

# 1. Einleitung

Die Untersuchung von Grenzflächen und deren Eigenschaften mit der Hilfe von Röntgenreflexionsmessungen stellt einen wichtigen Bereich der aktuellen Forschung in der Festkörperphysik dar. Die Entwicklung von Oberflächendiffraktometern (Reflektometern), wie das in diesem Lehrstuhlversuch verwendete D8-Labordiffraktometer der Firma Bruker-AXS (siehe Kapitel 4 dieser Arbeit), und Fortschritte bei der Datenanalyse (Theorie der Röntgenreflektivität) haben den jetzigen Stand ermöglicht. Die Röntgenreflektivität bietet die Möglichkeit Strukturinformationen über eine nur wenige Nanometer dicke Schicht an der Oberfläche einer Probe zu gewinnen. Aus dem Streubild lassen sich qualitative Aussagen über das Elektronendichtheprofil, die Schichtdicke und die Rauigkeit einer Grenzfläche gewinnen [Tolan].

Da an der Universität Dortmund im Rahmen eines Praktikums für Fortgeschrittene für den Diplomstudiengang Physik bisher keinen Lehrstuhlversuch zu Röntgenreflexionsmessungen angeboten wurde, wird der vorliegenden Arbeit diese Lücke geschlossen und ein solcher Lehrstuhlversuch konzipiert und dokumentiert. Ziel dieser Arbeit ist es neben der Konzipierung eines Lehrstuhlversuchs zur Röntgenreflexion dünner Schichten, den Studierenden die Grundlagen der Röntgenreflexion an dünnen Schichten zu vermitteln und somit die im Fachbereich aktuellen Forschungsthemen für die Lehre aufzubereiten.

Diese Arbeit gliedert sich wie folgt:

- In **Kapitel 2** wird das Versuchsziel formuliert und das verwendete Probenmaterial erläutert.
- In **Kapitel 3** wird der theoretische Hintergrund der Röntgenreflektivität vorgestellt, wobei auf die elementaren Grundlagen, auf Mehrschichtsysteme und die Rauigkeit von Grenzflächen eingegangen wird.
- **Kapitel 4** behandelt die Versuchsdurchführung, in der die Funktionsweise, die Inbetriebnahme, die Justierung und die Messung mit dem D8-Labordiffraktometer erläutert werden.
- In **Kapitel 5** wird die Versuchsauswertung anhand einer durchgeführten Messung einer Polystyrolprobe auf einem Siliziumsubstrat exemplarisch vorgestellt. Zusätzlich wird auf wichtige Datenkorrekturen eingegangen und das Bearbeitungs- und Auswerteprogramm erläutert.

## **2. Versuchsziel**

Nach der Vorstellung des Themas dieser Arbeit wird in diesem Kapitel das Ziel dieses Lehrstuhlversuchs, der im Rahmen des Fortgeschrittenen – Praktikums angeboten werden soll, beschrieben.

### **2.1 Versuchsziel**

In dem Lehrstuhlversuch zur Röntgenreflexion an dünnen Schichten soll mit der Hilfe der Röntgen – Reflektometrie die Dichte, Rauigkeit und Schichtdicke eines Nanometer-dicken Polymerfilmes auf einem Silizium-Wafer bestimmt werden. Solche Schichten spielen heutzutage in der Mikroelektronik eine wesentliche Rolle. Die Proben sollen hierbei durch die Messung der Röntgenreflektivität charakterisiert werden. Die Aufgaben der Studierenden bestehen darin, sich mit den Grundlagen der Röntgenreflexion vertraut zu machen, das D8-Labordiffraktometer für eine vorgegebene Probe zu justieren, die Röntgenreflektivität dieser Probe zu messen und im Hinblick auf die vorher genannten Eigenschaften (Dicke, Dichte und Rauigkeit) auszuwerten. Ausgewählte Aufgaben, die jedes Kapitel beinhaltet und zum Ziel der besseren Durchführbarkeit und des größeren Lerneffektes dienen, sollen ebenfalls bearbeitet werden.

Die Proben, die im Rahmen dieses Versuches untersucht werden ist ein Polystyrol – Film, der mittels des Spin-Coating – Verfahrens auf einen unbehandelten Siliziumwafer aufgetragen wurde. Bei dem Spin-Coating – Verfahren wird der Siliziumwafer definiert in schnelle Rotation versetzt (ca. 2000 U/min.) und mit einer kleinen Menge Poystyrollösung benetzt. Durch die Drehung wird überschüssige Lösung von dem Siliziumwafer geschleudert und der Rest gleichmäßig verteilt. Nach dem Verdampfen des Lösungsmittels, bleibt auf dem Siliziumwafer ein homogener, dünner Polystyrolfilm zurück. Abb. 2.1 zeigt ein Bild einer solchen Probe. Die Herstellung der Probe ist nicht Teil des Lehrstuhlversuchs, sondern sie wird den Studierenden vorher gegeben.



Abb. 2.1: Probe: Polystyrolfilm auf einem Siliziumwafer (Originalgröße)

### **3. Theoretischer Hintergrund**

In diesem Kapitel wird der theoretische Hintergrund der Röntgenreflexion an Oberflächen erläutert. Hierfür wird auf die Grundlagen der Röntgenreflektivität, die Reflektivität an Mehrschichtsystemen und die Reflexion an rauen Grenzflächen eingegangen.

#### **3.1 Grundlagen**

Bei einem Röntgenreflexionsversuch trifft eine elektromagnetische Welle mit Wellenlängen zwischen  $\lambda = 0.1\text{\AA}, \dots, 10\text{\AA}$  und dem elektrischen Feldvektor  $\vec{E}(\vec{r}) = \vec{E}_0 \exp(i\vec{k}\vec{r})$  aus dem Vakuum mit dem Brechungsindex  $n_1 = 1$  auf ein Medium mit dem Brechungsindex  $n_2 = n \neq 1$ . Für Röntgenstrahlen ist der Realteil des Brechungsindex von Materie kleiner als 1 und kann geschrieben werden als:

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad \text{mit } \delta > 0 \quad (1)$$

$\delta$  ist eine kleine Korrektur, der Größenordnung  $10^{-6}$  und  $\beta$  beschreibt die Absorption. Sie ist für die hier untersuchten Proben und für Röntgenstrahlen der Energie  $E = 8 \text{ keV}$  von der Größenordnung  $\beta \approx 10^{-7}$ .

##### **1. Aufgabe:**

Der Realteil des Brechungsindex` für Röntgenstrahlen ist kleiner als 1. Erklären Sie dies mit den Mitteln, die Sie im 2. und 3. Semester gelernt haben!

Diese Gegebenheit macht das Phänomen der äußeren Totalreflexion (vgl. Optik) von Röntgenstrahlen möglich, welches in diesem Experiment auftaucht.

Zunächst betrachten wir die Reflexion der Röntgenstrahlen an einer homogenen (d.h. unendlich dicken und ideal glatten) Schicht. Die Eingangs beschriebene Welle

trifft auf eine glatte Grenzfläche und wird teilweise reflektiert und teilweise gebrochen (Abb. 3.1).

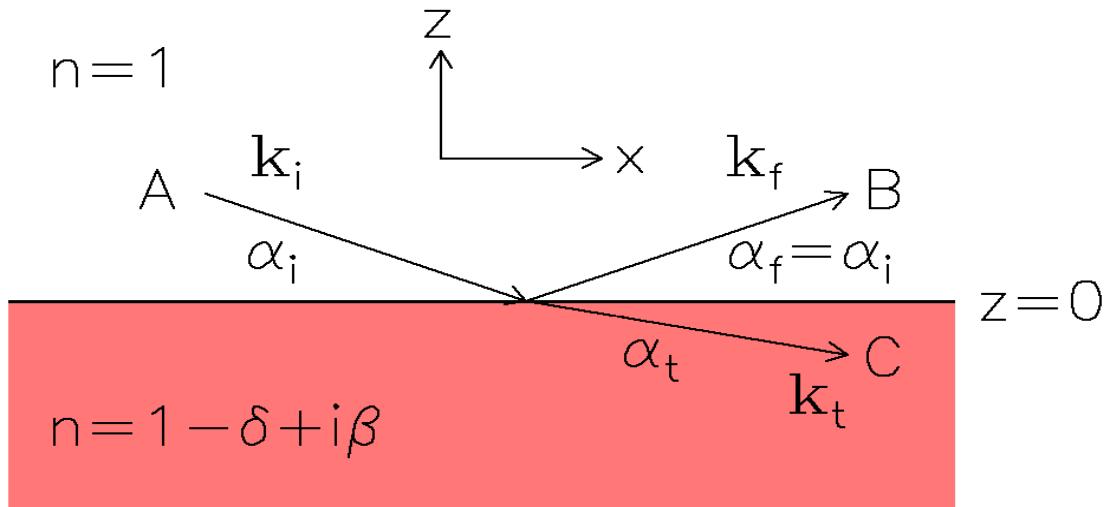


Abb. 3.1: Schematische Darstellung der Reflexion und Transmission einer elektromagnetischen Welle.

Die elektromagnetische Welle mit dem Wellenvektor  $\vec{k}_i$  trifft aus dem Vakuum (Brechungsindex  $n = 1$ ) unter dem Einfallswinkel  $\alpha_i$  auf eine Grenzfläche zur Materie (Brechungsindex  $n = 1 - \delta + i\beta$ ). Ein Teil der Welle wird unter dem Winkel  $\alpha_f = \alpha_i$  mit dem Wellenvektor  $\vec{k}_f$  reflektiert, während der andere Teil unter dem Winkel  $\alpha_t$  mit dem Wellenvektor  $\vec{k}_t$  in die Schicht eindringt. [Tolan]

Aus dem Snellius'schen Brechungsgesetz  $\cos \alpha_i = n \cos \alpha_t$  folgt mit  $\operatorname{Re}(n) < 1$ , dass die transmittierte Welle vom Lot weggebrochen wird.\* Dies hat genau wie in der Optik zur Folge, dass es einen kritischen Winkel  $\alpha_c$  gibt, bei dem die transmittierte Welle mit der Grenzfläche einen Winkel  $\alpha_t = 0^\circ$  einschließt. Daraus folgt, dass es unterhalb des kritischen Winkels keine transmittierte Welle mehr gibt und für  $\alpha \leq \alpha_c$  (mit  $\cos \alpha_c = n$  (2))

externe Totalreflexion auftritt.

\* Da alle auftretenden Winkel relativ klein sind, werden sie – im Gegensatz zur Optik – im Bezug auf die Oberfläche und nicht im Bezug auf das Lot angegeben.

Wenn die Absorption  $\beta$  vernachlässigt wird, dann ist  $n = 1 - \delta$ , und für sehr kleine Winkel folgt aus Gleichung (2) näherungsweise

$$\alpha_c \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{r_e \rho / \pi} \quad (3)$$

wobei  $\lambda$  die Wellenlänge der Röntgenstrahlung,  $\rho$  die (Elektronen)dichte des Materials und  $r_e$  der klassische Elektronenradius ist.

Typische Werte für  $\delta$  und  $\alpha_c$  sind dargestellt in Tab. 3.1 (unter der Web Adresse [http://www-cxro.lbl.gov/optical\\_constants/](http://www-cxro.lbl.gov/optical_constants/) können die Dispersion und die Absorption für verschiedene Materialien und Wellenlängen berechnet werden).

