

V44

Röntgenreflektometrie

Ben Werner Grobecker
ben.grobecker@tu-dortmund.de

Sebastian Rüßmann
sebastian.ruessmann@tu-dortmund.de

Durchführung: 30. Mai 2022

Abgabe: 16. Juni 2022

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1	Theorie	3
1.1	Röntgenröhre	3
1.2	Brechungsindex	4
1.3	Fresnelsche Formeln	4
1.4	Kiessig-Oszillationen	5
1.5	Parratt-Algorithmus	6
2	Durchführung	6
3	Auswertung	6
3.1	Detektorscan	6
3.2	Z-Scan	6
3.3	Rockingscan	7
3.4	Reflektivitätsscan	7
3.5	Parratt-Algorithmus	8
4	Diskussion	11
	Literatur	11

1 Theorie

1.1 Röntgenröhre

Der schematische Aufbau einer Röntgenröhre ist in Abbildung 1 veranschaulicht. Die emittierten Elektronen einer Heizkathode werden in einer evakuierten Röhre durch Anlegen einer Spannung U in Richtung der Anode beschleunigt. Der Potentialunterschied trägt hierbei samt der Elementarladung e zur kinetischen Energie der auftreffenden Elektronen bei ($E_{kin} = e \cdot U$). Neben dem Großteil der Menge, die in Wärme umgewandelt wird,

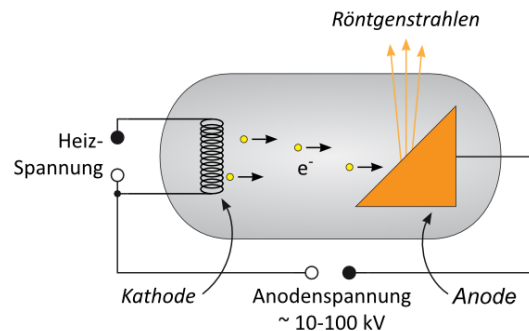


Abbildung 1: Aufbau einer Röntgenröhre [4]

tritt durch entgegengerichteter Beschleunigung der geladenen Teilchen kontinuierliche Bremsstrahlung auf. Ein weiterer nicht-kontinuierlicher Anteil des Spektrums einer Röntgenröhre (s. Abb. 2) ist die charakteristische Strahlung, die starke Abhängigkeit des Anodenmaterials aufweist. Die durch einfallende Elektronen ionisierten Atome schlagen dabei ein weiteres Elektron aus der Hülle aus. Das entstandene Loch schließt sich anschließend durch ein Elektron einer höheren Schale. Die Differenz der unterschiedlichen Energieniveaus wird dabei in Form eines Photons freigesetzt.

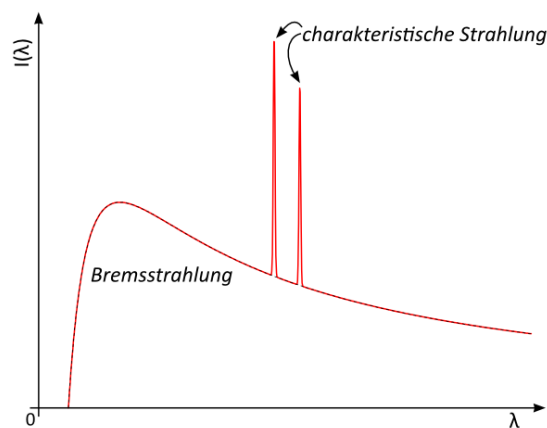


Abbildung 2: Spektrum einer Röntgenröhre [4]

1.2 Brechungsindex

Grundlagen

Aus dem Reflexionsgesetz, das besagt dass der Wellenvektor einer reflektierten Welle zum Lot der Grenzfläche den gleichen Winkel wie die einfallende Welle hat, folgt durch die Stetigkeit an einer Grenzfläche

$$k \sin \phi_1 = k' \sin \phi_2 \quad (1)$$

für eine gebrochene Welle. Durch Umstellen lässt sich das Snellius'sche Brechungsgesetz,

$$\frac{\sin \phi_1}{\sin \phi_2} = \frac{c_1}{c_2} = \frac{\sqrt{\epsilon_2 \mu_2}}{\sqrt{\epsilon_1 \mu_1}} = \frac{n_2}{n_1}, \quad (2)$$

aufstellen. Hierbei wird der Brechungsindex definiert durch

$$n := \sqrt{\epsilon \mu} = \frac{c_{\text{Vakuum}}}{c_{\text{Materie}}}. \quad (3)$$

