Kapitel 8

SMART

Das Photoelektronen-Mikroskop SMART (*Spectro-Microscope for All Relevant Techniques*) soll in seiner Funktionsweise kurz beschrieben werden. Details sind in mehreren Referenzen [83, 68], und weiteren im Text genannten Literaturstellen beschrieben. Im Rahmen dieser Arbeit soll die Einbindung des Experiments in die Umgebung, der Anschluss an das Strahlrohr, die Präparation der Proben und die Isolation gegen Schwingungen und Felder besprochen werden.

8.1 Kurzbeschreibung des SMART

Die Probe ist vor einer elektromagnetischen Immersionslinse angeordnet und wird von monochromatischen Röntgenstrahlen in streifendem Einfall von 20° beleuchtet. Diese sollen vom PM-6 bei BESSY II zur Verfügung gestellt werden. Die kinetische Energie der Elektronen wird durch die Beschleunigung in der Objektivlinse auf die 15 kV Passenergie festgelegt. Die unvermeidbaren axialen Aberationen der Elektronenlinse werden von einem elektrostatischen Tetrodenspiegel [84] korrigiert. Ein besonders geformter Strahlteiler [85] projiziert den Strahl von der Linse in den Spiegel und leitet ihn von dort in das Transferlinsensystem zu dem Energiefilter weiter, ohne weitere Aberationen einzuführen. Zusätzlich kann ein Elektronenstrahl aus einer Feldemitterkanone gegenüber dem Tetrodenspiegel zur Beleuchtung der Probe eingekoppelt werden [83, 68].

Der Energiefilter (Omega-Filter [86]) wählt die Bandbreite der bildformenden Elektronen. Der Filter ist bis zur 2. Ordnung der Abbildungsfehler korrigiert und erhält somit die Ortsinformation. Schließlich wird das energiegefilterte Bild auf eine CCD-Kamera abgebildet.

Die Abb. 8.1 zeigt den elektronenoptischen Strahlengang im SMART. Den realen Aufbau zusammen mit dem Monochromator PM-6 zeigt Abb. 6.5.

Das Gerät bietet eine Vielzahl unterschiedlicher Betriebsmodi an:

- Photoelektronenmikroskopie:
 - Festes $h\nu$ und E_{kin} PEEM:

Bei 30 eV $\leq E_{kin} \leq$ 100 eV wird die optimale Oberflächenempfindlichkeit erreicht. Wenn E_{kin} einer Augerelektronenenergie entspricht, kann eine breitere Photonenenergiebandbreite für höhere Intensität gewählt werden. Wird ein 2 eV breites Detektionsfenster für E_{kin} auf die Energie der Sekundärelektronen gesetzt, wird der Kontrast durch Differenzbildung zweier Bilder mit Anregungsenergien ober- und unterhalb einer Absorptionskante erreicht. Die Variationen der Austrittsarbeit können bei Beleuchtung mit einer konventionellen UV-Lampe gemessen werden.

 $-h\nu$ durchstimmen — *Element mapping*, NEXAFS, SEXAFS:

Da die Ionisationsquerschnitte maximal an den Absorptionskanten sind, leuchten die Stellen mit den Elementen auf, deren Bindungsenergie der *corelevel*-Elektronen $E_B = h\nu - E_{kin}$ entspricht. Ist E_{kin} auf eine Augeroder Sekundärelektronenenergie gesetzt, können ortsaufgelöste NEXAFund SEXAF-Spektren aufgenommen werden.

- E_{kin} variiert — ESCA, CIS: ESCA und AES-Analysen können mit 0.1

ESCA und AES-Analysen können mit 0,1 eV Elektronenenergieauflösung durchgeführt werden. Der CIS-Mode (*constant initial state*) wird mit $h\nu - E_{kin} = const.$ eingestellt.

• Parallele Aufnahme von Spektren kleiner Ausschnitte:

Eine Feldblende am Energiefilter wählt einen bis zu 5 nm Durchmesser kleinen Ausschnitt aus der Probe aus. Das zu einer dieser Quelle ist hinter dem Energiefilter nach seiner Energieverteilung an der Stelle des Austrittsspaltes des Energiefilters zu einer Linie dispergiert. Diese wird mit der Projektionsoptik auf den Detektor abgebildet.

