

VERSUCH 47

Temperaturabhängigkeit der Molwärme von Kupfer

Katharina Brägelmann
katharina.braegelmann@tu-dortmund.de

Lars Kolk
lars.kolk@tu-dortmund.de

Durchführung: 13.01.2020

Abgabe: 17.01.2020

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1	Zielsetzung	3
2	Theorie	3
2.1	Grundlagen	3
2.2	Fresnel Formeln	3
2.3	Mehrschichtsysteme	4
2.4	Rauigkeit	5
2.5	Geometriefaktor und Geometriewinkel	6
3	Aufbau und Durchführung des Versuchs	6
3.1	Justage	7
3.2	Messung	8
4	Auswertung	9
5	Diskussion	9
	Literatur	9

1 Zielsetzung

In diesem Versuch sollen mithilfe der Röntgenreflektometrie die Dichte, Rauigkeit und Schichtdicke eines dünnen Polystyrolfilms untersucht werden.

2 Theorie

2.1 Grundlagen

Brechung findet statt, wenn eine elektromagnetische Welle mit einem elektrischen Feldvektor der Form

$$\vec{E}(\vec{r}) = \vec{E}_0 e^{i\vec{k}\vec{r}} \quad (1)$$

($\vec{k} \hat{=}$ Wellenvektor, $\vec{r} \hat{=}$ Ortsvektor)

von einem Medium mit Brechungsindex n_1 in ein Medium mit Brechungsindex n_2 ($n_1 \neq n_2$) übergeht. Bei der in diesem Versuch verwendeten Röntgenstrahlung handelt es sich dabei um eine elektromagnetische Welle mit einer Wellenlänge zwischen $\lambda = 0,1 \text{ \AA}$ und $\lambda = 10 \text{ \AA}$.

Der Brechungsindex kann als

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (2)$$

($\delta \hat{=}$ Korrekturterm ($O(10^{-6})$), $\beta \hat{=}$ Absorption ($O(10^{-7})$ für $E = 6 \text{ keV}$)

geschrieben werden und ist für Röntgenstrahlung kleiner als eins. Aus dem Snelliusschen Brechungsgesetz

$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{\cos \alpha_2}{\cos \alpha_1} \quad (3)$$

und der Annahme, dass es sich bei der Grenzfläche der Medien um eine homogene Ebene handelt, ergibt sich ein kritischer Winkel α_c , bei dem es zur Totalreflektion kommt. Unter Vernachlässigung der Absorption folgt für kleine Winkel näherungsweise

$$\alpha_c \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho}{\pi}}. \quad (4)$$

($r_e \hat{=}$ Klassischer Elektronenradius, $\rho \hat{=}$ Elektronendichte des Materials)

2.2 Fresnel Formeln

Im allgemeinen muss bei der Reflektion und Transmission elektromagnetischer Wellen die Polarisation des Lichts berücksichtigt werden. Dies geschieht mithilfe der Fresnel Formeln. Für s-polarisiertes Licht ergeben sich

$$r = \frac{n_1 \cos \alpha_1 - n_2 \cos \alpha_2}{n_1 \cos \alpha_1 + n_2 \cos \alpha_2} \quad (5)$$

$$t = \frac{2n_1}{n_1 \cos \alpha_1 + n_2 \cos \alpha_2}. \quad (6)$$

Für diesen Versuch ist eine Unterscheidung zwischen p und s Polarisation aufgrund der ähnlichen Brechungsindizes $n_1 \approx n_2$ nicht nötig. Die Fresnel Fresnelreflektivität ist für Röntgenstrahlung und für $\alpha_i > 3\alpha_c$ näherungsweise

$$R_f = \left(\frac{\alpha_c}{2\alpha_i} \right). \quad (7)$$

2.3 Mehrschichtsysteme

Da in diesem Versuch mit Polystyrolschicht auf einem Siliziumsubstrat gearbeitet wird, wird im folgendem der Umgang mit Mehrschichtsystemen erläutert. Ein beispielhaftes Verhalten der Reflektivität befindet sich in Abbildung 1.