Neben des realen Brechungsindex N , der proportional zur Phasengeschwindigkeit ist, wird ein Teil der elektromagnetischen Wellen durch die Materie, die sie durchwandert, absorbiert. Demnachzufolge definiert man einen komplexen Brechungsindex

$$N = n - i\kappa. \quad (4)$$

Hierbei stellt κ den Absorptionskoeffizienten dar.

Röntgenstrahlung

Im Röntgenspektrum von elektromagnetischen Wellen ist der Realteil des Brechungsindex wenig kleiner als 1 ($n = 1 - \delta$), weil die Oszillationsfrequenz der äußeren Elektronen der bestrahlten Atome, die durch das elektrische Feld der Röntgenstrahlung zu Schwingungen oberhalb ihrer Resonanzfrequenz gezwungen werden, geringer als die Schwingungsfrequenz des Röntgenbereiches ist. Somit werden Röntgenstrahlen bei senkrechtem Auftreffen auf eine Grenzfläche im Gegensatz zu gewöhnlichem Licht vom Lot weg gebrochen.

1.3 Fresnelsche Formeln

Für eine quantitative Aussage über das Verhalten der Amplituden bei Reflexion und Brechung ist ein Fallunterschied der Polarisierung der einfallenden Welle zur Einfallsebene zu berücksichtigen. Jegliche andere Fälle kann man als Linearkombination dieser sehen.[2]

Senkrechte Polarisation

Zwischen den Amplituden der reflektierten bzw. der gebrochenen und der einfallenden Welle besteht der Zusammenhang

$$\left(\frac{E_{0,R}}{E_0} \right)_\perp = \frac{\frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_1 - \frac{N_2}{\mu_2} \cos \phi_2}{\frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_1 + \frac{N_2}{\mu_2} \cos \phi_2} \quad (5)$$

und

$$\left(\frac{E_{0,T}}{E_0} \right)_{\perp} = \frac{2 \frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_1}{\frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_1 + \frac{N_2}{\mu_2} \cos \phi_2}. \quad (6)$$

Parallele Polarisation

Zwischen den Amplituden der reflektierten bzw. der gebrochenen und der einfallenden Welle besteht der Zusammenhang

$$\left(\frac{E_{0,R}}{E_0} \right)_{\parallel} = - \frac{\frac{N_2}{\mu_2} \cos \phi_1 - \frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_2}{\frac{N_2}{\mu_2} \cos \phi_1 + \frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_2} \quad (7)$$

und

$$\left(\frac{E_{0,T}}{E_0} \right)_{\parallel} = - \frac{2 \frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_1}{\frac{N_2}{\mu_2} \cos \phi_1 + \frac{N_1}{\mu_1} \cos \phi_2}. \quad (8)$$

Röntgenstrahlung

Mit $n_1 = 1$ und $n_2 < 1$ bei der Grenzfläche Luft-Materie ist $n_2 < n_1$ und somit sind ab einem bestimmten Winkel die Amplitudenverhältnisse komplex.[6] Dadurch unterziehen sich Röntgenstrahlen, die unter einem kritischen Winkel zum Lot auf der Grenzfläche treffen, bei Materieeinfall einer externen Totalreflexion.[1] Dies ist gegeben, wenn $\phi_2 = 90^\circ$ erreicht und somit $\sin \phi_2 = 1$. Der kritische Winkel kann mit Gleichung 2 bestimmt werden durch

$$\alpha_{krit} = \arcsin n_2. \quad (9)$$

1.4 Kiessig-Oszillationen

Nach Überschreiten des Grenzwinkels ϕ_{krit} der Totalreflexion sind Maxima und Minima der reflektierten Intensität zu beobachten. Diese Erscheinung ist ein Konstrukt der Interferenz der reflektierten Röntgenstrahlen an Oberfläche und Unterseite der Grenzflächenschicht (vgl. Abb. 3). Durch die Lage der Minima und Maxima lassen sich mit den Ordnungszahlen m und den Winkeln zweier Extremstellen sowohl die Dicke der Schichten als auch der Brechungsindex berechnen: [5]