• Mikroskopie mit einfallendem Elektronenstrahl

- Reelles Bild auf dem Detektor — LEEM, MEM:

Die einfallenden Elektronen erreichen die Probe: Elastisch gestreute Elektronen erzeugen das LEEM-Bild (*low energy electron microscopy*). Die niedrige Energie der Elektronen sorgt wie beim LEED für eine ausgezeichnete Oberflächenempfindlichkeit und schont die Probe. Wenn die einfallenden Elektronen bereits an einer Äquipotentialfläche vor der Probe reflektiert werden, spricht man von MEM (*mirror electron microscopy*). Dieser Modus reagiert sehr empfindlich auf die Topographie und elektro-magnetische Mikrofelder an der Oberfläche.

- Beugungsbild auf dem Detektor — LEED kleinster Bereiche:

Die Transferoptik vertauscht gegenüber den bisherigen Abbildungsmodi Objekt- und Quellbild in den Eintrittsebenen des Ω -Filters. Die Passenergie des Filters wird so eingestellt, dass nur die elastisch gestreuten Elektronen des Beugungsbildes passieren. Eine Feldblende in der Beleuchtung reduziert den Probenbereich, von dem das LEED-Bild aufgenommen wird, auf 1 μ m².

• Abbildung rauer Probenoberflächen:

Die meisten elektronenoptischen Objektive benutzen ein starkes Feld zwischen Probe und Objektiv. Unebenenheiten der Probe setzen sich dann als Unebenheiten in den Äquipotentialflächen vor der Probe fort und verzerren die Abbildung erheblich. Daher kann der vordere Polschuh der Objektivlinse auf Probenpotential gesetzt werden. Die verschwindende Feldstärke an der Probenoberfläche vermeidet die Verzerrungen bei einer rauen Oberfläche.

8.2 Isolation des Mikroskops

8.2.1 Anforderungen

Elektronenoptik, zudem von langsamen Elektronen, benötigt hohe mechanische Präzision und Stabilität im Strahlengang. Die Tabelle 8.1 zeigt die Anforderungen der Elektronenoptik, wenn die höchste Auflösung erreicht werden soll. Diese Spezifikationen lassen sich direkt über den Wärmeausdehnungskoeffizienten von Stahl (1.4301/1.4429) in

max. Versatz	in Strahlrichtung	senkrecht Strahlrichtung
Objektivlinse	$14~\mu{ m m}$	$0.1~\mu{ m m}$
Feldlinsen	$80~\mu{ m m}$	$0.12~\mu{ m m}$
Tetrodenspiegel	$7~\mu{ m m}$	$0.12~\mu{ m m}$
Strahlteiler	$0.12~\mu{ m m}$	$0.12~\mu{ m m}$

Tabelle 8.1: Mechanische Stabilitätsanforderungen der Elektronenoptik des SMART für höchste Auflösung

eine maximal zulässige Temperaturschwankung umrechnen:

$$\Delta T_{max} = \frac{\Delta L}{L} \cdot \frac{1}{K} = \frac{7\mu m}{70 cm} \cdot \frac{1}{10^{-6} \frac{m}{K}} = 1K$$
(8.1)

Noch kritischer ist der Versatz senkrecht zur Strahlrichtung, der durch Verwindungen des Rahmens entstehen kann. Sie werden durch Schwingungen des Aufbaus verursacht. Ihr Einfluss hängt ganz wesentlich von der Steifheit der Konstruktion ab. Aller Erfahrung nach ist zusätzlich eine Schwingungsisolation in unruhigen Bereichen wie der Experimentierhalle bei BESSY jedoch dringend notwendig.

Ein Schwingungsdämpfersystem erlaubt prinzipiell eine Bewegung der isolierten Masse bezüglich des Laborsystems. Dem Laborsystem kommt aber, als Bezugssystem für die Lichtquelle, dem Monochromator, eine besondere Bedeutung für dieses Experiment zu. Eine Verschiebung des Leuchtflecks auf der Probe bewirkt zunächst eine Veränderung der lokalen Anregungsintensität und damit eine Verfälschung zum Beispiel eines Röntgenabsorptionsspektrums. Insbesondere sind Verschiebungen zu befürchten, wenn die Anlage berührt wurde oder zusätzliche Anbauten das Gewicht verändert haben. Es ist daher wünschenswert, die Präparation einer Probe schwingungsmäßig getrennt von der Messkammer durchführen zu können. Eine Verschiebung des Lichtfokus aus dem Gesichtsfeld der Elektronenoptik hinaus würde sogar eine komplette Neujustierung des Strahlenganges erfordern. Veränderungen der Koordinaten des Tisches ergeben die in Tabelle 8.2 angegebenen Verschiebungen des Leuchtflecks auf der Probe.

