

Fortgeschrittenenpraktikum

V44 Röntgenreflektometrie

Felix Gläsemann

`felix.glaesemann@tu-dortmund.de`

Tobias Brützel

`tobias.bruetzel@tu-dortmund.de`

Durchführung: 25.04.2022

Abgabe: 27.04.2022

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1	Zielsetzung	3
2	Theorie	3
2.1	Brechungsindex und Reflexion	3
2.2	Mehrschichtensysteme	4
2.3	Rauigkeit	5
2.4	Funktionsweise der Geräte	5
3	Aufbau und Durchführung	6
4	Auswertung	7
4.1	Justierung	7
4.1.1	Detektorscan	7
4.1.2	Z-Scan	8
4.1.3	Rockingscan	8
4.2	Bestimmung des Dipersionsprofil	9
4.2.1	Reflektivitätsmessung	10
4.2.2	Parrat-Algorithmus	10
5	Diskussion	11
	Literatur	12

1 Zielsetzung

In diesem Versuch wird das Verfahren der Röntgenreflektometrie genutzt, um die Struktur der Oberfläche einer Probe zu analysieren. Dazu gehören Daten wie Schichtdicke, Dispersion und Rauigkeit.

2 Theorie

2.1 Brechungsindex und Reflexion

Beim Auftreffen von Röntgenstrahlung vom Vakuum auf ein Medium, dessen Brechungsindex von eins abweicht, ist gegeben durch:

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

ist dabei die Absorption und δ ist eine Korrektur. Bei Röntgenstrahlung ist bei diesem Übergang eine Totalreflexion möglich, da der Brechungsindex in Materie kleiner als eins ist. Im allgemeinen Fall trifft die elektromagnetische Welle in einem Winkel α_e auf eine unendlich dicke, homogene, glatte Materialschicht. Ein Teil wird dann im Winkel $\alpha_e = \alpha_r$ reflektiert. Der restliche Teil wird unter dem Winkel α_t gebrochen und transmittiert. Die Totalreflexion tritt hierbei unter dem kritischen Winkel α_c auf. Dies bedeutet, dass keine Transmission auftritt. Dieser Kritische Winkel beim Auftreffen von Röntgenstrahlung vom Vakuum auf ein Medium, dessen Brechungsindex von eins abweicht, ist gegeben durch:

$$\alpha_c = \sqrt{2\delta} \quad (2)$$

$$\alpha_c = \lambda \cdot \sqrt{\frac{r_e \cdot \rho}{\pi}} \quad (3)$$

Die Fresnelschen-Gleichungen beschreiben die Reflexion und Transmission an ebenen Grenzschichten. Die Polarisation kann aufgrund des Sonderfalles, dass die magnetischen Permeabilitäten ungefähr gleich groß sind, vernachlässigt werden. Die Gleichungen vereinfachen sich so zu:

$$t = \frac{2 \cdot n_1 \sin(\alpha_e)}{n_1 \sin(\alpha_e) + n_2 \sin(\alpha_c)} \quad (4)$$

$$r = \frac{n_1 \sin(\alpha_e) - n_2 \sin(\alpha_c)}{n_1 \sin(\alpha_e) + n_2 \sin(\alpha_c)} \quad (5)$$

r und t beschreiben dabei die Fresnel'schen Reflexions- und Transmissionskoeffizienten. Diese beschreiben die Amplitudenverhältnisse. Die Intensitätsverhältnisse können über die Fresnel'sche Reflektivität mit der Annahme, dass $\alpha_e > 3\alpha_c$ als:

$$R_F = |r|^2 = \left(\frac{\alpha_c}{2\alpha_e} \right)^4 \quad (6)$$

beschrieben werden.