	$r_e \rho$ ( $10^{10} \text{ cm}^{-2}$ )	$\delta$ ( $10^{-6}$ )	$\mu$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	$\alpha_c$ ( $^\circ$ )
<b>Vakuum</b>	0	0	0	0
<b>PS (<math>\text{C}_8\text{H}_8</math>)<sub>n</sub></b>	9.5	3.5	4	0.153
<b>PVC (<math>\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}</math>)<sub>n</sub></b>	12.1	4.6	86	0.174
<b>Silizium (Si)</b>	20.0	7.6	141	0.223
<b>Nickel (Ni)</b>	72.6	27.4	407	0.424
<b>Gold (Au)</b>	131.5	49.6	4170	0.570

Tab. 3.1: Streulängendichte (klassischer Elektronenradius multipliziert mit der Elektronendichte)  $r_e \rho$ ,

Dispersion  $\delta$ , linearer Absorptionkoeffizient  $\mu$  und kritischer Winkel  $\alpha_c$  einiger Materialien bei Raumtemperatur und für die Wellenlänge  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$  bzw. die Energie  $E = 8 \text{ keV}$

(Energie der Cu-K $_{\alpha 1}$ -Linie). Es ist  $\delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} r_e \rho$  und  $\beta = \frac{\lambda}{4\pi} \mu$ . (PS=Poystyrol, PVC=Polyvinylchlorid). [Tolan]

Betrachten wir nun das Reflexionsvermögen einer elektromagnetischen Welle bei streifendem Einfall auf eine glatte Grenzfläche:

Die einfallende Welle  $\vec{E}_i(\vec{r}) = (0, A, 0) e^{i\vec{k}_i \cdot \vec{r}}$  mit dem Wellenvektor  $\vec{k}_i = k(\cos \alpha_i, 0, -\sin \alpha_i)$  trifft im Vakuum unter dem Einfallswinkel  $\alpha_i$  auf ein Medium mit einer glatten Grenzfläche und dem Brechungsindex  $n = 1 - \delta + i\beta$ .

Diese Welle wird, wie schon erwähnt, teilweise reflektiert und gebrochen, so dass sich der reflektierte Teil der Welle mit dem Feldvektor  $\vec{E}_r(\vec{r}) = (0, B, 0) e^{i\vec{k}_r \cdot \vec{r}}$  und dem Wellenvektor  $\vec{k}_r = k(\cos \alpha_r, 0, \sin \alpha_r)$  und der transmittierte Teil mit dem Feldvektor  $\vec{E}_t(\vec{r}) = (0, C, 0) e^{i\vec{k}_t \cdot \vec{r}}$  und dem Wellenvektor  $\vec{k}_t = nk(\cos \alpha_t, 0, -\sin \alpha_t)$  ausbreitet. Dabei sind  $\alpha_i, \alpha_f, \alpha_t$  der Einfalls-, Ausfalls- und Brechungswinkel und  $k = 2\pi/\lambda$  der Betrag des Wellenvektors. Weiterhin gilt bei Reflexion  $\alpha_i = \alpha_f$ .

In diesem Fall betrachten wir eine s-polarisierte Welle, bei der der Vektor des elektrischen Feldes senkrecht zur Reflexionsebene aus der Oberflächennormalen und dem Wellenvektor steht. Die Tangentialkomponenten des elektrischen und des magnetischen Feldes müssen an jeder Stelle der Grenzfläche stetig sein. Dies liefert die aus der Optik bekannten Fresnelformeln für die s-polarisierte Welle. Es gelten für die Amplituden der einfallenden, der reflektierten und der transmittierten Wellen folgende Gleichungen (siehe Abb. 3.1 für die Notation):

$$r_s = \frac{B}{A} = \frac{k_{i,z} - k_{t,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} \quad (4)$$

$$t_s = \frac{C}{A} = \frac{2k_{i,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} \quad (5)$$

mit  $k_{i,z} = k \sin \alpha_i$  und  $k_{t,z} = nk \sin \alpha_t = k\sqrt{n^2 - \cos^2 \alpha_i}$ , den z-Komponenten der Wellenvektoren im Vakuum und im Medium.

Im Fall der Röntgenstrahlung sind die Unterschiede in den Fresnelformeln für die s- und p-Polarisationen vernachlässigbar. Somit lautet der Reflexions- und Transmissionskoeffizient für unpolarisierte Röntgenstrahlung generell:

$$r = \frac{B}{A} = \frac{k_{i,z} - k_{t,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} \quad (6)$$

$$t = \frac{C}{A} = \frac{2k_{i,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} \quad (7)$$

**2. Aufgabe:**

- a) Wie lauten die Fresnelformeln für p-polarisierte elektromagnetische Wellen? (Diese können berechnet oder in der Literatur nachgeschlagen werden.)
- b) Warum sind im Fall von Röntgenstrahlung die Unterschiede in den Fresnelformeln zwischen der s-Polarisation und p-Polarisation vernachlässigbar?

Die Intensität  $I$  elektromagnetischer Wellen ist proportional zum Betragsquadrat der Feldstärke. Das bedeutet, dass das Verhältnis der Intensität der reflektierten Strahlung  $I_R$  zu der Intensität der einfallenden Strahlung  $I_0$  nicht durch  $r$ , sondern

durch  $R = |r|^2 = \frac{I_R}{I_0}$  gegeben ist. Die Fresnelreflektivität  $R_F = |r|^2$  einer Grenzfläche

kann für Röntgenstrahlen und für etwa  $\alpha_i > 3\alpha_c$  näherungsweise berechnet werden zu:

$$R_F \approx \left( \frac{\alpha c}{2\alpha_i} \right)^4 \quad (8)$$

Gleichung (8) zeigt, dass die reflektierte Intensität für größere Einfallswinkel  $\alpha_i$  sehr stark (proportional  $\alpha_i^{-4}$ ) abfällt. Röntgenreflektivitäten werden daher immer mit einer logarithmischen Intensitätsskala dargestellt.

**3. Aufgabe:**

Zeigen Sie, dass im Fall von Röntgenstrahlung Gleichung (8) aus Gleichung (6) folgt!

## 3.2 Mehrschichtsysteme

Bisher wurde die Reflektivität an einer einzelnen glatten Grenzfläche betrachtet. Diese Betrachtung lässt sich leicht auf Mehrschichtsysteme erweitern. Nehmen wir als Beispiel einen 800Å dicken Polystyrolfilm (PS) auf Silizium (Si), dessen berech-

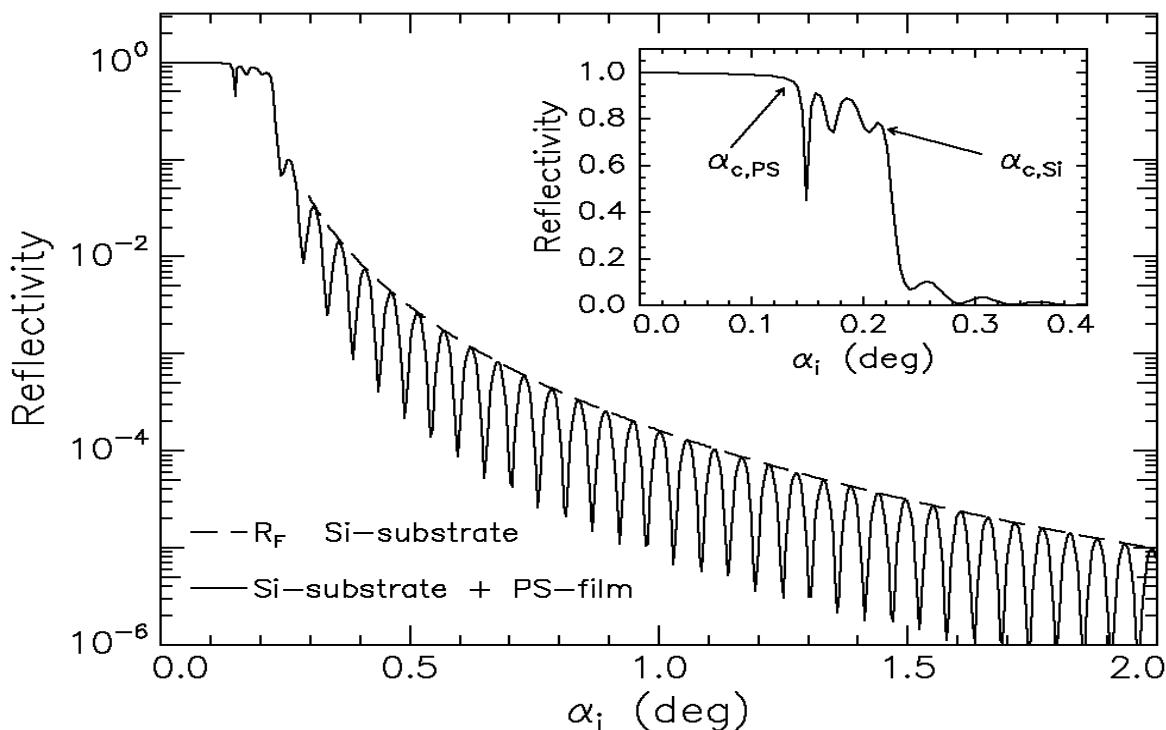


Abb. 3.2: Berechnete Röntgenreflektivität (für  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ) einer 800 Å dicken Polystyrolschicht (PS) auf Silizium, aufgetragen gegen den Einfallswinkel  $\alpha_i$  (durchgezogene Linie). Die gestrichelte Linie kennzeichnet die Fresnelreflektivität  $R_F$  des Substrats. Der Ausschnitt zeigt den Bereich um den kritischen Winkel des Siliziumsubstrats in linearer Darstellung. [Tolan]

nete Röntgenreflektivität Abb. 3.2 zeigt. Ein ähnliches Mehrschichtsystem soll in der Versuchsdurchführung vermessen und charakterisiert werden.

In Abb. 3.2 ist die für  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$  berechnete Reflektivität gegen den Einfallswinkel  $\alpha_i$  aufgetragen. Der Einschub oben rechts zeigt einen Ausschnitt des großen Bildes für Einfallswinkel  $\alpha_i < 0.4^\circ$ . In dem Bild sind die zwei kritischen Winkel von Polystyrol ( $\alpha_{c,PS} = 0.15^\circ$ ) und Silizium ( $\alpha_{c,Si} = 0.22^\circ$ ) zu erkennen.

Betrachtet man weiterhin die Intensität der reflektierten Strahlung für größere Einfallswinkel, dann wird der starke Abfall der Fresnelreflektivität (siehe Gleichung (8)) deutlich, der durch Oszillationen überlagert ist. Diese Oszillationen entstehen dadurch, dass die einzelnen reflektierten Wellen an den jeweiligen Grenzflächen Vakuum/PS sowie PS/Silizium je nach Phasendifferenz konstruktiv bzw. destruktiv

interferieren.\* Durch diese Interferenzen entstehen Modulationen in der Reflektionskurve, die so genannten „Kiessig-Ringe“ [Kiessig]. Ein Interferenzminimum entsteht, wenn die beiden reflektierten Strahlen destruktiv interferieren, d.h. der Gangunterschied muss ein ungerades Vielfaches der halben Wellenlänge  $\frac{\lambda}{2}$  betragen. Der Schichtabstand  $d$  ist dann gegeben durch den Zusammenhang:

$$d = \frac{2\pi}{\Delta q_z} \approx \frac{\lambda}{2\Delta \alpha_i} \quad (9)$$

wobei  $\vec{q} = \vec{k}_f - \vec{k}_i$  der Wellenvektorübertrag mit der z-Komponente  $q_z = 2k \sin \alpha_i$  ist.  $\Delta q_z$  ist die Differenz dieser z-Komponente an den Minima und  $\Delta \alpha_i$  die jeweilige Einfallswinkeldifferenz.

