

Nr. 44

Röntgenreflektometrie

Sara Krieg
sara.krieg@udo.edu

Marek Karzel
marek.karzel@udo.edu

Durchführung: 10.12.2020

Abgabe: ??

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1	Theorie	3
1.1	Grundlagen	3
1.2	Fresnelsche Formeln	3
1.3	Mehrschichtsysteme	4
1.4	Rauigkeit	5
1.5	Geometriefaktor und Geometriewinkel	5
2	Aufbau	6
3	Durchführung	8
3.1	Justage	8
3.2	Messung	8
4	Auswertung	9
4.1	Vorbereitende Berechnungen	9
5	Diskussion	11

1 Theorie

Mithilfe der Röntgenreflektometrie sollen Dichte, Rauigkeit und Schichtdicke eines Polystyrolfilms bestimmt werden.

1.1 Grundlagen

Brechung findet statt, wenn eine elektromagnetische Welle von einem Medium mit Brechungsindex n_1 in ein anderes Medium mit Brechungsindex n_2 eintritt. Dabei muss gelten, dass $n_1 \neq n_2$. In diesem Versuch wird Röntgenstrahlung mit einer Wellenlänge λ im Bereich $0,1 \text{ \AA} - 10 \text{ \AA}$ betrachtet.

Für den Brechungsindex gilt

$$n = 1 - \delta + i\beta,$$

wobei δ ein Korrekturterm und β die Absorption ist. Für Röntgenstrahlung gilt, dass der Brechungsindex kleiner als eins ist.

Mit dem Snelliusschen Berechnungsgesetz

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

und der Annahme, dass die Grenzfläche der Medien eine homogene Ebene ist, ergibt sich ein kritischer Winkel α_C , bei dem eine Totalreflexion auftritt. Unter Vernachlässigung der Absorption folgt für kleine Winkel näherungsweise

$$\alpha_C \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho}{\pi}}.$$

Dabei ist r_e der klassische Elektronenradius und ρ die Elektronendichte des betrachteten Materials.

1.2 Fresnelsche Formeln

Bei der Betrachtung von Reflexion und Transmission elektromagnetischer Wellen muss im Allgemeinen die Polarisierung dieser berücksichtigt werden. Dies tun die Fresnelschen Formeln. Für s-Polarisation des Lichtes ergeben sich die Koeffizienten zu

$$r = \frac{n_1 \cos(\alpha_1) - n_2 \cos(\alpha_2)}{n_1 \cos(\alpha_1) + n_2 \cos(\alpha_2)},$$
$$t = \frac{2n_1}{n_1 \cos(\alpha_1) + n_2 \cos(\alpha_2)}.$$

Dabei ist hier eine Unterscheidung zwischen p - und s -Polarisation nicht notwendig, weil $n_1 \approx n_2$ gilt.

Die Fresnelreflektivität für Röntgenstrahlung ist für $\alpha_i > 3\alpha_C$ näherungsweise gegeben als

$$R_f = \frac{a_C}{2\alpha_i}.$$

1.3 Mehrschichtsysteme

In diesem Versuch wird ein Polystyrolfilm auf einem Siliziumsubstrat betrachtet, weswegen der Umgang mit Mehrschichtsystemen erläutert werden muss. Ein Beispiel für die Reflektivität eines solchen Systems ist in Abbildung 1 zu sehen.

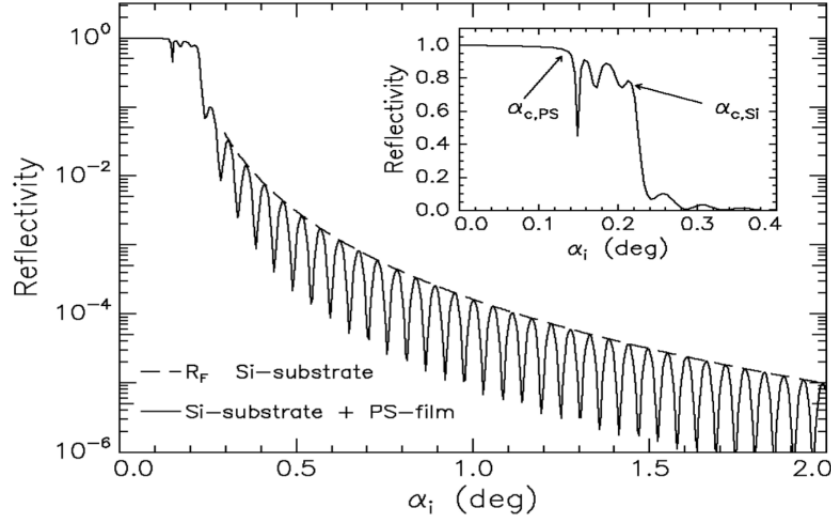


Abbildung 1: Beispielhafte Reflektivität eines Mehrschichtsystems aufgetragen gegen den Einfallswinkel α_i . [Anleitungalt]