2.2 Mehrschichtensysteme

Die Systeme sind in der Realität bestehen meist nicht aus nur einer Schicht und sind auch nicht homogen. Als erstes wird die Reflexion an einer nicht homogenen Schicht untersucht, hier an einer dicken Polystyrolschicht mit einer Dicke von 80 nm. Wenn nun die Reflektivität gegen den Einfallswinkel aufgetragen wird, ergibt sich: Die theoretische

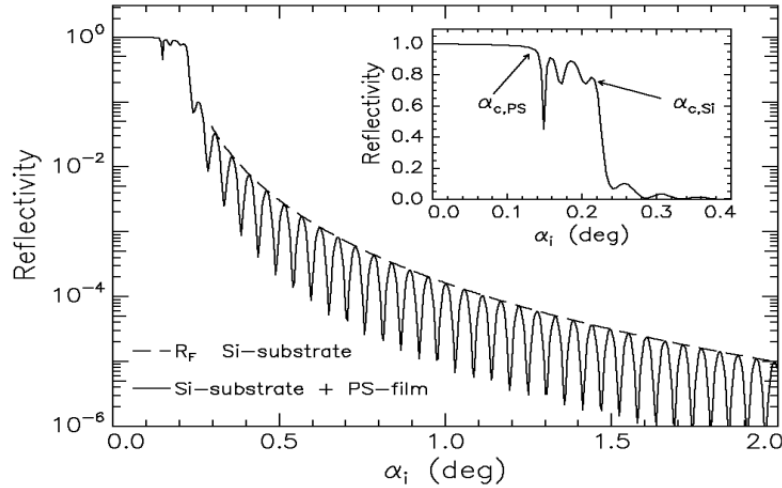


Abbildung 1: Reflektivität eines Siliziumwafers mit einer 80 nm dicken Polystyrolschicht [1, S. 8]

Fresnelreflektivität wird dabei als gestrichelte Linie dargestellt. In der Realität oszilliert die Reflektivität, dies wird als Kiessig-Oszillation bezeichnet. Diese entstehen durch Interferenzen an den Grenzschichten, die je nach Phasendifferenz konstruktiv oder destruktiv sind. Die Minima entstehen bei einem Gangunterschied von $N \cdot \frac{\lambda}{2}$, wobei N eine ungerade Zahl ist. Bei den kritischen Winkel a_c sind Einbrüche im Plot zu finden, wodurch diese bestimmt werden können. Die Schichtdicke kann über die Oszillation und die Wellenlänge λ bestimmt werden als:

$$d = \frac{\lambda}{2\Delta a_i} \quad (7)$$

wobei d die Schichtdicke ist und a_i der Winkel zwischen zwei Minima der Kiessig-Oszillation ist. Wenn nun weitere Schichten hinzukommen, werden sich die Oszillationen der einzelnen Schichten überlagern. Um dennoch etwas über die Reflektivität aussagen zu können, wird der Parrat-Algorithmus verwendet. Dieser besteht aus dem rekursiven Durchlaufen aller Schichten, angefangen von der untersten Schicht. Dabei wird die jeweils j -te Schicht und deren Amplitudenverhältnisse untersucht. Dabei ist der Parrat-Algorithmus gegeben durch:

$$X_j = \exp(-2ik_{z,j}z_j) \cdot \frac{r_{j,j+1} + X_j \exp(-2ik_{z,j+1}z_j)}{1 + r_{j,j+1} + X_j \exp(-2ik_{z,j+1}z_j)} \quad (8)$$

Hierbei ist

$$k_{z,j} = k \cdot \sqrt{n_j^2 - (\cos(\alpha_i))^2} \quad (9)$$

die z-Komponente des j-ten Wellenvektors. Der Betrag ist dabei $k = \frac{2\pi}{\lambda}$. Die Fresnelkoeffizienten werden dann über

$$r_{j,j+1} = \frac{k_{z,j} - k_{z,j+1}}{k_{z,j} + k_{z,j+1}} \quad (10)$$

berechnet.

