. Citrin, P. Eisenberger, B. M. Kincaid, Rev. Mod. Phys. 53 (1981), 769
- [27] R. Vanselow, R. Hove, Chemistry and Physics of Solid Surfaces V, Springer Verlag (1984), 231 ff
- [28] A. Zangwill, Physics at Surfaces, Cambridge University Press (1988), 251 ff
- [29] G. Ertl, J. Küppers, Low Energy Electrons and Surface Chemistry, VCH Verlagsgesellschaft mbH Weinheim (1985), 268 ff
- [30] D. Attwood, Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation, Cambridge University Press (1999), 123 ff
- [31] C. Kunz, Synchrotron Radiation, Springer Verlag (1979)
- [32] E.-E. Koch, Handbook on Synchrotron Radiation, North Holland Publishing Company, Amsterdam / New York / Oxford (1983)
- [33] S. L. Flegler, J. W. Heckman, Jr, K. L. Klomparens, Elektronenmikroskopie, Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg-Berlin-Oxford (1995)
- [34] P. J. Goodhew, F. J. Umphreys, Elektronenmikroskopie – Grundlagen und Anwendungen, McGraw-Hill Book Comp., Maidenhaed (1991)
- [35] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, A. D. Romig, Jr., C. E. Lyman, C. Fiori, E. Lifshin, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Analysis, Plenum Press, New York & London (1992)
- [36] J. M. Walls, Methods of surface analysis, Cambridge University Press (1989), 92 ff
- [37] R. Vanselow, R. Hove, Chemistry and Physics of Solid Surfaces V, Springer Verlag (1984), 284
- [38] L. Reimer, G. Pfefferkorn, Rasterelektronenmikroskopie, Springer (1973)
- [39] S. L. Flegler, J. W. Heckman, Jr, K. L. Klomparens, Elektronenmikroskopie, Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg-Berlin-Oxford (1995)
- [40] P. J. Goodhew, F. J. Umphreys, Elektronenmikroskopie – Grundlagen und Anwendungen, McGraw-Hill Book Comp., Maidenhaed (1991)
- [41] R. Vanselow, R. Hove, Chemistry and Physics of Solid Surfaces V, Springer Verlag (1984), 183
- [42] L. Reimer, Transmission Electron Microcopy, Springer (1997)
- [43] S. L. Flegler, J. W. Heckman, Jr, K. L. Klomparens, Elektronenmikroskopie, Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg-Berlin-Oxford (1995), 223 ff
- [44] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, A. D. Romig, Jr., C. E. Lyman, C. Fiori, E. Lifshin, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Analysis, Plenum Press, New York & London (1992), 277 ff
- [45] L. Reimer, G. Pfefferkorn, Rasterelektronenmikroskopie, Springer (1973)
- [46] R. Vanselow, R. Hove, Chemistry and Physics of Solid Surfaces V, Springer Verlag (1984), 222
- [47] H. Ibach, Electron Energy Loss Spectrometers, Springer Verlag (1991)
- [48] A. Zangwill, Physics at Surfaces, Cambridge University Press (1988), 142 ff