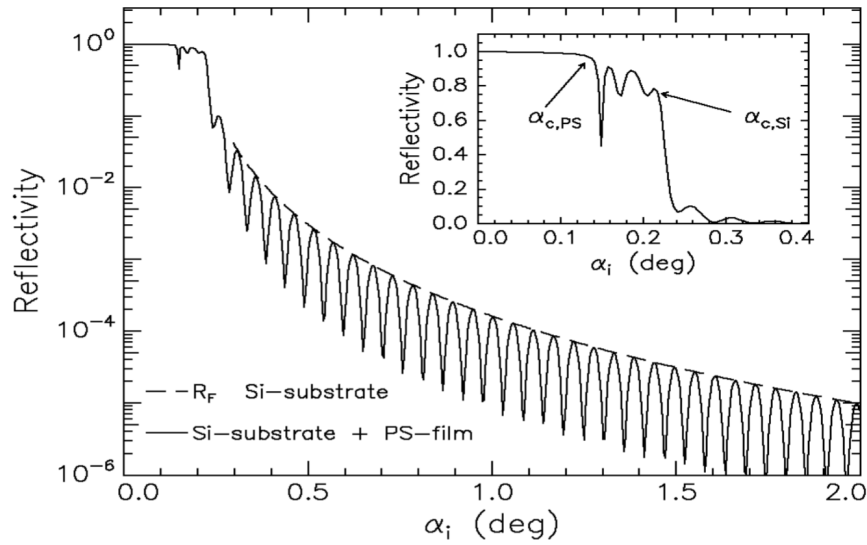


Abb. 1: Beispielhafte Auftragung der Röntgenreflektivität R gegen den Einfallswinkel α_i [1].

In dem dort vergrößerten Bereich sind zwei Totalreflektionen zu erkennen. Bei diesen handelt es sich um die Totalreflektionen von Silizium und des Polystyrolfilm. Für höhere Einfallswinkel folgt der zu erwartende Abfall der Reflektivität. Die dabei beobachtbaren Oszillationen treten aufgrund von Interferenzeffekten an der Oberfläche auf. Mithilfe dieser Oszillationen lassen sich Rückschlüsse auf den Schichtabstand ziehen, da der Gangunterschied für destruktive Interferenzen ein ungerades Vielfaches von $\frac{\lambda}{2}$ sein muss. Damit folgt der Zusammenhang

$$d = \frac{2\pi}{\delta q_z} = \frac{\lambda}{2\delta \alpha_1}. \quad (8)$$

$$(\vec{q} = \vec{k}_2 - \vec{k}_1, q_z = 2k \sin \alpha_1)$$

Handelt es sich nun bei dem zu betrachtendem System um - wie in Abbild 2 dargestellt - ein System mit $N+1$ Schichten, kann die Reflektivität mithilfe des rekursiven Parratt-Algorithmus berechnet werden. Dieser trifft die Annahme, dass es sich bei der untersten Schicht um eine unendlich dicke Schicht handelt, sodass an dieser keine Transmission stattfindet.

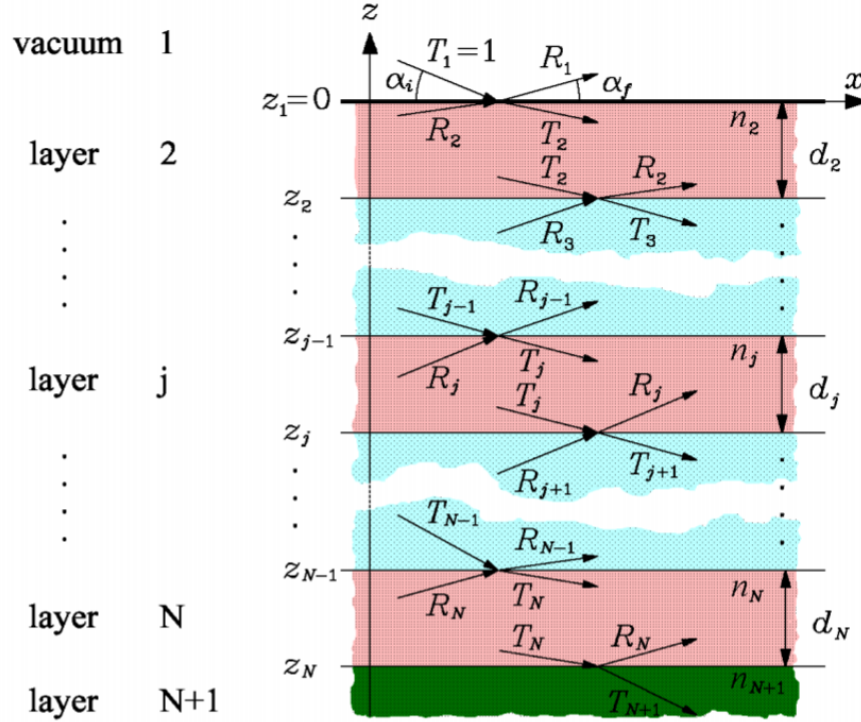


Abb. 2: Beispielhafte Darstellung eines Mehrschichtensystems mit $N+1$ Schichten [1].

