

V44

## **Röntgenreflektometrie**

Philip Jaletzky	Jannis Vornholt
<a href="mailto:philip.jaletzky@udo.edu">philip.jaletzky@udo.edu</a>	<a href="mailto:jannis.vornholt@tu-dortmund.de">jannis.vornholt@tu-dortmund.de</a>

Durchführung: 08.06.2022

Abgabe: 17.06.2022

TU Dortmund – Fakultät Physik

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>1</b>	<b>Durchführung</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Auswertung</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>Diskussion</b>	<b>8</b>

# 1 Durchführung

Das eigentlich zu benutzende Diffraktometer war defekt, daher wurde ein anderes benutzt.

Vor der eigentlichen Messung muss die Probe justiert werden. dafür wird der Siliziumwafer per Hand möglichst genau in die Mitte zwischen Röntgenröhre und Detektor gelegt. Anschließend wird die Probe aus dem Strahl heraus gefahren und ein Detektorscan durchgeführt. Der Messbereich ist -0,5 bis 0,5 mit 0,04er Schrittweite und der Messzeit 1, pro Messpunkt. Das Maximum dieser Messung wird durch den „ZI“-Knopf bestimmt und anschließend durch die Eingabe als neue Nulllage des Detektors festgelegt.

Nun folgt die Justage des Siliziumwafers. Der Siliziumwafer wird wieder zurück auf seine anfängliche Position in den Strahl gefahren und dann ein Z-Scan durchgeführt. Der Messbereich liegt von -10,5 bis -8,5 und wird mit einer Schrittweite von 0,04 und einer Messzeit pro Messpunkt von 1, durchlaufen. Es wird der Mittelpunkt der gemessenen Werte bestimmt und per Doppelklick und bestätigen des „Move Drives“ - Buttons zur neuen Z-Position des Wafers gemacht.

Daraufhin folgt der dritte Scantyp, ein Rocking-Scan. Der Winkel  $2\theta$  bleibt auf null eingestellt. Der Messbereich wird auf -1 bis 1 eingestellt, mit einer Schrittweite von 0,04 und einer Messzeit pro Messung von 1. An den entstehenden Graphen wird herangezoomt, um die Messung noch einmal genauer durchzuführen. der Messbereich liegt nun bei -0,3502 bis 0,4998 und die Schrittweite bei 0,01. Die Messzeit bleibt gleich. Nun wird durch den „ZI“-Knopf das Maximum der Verteilung bestimmt und durch die Eingabe die neue Nulllage des Detektors festgelegt. Bisher war der Absorber auf „Auto“ eingestellt. Dieser wird jetzt auf 100 gestellt und der präzisere Rocking-Scan, als Vergleichswert, wiederholt.

Der Z-Scan wird ein weiteres mal durchgeführt, nachdem der Absorber wieder auf „Auto“ eingestellt wurde. Der Scan und die anschließende Kalibrierung der Z-Koordinate verlaufen ebenso, wie beim ersten Mal. Einzig das Intervall reicht von 0,5 unterhalb der aktuellen Z-Koordinate bis 0,5 oberhalb dieser und die Schrittweite beträgt 0,02.

Auch der Rocking-Scan wird wiederholt, allerdings wird vorher „Cube“ auf 0,15 Grad gestellt, ebenso wie „Detector“. Der Messbereich reicht von 0 bis 0,3 in 0,005er Schritten. Das Maximum wird anschließend durch den „ZI“-Knopf bestimmt und im Feld „Enter theoretical Position“ 0,15 eingegeben und gespeichert.

Der letzte Punkt der Kalibrierung ist wieder ein Z-Scan, der genau wie der zweite Z-Scan abläuft, nur dass „Cube“ und „Detector“ wie im vorherigen Scan auf 0,15 eingestellt sind. Als neue Z-Koordinate wird das Maximum der gemessenen Kurve gewählt.