**4. Aufgabe:**

Zeigen Sie Gleichung (9) anhand eines einfachen Modells bestehend aus zwei Grenzschichten an denen Röntgenstrahlung reflektiert wird und fertigen Sie hierfür eine Skizze an!

Bei Mehrschichtsystemen mit unterschiedlichen Brechungsindizes überlagern sich die Oszillationen der einzelnen Schichten entsprechend zu einer komplizierten Reflektivität. Um diese Reflektivität eines Systems aus mehreren Schichten zu berechnen, wird der Parratt-Algorithmus [Parratt] verwendet, der einen rekursiven Ansatz zur Lösung darstellt und im Folgenden erklärt wird. Abb. 3.3 zeigt ein solches System mit mehreren glatten Schichten und unterschiedlichen Brechungsindizes. Dieses System besteht aus  $N-1$  Schichten, die durch  $N$  Grenzflächen an den Positionen  $z_j \leq 0$  voneinander getrennt sind.

Die Brechungsindizes der einzelnen Schichten mit der Schichtdicke  $d_j = z_{j-1} - z_j$  sind gegeben durch  $n_j = 1 - \delta_j + i\beta_j$ . Zusätzlich ist die einfallende Welle mit  $T_1 = 1$  auf 1 normiert. Das Vakuum mit dem Brechungsindex  $n_1 = 1$  („Schicht“ 1) und das Substrat als unterste „Schicht“, mit  $N+1$  gekennzeichnet, werden als unendlich dick angenommen. Da das Substrat wesentlich dicker ist als die Eindringtiefe von 8keV

\* vgl. Optik-Vorlesung 3. Semester („Interferenz an dünnen Schichten“)

Röntgenstrahlen, ist dies eine gute Näherung. Die durch die unterste Grenzfläche  $z_N$  transmittierte Strahlung  $T_{N+1}$  wird daher an keiner weiteren Fläche reflektiert und  $R_{N+1}$  ist gleich Null. Somit existiert ein Startwert, mit dem sich nun rekursiv „von unten nach oben“ die Verhältnisse der Amplituden der reflektierten zu den transmittierten Wellen an der j-ten Grenzfläche nach folgender Formel berechnen lassen:

$$X_j = \frac{R_j}{T_j} = \exp(-2ik_{z,j}z_j) \frac{r_{j,j+1} + X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1}z_j)}{1 + r_{j,j+1}X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1}z_j)} \quad (10)$$

Dabei ist  $r_{j,j+1} = \frac{k_{z,j} - k_{z,j+1}}{k_{z,j} + k_{z,j+1}}$  die Fresnelreflektivität der j-ten Grenzfläche mit der z-Komponente des Wellenvektors  $k_{z,j} = k(n_j^2 - \cos^2 \alpha_i)^{1/2}$

Komponente des Wellenvektors  $k_{z,j} = k(n_j^2 - \cos^2 \alpha_i)^{1/2}$  in der j-ten Schicht.

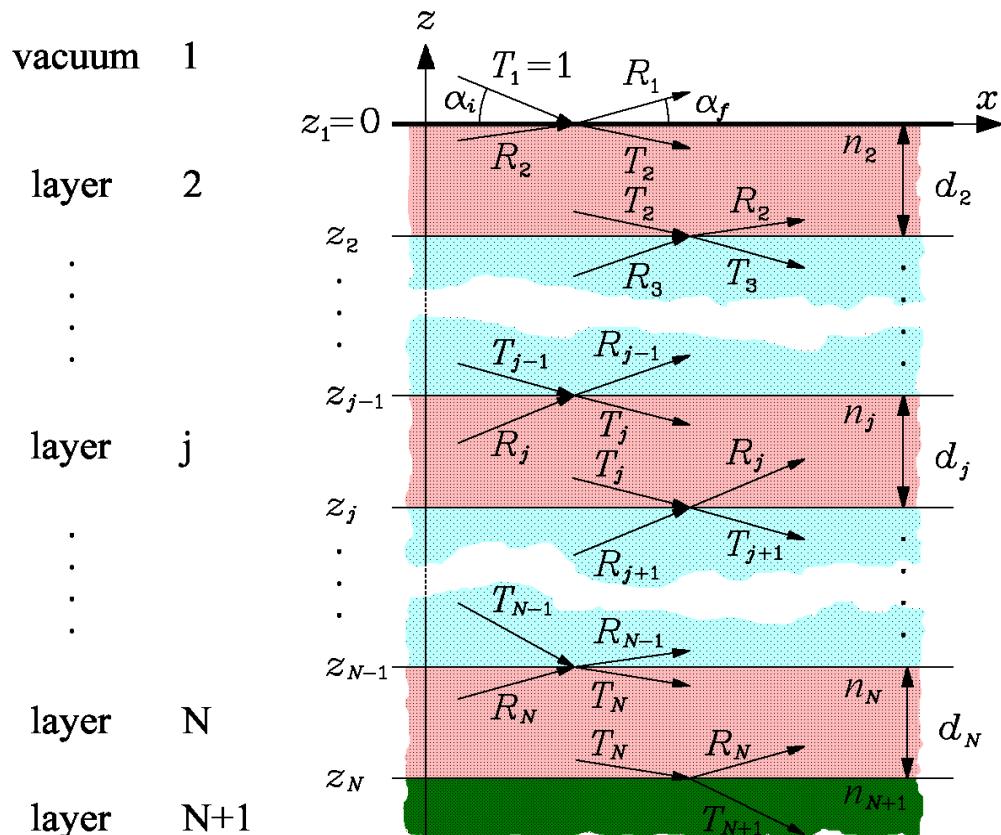


Abb. 3.3: Mehrschichtsystem mit  $N+1$  Schichten verschiedener Brechungsindizes und  $N$  Grenzflächen, wobei „Schicht“ 1 das Vakuum und „Schicht“  $N+1$  das Substrat sind. Für jede Schicht sind die Amplituden der transmittierten und reflektierten Wellen,  $T_j$  und  $R_j$  an den Grenzflächen eingezeichnet. [Stettner]

**5. Aufgabe:**

Berechnen Sie explizit mit Gleichung (10) die Gesamtreflektivität eines Systems mit einer Schicht auf einem Substrat, die durch eine Grenzfläche getrennt ist und stellen Sie diese in einem Diagramm dar.

*Dies ist in unserer Notation ein System mit N=2. Die erste „Schicht“ ist das Vakuum mit dem Brechungsindex  $n_1 = 1$ , die zweite besitzt den Brechungsindex  $n_2 = 1-1 \cdot 10^{-6}$ , und die dritte „Schicht“ (Substrat) den Brechungsindex  $n_3 = 1-3 \cdot 10^{-6}$ . Das Vakuum und das Substrat sind „Schichten unendlicher Dicke“.*

### 3.3 Rauigkeit

Bei der bisherigen Betrachtung wurden „glatte“ Grenzflächen vorausgesetzt, bei denen der Brechungsindexverlauf  $n(z)$  an einer Grenzfläche durch eine Sprungfunktion beschrieben wird. In der Realität besitzen Grenzflächen aber immer eine endliche Rauigkeit bzw. Oberflächen sind nie perfekt glatt.

Abb. 3.4 zeigt die Röntgenreflektivität einer Wasseroberfläche als Funktion der z-Komponente des Wellenvektorübertrags  $q_z = 2k \sin \alpha_i$ , wie bereits vorher definiert. Man erkennt, dass die gemessene reflektierte Intensität dieser Wasseroberfläche für Wellenvektoren  $q_z > 0.15 \text{ \AA}^{-1}$  kleiner ist als die Fresnelreflektivität einer glatten Grenzfläche. Diese Tatsache lässt sich auf die Rauigkeit der Wasseroberfläche zurückführen.

Da bei Reflektivitätsmessungen der Wellenvektorübertrag  $\vec{q} = \vec{k}_f - \vec{k}_i$  senkrecht zur Probenoberfläche ist, liefert das detektierte Signal keine Informationen über die laterale Struktur der Oberfläche. Somit trägt zum gemessenen Signal der über die (x,y)-Ebene gemittelte Brechungsindex  $n(z)$  (bzw. die gemittelte Elektronendichte  $\rho(z)$ ) bei. Für sehr kleine Rauigkeiten nähert sich  $n(z)$  einer Heaviside-Sprungfunktion  $\theta(z)$  und liefert damit den bereits betrachteten Fall glatter Schichten.

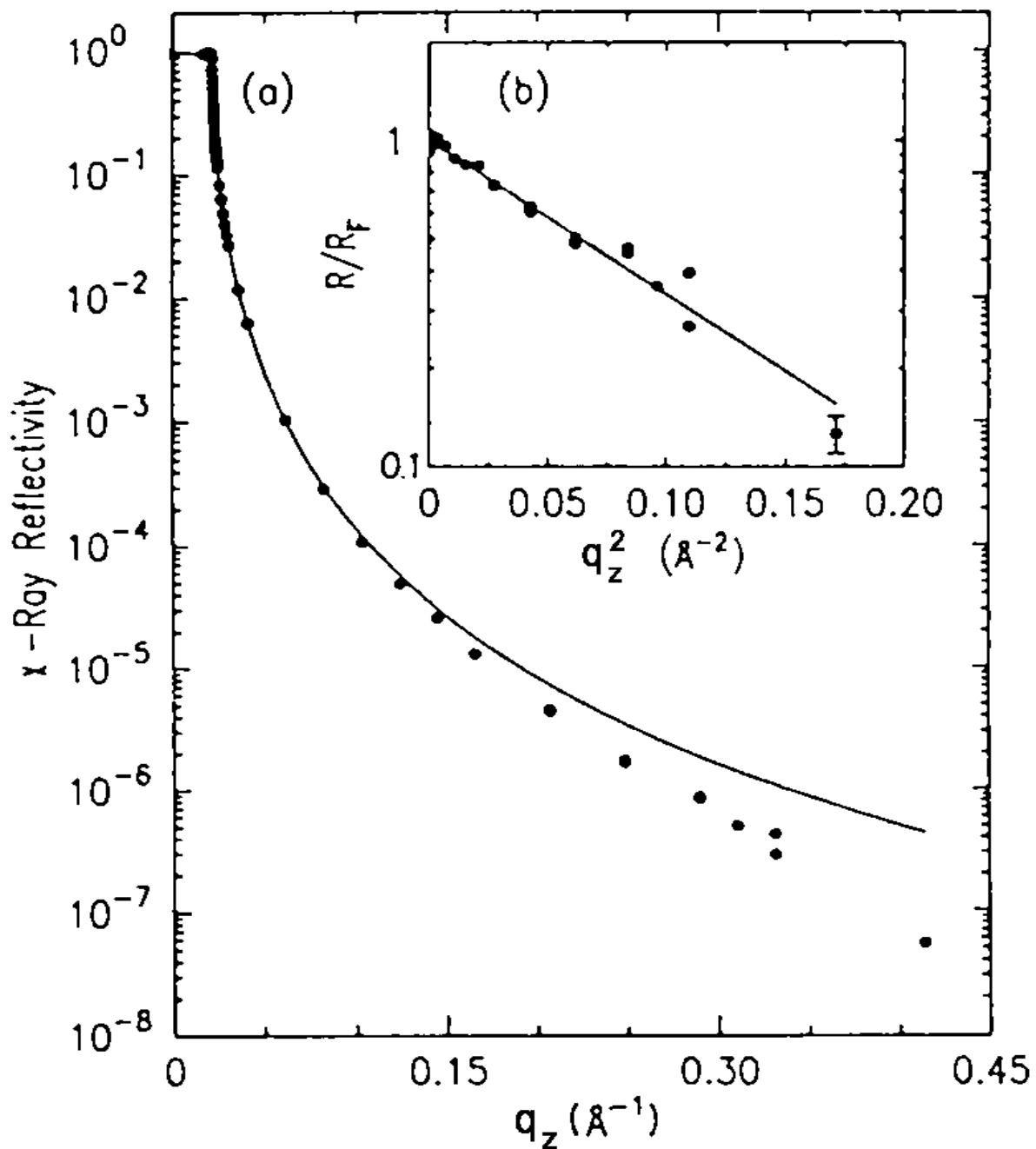


Abb. 3.4: Röntgenreflektivität einer Wasseroberfläche. Die normierte Intensität  $R$  ist gegen den Wellenvektorübertrag  $q_z$  senkrecht zur Oberfläche aufgetragen. Hierbei stellen die Punkte die Messdaten und die durchgezogene Linie die Fresnelreflektivität  $R_F$  einer glatten Wasseroberfläche dar. Die Abweichungen der Messdaten gegenüber der Fresnelreflektivität bei größeren Wellenvektorüberträgen  $q_z$  erklären sich durch die Oberflächenrauigkeit des Wassers. [Tolan]