- [49] G. Ertl, J. Küppers, *Low Energy Electrons and Surface Chemistry*, VCH Verlagsgesellschaft mbH Weinheim (1985), 185
- [50] UK Surface Analysis Forum, Internet: www.uksaf.org/tech/eels.html
- [51] Laboratory of Electron Microscopy and Crystal Chemistry, Division of States and Structures, Institute for Chemical Research, Kyoto University, Internet: [http://eels.kuicr.kyoto-u.ac.jp\(eels.en.html](http://eels.kuicr.kyoto-u.ac.jp(eels.en.html)
- [52] B. P. Tonner, G. R. Harp, S. F. Koranda, J. Zhang, An electrostatic microscope for synchrotron radiation x-ray absorption microspectroscopy, *Rev. Sci. Instrum.* 63 (1992), 564
- [53] H. Ade, A. P. Smith, H. Zhang, G. R. Zhuang, X-ray spectromicroscopy of polymers on tribological surfaces at beamline X1A at the NSLS, *Journ. of Electr. Spec. Rel. Phen.* 84 (1997), 53-72
- [54] W. Swiech, G. H. Fecher, Ch. Ziethen, O. Schmidt, G. Schönhense, K. Grzelakowski, C. M. Schneider, R. Frömter, H.P.Oepen, J. Kirschner, Recent progress in photoemission microscopy with emphasis on chemical and magnetic sensitivity, *J. Electr. Spectr. Rel. Phenom.* 84 (1997) 171-188
- [55] M. Merkel, M. Escher, J. Settemeyer, D. Funnemann, A. Oelsner, Ch. Ziethen, O. Schmidt, M. Klais, G. Schönhense, *Microspectroscopy and Spectromicroscopy with PEEM using a new kind of Imaging Energy Filter*, *Surf. Sci.* 480 (2001), 196
- [56] Ch. Ziethen, O. Schmidt, G. H. Fecher, C. M. Schneider, G. Schönhense, R. Frömter, M. Seider, K. Grzelakowski, M. Merkel, D. Funnemann, w. Swiech, H. Gundlach, J. Kirschner, Fast elemental mapping and magnetic imaging with high lateral resolution using a novel photoemission microscope, *Journ. Elec. Spec. Rel. Phen.* 88-91 (1998), 983-989
- [57] P. Hoffmann, R. P. Mikalo, D. Schmeißer, *Photoemissionselektronenmikroskopie, Vakuum in Forschung und Praxis* 1 (1999), 37
- [58] Y. Hwu, *Photoelectron Spectromicroscopy as a microchemical probe of high temperature superconductors*, *Jour. Elec. Spec. Rel. Phen.* 84 (1997), 37
- [59] W. Kuch, J. Gilles, F. Offi, S. S. Kang, S. Imada, S. Suga, J. Kirschner, *Imaging microspectroscopy of Ni/Fe/Co/Cu(001) using a photoemission microscope*, *Jour. Elec. Spec. Rel. Phen.* 109 (2000), 249
- [60] P. Hoffmann, R. P. Mikalo, D. Schmeißer, *Photoemissionselektronenmikroskopie, Vakuum in Forschung und Praxis* 1 (1999), 37
- [61] O. H. Griffith, G. F. Rempfer, *Advances in Optical and Electronic Microscopy* 10 (1987), 269
- [62] Berliner Elektronenspeicherring Gesellschaft für Synchrotronstrahlung, Berlin-Adlershof
- [63] E.-E. Koch, *Handbook on Synchrotron Radiation*, North Holland Publishing Company, Amsterdam New York Oxford (1983), 20ff
- [64] C. Kunz, *Synchrotron Radiation*, Springer Verlag (1979), 37
- [65] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 128
- [66] H. Mekar, Y. Tsusaka, T. Miyamae, T. Kinoshita, T. Urisu, S. Masui, E. Toyota, H. Takenaka, Construction of the multilayered-mirror monochromator beamline for the study of synchrotron radiation stimulated process, *Rev. Sci. Instrum* 70 (1999), 2601
- [67] E. Delamarche, B. Michel, H. A. Biebuyck, Ch. Gerber, *Golden interfaces: The surface of Self-Assembled Monolayers*, *Adv. Mater.* (1996) 8, No. 9
- [68] F. Schreiber, *Structure and growth of self-assembling monolayers*, *Progress in Surface Science* 65 (2000), 151-156
- [69] A. Ulman, *Ultrathin Organic Films*, Academic Press, Inc. New York (1991)
- [70] W. Koch, *Zeitschrift für Physik* 152 (1958), 1