2.3 Rauigkeit

Die nächste Korrektur ist die der Rauigkeit. Glatte Materialschichten sind in der Realität nicht anzutreffen, weshalb die Rauigkeit der j-ten Grenzfläche eingeführt wird. Dies ist gegeben durch:

$$\sigma_j^2 = \int (z - z_j) \cdot P_j(z) dz. \quad (11)$$

$P_j(z)$ ist dabei die Wahrscheinlichkeit des Antreffens der j-ten Grenzfläche im Intervall $(z_j + z, z_j + z + dz)$. Damir werden die Fresnelkoeffizienten zu:

$$\bar{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} \cdot \exp(-2k_{z,j}k_{z,j+1}\sigma_j^2) \quad (12)$$

$$\bar{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} \cdot \exp\left((k_{z,j} - k_{z,j+1})^2 \frac{\sigma_j^2}{2}\right) \quad (13)$$

Diese modifizierten können im Oarrat-Algorithmus verwendet werden.

2.4 Funktionsweise der Geräte

Für die Röntgenstrahlung wird eine Kupfer-Röntgenröhre verwendet. Elektronen werden zu einer Kupfer-Anode beschleunigt. Dort wird Bremsstrahlung abgegeben und durch Stoßprozesse mit den Hüllenelektronen entstehen die charakteristischen Strahlungen, wobei die K-Linie für diesen Versuch verwendet wird. Um nur diese für die Reflektometrie zu verwenden, wird ein Göbelspiegel benutzt. Dieser bündelt die Strahlen, sodass diese monochromatisiert werden und parallel verlaufen. Die Wellenlänge die durch gelassen wird beträgt $\lambda = 1,54 \cdot 10^{-10}$ m und entspricht der K-Linie. Bei dem Versuch definieren zwei Blenden jeweils den Einfallswinkel und den Ausfallswinkel. Eine zusätzliche Bedingung ist, dass erst ab einem Geometrie-Winkel a_g der gesamte Strahl reflektiert wird. Dieser Winkel lässt sich über

$$a_g = \arcsin\left(\frac{d_0}{D}\right) \quad (14)$$

berechnen. Dabei ist d_0 die Gesamtstrahlbreite und D die Probelänge. Mit der tatsächlichen Strahlbreite $D \cdot \sin(a_e)$, die auf die Probe trifft lässt sich der Geometriefaktor G als

$$G = \frac{D \cdot \sin(a_e)}{d_0} \quad (15)$$

im Bereich $a_e < a_g$ bestimmen. Für den Bereich $a_e \geq a_g$ beträgt der Geometriefaktor $G = 1$.

3 Aufbau und Durchführung

4 Auswertung

In diesem Abschnitt werden die aufgenommenen Messdaten in Grafiken dargestellt und ausgewertet. Grafiken sowie dazugehörige Rechnungen sind mit Python [3] erstellt bzw. berechnet worden.

4.1 Justierung

Im ersten Auswertungsabschnitt des Versuches, werden zunächst zur Justage von Apparat und Probe einige Scans aufgenommen und später benötigte Parameter erfasst.

4.1.1 Detektorscan

Wie in Abschnitt (3) beschrieben, wird zu Beginn ein Detektorscan durchgeführt. Die aufgenommenen Daten sind Abbildung (2) zu finden. Die Ausgleichsfunktion hat die