Der Übergang von einer Schicht  $j$  zur nächsten Schicht  $j+1$  wird aber durch die Rauigkeit „ausgeschmiert“. Wenn  $P_j(z) dz$  die Wahrscheinlichkeit ist, dass die  $j$ -te Grenzfläche bei einer Position im Intervall  $[z_j + z, z_j + z + dz]$  liegt, dann gilt

$$\sigma_j^2 = \int (z - z_j)^2 P_j(z) dz \quad (12)$$

die sog. „root-mean-square“ (rms) – Rauigkeit der  $j$ -ten Grenzfläche. Dieser Ansatz liefert modifizierte Fresnelkoeffizienten, mit denen man ein Schichtsystem rechnerisch wie eines mit glatten Grenzflächen nach dem in dem Abschnitt 3.2 beschriebenen Parratt - Formalismus behandeln kann. [Parratt, Tolan]

Für das Brechungsindexprofil zwischen zwei Schichten  $j$  und  $j+1$  mit den Brechungsindizes  $n_j$  und  $n_{j+1}$  wird häufig die folgende Form gewählt:

$$n(z) = \frac{n_j + n_{j+1}}{2} - \frac{n_j - n_{j+1}}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{z - z_j}{\sqrt{2}\sigma_j}\right) \quad (13)$$

mit der „Fehlerfunktion“  $\operatorname{erf}(z) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z \exp(-t^2) dt$ .  $\sigma_j$  ist dann die Breite dieser Übergangsschicht und entspricht der (rms) – Rauigkeit wie durch Gl. 12 definiert. Als Wahrscheinlichkeitsverteilung  $P_j(z)$  ergibt sich dann eine Gauß-Funktion:

$$P_j(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_j} \exp\left(-\frac{(z - z_j)^2}{2\sigma_j^2}\right) \quad (14)$$

Die modifizierten Fresnelkoeffizienten sind jetzt gegeben durch [Tolan]:

$$\tilde{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} \exp\left(-2k_{z,j} k_{z,j+1} \sigma_j^2\right) \quad (15)$$

$$\tilde{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} \exp\left[\left(k_{z,j} - k_{z,j+1}\right)^2 \sigma_j^2 / 2\right] \quad (16)$$

wobei  $r_{j,j+1}$  und  $t_{j,j+1}$  die durch die Gleichungen (6) und (7) definierten Fresnelkoeffizienten der glatten Grenzfläche zwischen den Schichten  $j$  und  $j+1$  sind, wie bei Gleichung (10) beschrieben. Um die Reflektivität eines Schichtsystems mit rauen Grenzflächen zu bestimmen, werden die Fresnelkoeffizienten für glatte Schichten nun durch diese modifizierten Fresnelkoeffizienten in dem vorher beschriebenen Paratt-Formalismus (Gleichung 10) ersetzt.

**6. Aufgabe:**

Berechnen Sie explizit mit Gleichung (10) und unter Einbezug der Rauigkeit die Gesamtreflektivität eines rauen Substrats und stellen sie diese für  $\sigma=0\text{\AA}$  und  $\sigma=6\text{\AA}$  in einem Diagramm dar ( $n_{\text{Substrat}} = 1-1 \cdot 10^{-6}$ ).

## 4. Versuchsdurchführung

Dieses Kapitel behandelt die Versuchsdurchführung an dem D8-Labordiffraktometer der Firma Bruker-AXS (Abb. 4.1). Nach der Erläuterung der Funktionsweise des D8-Labordiffraktometers die Justierung der Versuchsprobe in 10 Schritten und der dazugehörige Messvorgang genau erläutert.

### 4.1 Das D8-Labordiffraktometer und seine Funktionsweise



Abb. 4.1: Röntgengenerator und D8-Labordiffraktometer von der Firma Bruker AXS, wie es am Lehrstuhl Experimentelle Physik 1 eingesetzt wird.

Die Röntgen – Reflektivitätsmessungen werden mit dem D8-Labordiffraktometer der Firma Bruker-AXS (Abb. 1) durchgeführt. Dieses befindet sich im Raum P2-E0-506 des Lehrstuhls Experimentelle Physik I. Das D8-Labordiffraktometer ist ein für den Routinebetrieb konzipiertes sog.  $\theta - \theta$  -Diffraktometer\*, bei dem die Röntgenröhre und der Detektor um den Probentisch drehbar sind. Die Röntgenstrahlung wird von

---

\* Mit  $\theta$  ist hier der Einfallswinkel  $\alpha_i$  der Röntgenstrahlung auf die Probe gemeint.

einer Kupferanodenröhre (Abb. 4.2) emittiert, die mit einem Strom von 40 mA und einer Spannung von 40 kV betrieben wird.

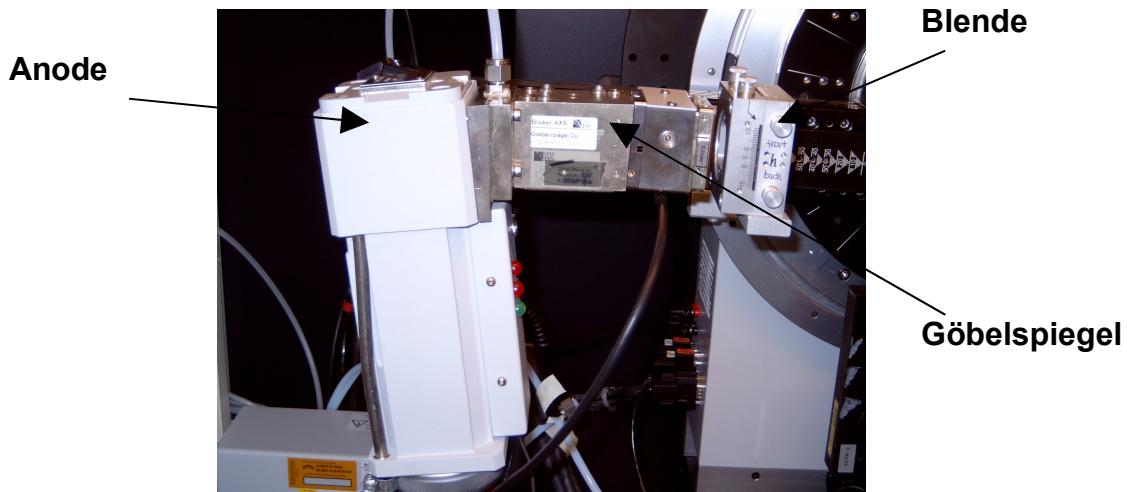


Abb. 4.2: Kupferanodenröhre mit integriertem Göbel-Spiegel und vordefinierter Blende

Die divergente Strahlung wird von einem hinter dem Shutter liegenden sog. Göbel-Spiegel gebündelt und monochromatisiert. Der Göbel-Spiegel besteht aus mehreren parabolisch gekrümmten Schichten, so dass sich nach der Reflexion der emittierten, divergenten Strahlung ein paralleler Strahl ergibt. Der austretende Strahl hat die Wellenlänge  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$  (Cu - K $\alpha$  – Linie) und eine Intensität von  $10^7$  bis  $10^8$  Photonen pro Sekunde auf einer Fläche von  $0.1\text{mm} \times 1\text{cm}$ .

Bevor der Strahl die Probe trifft durchläuft er einen Autoabsorber und eine Blende. Der Autoabsorber schwächt die Intensität der einfallenden Strahlung bei hohen Zählraten.

Unerwünschte Streustrahlung nach der Reflexion von der Probenoberfläche wird durch einen weiteren Spalt ausgeblendet. Hiernach erfolgt ein weiterer Durchgang durch eine Blende kurz vor Eintritt in den NaI(Tl) Detektor (Abb. 4.3). Die Blende vor der Probe definiert den Strahl und somit den Einfallswinkel  $\alpha_i$ . Die beiden Blenden hinter der Probe definieren den Ausfallswinkel  $\alpha_f$ .

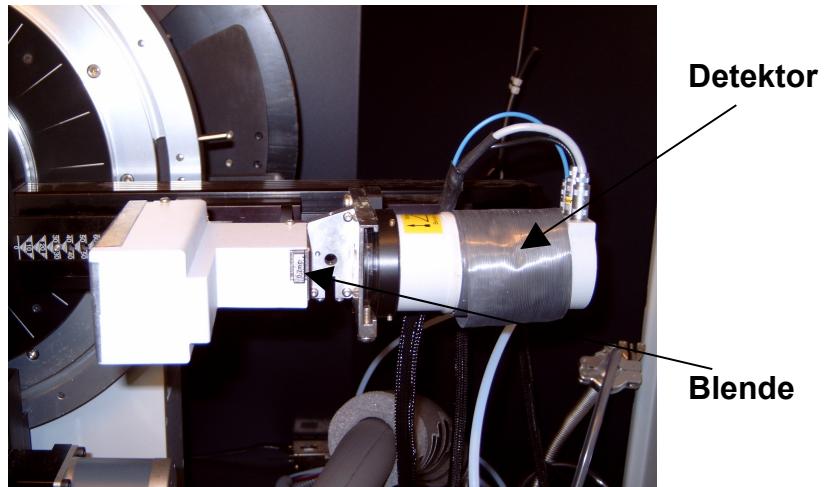


Abb. 4.3: Detektor mit vordefinierter Blende

### **4.3 Justierung am D8-Labordiffraktometer**

#### **Erste Schritte:**

##### **Schritt 1) Das Hauptprogramm „XRD Commander“ starten**

Das Programm „XRD Commander“ (Abb. 4.17) ist das Hauptprogramm des Diffraktometers, mit dem die Probe einjustiert und vermessen wird. Dieses Programm wird angeklickt und gestartet.



Abb. 4.17: „XRD Commander“ - Button

Bevor die Justierung begonnen wird muss als erstes der maximale Absorber (Abb. 4.18) eingeschaltet werden, damit der Detektor nicht beschädigt wird.