- [71] L. H. Veneklasen, The continuing development of low-energy electron microscopy for characterizing surfaces, *Rev. Sci. Instrum.* 63 (1992), 5513
- [72] W. Telieps, E. Bauer, *Ultramicroscopy* 17 (1985), 57
- [73] E. Brüche, *Zeit. F. Phys.* 86 (1933), 448
- [74] E. Bauer, *Rep. Prog. Phys.* 52 (1994), 895
- [75] K. Grzelakowski, E. Bauer, *Revue of Scientific Instruments* 67 (1996), 742
- [76] P. Adamec, E. Bauer, B. Lenkova, *Rev. Sci. Instrum.* 69 (1998), 3583
- [77] E. Bauer, the possibilities for analytical methods in photoemission and low-energy microscopy, *Ultramicroscopy* 36 (1991), 52-62
- [78] G. Schönhense, C. M. Schneider, *Hochauflösende Photoemissionsmikroskopie mittels Synchrotronstrahlung*, *Phys. Bl.* 53 (1997), 1213
- [79] M. Mundschau, *Emission microscopy and surface science*, *Ultramicroscopy* 36 (1991), 29-51
- [80] Ch. Ziethen, *Orstaufgelöste Röntgenabsorptionsspektroskopie und elementaufgelöste Abbildung mit einem Photoemissions-Spektromikroskop*, Shaker Verlag Aachen (1999), 11
- [81] Omicron, PEEM – Practical considerations/Technical informations, Omicron Instruments for surface science (1995)
- [82] Ch. Ziethen, *Orstaufgelöste Röntgenabsorptionsspektroskopie und elementaufgelöste Abbildung mit einem Photoemissions-Spektromikroskop*, Shaker Verlag Aachen (1999), 11
- [83] Ch. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, R. Oldenbourg Verlag (1996), 607
- [84] A. Owens, S.C. Bayliss, G.W. Fraser, S.J.Gurman, On the relationship between total electron photoyield and X-ray absorption coefficient, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* 385 (1997), 556-558
- [85] Ch. Ziethen, *Orstaufgelöste Röntgenabsorptionsspektroskopie und elementaufgelöste Abbildung mit einem Photoemissions-Spektromikroskop*, Shaker Verlag Aachen (1999), 11
- [86] B. P. Tonner, G. R. Harp, *Rev. Sci. Instrum.* 59 (1988), 853
- [87] M. Capozzi, G. F. Lorusso, P. A. Baudat, T. C. Droubay, P. Perfetti, G. Margaritondo, B. P. Tonner, MEPHISTO: Performance tests of a novel synchrotron imaging photoelectron spectromicroscope, *Rev. Sci. Instrum.* 69 (1998), 2062
- [88] B. P. Tonner, G. R. Harp, S. F. Koranda, J. Zhang, *Rev. Sci. Instrum.* 633 (1992), 564
- [89] W. Swiech, G. H. Fecher, Ch. Ziethen, O. Schmidt, G. Schönhense, K. Grzelakowski, C. M. Schneider, R. Frömter, H.P.Oepen, J. Kirschner, Recent progress in photoemission microscopy with emphasis on chemical and magnetic sensitivity, *J. Electr. Spectr. Rel. Phenom.* 84 (1997), 171-188
- [90] P. J. Durham, Theory of XANES, in: D. C. Koningsberger, R. Prins (Hrsg.), *X-Ray Absorption*, in: J. D. Winefordner, I.M. Kolthoff (Hrsg.), *Chemical Analysis*, Band 92, Wiley, New York (1988)
- [91] W. Gudat, C. Kunz, *Phys. Rev. Lett* 29 (1972), 169
- [92] Ch. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, R. Oldenbourg Verlag München (1996), 607
- [93] Osram HBO 103W/2 Prüfprotokoll Datei: „HBO_103W_2_2064r0“
- [94] P. Adamec, E. Bauer, B. Lenkova, *Rev. Sci. Instrum.* 69 (1998), 3583
- [95] K. Wille, *Rep. Prog. Phys.* 54 (1991), 1005
- [96] J. Baruchel, J. L. Hodeau, M. S. Lehmann, J. R. Regnard, C. Schlenker (Hrsg.), *Neutron and Synchrotron radiation for condensed matter studies*, Springer, Berlin (1993), Band 1: Theory, Instruments and Methods

- [97] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 127
- [98] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 128
- [99] C. Kunz, *Synchrotron Radiation*, Springer Verlag (1979), 37
- [100] Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung mbH, *Research at BESSY II – A User's Handbook*, (1998)
- [101] E.-E. Koch, *Handbook on Synchrotron Radiation*, North Holland Publishing Company, Amsterdam New York Oxford (1983), 3
- [102] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 135
- [103] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 146
- [104] F. Senf (BESSY), persönliche Mitteilung (1999)
- [105] Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung mbH, *Research at BESSY II – A User's Handbook*, (1998)
- [106] R. Fleischhauer, BESSY, persönliche Mitteilung (1999)
- [107] W. Jitschin, *Vakuum-Lexikon*, Wiley-VCH (1999), 16-2
- [108] F. Senf (BESSY), persönliche Mitteilung (1998)
- [109] W. B. Peatman, *Gratings, Mirrors and Slits Beamline Design for Soft X-Ray Synchrotron Radiation Sources*, Gordon and Braech Science Publishers (1997), 119ff
- [110] *Simulation mit Programm der CXRO*, Internet: www-cxro.lbl.gov/optical_constants/layer2.html
- [111] M. Scheer (BESSY), persönliche Mitteilung (1999)
- [112] *Optik und Kristalle Berger*, Berlin-Adlershof
- [113] *Meßprotokoll der Firma Optik und Kristalle Berger vom 11.11.1998*
- [114] F. Senf (BESSY), persönliche Mitteilung (1999)
- [115] J. Gaupp (BESSY), persönliche Mitteilung (2002)
- [116] E. M. Gullicson, Lawrence Berkeley National Laboratory, Internetadresse: http://www-cxro.lbl.gov/optical_constants/layer2.html
- [117] W. B. Peatman, *Gratings, Mirrors and Slits Beamline Design for Soft X-Ray Synchrotron Radiation Sources*, Gordon and Braech Science Publishers (1997), 172 ff
- [118] E.-E. Koch, *Handbook on Synchrotron Radiation*, North Holland Publishing Company, Amsterdam New York Oxford (1983), 229 ff
- [119] W. B. Peatman, *Gratings, Mirrors and Slits Beamline Design for Soft X-Ray Synchrotron Radiation Sources*, Gordon and Braech Science Publishers (1997), 160 f
- [120] E.-E. Koch, *Handbook on Synchrotron Radiation*, North Holland Publishing Company, Amsterdam New York Oxford (1983), 236 ff
- [121] W. B. Peatman, *Gratings, Mirrors and Slits Beamline Design for Soft X-Ray Synchrotron Radiation Sources*, Gordon and Braech Science Publishers (1997), 156 ff
- [122] E.-E. Koch, *Handbook on Synchrotron Radiation*, North Holland Publishing Company, Amsterdam New York Oxford (1983), 241 ff
- [123] N. V. Andronova, V. G. Kohn, A. I. Chechin, *Multilayer mirrors as synchrotron radiation monochromators*, *Nucl. Instr. Methods. Phys. Res. A* 359 (1995), 131-134
- [124] V. A. Chernov, V. I. Erofeev, N. V. Kovalenko, *Multilayer grating as a SR monochromator for Mössbauer spectroscopy*, *Nucl. Instr. Methods. Phys. Res. A* 405 (1998) 919-925