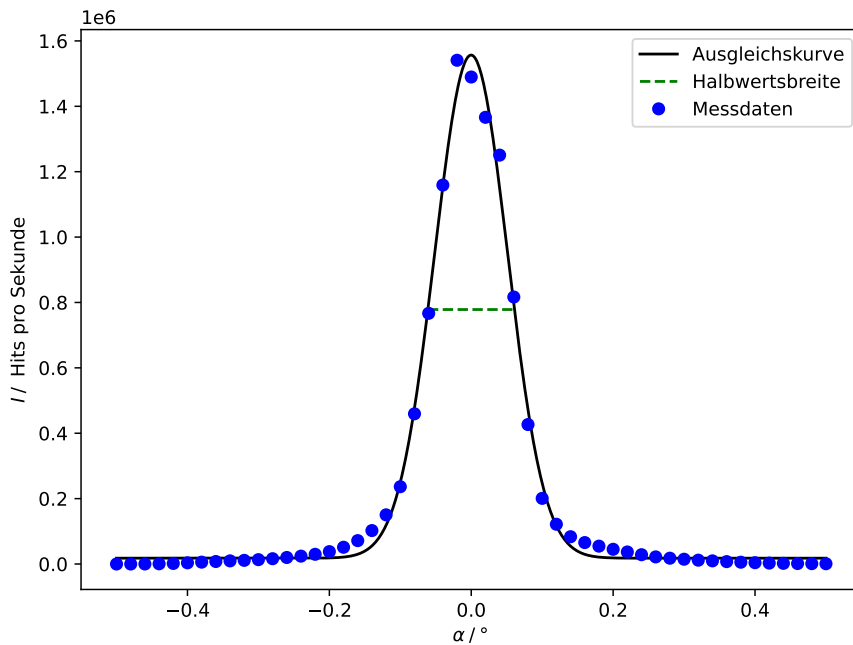


Abbildung 2: Messdaten des Detektorscan mit Gaußfunktion.

Form einer Gaußfunktion und ist gegeben durch:

$$I(\alpha) = \frac{a}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \exp\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right) + b \quad (16)$$

Die Parameter ergeben sich zu:

$$a = (1,98 \pm 0,03) \cdot 10^5 \quad (17)$$

$$b = (1,8 \pm 0,5) \cdot 10^4 \quad (18)$$

$$\sigma = (0,0513 \pm 0,0008)^\circ \quad (19)$$

$$\mu = (0,002 \pm 0,007)^\circ \quad (20)$$

Jetzt werden noch die maximale Intensität I_{\max} und die Halbwertsbreite von der Gaußfunktion abgelesen. Diese lauten:

$$\text{HWB} = 0.122 \quad (21)$$

$$I_{\max} = 1,557 \cdot 10^6 \quad (22)$$

4.1.2 Z-Scan

In diesem Abschnitt wird aus dem aufgenommenen Z-Scan die Strahlbreite d_0 bestimmt. Die Strahlbreite ist der Abstand zwischen minimaler und maximaler Intensität. In Abbildung (3) ist dies grafisch dargestellt: Damit ergibt sich die Strahlbreite zu:

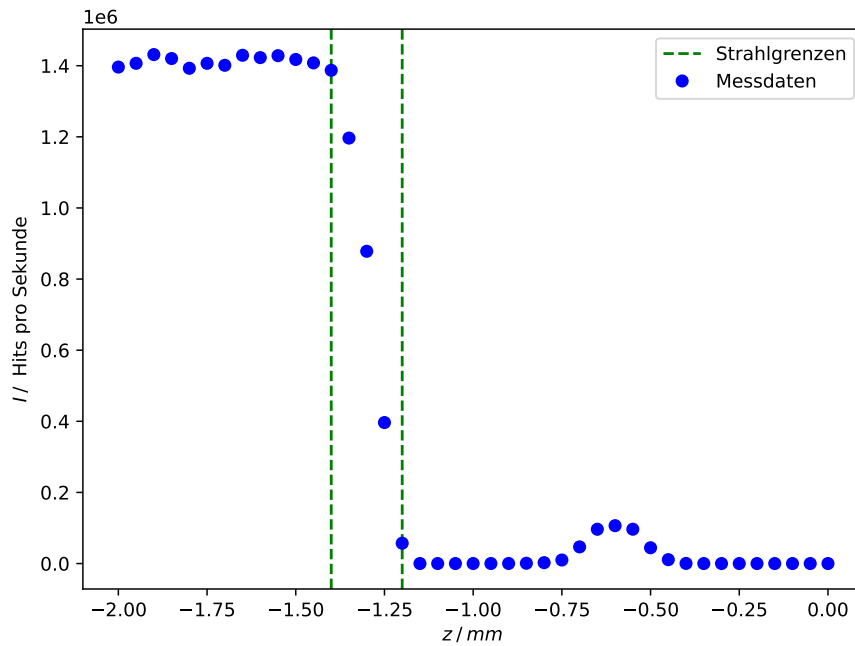


Abbildung 3: Messdaten des Z-Scan mit Strahlbreite d_0 .