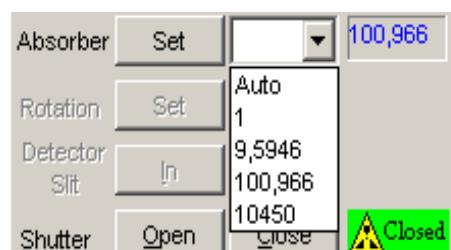


Abb. 4.18: Einstellungsmaske des Absorbers mit den einzelnen Werten

Die Motoren werden folgendermaßen bewegt: Man trägt die gewünschte Position in das nebenstehende „Kästchen“ ein und fixiert die Position mit einem „Häkchen“ daneben. Nur die Motoren werden bewegt, die mit einem „Häkchen“ gekennzeichnet sind. Dann klickt man auf den Button „Move-Drives“ (Abb. 4.19), um die Motoren in die entsprechende Position zu fahren. Um zum Beispiel die Röntgenröhre und den Detektor auf die Position 0 zu fahren, trägt man zuerst in das jeweils nebenstehende „Kästchen“ die 0 ein und markiert dieses mit dem „Häkchen“ daneben. Daraufhin klickt man auf den Button „Move-Drives“ und fährt die Motoren auf die gewünschte Position.

**Achtung:** In der Symbolleiste befindet sich ein Button „Init-Drives“, der dem „Move-Drives“-Button sehr ähnlich ist. Diesen bitte **NIE** anklicken, da dieser Button die Motoren wieder an ihre Ursprungsposition zurückfährt und diese erneut von Beginn an justiert werden müssen.

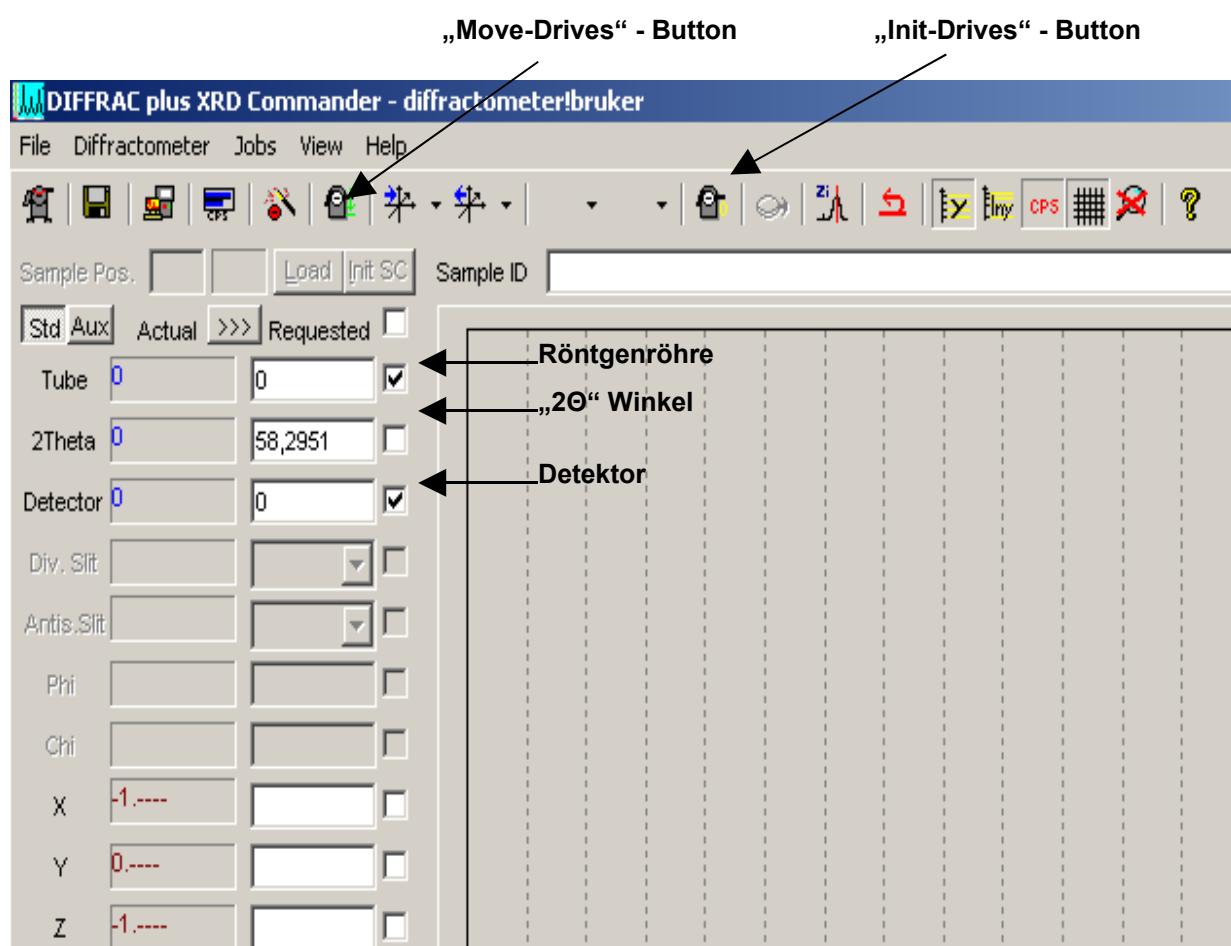


Abb. 4.19: Eingabemaske des „XRD Commander“ Steuerprogramms, mit dem das Diffraktometer bedient wird.

## Schritt 2) Strom und Spannung hochfahren

Den Strom und die Spannung erhöht man mit den in Abb. 4.20 gezeigten Reglern und dem „Set“ Button. Zuerst stellt man mit den Reglern die Spannung auf 30 kV und die Stromstärke auf 20 mA ein und betätigt den „Set“ Button. Der Röntgengenerator übernimmt nun die eingestellten Werte. Nach etwa 5 Minuten kann die Maximalleistung der Spannung 40 kV und der Stromstärke 40 mA eingestellt werden. Nun ist das Gerät betriebsbereit, und die Justierung der Probe kann beginnen.

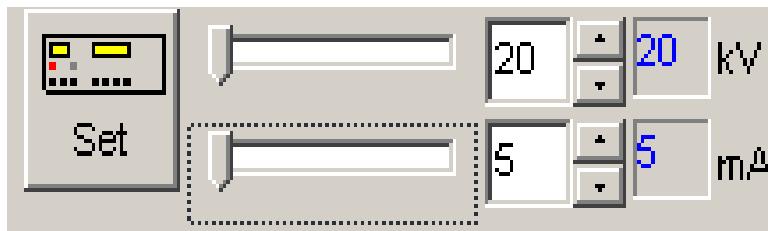


Abb. 4.20: „Set“ – Button und Regler für die Spannung und für den Strom

## Probenjustage

### Schritt 1.) Positionierung der Probe

Die Probe wird vor Beginn der Justierung in das Diffraktometer zwischen die Röntgenröhre und den Detektor gelegt. Da die Probe sehr klein und flach ist, muss sie auf dem sog. „BAHR-KLOTZ“ (Abb. 4.21) positioniert werden, damit sie von der Röntgenröhre und dem Detektor erreicht werden kann. Die „BAHR-KLOTZ“-Ablagefläche auf dem Probentisch des Diffraktometers und die Ablagefläche der Probe auf dem „BAHR-KLOTZ“ sind durch rote Markierungen gekennzeichnet. Der Probentisch kann über die X-, Y- und Z-Koordinate mit Schrittmotoren (Abb. 4.22) in die gewünschte Richtung gefahren werden. Die gewünschte Position wird für jede Koordinate eingegeben und mit dem „Move-Drives“ – Button (Abb. 4.19) gefahren.

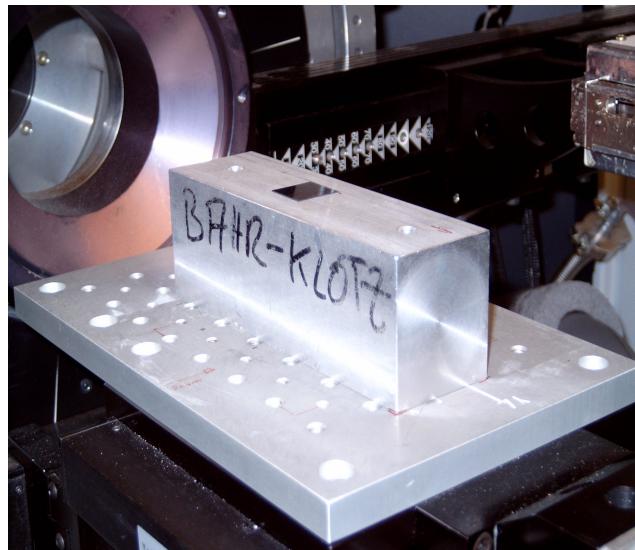


Abb. 4.21: „BAHR-KLOTZ“ mit Probe

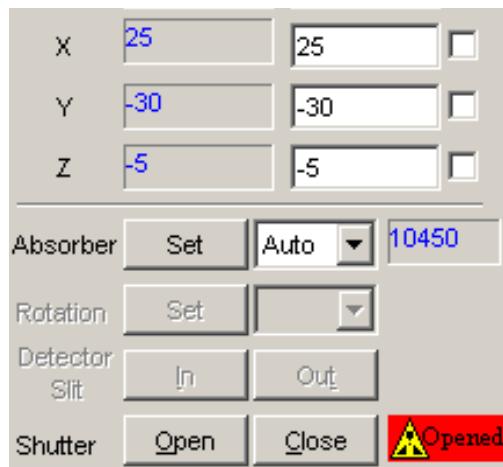
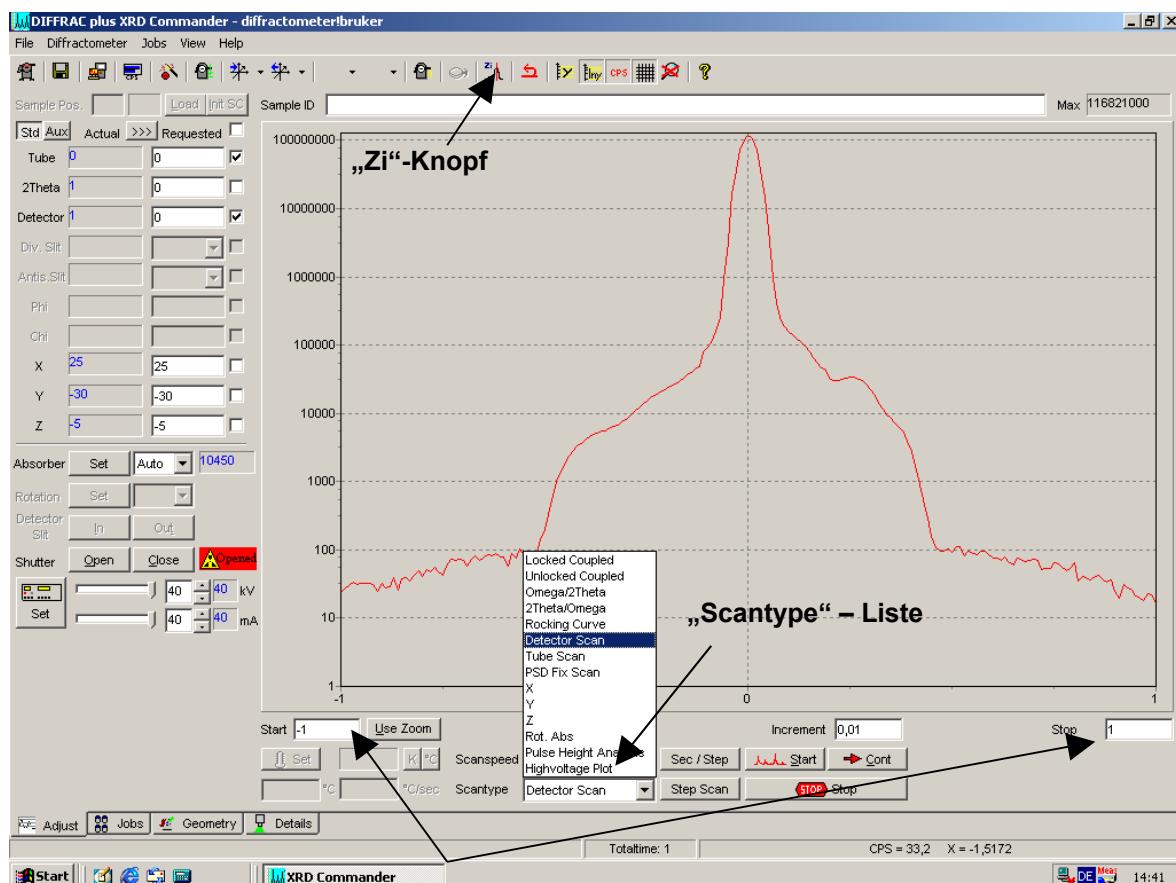