Dabei sind in dem vergrößerten Ausschnitt zwei Totalreflexionen zu erkennen. Diese sind dem Siliziumsubstrat und dem Polystyrolfilm zuzuordnen. Die beobachteten Oszillationen beim Abfall der Reflektivität treten aufgrund von Interferenzeffekten an der Oberfläche auf. Durch diese Oszillationen sind demnach Rückschlüsse auf den Schichtabstand möglich, da bei einer destruktiven Interferenz ein Gangunterschied von einem ungeraden Vielfachen von $\frac{\lambda}{2}$ vorliegen muss. Damit folgt der Zusammenhang

$$d = \frac{2\pi}{\delta q_z} = \frac{\lambda}{2\delta\alpha_1},$$

wobei $\vec{q} = \vec{k}_2 - \vec{k}_1$ und $q_2 = 2k \sin(\alpha_1)$ gilt.

Wenn das betrachtete System $N + 1$ Schichten hat, kann die Reflektivität mithilfe des rekursiven Parratt-Algorithmuses berechnet werden. Ein solches System ist in Abbildung 2 dargestellt.

Bei dem Parratt-Algorithmus wird die Annahme getroffen, dass die unterste Schicht unendlich dick ist. An dieser kann demnach keine Transmission stattfinden. Mathematisch wird der Algorithmus beschrieben durch

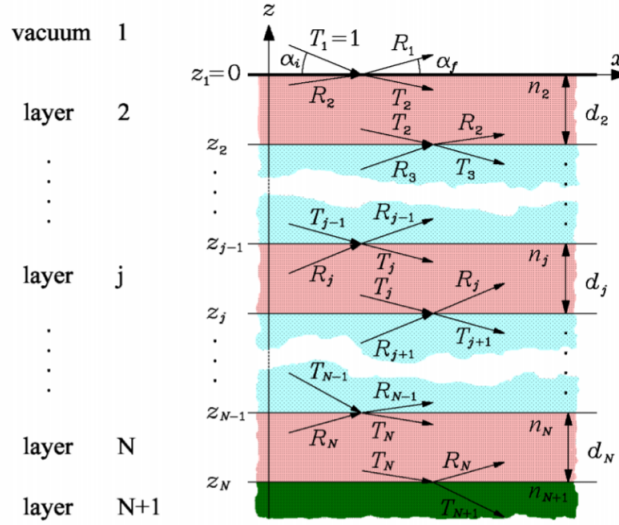


Abbildung 2: Beispielhafte Darstellung eines Mehrschichtsystems mit $N + 1$ Schichten. [Anleitungalt]

$$X_j = \frac{R_j}{T_j} = \exp(-2ik_{z,j}z_j) \cdot \frac{r_{j,j+1} + X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1}z_j)}{1 + r_{j,j+1}X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1}z_j)}.$$

Dabei beschreibt $r_{j,j+1}$ die Fresnelreflektivität an der j -ten Grenzfläche.

Mit der Startbedingung, dass an der untersten Schicht keine Reflexion stattfindet $R_{N+1} = 0$, können die Verhältnisse der reflektierten und transmittierten Anteile rekursiv von unten nach oben berechnet werden.

1.4 Rauigkeit

Bisher wurde angenommen, dass die Oberfläche der Grenzfläche perfekt glatt ist. Dies ist in der Realität nicht der Fall, weswegen diese Unperfektion in der Berechnung der Reflektivität berücksichtigt werden muss. Dies geschieht über eine Modifikation der Fresnelkoeffizienten:

$$\begin{aligned} \tilde{r}_{j,j+1} &= r_{j,j+1} \exp(-2k_{z,j}k_{z,j+1}\sigma_j^2), \\ \tilde{t}_{j,j+1} &= t_{j,j+1} \exp\left(\left(k_{z,j}-k_{z,j+1}\right)^2 \cdot \frac{\sigma_j^2}{2}\right). \end{aligned}$$

1.5 Geometriefaktor und Geometriewinkel

In Abbildung 3 ist zu sehen, dass der verwendete Strahl eine größere Fläche überstreicht als die Probenoberfläche.