Für die Messung wird der „Scantyp“ „Omega/2Theta“ ausgewählt, mit einem Scanbereich von  $0^\circ$  bis  $2,5^\circ$ , einer Schrittweite von  $0,005^\circ$  und einer Messzeit von 5 s. Da die auflösung der Messung sehr schlecht ist, wird die Messzeit auf 10 s pro Messpunkt erhöht

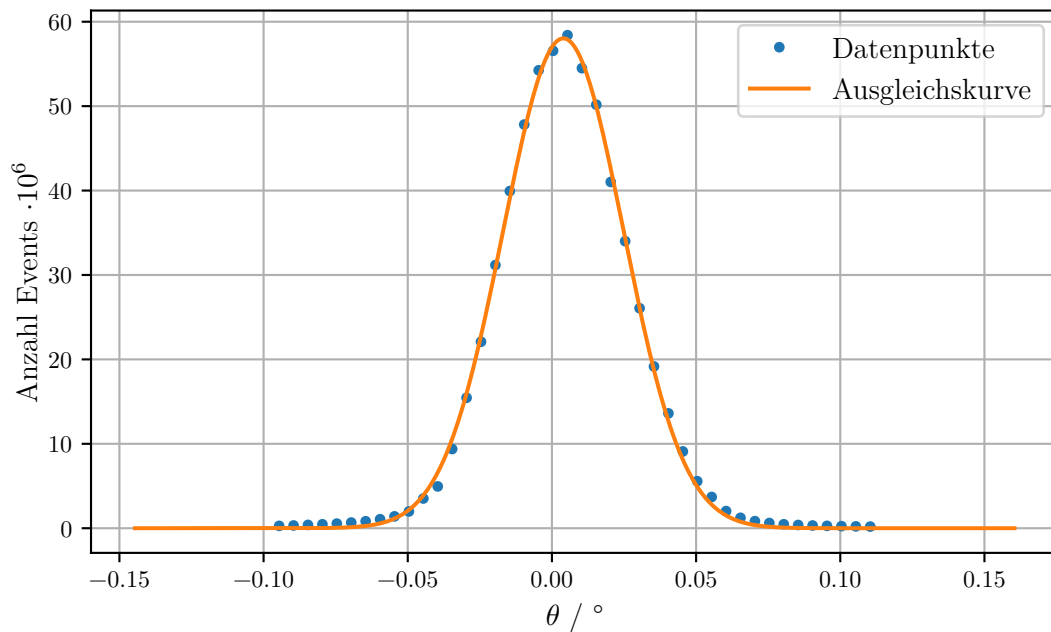
und der Bereich auf  $0^\circ$  bis  $1,5^\circ$  verkleinert. Für den „Diffusen Scan“ wird „Detector“ auf 0,1 gestellt und die restliche Messung eben so wie beim ersten Mal durchgeführt.

## 2 Auswertung

Zuerst werden die Daten des Detektorscans an eine Gaussfunktion angepasst, um die Halbwertsbreite und die maximale Intensität zu bestimmen. Als Formel für die Gausskurve wurde dabei

$$I(\theta) = \frac{a}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(\theta - \theta_0)^2}{2\sigma^2}\right)$$

genutzt. Die Originaldaten des Detektorscans und die Ausgleichskurve sind in Abbildung 1 zu sehen.



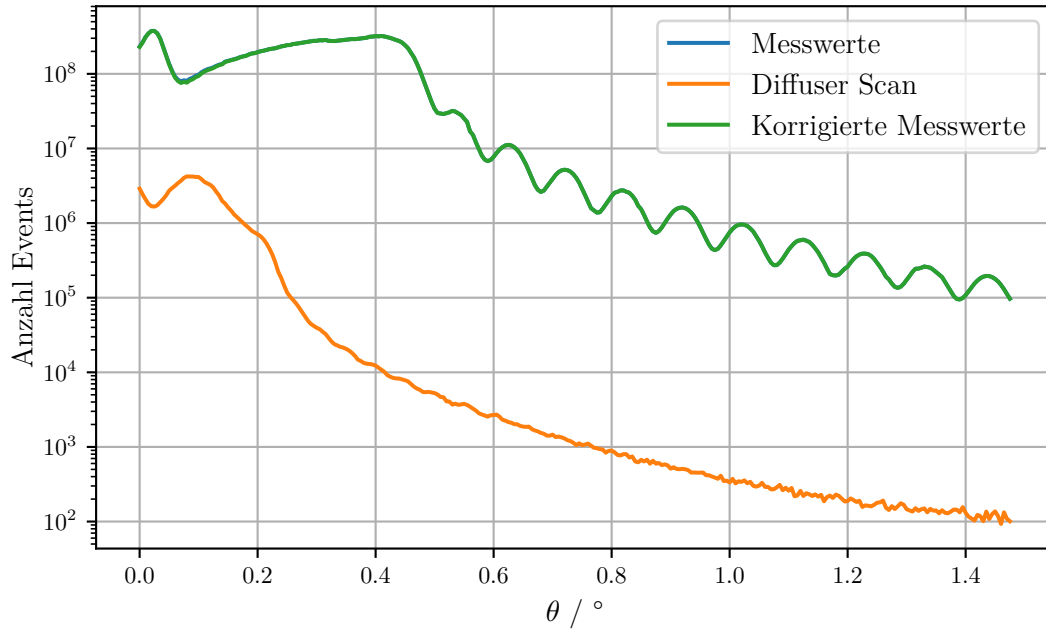
**Abbildung 1:** Daten des Detektorscans angepasst an eine Gausskurve.