Ein mit *Raytracing*¹ berechnetes Profil des Strahls (vgl. Abb. 6.3, dort dargestellt für den Ort der Probe im Spektrometer) am Austrittsspalt, anschließend fünf-

¹Beim *Raytracing* wird das Verhalten einer Optik durch die Verfolgung eines Bündels von Strahlen simuliert. Oberflächenrauigkeiten werden dabei durch lokale Unterschiede in den Einfallswinkeln

Tabelle 8.2: Auswirkung der Rückstellgenauigkeit der Schwingungsisolation mit aus ihnen berechneter Verschiebung des Leuchtflecks. In Klammern angegeben ist die daraus resultierende relative Veränderung der Photonenflussdichte in der Mitte des Leuchtflecks.

	5 $\mu{\rm m}$ vertikal	5 $\mu{\rm m}$ horizontal
Refokussierspiegel auf dem	$1~\mu{\rm m}$ ($1~\%)$	$3 \ \mu m \ (2 \ \%)$
schwingungsisoliertem System		
Refokussierspiegel im	$5~\mu{\rm m}$ ($15~\%)$	15 $\mu{\rm m}~(6~\%)$
Laborsystem		

fach verkleinert, liegt der Berechnung der relativen Intensitätsänderung zugrunde. Die Rechnungen wurden von C. Jung durchgeführt. Befindet sich der Refokussierspiegel mit auf dem isolierten System, kann die Anforderung an die Reproduziergenauigkeit wesentlich entspannt werden.

8.2.2 Konzept

Die thermische Stabilität ist leicht zu erreichen, da diese der Spezifikation der Klimaanlage der Experimentierhalle entspricht. Zusätzlich werden Temperaturschwankungen durch Konvektion von einer Schallschutzhütte verhindert, mit der das gesamte Mikroskop umbaut wird. Der Hauptzweck ist allerdings der Schutz vor Schwingungseintrag durch Luftschall.

Im schwingungsisolierten Bereich befinden sich keine sich bewegenden Teile. Zum Pumpen werden ausschließlich Ionenzerstäuber- und Titansublimationspumpen in Verbindung mit Kühlfallen benutzt.

Ein eigener UHV-Rezipient auf separatem Gestell macht die Probenpräparation weitestgehend von der Messkammer unabhängig. Sie ist nur über einen Membranbalg zur Probenübergabe mit dieser verbunden.

Die mechanische Verbindung der Messkammer mit dem Monochromator ist ebenfalls unerlässlich. Aus den beiden Membranbälgen, die diese beiden Verbindungen zum Monochromator und der Präparationskammer herstellen, resultieren zwei grundsätzliche Probleme: Erstens üben die evakuierten Faltenbälge durch den Luftdruck horizon-

berücksichtigt.

tale Zugkräfte aus. Da die beiden Verbindungen einen Winkel von 160[°] einschließen, heben sie sich nur teilweise auf. Zweitens besitzen die Verbindungen notwendigerweise eine endliche Federkonstante und können somit Schwingungsenergie auf das System übertragen. Damit ihr Einfluss vernachlässigbar klein wird, muss die Federkonstante des Dämpfersystems viel größer als die der Membranbälge sein.

Herkömmliche Dämpfersysteme nutzen eine möglichst weiche Kopplung zum Boden, meist mittels Luftkissen und Höhenregulierung durch Stellventile. Seitliche Zugkräfte können nicht aufgenommen werden. Neu auf dem Markt ist ein aktives Dämpfersystem MOD 4² auf Basis einer logarithmischen, steifen Stahlspiralfeder. Die Beschleunigungen, die Bodenschwingungen auf die Nutzlast ausüben, werden von Sensoren in allen Raumrichtungen erfasst und mit Tauchspulen kompensiert. In diesem Modus eingeschalteter Isolation reagiert das System auf statische Laständerungen wie ein normales Federsystem mit einer Federkonstanten von $0.7 \,\mathrm{N}\mu\mathrm{m}^{-1}$. Bei ausgeschalteter Isolation nehmen Hallsonden die Position auf und kontrollieren das Nachjustieren der Federn nach einem Lastwechsel. In einem Test mit Bleigewichten, die der Masse des SMARTs entsprachen, wurde eine Reproduziergenauigkeit innerhalb des Toleranzbereiches von $\pm 2\,\mu\mathrm{m}$ erreicht. Derselbe Mechanismus erlaubt eine Feineinstellung der Höhenposition des Mikroskops bezüglich des Strahls innerhalb von $\pm 0.5 \,\mathrm{mm}$. Der Prototyp dieses Dämpfersystems wird beim SMART verwendet.