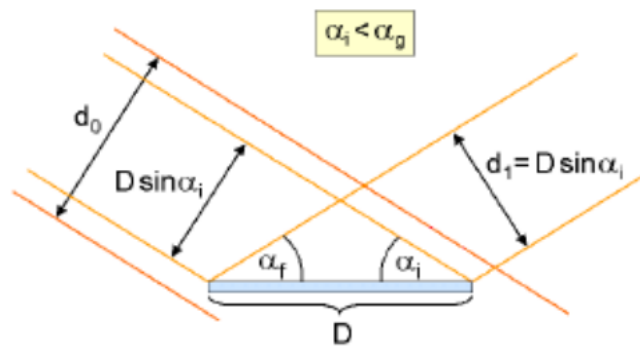


Abbildung 3: Veranschaulichung des Geometriewinkels. [Anleitung]

Aus diesem Grund kann nur ein Teil der Intensität I reflektiert und später detektiert werden. Dies wird durch den Geometriefaktor G berücksichtigt:

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

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

Dabei ist $D \sin(\alpha_i)$ die Strahlbreite, die die Probenoberfläche trifft und d_0 die gesamte Strahlbreite.

2 Aufbau

Der Versuch wird mit einem D8-Diffraktometer durchgeführt, welches in Abbildung 4 zu sehen ist.

Dieses besteht aus einer Röntgenröhre mit Kupferanode, welche mit einer Spannung von 40 kV und 40 mA betrieben wird. Die austretende Strahlung trifft auf einen Göbelspiegel, der die Strahlung bündelt und monochromatisiert. Der dann resultierende Strahl besitzt eine Wellenlänge von $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$. Die verwendete Röntgenröhre ist in Abbildung 5 zu sehen.



Abbildung 4: Das verwendete D8-Diffraktometer.[Anleitung]

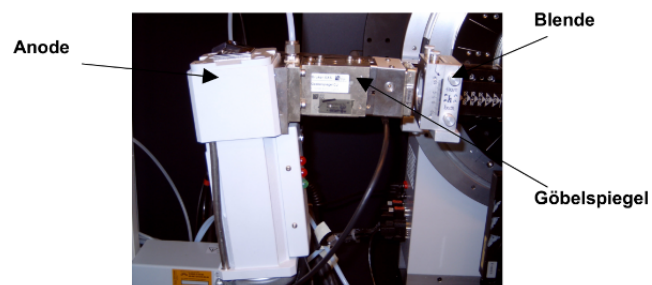


Abbildung 5: Röntgenröhre des D8-Diffraktometers.[Anleitungalt]

3 Durchführung

Vor der eigentlichen Messung muss der Aufbau zunächst justiert werden.

3.1 Justage

Für die Justage des Aufbaus sind sechs Schritte notwendig.

Detektorscan:

Zunächst wird die Probe aus dem Strahlengang entfernt. Es werden der Detektor und die Röntgenröhre auf Position 0° gefahren. Um nun die tatsächliche Nulllage des Detektors zu finden, wird nun seine Lage variiert, bis die Intensität des Primärstrahls das Maximum durchläuft. Diese Position ist die neue Nullposition.

Erster Z-Scan:

In diesem Schritt wird die Probenjustage angepasst. Um dabei die z-Position der Probe zu variieren, wird diese zunächst wieder in den Strahlengang geschoben. Dann wird die Intensität I gemessen. Die Position der Probe wird variiert, bis I auf den Wert $I = \frac{1}{2}I_{\max}$ gesunken ist. Der z -Wert wird notiert und die Motoren in die entsprechende Position gebracht.

Erster Rockingscan:

Nun werden der Detektor und die Röntgenröhre um die Probe bewegt. Dabei wird ein konstanter Winkel zwischen der Probe und dem Detektor mit $2\theta = 0^\circ$ beibehalten. Die Drehung erfolgt dabei in einem Winkelbereich von -1° bis 1° . Aus dem resultierenden Intensitätsverlauf wird dann das Maximum abgelesen und für die weiteren Schritte verwendet.

Zweiter Z-Scan:

Nach dem Rockingscan befindet sich die Probe nun nicht mehr in der gewollten Position. Aus diesem Grund wird ein erneuter Z-Scan durchgeführt.