Abb. 4.22: Eingabemaske der X-, Y- und Z-Koordinate

### Schritt 2.) Primärstrahljustierung mit einem Detektorscan

Bevor der Detektorscan (Abb. 4.24) durchgeführt werden kann, muss zunächst der Primärstrahl justiert werden, d.h. es wird eine Eichung des Detektornullpunktes vorgenommen. Hierzu werden die Winkel von Röntgenröhre und Detektor auf nominell  $0^\circ$  gesetzt (vgl. Abb. 4.19) und die Probe anhand der Z-Koordinate ca. 5 mm aus dem Strahl herausgefahren. Jetzt kann ein Detektorscan durchgeführt werden, d.h. die Röntgenröhre bleibt auf  $0^\circ$  und der Detektor bewegt sich in einem festgelegten Bereich von unten durch den Strahl nach oben. Hierzu wird in der Eingabemaske aus dem Auswahlbereich „Scantype“ der Bereich „Detector Scan“ (Abb. 4.23) angeklickt. Als Startwert für den Scanbereich (Abb. 4.23) kann der

Bereich von etwa -0.5 bis 0.5 eingegeben werden. Mit dem „Start“ – Button (Abb. 4.23) wird der „Detektor Scan“ gestartet. Ist ein Intensitätsmaximum im ersten Scan deutlich zu sehen, so kann der Scanbereich auf eine Breite von  $0.2^\circ$  um das Maximum verkleinert werden. An der Stelle, an der die Intensität maximal ist, stehen die Röntgenröhre und der Detektor genau auf einer Linie. Für die spätere Auswertung (siehe Kapitel 5) muss die maximale Intensität  $I_{\max}$  und die Halbwertsbreite\* des Peaks notiert werden. Durch das Betätigen des „Zi“ – Knopfes (Abb. 4.23) in der Symbolleiste, wird das Maximum des gemessenen Peaks bestimmt. Gleichzeitig erscheint eine Eingabemaske „Zi Determination“ (Abb. 4.25), über die die theoretische Nullposition an das Diffraktometer gesendet wird. Hierfür wird die „0“ in das Feld „Enter theoretical Position“ eingegeben und der Button „Save and Send new Zi“ betätigt (siehe Abb. 4.25).



\* FWHM (Full Width Half Maximum). Die Breite der Kurve auf halber Höhe gibt Auskunft über die Auflösung des Versuchsaufbaus.

### Scanbereich

Abb. 4.23: Eingabemaske des „XRD Commander“ bei einem Detektorscan, der in logarithmischer Darstellung gezeigt ist. Weiterhin ist oben der „Zi“- Knopf markiert.

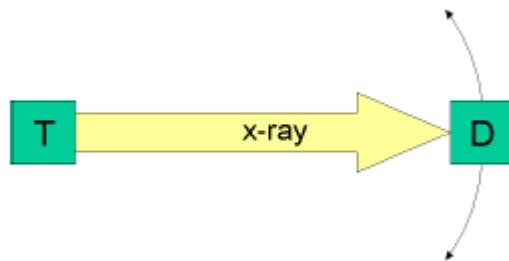


Abb. 4.24: Detektorscan: T Bezeichnet die feststehende Röntgenröhre (Tube) und D den Detektor, der gefahren wird. [Streit].



Abb. 4.25: Eingabemaske „ZI Determination“ zur Justierung des Detektor-Nullpunktes

### Schritt 3.) Erster Z-Scan

Die Probe ist optimal justiert, wenn sie parallel zum Strahl steht und die halbe Intensität des Primärstrahls abschattet. Der Z-Scan (Abb. 4.26) verschiebt die Probe in der Höhe z und dient zur ersten Bestimmung dieser halben Abschattung. Solange sich die Probe unterhalb des Strahls befindet, wird die volle Intensität  $I_{\max}$  gemessen. Diese nimmt immer mehr ab, je weiter die Probe in den Strahl gefahren wird. Hierbei soll der z-Wert notiert werden, bei dem die Intensität  $1/2I_{\max}$  beträgt. In der „Scantype“ – Liste (Abb. 4.23) wird hierfür „Z“ ausgewählt und in einem Scanbereich um den Nullpunkt herum gemessen. Es erscheint ein starker Abfall der

gemessenen Intensität (Abb. 4.27). Für eine grobe Bestimmung der halben Abschattung wird auf die halbe maximale Intensität doppelt geklickt und „Z“ durch betätigen des „Move Drives“ – Buttons (Abb. 4.19) an diese Position gefahren. Durch das Doppelklicken übernimmt die Z-Koordinate (Abb. 4.22) den entsprechenden Wert automatisch. Mit dem „Häckchen“ neben dem Wert wird dieser fixiert. Die Probe befindet sich jetzt ungefähr in der halben Abschattung, d.h. sie verdeckt gerade die Hälfte des Primärstrahls.

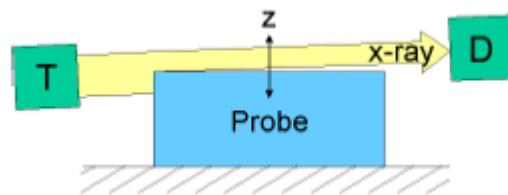


Abb. 4.26: Z-Scan: Die Probe befindet sich in der halben Abschattung, aber der Strahl verläuft möglicherweise noch nicht parallel zur Probenoberfläche. [Streit]

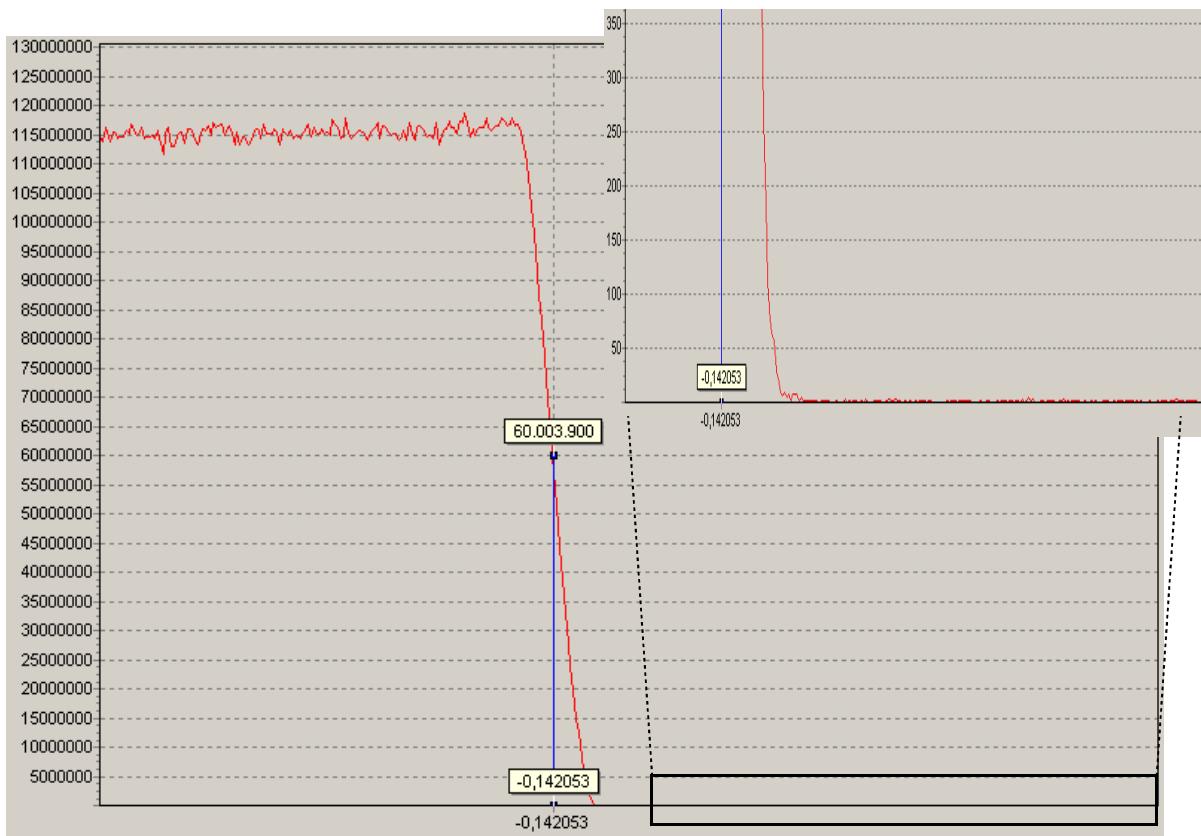


Abb. 4.27: Gemessene Intensität des Z-Scans und Doppelklick auf die halbe maximale Intensität. Das kleine Bild zeigt einen Ausschnitt in dem Bereich des Nullpunktes und macht deutlich, dass die gemessene Intensität auf nahezu „0“ fällt.