$$d = \frac{\lambda}{2} \sqrt{\frac{m_2^2 - m_1^2}{\phi_2^2 - \phi_1^2}} \quad (10)$$

$$\delta = \frac{1}{2} \frac{\phi_1^2 m_2^2 - \phi_2^2 m_1^2}{m_2^2 - m_1^2} \quad (11)$$

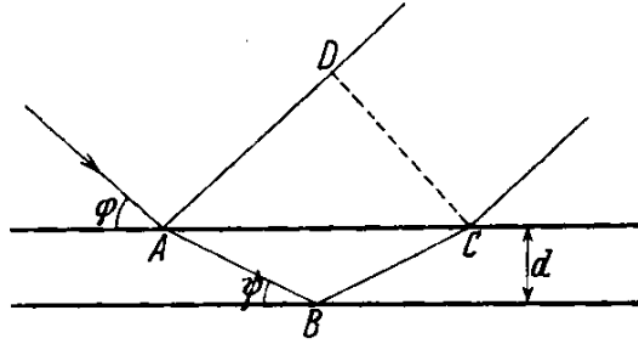


Abbildung 3: Darstellung des Strahlenganges bei den Röntgeninterferenzen an dünnen Schichten [5]

1.5 Parratt-Algorithmus

Der Parratt-Algorithmus beschäftigt sich mit der Form der Kurve von reflektierter Röntgenstrahlung gegenüber ihrem Glanzwinkel um die Materialbeschaffenheit der Spiegeloberfläche zu bestimmen. Das Hauptaugenmerk ist dabei auf den Vergleich einer aufgenommenen Intensität mit der berechneten idealen Kurve oder vor und nach Anpassung des Materials.

2 Durchführung

3 Auswertung

3.1 Detektorscan

Um aus dem Detektorscan die Halbwertsbreite und die maximale Intensität bestimmen zu können wird eine Gaußfunktion

$$I(\alpha) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \exp\left(-\frac{(\alpha - \mu)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (12)$$

an die Messwerte genähert. Die gemessenen Werte mit der dazugehörigen Gaußdistribution sind in Abbildung 4 dargestellt. Daraus ergibt sich mittels *SciPy* [3] eine Amplitude von $I_{max} = (11,1 \pm 0,3) \cdot 10^5$ und eine Halbwertsbreite von $(0,246 \pm 0,003)^\circ$.

3.2 Z-Scan

Der Z-Scan ist in Abbildung 5 dargestellt. Zu erkennen ist die Abfallende Intensität, wenn die Probe in den Strahl gefahren wird. Dies dient neben dem Justieren der Z-Achse ebenfalls zur Bestimmung der Strahlenbreite d_0 . Dies lässt sich als die Differenz zwischen Intensitätsmaximum und Intensitätsminimum ablesen. Wie in der Abbildung zu erkennen ergibt diese sich zu $d_0 \approx 1,9 \text{ mm}$.

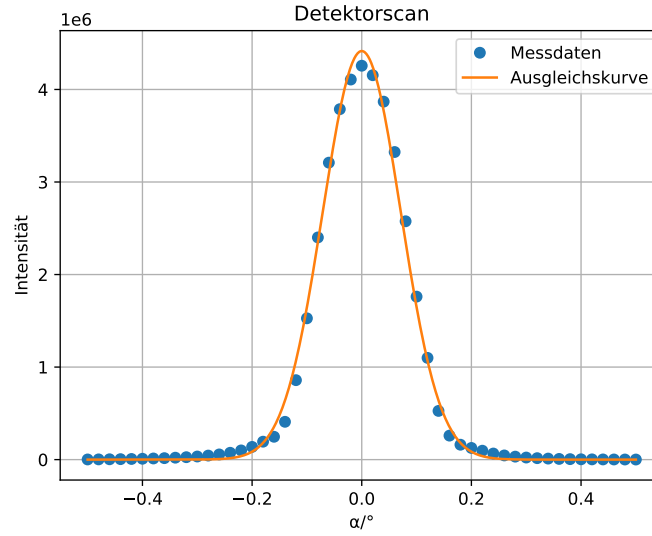


Abbildung 4: Detektorscan

3.3 Rockingscan

Der durchgeführte Rockingscan ist in Abbildung 6 dargestellt.