-
- [125] C. Gerthsen, H. Vogel, Physik, Springer Verlag (1993), 596
- [126] C. Kunz, Synchrotron Radiation, Springer Verlag (1979), 84
- [127] E. Spiller, Soft X-Ray Optics, Spie Optical Engineering Press (1994), 7ff
- [128] E. Gullikson, The Atomic Scattering Factor Files, Center for X-Ray Optics at the Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, USA, http://www-cxro.lbl.gov/optical_constants/getdb2.html, 2001
- [129] C. Gerthsen, H. Vogel, Physik, Springer Verlag (1993), 596
- [130] E. Spiller, Soft X-Ray Optics, Spie Optical Engineering Press (1994), 106
- [131] A. G. Michette, Optical Systems for Soft X-Rays, Plenum Press, New York London (1986), 28
- [132] U. Kleineberg, persönliche Mitteilung (2002)
- [133] E. Spiller, Soft X-Ray Optics, Spie Optical Engineering Press (1994), 106
- [134] J. Friedrich, C. Kunz, E. Mentz, Efficiency measurements at Mo/Si multilayer gratings and comparison with the model of radiation dipoles, Nucl. Instr. Methods. Phys. Res. A 357 (1995), 183-191
- [135] V. A. Chernov, V. I. Erofeev, N. I. Chkhalo, N. V. Kovalenko, S. V. Mytnichenko, X-ray performance of multilayergratings: recent advances at SSRC, Nucl. Instr. Methods. Phys. Res. A 405 (1998), 310-318
- [136] U. Kleineberg, H.-J. Stock, A. Kloidt, K. Osterried, D. Menke, B. Schmiedeskamp, U. Heinzmann, D. Fuchs, P. Müller, F. Scholze, G. Ulm, K. F. Heidemann, B. Nelles, Mo/Si Multilayer Coated Laminar Phase and Ruled Blaze Gratings for the Soft X-Ray Region, J. Electr. Spectr. Rel. Phenom. 80 (1996), 389-392
- [137] T. W. Barbee, Jr, Combined microstructure x-ray optics, Rev. Sci. Instrum. 60 (7) (1989), 169-176
- [138] T. W. Barbee, Jr, J. V. Bixler, D. D. Dietrich, Performance of multilayer coated diffraction gratings at near normal incidence in the extreme ultraviolet, Physica Scripta 41 (1990), 740-744
- [139] Ch. Gertsen, H. Vogel, Physik, Springer Verlag (1993), 596
- [140] Dtv-Lexikon der Physik, Band 3, dtv (1970), 282
- [141] W. K. Warburton, On the defraction properties of multilayer coated plane gratings, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 291 (1990), 278-285
- [142] Multilayerbeschichtung von Th. Westerwalbesloh, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld
- [143] General Optics, USA
- [144] Multilayerbeschichtung von Th. Westerwalbesloh, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld
- [145] Carl Zeiss, Jena
- [146] Phytron Elektronik GmbH, Gröbenzell, Extrem Environment Stepper Motor VSS 25.200.1.2 bzw. VSS 25.500.1.2
- [147] Mädler GmbH, Stuttgart, Schneckenrad 300332/Schnecke 300300
- [148] Schneeberger GmbH, Höfen/Enz, Spez. Rolltisch bestehend aus: Unterteil NKL 3-205/Oberteil NKL 3-80 mit überlaufenden Käfigen, Käfige und Längsführungen rostfrei
- [149] S. Bajit, J. B. Alameda, T. W. Barbee, W. M. Clift, J. A. Folta, B. Kaufmann, E. A. Spiller, Improved reflectance and stability of Mo-Si multilayers, SPIE, vol. 41, no. 8, Aug. 2002, 1797-1804
- [150] Vorbereitung der Multilayerherstellung von Th. Westerwalbesloh, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld
- [151] Programm im Internett zugänglich unter:
www-cxro.lbl.gov/optical_constants/multi2.html