#### Schritt 4.): Rockingscan um $2\Theta=0^\circ$

Bei der halben Abschattung wird jetzt ein Rockingscan (Abb.4.28) durchgeführt. Bei einem Rockingscan werden Röntgenröhre und Detektor um denselben Winkel um die Probe gedreht. Das bedeutet sie stehen sich die ganze Zeit gegenüber ( $2\Theta = 0^\circ = \text{const.}$ ). Dem Scan entspricht die Drehung der Probe bei fester Röntgenröhre und Detektor. Um einen Rockingscan durchzuführen wird aus der „Scantype“ – Liste (Abb. 4.23) „Rocking Curve“ ausgewählt. Der Scancbereich (Abb. 4.23) wird in einem Bereich von  $\pm 1^\circ$  um den Nullpunkt herum gewählt. Idealerweise sollte hierbei die Intensität in Abhängigkeit von dem Einfallsinkel linear ansteigen, bis bei  $0^\circ$  der Höchstwert der halben maximalen Intensität  $1/2I_{\max}$  erreicht ist, und dann wieder linear abfallen, so dass ein symmetrisches Dreieck entsteht. In der Realität kann das Dreieck asymmetrisch sein und auch der Höchstwert der Intensität wird nicht bei  $0^\circ$ , sondern einem anderen Wert erreicht. In ersten Fall (Asymmetrie) trifft der Strahl die Probe nicht genau in der Mitte. Falls das Dreieck asymmetrisch ist und z.B. der Anstieg auf der linken Seite flacher ist als auf der rechten Seite, muss die X-Koordinate (Abb. 4.22) verkleinert werden (und umgekehrt). Im zweiten Fall stimmt die Winkeleichung der Röhre im Bezug auf die Probenoberfläche noch nicht. **Die Breite dieses gemessenen Dreiecks muss nach perfekter Justierung notiert werden, da sie bei der Auswertung (Kapitel 5) Auskunft über den Geometriewinkel gibt.** Der Geometriewinkel ist der Winkel, unter dem der Strahl die gesamte Probenoberfläche abdeckt – hierauf wird in dem Kapitel 5 genauer eingegangen. Nachdem das Dreieck eventuell (nach der Korrektur) symmetrisch ist, wird ein Doppelklick auf das Maximum ausgeführt. Die Winkelmotoren (Röntgenröhre und Detektor) (Abb. 4.19) übernehmen nun die Werte. Mit dem „Move Drives“ – Button werden die Motoren an die entsprechenden Positionen gefahren. Mit dem „Häckchen“ werden die Werte fixiert.

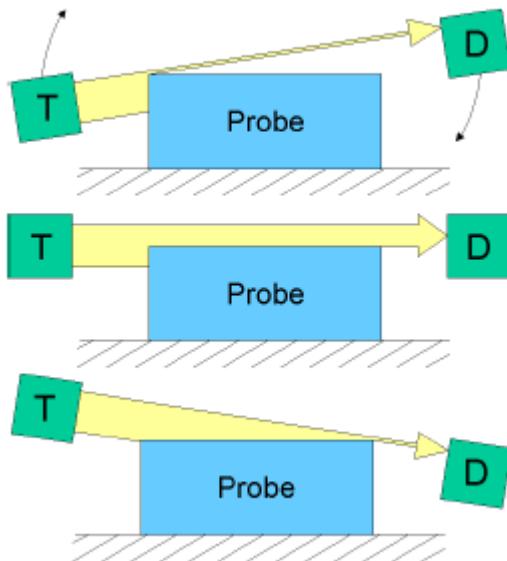


Abb. 4.28: Rockingscan um  $2\theta = 0^\circ$ . [Streit]

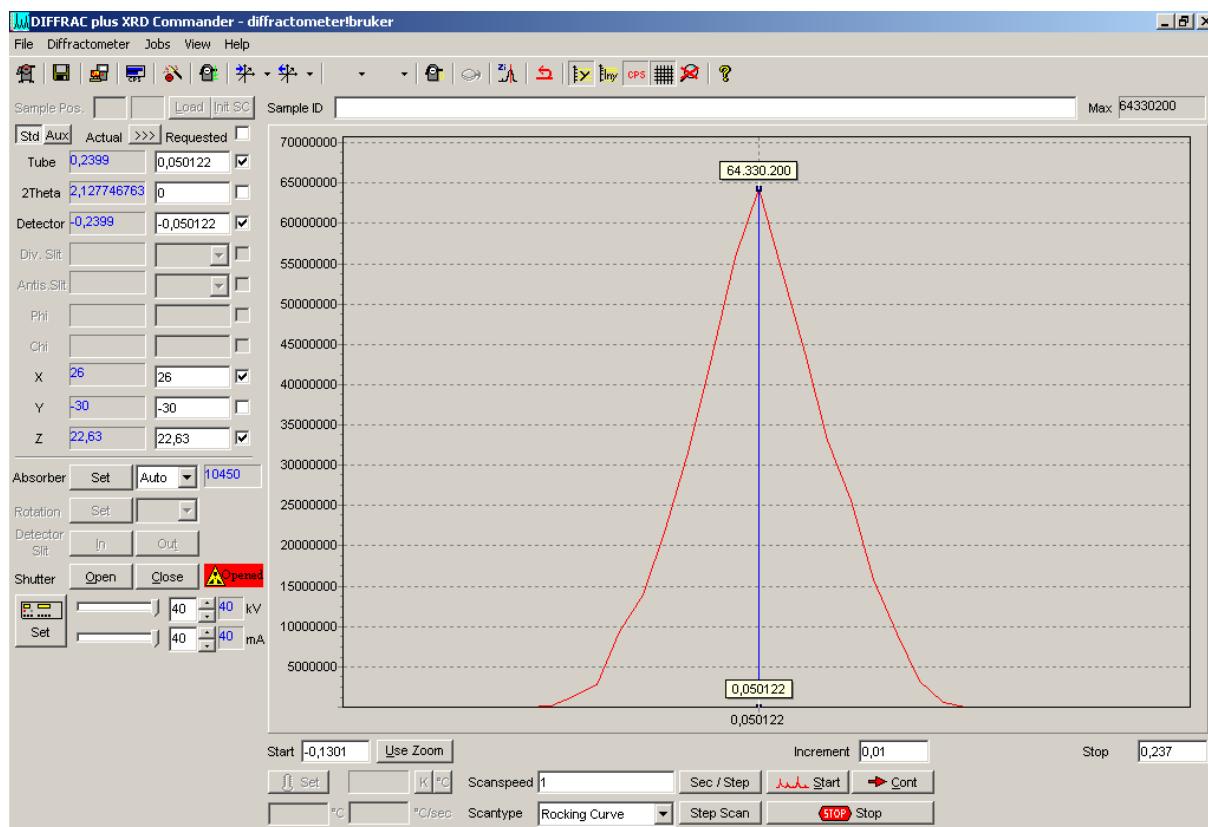


Abb. 4.29: Gemessene Intensität bei einem Rockingscan um  $2\theta = 0^\circ$  und Doppelklick auf das Maximum. Gezeigt ist bereits das Aussehen für die Ideale Justierung, ein symmetrisches Abschattungsdreieck.

### Schritt 5.) Zweiter Z-Scan

Die Röntgenröhre und der Detektor befinden sich nun in der Position, an der bei dem Rockingscan die maximale Intensität gemessen wurde. Dies ist normalerweise nicht exakt bei  $0^\circ$ , so dass die gemessene Intensität größer als die halbe maximale Intensität sein kann. Aus diesem Grund muss ein erneuter Z-Scan (Abb. 4.26) durchgeführt werden, um die Probe wieder auf die halbe Abschattung zu fahren. Der Vorgang ist der Gleiche wie in Schritt 3.). Gegebenenfalls sind die Schritte 3.), 4.) und 5.) häufiger zu wiederholen, bis die Probe optimal justiert ist.

#### **Schritt 6.) Rockingscan unter einem Winkel von $2\Theta=0.3^\circ$**

Es wird nun ein zweiter Rockingscan (vgl. Abb. 4.28) durchgeführt, um eine noch exaktere Justierung der Probe im Strahl zu gewährleisten. Hierfür wird der Winkel  $2\Theta$ \* auf einen kleinen Wert erhöht.  $2\Theta$  muss hierbei kleiner als zweimal der kritische Winkel der Totalreflexion  $\alpha_c$  der Polystyrolschicht (PS) ( $2\Theta < 2\alpha_c$ ) sein, damit noch die gesamte Intensität reflektiert wird. Für die hier untersuchte Probe ist dies bei  $2\Theta = 0.3^\circ$  der Fall. Der Rockingscan wird, genau wie in Schritt 4.) beschrieben, durchgeführt, nur in der Eingabemaske für den Winkel  $2\Theta$  (Abb. 4.19) wird der Wert 0.3 eingegeben und mit dem „Häckchen“ daneben fixiert. Der Scanbereich des Einfallswinkels (Tube) (vgl. Abb. 4.23) sollte zwischen den Werten 0.1 und 0.2 liegen, da das Maximum bei 0.15 erwartet wird. Die maximale reflektierte Intensität sollte etwa so hoch sein, wie bei der Primärstrahljustierung mit einem Detektorscan wie in Schritt 2.) notiert. Mit einem Doppelklick auf das Maximum der gemessenen Intensität (Abb. 4.30) werden die Werte der Röntgenröhre und des Detektors für  $2\Theta = 0.3$  übernommen. Die Winkelmotoren werden dann durch betätigen des „Move Drives“ – Buttons (Abb. 4.19) an die Positionen gefahren.

---

\*  $2\Theta$  ist die Summe der Winkel des einfallenden Primärstrahls  $\alpha_i$  und des reflektierten Strahls  $\alpha_r$  bezogen auf die Probeoberfläche.

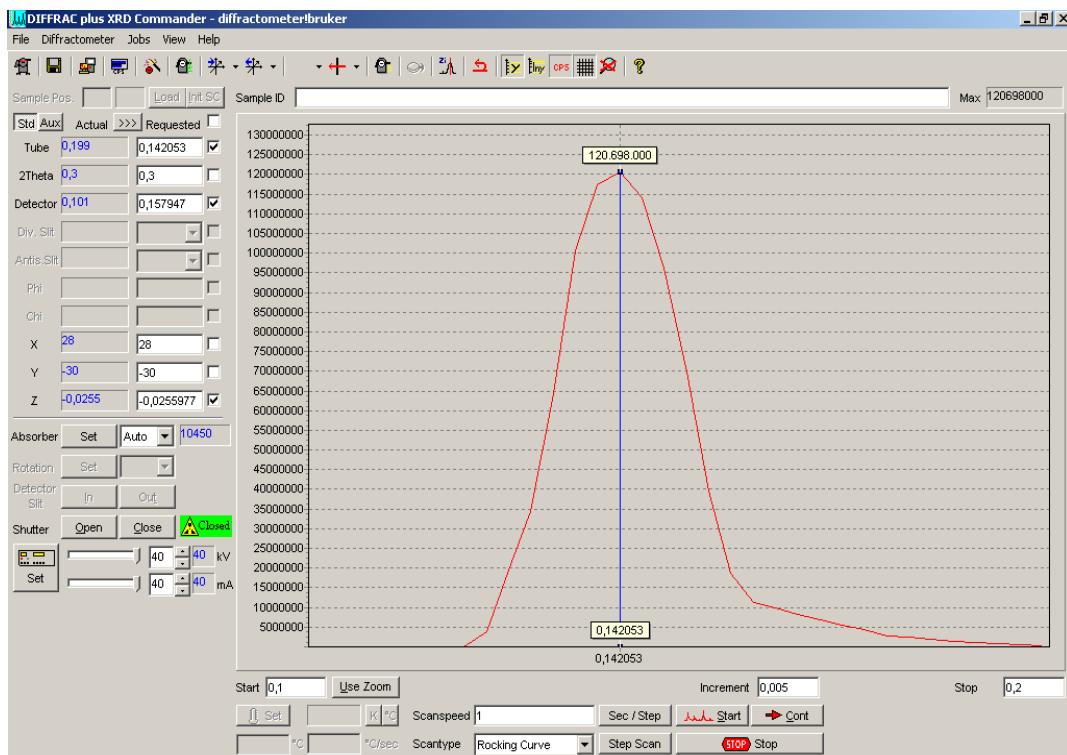


Abb. 4.30: Gemessene Intensität bei einem Rockingscan um  $2\theta = 0.3^\circ$  und Doppelklick auf das Maximum zur Übernahme der Werte

### Schritt 7.) Dritter Z-Scan unter einem Winkel von $2\theta=0.3^\circ$

Aus diesem dritten Z-Scan (Abb. 4.31) kann die halbe Abschattung genauer bestimmt werden, weil sie aus dem Maximum der Intensitätskurve abgelesen werden kann, d.h. die Intensität des Primärstrahls wird in einem bestimmten Höhenbereich  $\Delta z$  (Abb. 4.31) vollständig reflektiert. Es soll jetzt ein Z-Scan gefahren werden unter dem Winkel  $2\theta = 0.3^\circ$ , wobei sich der Einfallswinkel auf dem Wert der maximalen Reflektivität befindet (nominell bei  $0.15^\circ$ ). Der Scancbereich (vgl. Abb. 4.23) sollte im Bereich des Nullpunktes ( $\pm 0.5\text{mm}$ ) liegen. Das Maximum wird mit dem „ZI“ – Knopf (Abb. 4.23) bestimmt. Über die Eingabemaske „ZI Determination“ (Abb. 4.32) wird danach die theoretische Nullposition der Z-Koordinate an das Diffraktometer gesendet (vgl. Schritt 2.). Abschließend muss in der Eingabemaske (Abb. 4.22) in das Feld der Z-Koordinate die „0“ eingegeben und durch ein „Häckchen“ fixiert werden. Durch das Betätigen des „Move Drives“ – Buttons (Abb. 4.19) wird die Z-Koordinate an die Nullposition gefahren und sollte im Folgenden nicht mehr verändert werden. Die Probenhöhe ist nun exakt festgelegt.