Daraus lässt sich wie dargestellt der Geometriewinkel $\alpha_g = 0.4$ ablesen.

3.4 Reflektivitätsscan

Die Hauptuntersuchung der Probe findet per Reflektivitätsscan statt. Um Effekte durch Rückstreuung zu verhindern wird der difusse Scan vom Reflektivitätsscan subtrahiert. Dies ist in Abbildung 7 dargestellt. Dabei ist zu beachten dass neben dem Winkel die Reflektivität

$$R = \frac{I}{5 \cdot I_{max}}$$

aufgetragen wird. Neben der Reflektivität ist auch die Korrektur durch den Geometriefaktor aufgetragen, welcher berücksichtigt, dass erst ab einem gewissen Winkel der komplette Strahl die Oberfläche trifft. Ebenso ist die berechnete Reflektivität einer Glatten Silizium Oberfläche dargestellt, welche mittels

$$R = \left(\frac{\alpha_c}{2\alpha_i} \right)^4 \quad (13)$$

berechnet wird. Der Literatur Wert für den kritischen Winkel α_c liegt für Silizium bei $\alpha_{Si} = 0,223^\circ$ [7]

Die Schichtdicke lässt sich mit Hilfe der Kiesling-Oszillation aus der gemessenen Reflektivität bestimmen. Dazu werden die auftretenden Minima untersucht und der gemittelte

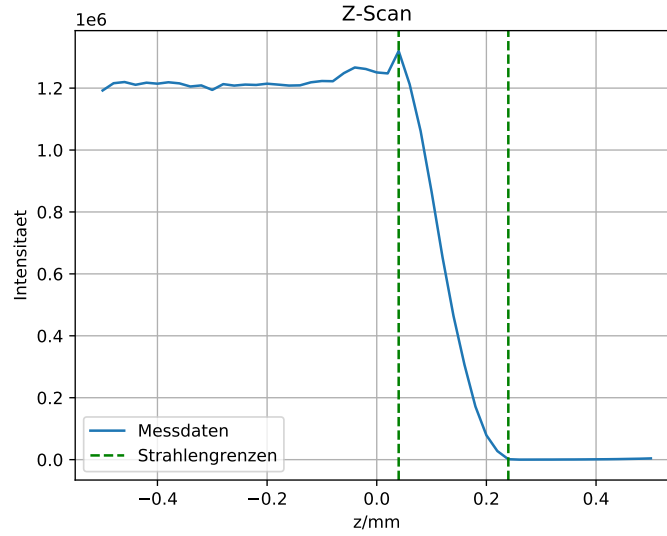


Abbildung 5: Z-Scan

abstand zwischen ihnen bestimmt. Dabei schaut man sich nur die deutlich auftretenden ersten Minima an. Der gemittelte Abstand der Minima ergibt sich zu

$$\Delta\alpha = (4,5 \pm 0,3) \cdot 10^{-2}^\circ. \quad (14)$$

Mittels der Gleichung

$$d = \frac{\lambda}{2\Delta\alpha_i} \quad (15)$$

ergibt sich daraus eine Schichtdicke von

$$(1.71 \pm 0,2) \cdot 10^{-8}m. \quad (16)$$

3.5 Parratt-Algorithmus

Mit hilfe des Parratt-Algorithmus lässt sich das Dispersionsprofil bestimmen, wie auch die kritischen Winkel von Silizium und Polystrol. Verwendet werden dazu die modifizierten Fresnellkoeffizienten, denn dadurch kannm man die Rauhigkeit der Probe mit modilieren. Das Modell funktioniert mit zwei Schichten, eine aus Polystrol und eine aus Silizium. Die Umgebungsluft wird als eine Schicht mit der Schichtdicke und der Disperison von $d = \delta = 0$ angenommen. Die sich so ergebende Kurve ist in Abbildung 8 dargestellt. Mittels der Gleichung (9) lässt sich der Kritische Winkel der beiden Schichten jeweils bestimmen als:

$$\alpha_{Pol} = 0,068^\circ \quad (17)$$

$$\alpha_{Si} = 0,214^\circ \quad (18)$$

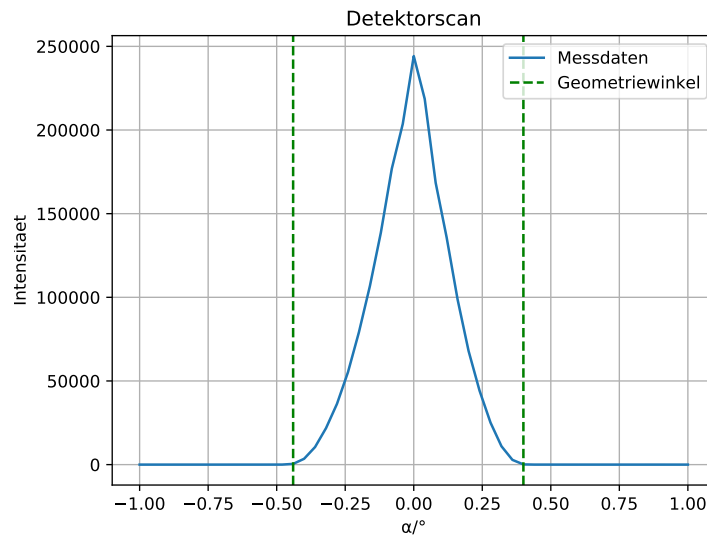


Abbildung 6: Rockingscan

Die Parameter der Schichtdicke d_2 , der Dispersion δ und der Rauigkeit σ müssen per Hand so bestimmt werden, dass die Paratkurve eine möglichst große Übereinstimmung zeigt. Sie ergeben sich zu

$$\begin{aligned}
 d_2 &= 1.7 \cdot 10^{-6} \\
 \delta_{Poly} &= 7 \cdot 10^{-7} \\
 \delta_{Si} &= 7 \cdot 10^{-6} \\
 \sigma_{Poly} &= 5.5 \cdot 10^{-10} \\
 \sigma_{Poly} &= 6.45 \cdot 10^{-10}
 \end{aligned}$$