- [152] Multilayerbeschichtung von Th. Westerwalbesloh, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld
- [153] U. Kleineberg, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld, persönliche Mitteilung (2002)
- [154] Programm im Internet zugänglich unter:
www-cxro.lbl.gov/optical_constants/multi2.html
- [155] H. J. Stock, Herstellung von Multischicht-Röntgenspiegeln für verschiedene Wellenlängenbereiche von 2 bis 30 nm, Dissertation an der Fakultät für Physik, Universität Bielefeld, Januar 1998
- [156] A. G. Michette, Optical systems for soft X-rays, Plenum Press (1986), 243ff
- [157] R. Follath, BESSY, persönliche Mitteilung (1999)
- [158] R. Follath, BESSY, persönliche Mitteilung (1999)
- [159] M. Weiss, BESSY, persönliche Mitteilung (1999)
- [160] T. Noll, BESSY, Konstruktionszeichnungen des Speicherringes, (1999)
- [161] Programm im Internet zugänglich unter:
www-cxro.lbl.gov/optical_constants/filter2.html
- [162] U. Kleineberg, persönliche Mitteilung (2002)
- [163] Allied Signal, Specialty Chemicals Riedel-de Haen GmbH, 54207 Lumilux Grün B 43-3
- [164] G. C. King, M. Trone, F. H. Read, R. C. Bradford, J Phys B 10 (1977), 2479
- [165] P. Hitchcock, C. E. Brion, J. Phys. B 13 (1980), 3269
- [166] F. M. Quinn, I. W. Kirkman, R. Lowery, A Gas Cell for Monochromator Characterisation, Surface Science Technical Note; SSTN-96-04, Internet:
http://srs.dl.ac.uk/SRDBG/pubs/gas_cell_doc.html
- [167] Hamamatsu Photonics Deutschland GmbH Arzbergerstr. 10, 82211 Herrsching, GaAsP-Photodiode G 1127-04 cup taped type
- [168] Ch. Jung, BESSY, persönliche Mitteilung aus Messungen der PTB
- [169] J. Chmelik, L. Veneklasen, G. K. L. Marx, Optik 83 (1988), 1348
- [170] Omocron, PEEM – Practical considerations/Technical informations, Omocron Instruments for surface science (1995)
- [171] Ch. Ziethen, Orstau aufgelöste Röntgenabsorptionsspektroskopie und elementaufgelöste Abbildung mit einem Photoemissions-Spektromikroskop, Shaker Verlag Aachen (1999), 11
- [172] K. J. Hanszen, B. Morgenstern, K. J. Rosenbruch, Zeitschr. Angew. Phys. 16 (1964), 477
- [173] K. J. Hanszen, B. Morgenstern, Zeitschr. Angew. Phys. 19 (1965), 215
- [174] K. J. Hanszen, K. J. Rosenbruch, F. A. Sunder-Plassmann, Z. angew. Phys. 18 (1965), 345
- [175] K. J. Hanszen, Zeitschr. Angew. Phys. 20 (1966), 427
- [176] G. F. Rempfer, W. P. Skoczylas, O. H. Griffith, Design and Performance of a high-resolution photoelectron microscopy, Ultramicroscopy 36 (1991), 196-221
- [177] K. J. Hanszen, Naturw. 54 (1967), 125
- [178] A. Recknagel, Theorie des elektrischen Elektronenmikroskops für Selbststrahler, Zeitschrift für Physik 117 (1941), 689
- [179] G. F. Rempfer, O. H. Griffith, The resolution of photoelectron microscopes with UV, X-Ray, and Synchrotron Excitation sources, Ultramicroscopy 27 (1989), 273-300
- [180] Ch. Ziethen, Orstau aufgelöste Röntgenabsorptionsspektroskopie und elementaufgelöste Abbildung mit einem Photoemissions-Spektromikroskop, Shaker Verlag Aachen (1999), 11
- [181] Omicron, PEEM – Practical considerations/Technical informations, Omocron Instruments for surface science (1995)