Aus dem Fit ergeben sich die Werte:

$$\begin{aligned} a &= (3,039 \pm 0,016) \cdot 10^6 \\ \theta_0 &= (0,0040 \pm 0,0001)^\circ, \\ \sigma &= (0,0209 \pm 0,0001)^\circ. \end{aligned}$$

Aus diesen Werten erhält man für die maximale Intensität  $\frac{a}{\sigma\sqrt{2\pi}} = (58,030 \pm 0,465) \cdot 10^6$  Events als Maximum. Die Halbwertsbreite beträgt  $2\sqrt{2 \ln 2} \sigma$ , also hier  $(0,0492 \pm 0,0003)^\circ$ .

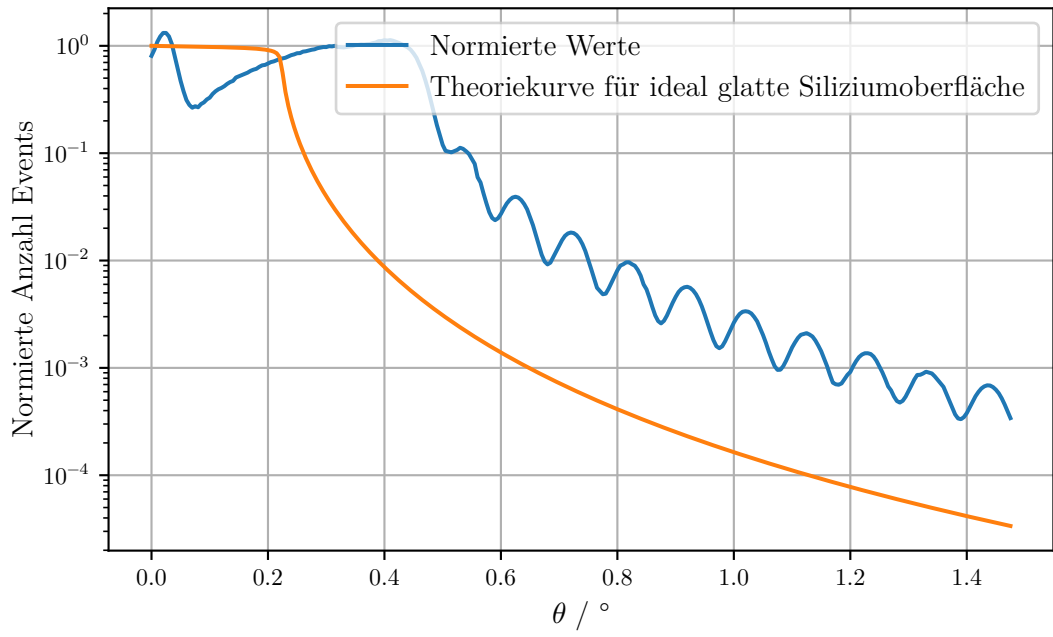
Anschließend wird der diffuse Scan von dem Reflektivitätsscan abgezogen, um die korrigierten Messwerte zu erhalten. Diese sind in Abbildung 2 dargestellt.