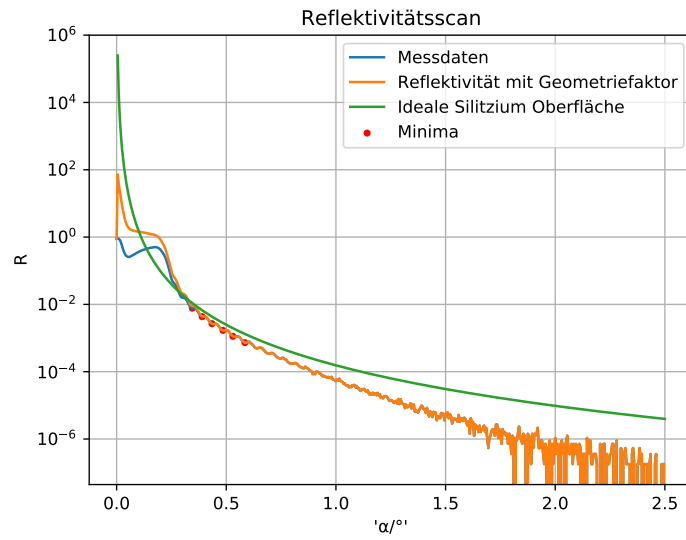


Abbildung 7: Reflektivitätsscan

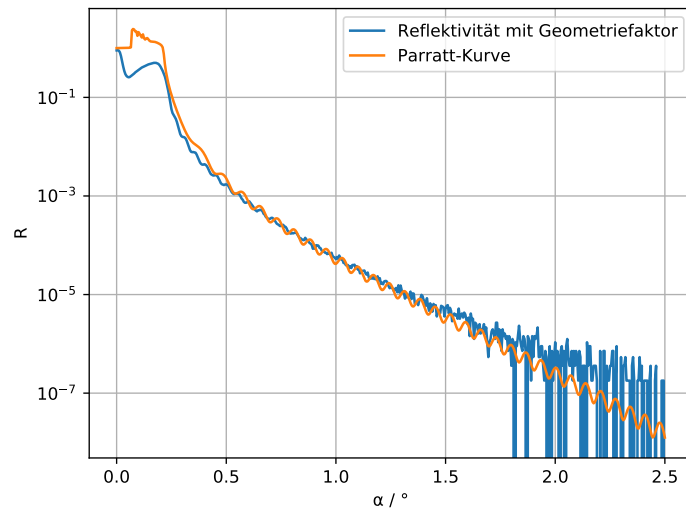


Abbildung 8: Die Parrat Kurve im Vergleich zur gemessenen Reflektivität

4 Diskussion

Der bei der Justierung des Strahls gemessene Geometriewinkel $\alpha = 0.4^\circ$ weicht leicht vom Literatur Wert $\alpha_t = 0,687^\circ$ ab. Somit war die Justierung Erfolgreich, wenn auch nicht optimal. Die über die Kiesling-Osszilation berechnete Schichtdicke weicht allerdings zwischen dem Gemessenen und den durch Parrat berechneten Wert stark ab.

$$\begin{aligned}d_{Kiessig} &= 1,71 \cdot 10^{-8}m \\d_{Parrat} &= 1,7 \cdot 10^{-6}m\end{aligned}$$

Dies kann sich aus der nicht perfekten Justierung der Probe ergeben. Ebenso sind die Parameter des Parrats Algorithmus durch Hand eingestllt und somit relativ Fehler anfällig. Dies lässt sich auch an den Dispersionswerten erkennen.

$$\begin{aligned}\delta_{Poly} &= 7 \cdot 10^{-7} \\ \delta_{Si} &= 7 \cdot 10^{-6}\end{aligned}$$

Die Literatur Werte [7] liegen bei:

$$\begin{aligned}\delta_{Poly} &= 3.5 \cdot 10^{-6} \\ \delta_{Si} &= 7.6 \cdot 10^{-6}\end{aligned}$$

Während die Abweichung von Silizium bei 7% liegt beträgt die von Polystrol fast 400%, was auf einen Systematischen Fehler hinweist. Diese hohe Unsicherheit bei der Dispersion von Polystrol erkennt man auch im vergleich der kritischen Winkel.

$$\begin{aligned}\alpha_{Poly} &= 0,068^\circ \\ \alpha_{Si} &= 0,214^\circ\end{aligned}$$

Die Literatur Werte [7] liegen bei:

$$\begin{aligned}\alpha_{Poly} &= 0,153^\circ \\ \alpha_{Si} &= 0,223^\circ\end{aligned}$$

Insgesamt liegt eine große Fehleranfälligkeit auf das per Handeinstellen der Parratt Parameter. Die Parrat Kurve beschreibt die gemessene Reflektivität aber genau genug, so dass dem Ergebniss eine Aussagekraft zugeschrieben werden kann.

Literatur

- [1] Arndlast. *Röntgenreflexion*. URL: <http://www.x-ray-optics.de/index.php/physik/reflexion> (besucht am 03.06.2022).
- [2] Matthias Bartelmann u. a. *Theoretische Physik*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2015. ISBN: 978-3-642-54617-4.

- [3] Eric Jones, Travis E. Oliphant, Pearu Peterson u. a. *SciPy: Open source scientific tools for Python*. Version 0.16.0. URL: <http://www.scipy.org/>.
- [4] Sebastian Kiehlmann. *Röntgenröhre*. 2010. URL: <https://lp.uni-goettingen.de/get/text/6639> (besucht am 02.06.2022).
- [5] Heinz Kiessig. „Interferenz von Röntgenstrahlen an dünnen Schichten“. In: *Annalen der Physik* 402.7 (1931).
- [6] Wolfgang Nolting. *Grundkurs Theoretische Physik 3: Elektrodynamik*. Springer-Verlag Berlin, 2002. ISBN: 3-540-20509-8.
- [7] Metin Tolan. „X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films“. In: *Springer* (1999).