- [182] R. N. Watts, S. Liang, Z. H. Levine, T. B. Lucatorto, F. Polack, M. R. Scheinfein, A transmission x-ray microscope based on secondary electron imaging, *Rev. Sci. Instrum.* 68 (9), September 1997
- [183] G. De Stasio, B. Gilbert, T. Nelson, R. Hansen, J. Wallace, D. Mercanti, M. Capozzi, P. A. Baudat, P. Perfetti, G. Margaritondo, B. T. Tonner, Feasibility tests of transmission x-ray photoelectron emission microscopy of wet samples, *Rev. Sci. Instrum* 71 (2000), 11
- [184] K. Kaznachejev, A. Osanna, B. Winn, Sealed Cell For In-Water Measurements, Department of Physics and Astronomy, SUNY, Stony Brook, NY 11794, USA
- [185] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 371
- [186] Omicron Nano Technology GmbH, Taunusstein, UHV Piezo Micro Slide
- [187] Ch. Ziethen, persönliche Mitteilung (2000)
- [188] R. N. Watts, S. Liang, Z. H. Levine, T. B. Lucatorto, F. Polack, M. R. Scheinfein, A transmission x-ray microscope based on secondary electron imaging, *Rev. Sci. Instrum.* 68 (9), September 1997
- [189] U. Kleineberg, persönliche Mitteilung (2000)
- [190] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 337ff
- [191] M. Schnürer, Ch. Spielmann, M. Lenzer, F. Krausz, Eine kompakte Quelle kohärenter Röntgenstrahlen im Wasserfenster, *Phys. Bl.* 54 (1998) Nr. 4
- [192] P. B. Corkum, Plasma Perspective on Strong-Field Multiphoton Ionisation, *Phys. Rev. Lett.* 71 (1993), 1994
- [193] Institut für Röntgenphysik, Fakultät für Physik, Universität Göttingen
- [194] Institut für Röntgenphysik, Fakultät für Physik, Universität Göttingen
- [195] D. Attwood, *Soft X-Ray and extreme ultraviolet radiation*, Cambridge University Press (1999), 359
- [196] Ch. Jung, BESSY, persönliche Mitteilung (Meßdaten der PTB) (2000)
- [197] Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung mbH, *Research at BESSY II – A User's Handbook*, (1998)
- [198] W. Jitschin, *Vakuum-Lexikon*, Wiley-VCH (1999), 24-2
- [199] M. Krumrey, E. Tegeler, J. Barth, M. Krisch, F. Schäfers, R. Wolf, Schottky type Photodiodes as detectors in the VUV and soft x-ray range, *Appl. Opt.* 27 No 20 (1998), 4336 ff
- [200] T. Wilhein, S. Rehbein, D. Hambach, M. Berglund, L. Rymell, H.M. Hertz, A slit grating spectrograph for quantitative soft x-ray spectroscopy, *Rev. Sci. Instrum.* 70 (1999), 1694
- [201] *Dtv-Lexikon der Physik*, Band 1, dtv München (1970), 164
- [202] Omicron, PEEM – Practical considerations/Technical informations, Omicron Instruments for surface science (1995)
- [203] G. F. Rempfer, O. H. Griffith, The resolution of photoelectron microscopes with UV, X-Ray, and Synchrotron Excitation sources, *Ultramicroscopy* 27 (1989), 273-300
- [204] Focus GmbH, Hünstetten, Instrument Manual – FOCUS IS-PEEM, 36
- [205] E. Delamarche, B. Michel, H. A. Biebuyck, Ch. Gerber, Golden interfaces: The surface of Self-Assembled Monolayers, *Adv. Mater.* (1996) 8, No. 9
- [206] R. Hoffman, Research, Internet: <http://aldix.mpi-stuttgart.mpg.de/hoffmann/sam.html>
- [207] Sigma-Aldrich Chemie GmbH (Fluka / Riedel de Haen), Laborchemikalien und analytische Reagenzien 1999/2000, 1069
- [208] ABCR GmbH & Co. KG, Karlsruhe, Gelest 2000 (Produktkatalog), 197
- [209] F. Schreiber, Structure and growth of self-assembling monolayers, *Progress in Surface Science* 65 (2000), 151-256