$$d_0 = 0,2 \text{ mm} \quad (23)$$

4.1.3 Rockingscan

Im letzten Teil der Justage wird aus dem aufgenommenen Rockingscan der Geometriewinkel α_g bestimmt. Dazu ist in Abbildung (4) das Ergebnis des Scans grafisch dargestellt:

Die beiden abgelesenen Geometriewinkel sowie der gemittelte Wert lauten:

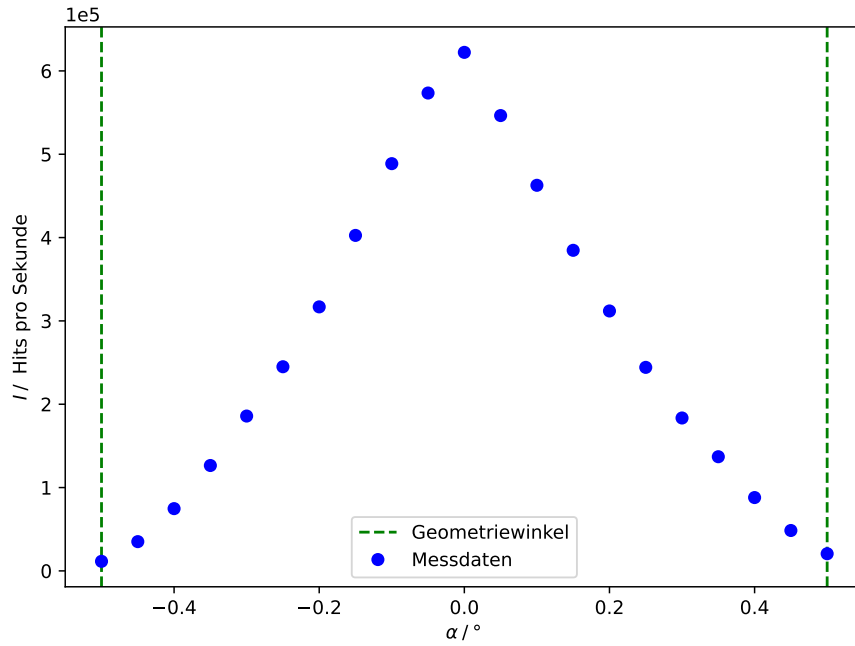


Abbildung 4: Messdaten des Rockingscan mit Geometriewinkeln α_0 .

$$\alpha_{g,links} = 0,5^\circ \quad (24)$$

$$\alpha_{g,rechts} = 0,5^\circ \quad (25)$$

$$\bar{\alpha}_g = 0,5^\circ \quad (26)$$

Mit Gleichung (14) kann mit der ermittelten Strahlbreite $d_0 = 0,2 \text{ mm}$ sowie der Probenlänge $D = 20 \text{ mm}$ ein theoretischer Wert für den Geometriewinkel bestimmt werden. Dieser ergibt sich zu:

$$\alpha_{g,Theorie} = 0,57^\circ \quad (27)$$

4.2 Bestimmung des Dipersionsprofil

In diesem Abschnitt wird aus dem aufgenommenen Reflektivitätsscan das Dipersionsprofil der Probe bestimmt. In Abbildung (5) sind die Ergebnisse zusammengefasst: Da die Messdaten im Bereich $\alpha_e > 1,7^\circ$ nicht aussagekräftig sind werden diese in der Grafik nicht angezeigt. Die Reflektivität R ergibt sich mit einer Abtastrate von 5 aus folgender Formel:

$$R = \frac{I}{5 \cdot I_{\max}} \quad (28)$$

Der aufgenommene diffuse Scan wird, um Streueffekte so gut wie möglich zu unterdrücken, vom Reflektivitätsscan abgezogen. Da die gemessenen Intensitäten beim diffusen Scan