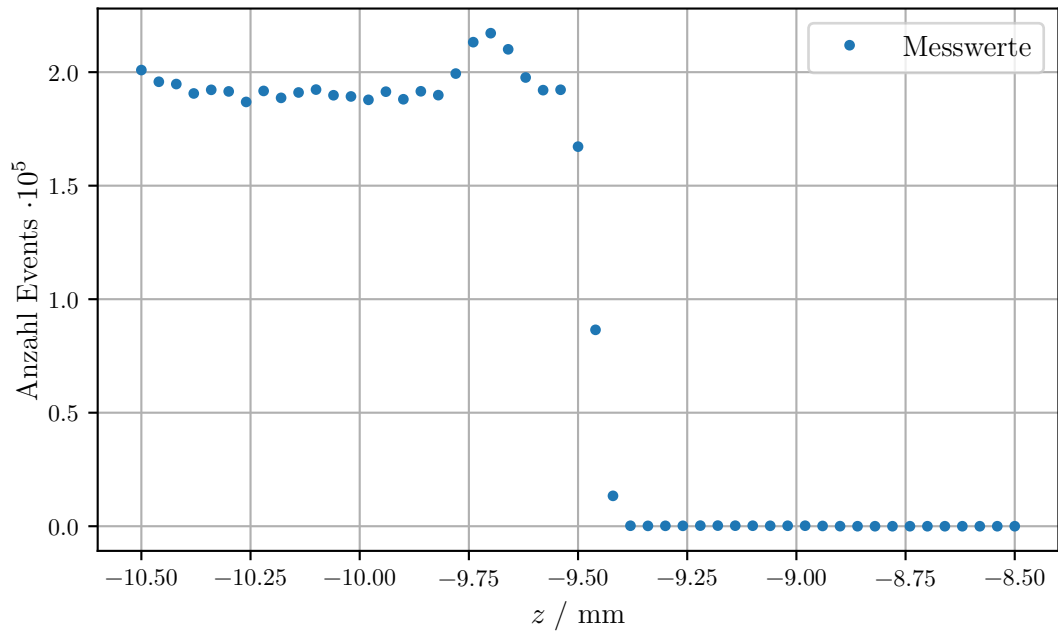
**Abbildung 2:** Messwerte des Reflektivitätsscans, des diffusen Scans und die korrigierten Messwerte.

Als nächstes werden die Werte am Winkel des zweiten Maximums ( $0,315^\circ$ ) normiert und dann neben der Theoriekurve der Fresnelreflektivität einer ideal glatten Siliziumoberfläche in Abbildung 3 dargestellt. Dabei wurde als Wert für die Wellenlänge  $\lambda = 1,54 \cdot 10^{-10} \text{ m}$  und für den Brechungsindex von Silizium  $n = 1 - 7,6 \cdot 10^{-6} + 1,73i \cdot 10^{-9}$  genutzt.

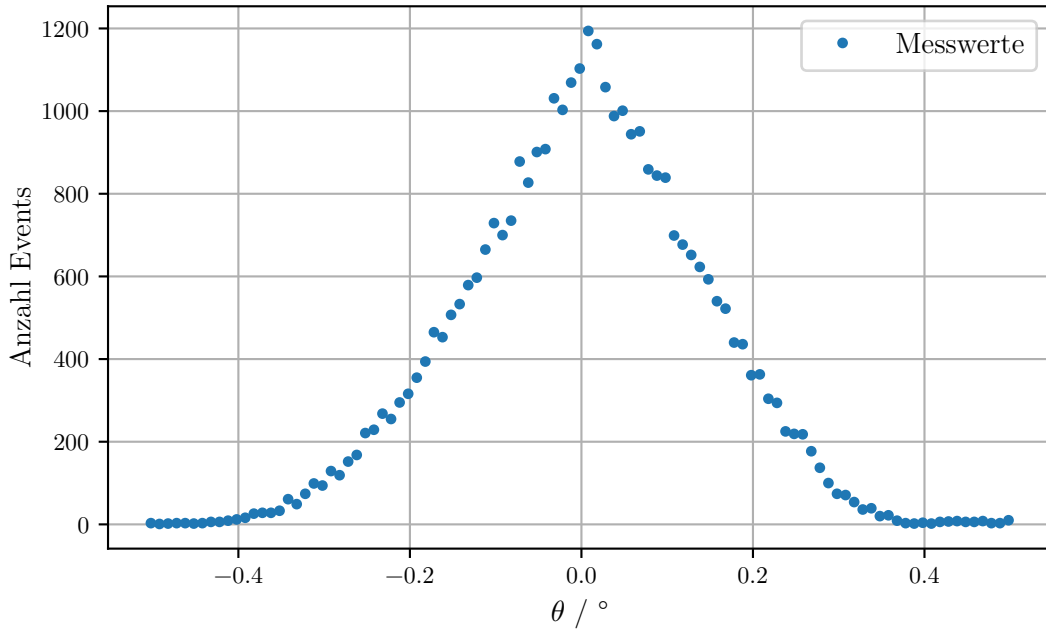
Im nächsten Schritt der Auswertung wird der Geometriewinkel  $\alpha_g$  aus den Daten, die bei der Justierung aufgenommen wurden, ermittelt. Die Messergebnisse aus dem z-Scan und aus dem Rocking-Scan sind in den Abbildungen 4 und 5 zu sehen.