- [210] C. Carraro, O. W. Yauw, M. M. Sung, R. Maboudian, Observation of three Growth Mechanisms in Self-Assembled Monolayers, *Phys. Chem. B*, Vol. 102, No. 23 (1998), 4441-4443
- [211] A. Ulman, An Introduction to Ultrathin Organic Films, in: Langmuir-Blodgett to Self-Assembly, Academic Press, New York (1991), 237-425
- [212] D. L. Angst, G. W. Simmons, Moisture Absorption Characteristics of Organosiloxane Self-Assembled Monolayers, *Langmuir*, Vol. 7, No. 10 (1991), 2236-2242
- [213] K. Bierbaum, M. Grunze, A. A. Baski, L. F. Chi, W. Schrepp, H. Fuchs, Growth of Self-Assembled n-Alkyltrichlorosilane Films on Si(100) Investigated by Atomic Force Microscopy, *Langmuir*, Vol. 11, No. 6. (1995), 2143-2150
- [214] R. Wang, S. L. Wunder, Thermal Stability of Octadecylsilane Monolayers on Silica: Curvature and Free Volume Effects, *Journal of Physical Chemistry B* (2001) Vol. 105, 173-181
- [215] G. J. Kluth, M. M. Sung, R. Maboudian, Thermal Behavior of Alkylsiloxane Self-Assembled Monolayers on the Oxidized Si(100) Surface, *Langmuir*, Vol. 13, No. 14 (1997), 3775-3780
- [216] M. M. sung, G. J. Kluth, O. W. Yauw, R. Maboudian, Thermal Behavior of Alkyl Monolayers on Silicon Surfaces, *Langmuir*, Vol. 13, No. 23 (1997), 6164-6168
- [217] A. G. Richter, C.-J. Yu, A. Datta, J. Kmetko, P. Dutta, *In situ* and interrupted-growth studies of the self-assembly of octadecyltrichlorosilane monolayers, *Physical Review E*, Vol. 61, No. 1 (2000)
- [218] R. Resch, M. Grasserbauer, G. Friedbacher, Th. Vallant, H. Brunner, U. Mayer, H. Hoffmann, In situ and ex situ AFM investigation of the formation of octadecylsiloxane monolayers, *Applied Surface Science* 140 (1999) 168-175
- [219] M. Sundermann, A. Brechling, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld, persönliche Mitteilung (2002)
- [220] J. M. Blakeley, *Surface Physics of materials*, Volume 1, Academic Press New York, San Francisco, London (1975), 88
- [221] Ch. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, R. Oldenburg Verlag München (1996), 607
- [222] A. C. Thompson, D. Vaughan, X-Ray Data Booklet, Technical and Electronic Information Department, Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, California 94720, 1-2
- [223] S. Nepijko, persönliche Mitteilung (2001)
- [224] R. Hoffman, Research, Internet: <http://aldix.mpi-stuttgart.mpg.de/hoffmann/sam.html>
- [225] N. Benouattas, A. Mosser, D. Raiser, J. Faerber, A. Bouabellou, Behaviour of copper atoms in annealed Cu/SiO_x/Si systems, *Appl. Surf. Sci.* 153 (2000), 79-84
- [226] Y. K. Lee, K. Maung Latt, K. JaeHyung, T. Osipowicz, K. Lee, Study of diffusion barrier properties of ionized metal plasma (IMP) deposited tantalum (Ta) between Cu and SiO₂, *Materials Science and Engineering B68* (1999), 99-103
- [227] C. S. Liu, L. J. Chen, Room-temperature oxidation of silicon in the presence of Cu₃Si, *Thin Solid Films* 262 (1995), 187-198
- [228] R.R. Chromik, W. K. Neils, E. J. Cotts, Thermodynamic and kinetic studies of solid state reactions in the Cu-Si system, *Journal of Applied Physics* (1999), Vol. 86, No. 8
- [229] S.A. Chambers, G. A. Howell, T. R. Greenlee, J. H. Weaver, Characterization of intermixing at metal-semiconductor interfaces by angle-resolved Auger-electron emission: Cu/Si(111)-7x7, *Physical Review B* (1985), Vol. 31, No. 10

-
- [230] S. A. Chambers, S. B. Anderson, J. H. Weaver, Atomic structure of the Cu/Si(111) interface by high-energy core-level Auger electron diffraction, *Phys. Rev. B* 32 (1985), 581
- [231] K. Hilgers, Untersuchungen an Multischichtströntgenspiegeln durch AES-Tiefenprofilanalyse und Raster-AES, Dissertation an der Fak. f. Physik der Universität Bielefeld (1995), 8 ff
- [232] A. Thompson, D. Attwood, E. Gullikson, M. Howells, K.Je-Kim, J.Kirz, J. Kortright, I. Lindau, P. Pianetta, A. Robinson, J. Scofield, J. Underwood, D. Vaughan, G. Williams, H. winick, X-Ray Data Booklet, Lawrence Berkeley National Laboratory, Berkeley, California 94720
- [233] A. Owens, S.C. Bayliss, G.W. Fraser, S.J.Gurman, On the relationship between total electron photoyield and X-ray absorption coefficient, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* 385 (1997), 556-558
- [234] A. Brechling, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld, persönliche Mitteilung (2002)
- [235] K. Hilgers, Untersuchungen an Multischichtströntgenspiegeln durch AES-Tiefenprofilanalyse und Raster-AES, Dissertation an der Fak. F. Physik der Universität Bielefeld (1995), 8 ff
- [236] A. Brechling, Molekül- und Oberflächenphysik, Fakultät für Physik, Universität Bielefeld, persönliche Mitteilung (2001)
- [237] T. Komeda, K. Namba, Y. Nishioka, Octadecyltrichlorosilane self-assembled-monolayer islands as a self-patterned-mask for HF etching of SiO₂ on Si, *J. Vac. Sci. Technol. A* 16(3) (1998), 1680-1685
- [238] J. D. O'Mahony, J. F. McGilpp, F. M. Leible, P. Weightman, C. F. G. Flipse, Control of terrace width and atomic step distribution on vicinal Si(111) surfaces by thermal processing, *Semicond. Sci. Technol.* 8 (1993), 495-501
- [239] C. E. Aumann, J. J. de Miguel, R. Kariotis, M. G. Lagally, Temperature dependence of the step structure of vicinal Si(001) surfaces, *Surface Science* 275 (1992), 1-15
- [240] R. Kariotis, M. G. Lagally, Calculation of terrace-edge structure distributions for vicinal surfaces, *Surface Science* 248 (1991), 295-305
- [241] M. B. Webb, F. K. Men, B. S. Swartzentruber, R. Kariotis, M. G. Lagally, Surface step configurations under strain: kinetics and step-step interactions, *Surface Science* 242 (1991), 23-31
- [242] G. De Stasio, B. Gilbert, T. Nelson, R.Hansen, J. Wallace, D. Mercanti, M. Capozzi, P. A. Baudat, P. Perfetti, G. Margaritondo, B. T. Tonner, Feasibility tests of transmission x-ray photoelectron emission microscopy of wet samples, *Rev. Sci. Instrum* 71 (2000), 11
- [243] E. Spiller, *Soft X-Ray Optics*, Spie Optical Engineering Press (1994), 106