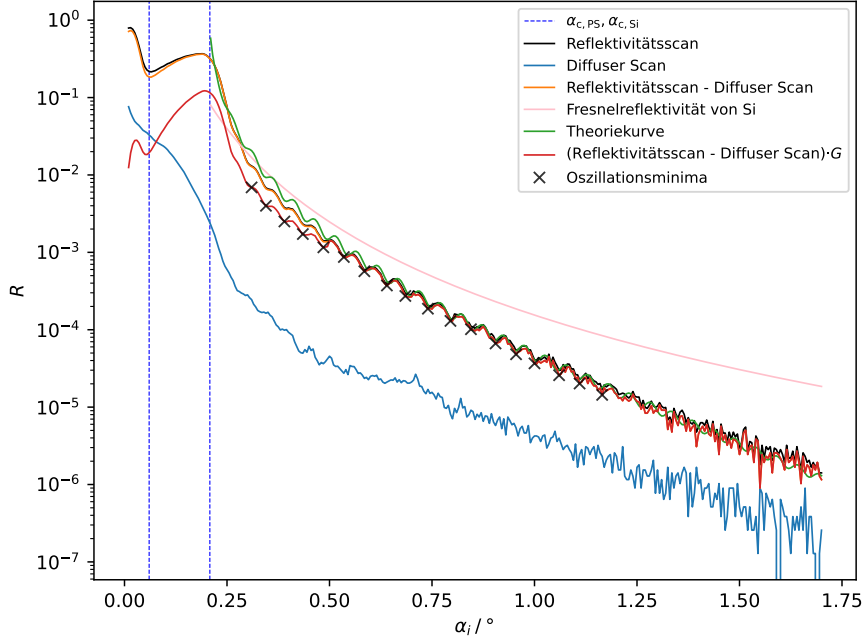


Abbildung 5: Grafische Zusammenfassung der gewonnenen Messdaten.

gering waren, fällt dies in der Grafik kaum auf. Die Reflektivität wird mit einem Geometriefaktor korrigiert, dieser ergibt sich mit den aus der Justage ermittelten Größen nach Gleichung (15). Außerdem ist Abbildung (5) zu Vergleichszwecken die Fresnelreflektivität einer ideal glatten Siliziumoberfläche aufgetragen. Diese wird aus dem Literaturwert [1, S. 5] $\alpha_{c,\text{Silizium}} = 0,223^\circ$ mit Hilfe von Gleichung (6) bestimmt.

4.2.1 Reflektivitätsmessung

Zur Bestimmung der Schichtdicke der Polystyrolschicht werden aus dem durch den Geometriefaktor korrigierten Reflektivitätsscan die Abstände $\Delta\alpha_e$ der Minima der Kiessig-Oszillation ermittelt. Der Mittelwert dieser Abstände ergibt sich zu:

$$\overline{\Delta\alpha_e} = (8,8 \pm 0,3) \cdot 10^{-4}^\circ \quad (29)$$

Die Schichtdicke berechnet sich aus Gleichung (7) mit $\lambda = 1,54 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ zu:

$$d_{\text{PS}} = (8,7 \pm 0,3) \cdot 10^{-8} \text{ m} \quad (30)$$

4.2.2 Parrat-Algorithmus

In diesem Abschnitt wird ebenfalls die Schichtdicke sowie die kritischen Winkel der verschiedenen Substanzen ermittelt. Dazu wird der Parrat-Algorithmus aus Abschnitt

(2.2) verwendet. Als erstes wird dafür die Reflektivität R für den jeweiligen Einfallswinkel α_e aus den Gleichungen (8), (9) und (12) berechnet. Die hier betrachteten Schichten sind Luft (Schicht 1), Polystyrol (Schicht 2) und Silizium bzw. Substrat (Schicht 3). Da das Substrat als unendlich dick angenommen wird und damit die transmittierte Strahlung t_{N+1} nicht mehr reflektiert wird ergibt sich für $r_{N+1} = 0$, der als Startwert dient. Die bekannten Parameter sind gegeben durch:

$$\begin{aligned}\delta_{1,\text{Luft}} &= 0 \\ z_1 &= 0 \\ \lambda &= 1,54 \cdot 10^{-10} \text{ m}\end{aligned}$$