Der Schwingungseintrag der Membranbälge auf das isolierte System wird vernachlässigbar, wenn deren Federkonstante wesentlich kleiner als die der Dämpferfüße ist. Dank der großen Federkonstanten der Dämpfer haben Membranbälge mit 35 mm Innendurchmesser³ bereits ab 40 Balgpaaren axial und transversal eine um den Faktor 100 kleinere Federkonstante als die Füße und stellen somit keine wesentliche Kopplung mehr dar.

8.3 Präparationskammer

Die Präparationskammer (Abb. 8.2) ist neben dem Mikroskop eigenständig und erlaubt somit ein vom Messbetrieb unabhängiges Arbeiten. Neben den Standardverfahren zur Präparation und Charakterisierung wie Heizen, Kühlen, Edelgas-Ionenbeschuss (Sput-

²JRS Scientific Instruments, Affoltern, Schweiz

³ComVAT, Haag, Schweiz; DN 40 AM 350, Kompakt

tern), Gasdosierung, LEED und TPD dient die Kammer auch zum Einschleusen, Lagern und Bedampfen der Proben. Die Vorrichtungen für LEED, TPD (siehe 10.3) und Gaseinlass (vgl. 10.3.4) sind ähnlich wie bei den anderen Experimenten ausgeführt. Eine Schutzklappe kann entweder vor das LEED oder die TPD-Einrichtung geschwenkt werden.

Die Proben sollen mit organischen wie metallischen Substanzen aus allen Winkeln zur Oberflächennormalen bedampft werden können. Viele, insbesondere die organischen Materialien, müssen aus einem Tiegel verdampft werden. Zusammen erzwingen die beiden Anforderungen eine horizontale Drehachse der Probe, die in diesem Aufbau durch einen liegenden Manipulator realisiert wird. Zwei CF-160 Flansche an der Unterseite der Präparationskammer nehmen Module mit Verdampfern auf. Senkrecht zu diesen Modulen kann eine Schwingquarzwaage eingebracht werden. Der Ionisationskäfig eines Massenspektrometers liegt in analoger Geometrie wie bei der Spektrometerkammer (siehe 7.4) im Materiestrahl.

Die Probenkartusche wurde in Clausthal mit besonderer Rücksicht auf die elektronenoptischen Anforderungen entwickelt [87]. Um den Wartungsaufwand im Mikroskop zu minimieren, befindet sich das Heizfilament in der Probenkartusche. Es wird an der Manipulatoraufnahme wie das W/W-Rh Thermoelement über Schleiffedern kontaktiert. Deren Druck schließt die Probenkartusche an einen Stickstoffverdampferblock zur Kühlung an. Flüssiger Stickstoff und das verdampfte Gas werden in Kapillarspiralen zu- und abgeleitet, die die Drehbewegung des Manipulators ausgleichen⁴. Die Probe wird über die Schleuse (im Detail in 10.4 beschrieben) in das UHV gebracht. Die Übergabe in das Mikroskop erfolgt von der Schleuse getrennt mit einer zweiten Transferstange. Durch diesen modularen Aufbau kann die Schleuse ohne weitere Modifikationen auch direkt an der Messkammer eingesetzt werden. Eine separate Übergabe erlaubt zudem einen größeren Abstand der Präparationskammer von der Messkammer. Mit der Übergabetransferstange können Proben aus einem Lagerrevolver mit sieben Parkpositionen entnommen werden.

⁴Manipulator und Kühlung: Omniax, VG, Hastings, Großbritannien



Abbildung 8.1: Schematischer Strahlengang im SMART.



Abbildung 8.2: Die Präparationskammer für das SMART.