Danksagung

Diese Arbeit wurde im Rahmen eines vom BMBF unter dem Förderkennzeichen 05 SL 8PB1/1 geförderten Projektes am Lehrstuhl für Molekül- und Oberflächenphysik der Universität Bielefeld durchgeführt. Für diese finanzielle Unterstützung möchte ich mich beim BMBF bedanken.

Bei Herrn Prof. Dr. U. Heinzmann möchte ich mich für eine interessante Themenstellung, die Einwerbung der erforderlichen finanziellen Mittel und die Bereitstellung aller anderen Notwendigkeiten für die Durchführung einer Doktorarbeit im Rahmen eines interessanten Projektes bedanken.

Mein Dank gilt auch Herrn Priv. Doz. Dr. U. Kleineberg für die Betreuung dieser Arbeit, die auch tatkräftige Unterstützung beinhaltet hat.

Ebenfalls tatkräftige Hilfe habe ich auch von Herrn A. Brechling und Herrn Dr. M. Sundermann durch die Präparation der SAM-Schichten und die Aufnahme einiger Auger-Spektren und der AFM-Bilder erhalten. Die Herstellung der Multilayeroptiken hat dankenswerterweise Herr T. Westerwalbesloh durchgeführt.

Für die Zusammenarbeit in Wien und bei der Erstellung der mit dem Gitterspektrographen und der Röntgen-CCD-Kamera gewonnenen Daten möchte ich mich bei Herrn M. Wieland bedanken.

Da für das Gelingen dieser Arbeit sehr viel Aufbauarbeit notwendig war, möchte ich mich bei den Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt der Fakultät für Physik für ihr persönliches Interesse und dem damit verbundenen Einsatz bei der Herstellung der mechanischen Komponenten bedanken. Insbesondere Herr W. Gronemeyer und Herr E. Frederikowitch haben in vielen Diskussionen und schnellen Hilfestellungen zum Gelingen beigetragen. Auch den Mitarbeitern der elektronischen Werkstatt der Fakultät für Physik bin ich für den Bau vieler elektrischer Geräte zu Dank verpflichtet.

Allen Mitarbeitern der Arbeitsgruppe von Prof. Heinzmann danke ich für die vielen Hilfestellungen und konstruktiven Kritikpunkte.

Ganz besonders möchte ich mich bei meiner Frau Martina bedanken, die viel Zeit für Korrekturen der Arbeit und Diskussionen über diese geopfert hat. Auch in manchen Stunden an Wochenenden hat sie mir tatkräftig zur Seite gestanden.

Lebenslauf

Martin Pohl

geb. am 03.10.1972 in Gelsenkirchen

deutscher Staatsbürger

verheiratet

Schulischer und beruflicher Werdegang:

1979 – 1983	Besuch der Grundschule in Liemke
1983 – 1990	Besuch des Gymnasiums Oerlinghausen
1990 – 1992	Besuch des Gymnasiums Verl
1992	Abitur am Gymnasium Verl
1992 – 1993	Grundwehr-Ersatzdienst in den von Bodelschwingschen Anstalten Bielefeld-Bethel
1993 – 1998	Studium der Physik an der Universität-Gesamthochschule Paderborn
1998	Abschluß des Studiums mit der Diplomarbeit zum Thema: Konstruktion und Bau eines EPR/ENDOR-Kryostaten
seit 1998	Wissenschaftlicher Angestellter an der Fakultät für Physik der Universität Bielefeld mit dem Ziel der Promotion