2.4 Rauigkeit

Im Kapitel 2.1 wurde angenommen, dass es sich bei den Oberflächen perfekt glatte Oberflächen handelt. Da dies im Experiment jedoch nicht der Fall ist, muss dies bei der Berechnung der Reflektivität berücksichtigt werden. Dafür werden die modifizierten Fresnelkoeffizienten

$$\tilde{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} \exp(-2k_{z,j}k_{z,j+1}\sigma_j^2) \quad (9)$$

$$\tilde{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} \exp((k_{z,j}-k_{z,j+1})^2 \cdot \frac{\sigma_j^2}{2}) \quad (10)$$

genutzt.

2.5 Geometriefaktor und Geometriewinkel

Wie in Abbildung 3 zu sehen ist, überstreicht der verwendete Strahl eine größere Fläche, als die Probenoberfläche. Dies führt dazu, dass nur ein Teil der Intensität I reflektiert und somit später detektiert wird. Dies wird durch den Geometriefaktor G berücksichtigt und wird als das Verhältnis der Strahlbreite $D \sin \alpha_i$, die die Probenoberfläche trifft, zur Gesamtstrahlbreite d_0 definiert. Dabei gilt:

$$G = \frac{D \sin \alpha_i}{d_0} \quad \text{mit } \alpha_i < \alpha_g \quad \text{und} \quad (11)$$

$$G = 1 \quad \text{mit } \alpha_i > \alpha_g. \quad (12)$$

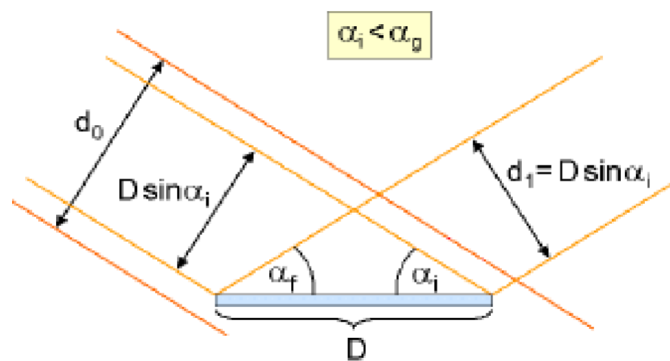


Abb. 3: Veranschaulichung des Geometriewinkels [2].

3 Aufbau und Durchführung des Versuchs

Die Messung wird mit dem in Abbildung 4 zu sehenden D8-Diffraktometer durchgeführt. Bei diesem handelt es sich um eine Röntgenröhre mit einer Kupferanode welche mit einer Spannung von 40 kV und einem Strom von 40 mA betrieben wird.



Abb. 4: Das verwendete D8-Labordiffraktometer [2].

Die aus der Röntgenröhre divergierende Strahlung wird hier mithilfe eines Göbelspiegel gebündelt und monochromatisiert. Der daraus resultierende Strahl besitzt dann eine Wellenlänge von $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$. Ein Bild der verwendeten Röntgenröhre befindet sich in Abbildung 5.

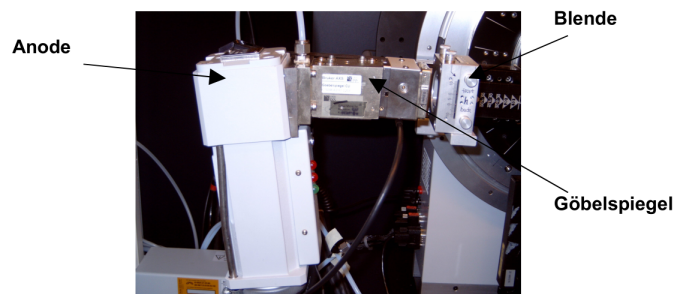


Abb. 5: Röntgenröhre des D8-Labordiffraktometers[2].