Zweiter Rockingscan:

Um eine Erhöhung der Präzession zu erreichen, wird ein erneuter Rockingscan mit $2\theta = 0,3^\circ$ durchgeführt. Es wird ein Scanbereich von $-0,5\text{ mm}$ bis $0,5\text{ mm}$ gewählt. Danach wird erneut das Maximum abgelesen und die Motoren entsprechend ausgerichtet.

Dritter Rockingscan:

Abschließend wird ein letzter Rockingscan mit $2\theta = 1^\circ$ durchgeführt. Der Scanbereich wird als $0,45^\circ$ bis $0,55^\circ$ gewählt, da das erwartete Maximum bei $0,5^\circ$ liegt. Das Maximum wird erneut abgelesen und die Motoren entsprechend ausgerichtet.

3.2 Messung

Nun wird ein Reflektivitätsscan durchgeführt. Bei diesem sind der Einfallswinkel α_i und der Winkel zwischen Probe und Detektor α_f gleich. Es wird ein Scanbereich von 0° bis 5°

und eine Schrittweite von $0,05^\circ$ gewählt. Die Messzeit beträgt dabei pro Datenpunkt 5 s. Außerdem wird ein diffuser Scan durchgeführt, bei dem der Anteil der gestreuten Intensität an der Reflektivität bestimmt wird. Dabei gilt hier $\Delta a = |\alpha_i - \alpha_f| = 0,1^\circ$.

4 Auswertung

4.1 Vorbereitende Berechnungen

Der erste Detektorscan wird mittels Funktion `scipy.optimize.curve_fit` aus der Python-Bibliothek SciPy nach der Gaußfunktion

$$f(\alpha_i) = \frac{a}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \exp\left(-\frac{(\alpha_i - \mu)^2}{2\sigma^2}\right) + b \quad (1)$$

approximiert und ist in Abbildung 6 dargestellt. Die Näherungsparameter ergeben sich zu

$$\mu = (-4,1 \pm 0,5) \cdot 10^{-3^\circ},$$

$$\sigma = (45,9 \pm 0,6) \cdot 10^{-3^\circ},$$

$$a = (18,55 \pm 0,22) \cdot 10^4,$$

$$b = (1,6 \pm 0,4) \cdot 10^4.$$

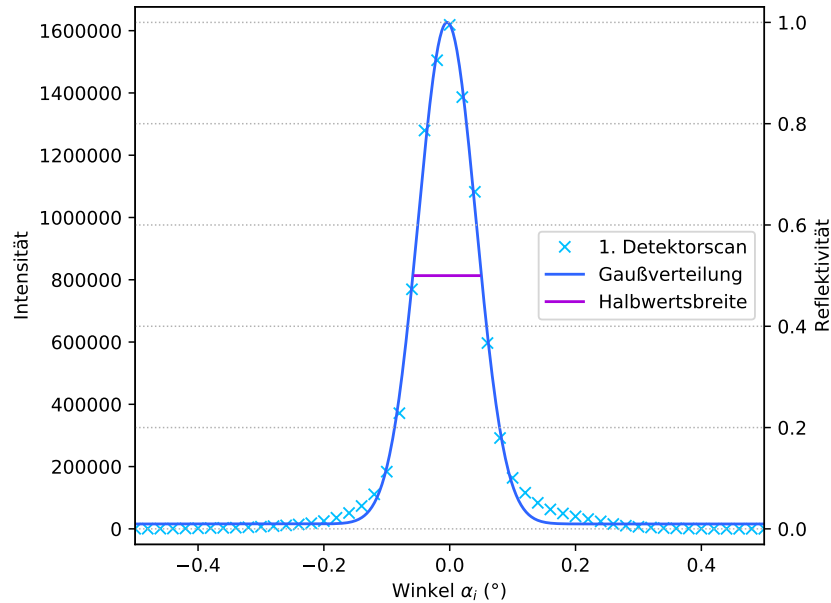


Abbildung 6: Gaußgenäherte Intensität des ersten Detektorscans in Abhängigkeit des Einfallswinkels α_i .

Aus den aufgenommenen Daten und des Maximums der Gaußnäherung ergeben sich die maximalen Intensitäten von

$$I_{\max, \text{detec}} = 1\,618\,610 ,$$

$$I_{\max, \text{gauss}} = 1\,626\,579,26$$

und die Halbwertsbreite der Näherung von

$$d_{1/2} = 0,12^\circ .$$

In Abbildung 7 ist der erste Z-Scan dargestellt. Aus diesem lässt sich anhand der Differenz der Höhen rechts und links der negativen Flanke der Intensität die Strahldicke als etwa

$$d_S = 0,28 \text{ mm}$$

bestimmen. Zudem übersteigt hier die maximale Intensität die des Detektorscans mit

$$I_{\max, z} = 1\,636\,650 ,$$

mit welcher die Reflektivitäten der folgenden Scans normiert werden sollen.