**Abbildung 3:** Normierte Messwerte und Theoriekurve für eine ideal glatte Siliziumoberfläche.



**Abbildung 4:** Daten des z-Scans.



**Abbildung 5:** Daten des Rocking-Scans. (Absorber=100)

Für den Rocking-Scan beträgt der Geometriewinkel also  $\alpha_g = 0,4^\circ$ . Daraus lässt sich zusammen mit dem abgemessenen Durchmesser der Probe ( $D = 21,5 \text{ mm}$ ) die Strahlhöhe berechnen und es ergibt sich  $d_0 = 0,15 \text{ mm}$  und ein Geometriefaktor von  $G = 143,33 \cdot \sin \alpha_i$  für alle Winkel  $\alpha_i$ , die kleiner als der Geometriewinkel  $\alpha_g$  sind. Alternativ lässt sich der Geometriewinkel mit der Gleichung

$$\alpha_g = \arcsin \left( \frac{d}{D} \right)$$

bestimmen, wobei sich die Strahlbreite  $d$  aus dem z-Scan in Abbildung 4 zu  $d = 0,16 \text{ mm}$  ablesen lässt. Damit kann für den Geometriewinkel  $\alpha_g = 0,43^\circ$  berechnet werden.

Desweiteren wird die Schichtdicke aus den Kiessig-Oszillationen bestimmt. Dafür konnten aus den Messwerten 9 eindeutige Minima abgelesen werden, deren Daten in Tabelle 1 aufgelistet sind. Mit Gleichung ?? lässt sich aus diesen Daten die Schichtdicke bestimmen, die ebenfalls in Tabelle 1 aufgelistet ist. Dabei ist zu beachten, dass die gemessenen Werte für die Winkel ins Bogenmaß umgerechnet und halbiert werden müssen.

**Tabelle 1:** Winkel der Minima der Kiessig-Oszillationen.

$\alpha_i/^\circ$	$\alpha_{i+1} - \alpha_i/^\circ$	$d/\text{\AA}$
0,295	0,045	980,4
0,34	0,0475	928,8
0,3875	0,05	882,4
0,4375	0,05	882,4
0,4875	0,05	882,4
0,5375	0,0525	840,2
0,59	0,0525	840,2
0,6425	0,0525	840,2
0,695		

Im Mittel beträgt die so berechnete Schichtdicke also  $\bar{d} = (884.6 \pm 49.4)\text{\AA}$ .

### 3 Diskussion

Zu Beginn der Auswertung wurde der bei der Justierung aufgenommene Detektorscan an eine Gaußskurve angepasst, um die Halbwertsbreite und die maximale Intensität zu bestimmen. Dies hat gut funktioniert und es hat sich eine Gaußskurve ergeben, deren Maximum ziemlich genau bei  $0^\circ$  liegt.

Dann wurden die Messdaten erstmals korrigiert, indem der diffuse Scan von dem Reflexivitätsscan abgezogen wurde. In den Messdaten lassen sich die Kiessig-Oszillationen gut erkennen, wie in Abbildung 2 zu sehen ist.

In Abbildung 3 wurden die normierten Messdaten sowie die Theoriekurve für eine ideal glatte Siliziumoberfläche dargestellt. Hier ist zu sehen, dass der grundlegende Verlauf beider Kurven zueinander passt, aber auch, dass beide Kurven voneinander abweichen. Die Abweichung ist unter anderem damit zu erklären, dass unsere Probe keine ideal glatte Siliziumoberfläche aufweist, sondern eine gewisse Rauigkeit hat.

Anschließend wurden der Geometriewinkel und Geometriefaktor bestimmt. Aus dem Rocking-Scan konnte dabei ein Geometriewinkel von  $\alpha_g = 0,4^\circ$  und ein Geometriefaktor von  $G = 143,33 \cdot \sin \alpha_i$  bestimmt werden. Nachdem die Strahlbreite aus dem z-Scan abgelesen wurde, konnte daraus alternativ ein Geometriewinkel von  $\alpha_g = 0,43^\circ$  berechnet werden. Die relative Abweichung der beiden bestimmten Geometriewinkel liegt also bei 7.5%.

Außerdem wurde die Schichtdicke aus den Kiessig-Oszillationen berechnet. Dabei konnte die Schichtdicke zu  $d = (884.6 \pm 49.4)\text{\AA}$  bestimmt werden. Dieser Wert liegt in der richtigen Größenordnung und weist einen relativen Fehler von 5.6% auf.