Die weiteren Parameter δ_2 , δ_3 , σ_1 , σ_2 und z_2 werden so gewählt, dass die Theoriekurve und die gemessene Reflektivität so gut wie möglich übereinstimmen. Die Theoriekurve aus Abbildung (5) hat die folgenden Parameter:

$$\begin{aligned}\delta_{2,\text{PS}} &= 0,55 \cdot 10^{-6} \\ \delta_{3,\text{Si}} &= 6,6 \cdot 10^{-6} \\ \sigma_1 &= 7,5 \cdot 10^{-10} \text{ m} \\ \sigma_2 &= 6,3 \cdot 10^{-10} \text{ m} \\ z_2 &= 8,6 \cdot 10^{-10} \text{ m}\end{aligned}$$

Aus den Dispersionen für Polystyrol δ_{PS} und Silizium δ_{Si} werden die kritischen Winkel α_c bestimmt. Dafür wird Gleichung (2) verwendet und die folgenden Werte ergeben sich:

$$\begin{aligned}\alpha_{c,\text{PS}} &= 0,06^\circ \\ \alpha_{c,\text{Si}} &= 0,208^\circ\end{aligned}$$

Diese sind in Abbildung (5) durch die gestrichelten Linien gekennzeichnet.

5 Diskussion

In Abbildung ?? ist der normierte Rotationswinkel ϑ_{norm} gegen das Quadrat der Wellenlänge λ^2 . Der Theorie nach sollte sich zwischen diesen beiden Größen ein linearer Zusammenhang zeigen, dies bestätigt Abbildung ?. Allerdings weichen die einzelnen Messwerte oft von der Ausgleichsgerade ab, dennoch ist damit die Vermutung aus der Theorie im Experiment bestätigt worden. Das Prinzip der klassischen Betrachtung mit Hilfe der Einführung der effektiven Masse aus Abschnitt ?? ist ergo möglich und eignet sich dafür die Leitungselektronen in Halbleitern zu beschreiben.

Für die effektive Masse m^* im Verhältnis zu Elektronenmasse m_e ergab sich für die verschieden dotierten Proben der jeweilige Wert zu:

$$\begin{aligned}\frac{m_{\text{leicht}}^*}{m_e} &= 0.074668 \pm 0.000005 \\ \frac{m_{\text{hoch}}^*}{m_e} &= 0.086827 \pm 0.000006\end{aligned}$$

Im Vergleich dazu ist der Literaturwert [2, S. 1] gegeben durch:

$$\frac{m_{\text{Lit}}^*}{m_e} = 0.067$$

Daraus ergibt sich eine Abweichung von etwa 11.4% für die leichtdotierte Probe und bei der hochdotierten Probe eine Abweichung von etwa 29.6%. Daraus folgt, dass die Messung mit der leichtdotierten Probe die effektive Masse genauer bestimmen konnte, als die mit der hochdotierten Probe. Zu der relativ großen Abweichung kommt es vermutlich durch das fehleranfällige Messverfahren. Unter Anderem war es schwer möglich ein exakt genaues Spannungsminimum am Oszilloskop zu finden, sodass die Winkel nicht immer genau bestimmt werden konnten und eher aus einem Bereich von einigen Grad bzw. Minuten stammen. Eine weitere Fehlerquelle könnte das nicht ganz homogene Magnetfeld sein, denn dieses wird durch die strominduzierte Wärme in den Spulen beeinflusst. Desweiteren gibt es trotz des Selektivverstärkers Rauscheffekte, wenn diese in der Größenordnung der jeweils betrachteten Frequenzen liegen.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass trotz der etwas fehleranfälligen Apparatur der verwendete Versuchsaufbau dafür geeignet ist die effektive Masse von Leitungselektronen zu bestimmen.

Literatur

- [1] TU Dortmund. *Roentgenreflektometrieversuch*. URL: https://www.e1.physik.tu-dortmund.de/cms/Medienpool/Downloads/Roentgenreflektometrie_Versuch.pdf (besucht am 26.04.2022).
- [2] *Effektive Masse*. URL: <https://link.springer.com/content/pdf/bbm%3A978-3-662-07579-1%2F1.pdf> (besucht am 27.10.2021).
- [3] Python. URL: <https://www.python.org> (besucht am 27.10.2021).