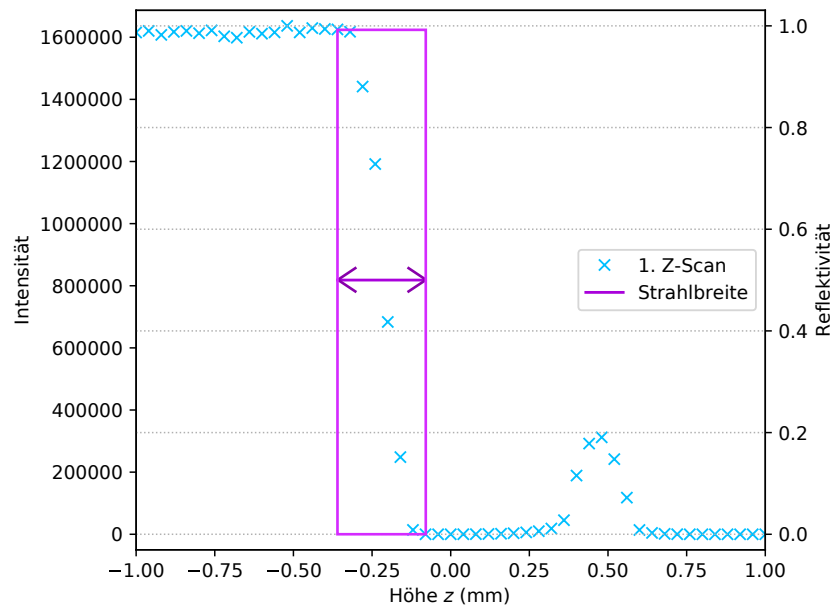


Abbildung 7: Intensität des Z-Scans in Abhängigkeit der Probenhöhe z .

Aus dem in Abbildung 8 dargestellten ersten Rockingscans können links und rechts des Intensitätspeaks die beiden Geometriewinkel $\alpha_{g,i}$ abgelesen werden, deren Intensitäten gerade nicht verschwindend sind. Zusammen mit dem gemitteltem Winkel α_g ergeben sich diese zu

$$\alpha_{g,1} = -0,84^\circ ,$$

$$\alpha_{g,2} = 0,64^\circ ,$$

$$\alpha_g = 1/2|\alpha_{g,1} - \alpha_{g,2}| = 0,74^\circ .$$

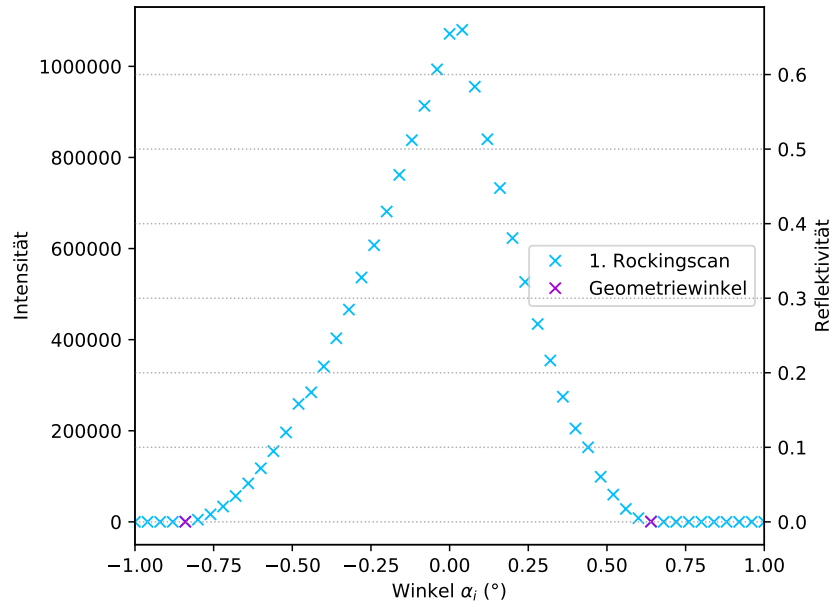


Abbildung 8: Intensität des Rockingscans in Abhängigkeit des Einfallswinkels α_i .

5 Diskussion