3.1 Justage

Detektorscan Um den Detektorscan durchzuführen, wird zunächst die Probe aus dem Strahlengang entfernt. Dabei werden Röntgenröhre und Detektor so zueinander eingestellt, dass sie einen Winkel von 0° einschließen. Um nun die tatsächliche Nulllage des Detektors zu finden, wird seine Lage um wenige Grad variiert, bis die Intensität des Primärstrahles ein durchläuft Maximum durchläuft, welches für die folgenden Schritte als neue Nullposition des Detektors verwendet wird.

Erster Z-Scan In diesem Schritt wird die Probenjustage angepasst. Dabei wird die z-Position der Probe variiert. Dazu wird diese wieder in den Strahlengang geschoben und die Intensität I gemessen. Ziel dieser Messung ist es, herauszufinden, wann dabei die gemessene Intensität I auf $\frac{1}{2}I_{\text{Max}}$ sinkt. Der z-Wert wird notiert und die Motoren in die entsprechende Position gebracht.

Erster Rockingscan Nachdem in den vorherigen Schritten die zu untersuchende Probe parallel zur Strahlachse ausgerichtet wurde, erfolgt nun der Rockingscan. Bei diesem Röntgenröhre und Detektor um die Probe bewegt, wobei der Winkel zwischen Detektor und Probe bei Konstant $2\Theta = 0^\circ$ bleibt. Die Drehung erfolgt dabei im Winkelbereich zwischen -1° und 1° . Aus dem daraus folgendem Intensitätsverlauf wird das Maximum ausgelesen und für die weiteren Schritte verwendet.

Zweiter Z-Scan Die Probe befindet sich aufgrund des Rockingscans nun nicht mehr in der Position, in der die gemessene Intensität I der halben maximalen Intensität $\frac{1}{2}I_{\text{Max}}$ entspricht. Aus diesem Grund muss hier ein erneuter Z-Scan durchgeführt werden.

Zweiter Rockingscan Zur Erhöhung der Präzision wird nun ein zweiter Rockingscan mit $2\Theta = 0,3^\circ$ durchgeführt. Dabei wird für die Drehung ein Winkelbereich von $0,1^\circ$ bis $0,2^\circ$ gewählt.

Dritter Z-Scan Um die Präzision der Justage weiter zu erhöhen, wird anschließend ein dritter z-Scan bei $2\Theta = 0,3^\circ$ durchgeführt. Dabei wird ein Scanbereich zwischen $-0,5\text{ mm}$ und $0,5\text{ mm}$ gewählt. Wie auch bei den vorherigen z-Scans wird hier erneut das Maximum gemessen und die Motoren entsprechend angesteuert.

Dritter Rockingscan Als letzter Schritt wird ein abschließender Rockingscan unter einem Winkel von $2\Theta = 1^\circ$ durchgeführt. Dabei wird ein Scanbereich zwischen den Werten $0,45^\circ$ und $0,55^\circ$ gewählt, da das erwartete Maximum bei $0,5^\circ$ liegt. Nachdem das Maximum gefunden wurde, werden die Motoren entsprechend angesteuert.

3.2 Messung

Nachdem die Justage des D8-Diffraktometer durchgeführt wurde, wird ein sogenannter Reflektivitätsscan durchgeführt. Bei diesem sind der Einfallswinkel α_i und der Winkel zwischen Probe und Detektor α_f gleich. Im verwendeten wird hierbei ein Scanbereich von 0° bis 5° eingestellt und vermessen. Dazu wird eine Schrittweite $0,05^\circ$ verwendet, wobei als Messzeit pro Datenpunkt 5 s gewählt wird.

Zusätzlich wird ein sogenannter diffuser Scan durchgeführt, der den Anteil der gestreuten Intensität an der Reflektivität bestimmt. Dieser Scan wird mit dem Unterschied durchgeführt, dass die Differenz hier $\Delta\alpha = |\alpha_i - \alpha_f| = 0,1^\circ$ beträgt.

4 Auswertung

5 Diskussion

Literatur

- [1] Lehrstuhl Experimentelle Physik I. Roentgenreflektometrie Versuch. 2007. URL:
http://e1.physik.tu-dortmund.de/cms/Medienpool/Downloads/Roentgenreflektometrie_Versuch.pdf.
- [2] TU Dortmund. Versuchsanleitung V44. Röntgenreflektometrie.