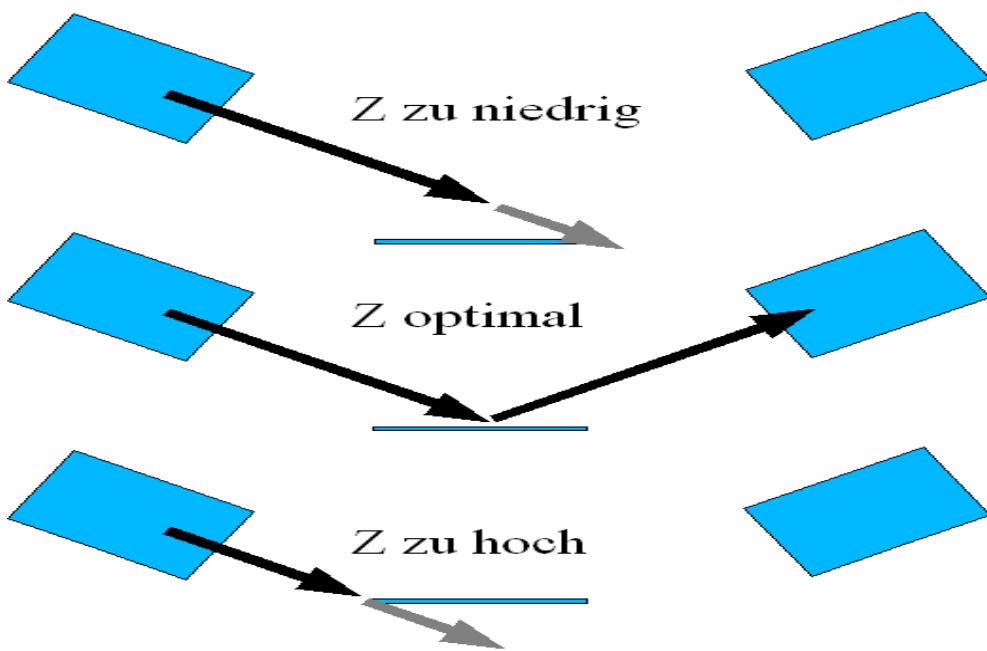


Abb. 4.31: Z-Scan unter einem Winkel von  $2\Theta=0.3^\circ$ .

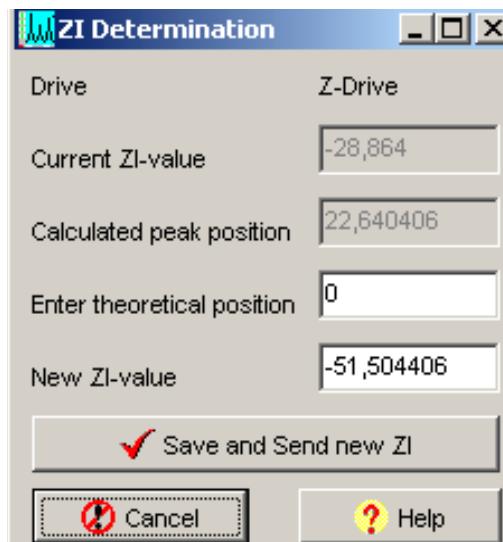


Abb. 4.32: : Eingabemaske „ZI Determination“ zur Justierung der Z-Koordinate

Die folgenden Schritte 8.) – 10.) dienen zur Feinjustierung der Probe bei größeren Winkeln, d.h. für  $\alpha_i \gg \alpha_c$ . Hierbei ist die maximale Intensität deutlich abgefallen, da keine Totalreflexion mehr vorliegt.

#### **Schritt 8.) Rockingscan unter einem Winkel von $2\Theta=1^\circ$**

Der Rockingscan (vgl. Abb. 4.28) unter einem Winkel von  $2\theta = 1^\circ$  wird, wie in Schritt 6.) beschrieben, durchgeführt. Der Scanbereich (vgl. Abb. 4.23) liegt hier jedoch

zwischen den Werten 0.45 und 0.55, da das theoretische Maximum bei dem Wert 0.5 erwartet wird. Da die Probehöhe genau festgelegt ist, kann nun anhand des „ZI“ – Knopfes (Abb. 4.23) das Maximum bestimmt und an das Diffraktometer gesendet werden (vgl. Schritt 2.)). Es wird nicht mehr die „0“ als theoretische Position in der Eingabemaske „ZI Determination“ (Abb. 4.33) eingegeben, sondern der Wert 0.5, da dieses die erwartete Position des Maximums ist. Der ZI-Ausgleich „ZI Determination“ (Abb. 4.33) bezieht sich immer nur auf einen Motor des Diffraktometers. Somit ist jetzt die Röntgenröhre (Tube) auf ihrem Maximum, aber der Detektor ( $2\theta$ ) muss neu justiert werden, da der Detektor nur Koordinaten relativ zur Röntgenröhre hat bzw. der Winkel zwischen der Röntgenröhre und dem Detektor  $2\theta = 1^\circ$  fest ist.

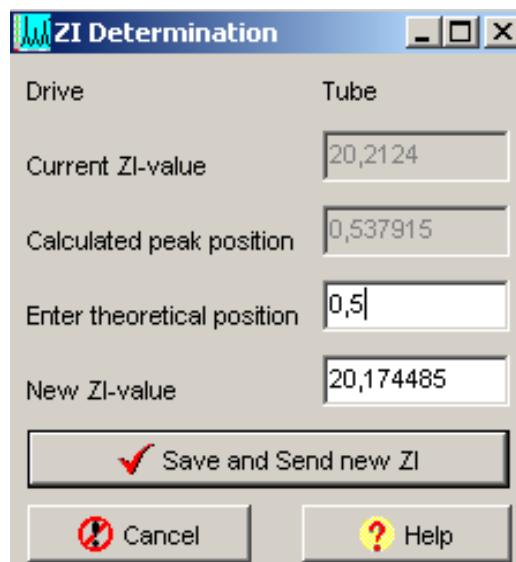


Abb. 4.33: Eingabemaske „ZI Determination“ zur Justierung der Röntgenröhre (Tube)

### Schritt 9.) Detektorposition anpassen

Die Röntgenröhre befindet sich zwar an der Stelle der größten Intensität bezüglich des Winkels  $2\theta = 1^\circ$ , aber der Detektor muss im Bezug zu der Röntgenröhre optimal ausgerichtet werden, weil der Detektor nur Koordinaten relativ zur Röntgenröhre hat und somit der Einfallswinkel nicht mehr gleich dem Ausfallswinkel ist ( $\alpha_i \neq \alpha_f$ ). Aus diesem Grund muss die Detektorposition der Röntgenröhrenposition angepasst werden. Hierzu wird wie in Schritt 2.) beschrieben eine Primärstrahljustierung mit

einem Detektorscan durchgeführt. Alle Winkel werden auf „0“ gesetzt und die Probe aus dem Primärstrahl herausgefahren. Da der Detektor nur Koordinaten relativ zur Röntgenröhre hat ( $2\theta$ ), während die Röntgenröhre mit absoluten Koordinaten arbeitet, muss der Scanbereich (vgl. Abb. 4.23) eventuell angepasst werden.

Beispiel: Falls die Röntgenröhre auf  $0.2^\circ$  stand, wurde sie inzwischen auf den Wert 0 gesetzt, aber der Detektor ist jetzt immer noch auf  $-0.2^\circ$ , da sie sich bei der maximalen Intensität genau gegenüberstehen. Aus diesem Grund müsste der Detektorscan nun in dem Scanbereich von  $-0.3^\circ$  bis  $-0.1^\circ$  laufen.

Mit dem „Zi“ – Knopf (Abb. 4.23) wird wieder das Maximum bestimmt, der Wert „0“ in das Feld „Enter theoretical Position“ (Abb. 4.25) eingegeben und mit dem Button „Save and Send new Zi“ (Abb. 4.25) die theoretische Nullposition an das Diffraktometer gesendet. Der Z-Koordinatenmotor sollte abschließend auf den Wert „0“ (halbe Abschattung) gefahren werden.

#### **Schritt 10.) Rockingscans bei verschiedenen Winkeln $2\Theta$**

Die Justierung muss für alle Winkel genau passen. Aus diesem Grund sollten Rockingscans bei größeren Winkeln als  $1^\circ$  und unterhalb des kritischen Winkels (vgl. Schritt 6.)) wiederholt werden, um zu überprüfen, ob das Maximum überall an der richtigen Stelle liegt, d.h. ob die Beziehung  $2\alpha_i = 2\theta$  zwischen dem Einfallswinkel  $\alpha_i$  und dem Winkel  $2\theta$  überall gilt. Die höchste Winkelgenauigkeit, die mit dem D8-Labordiffraktometer erzielt werden kann, beträgt  $\pm 0.002^\circ$  [Streit]. Falls wesentliche Abweichungen auftreten, sollte die Justierung ab Schritt 8.) oder ab Schritt 6.) wiederholt werden.

### **4.4 Messung am D8-Labordiffraktometer**

Der Messvorgang des Polymerfilmes auf einem Silizium-Wafer kann nun beginnen. Bei dieser Messung wird ein sog. Reflektivitätsscan durchgeführt. Der Einfallswinkel  $\alpha_i$  auf die Probe und der Winkel zwischen Probe und Detektor  $\alpha_f$  sind bei einem solchen Scan gleich. Hierfür wird in der Eingabemaske des „XRD Commander“ (Abb. 4.23) aus der „Scantype“ – Liste der Bereich „Omega/2Theta“ gewählt. Für die Messung kann der Scanbereich (Abb. 4.23) von und  $0^\circ$  bis  $5^\circ$  gewählt werden. Für diesen Messbereich müssen zusätzlich die Schrittweiten und die Zeit pro Schritt

(Messpunkt) eingegeben werden. Die Schrittweiten werden in dem Bereich „Increment“ (Abb. 4.34) eingegeben. Hier wird der Wert  $0,005^\circ$  vorgeschlagen. Die Messzeit wird in dem „Scanspeed“ – Bereich angegeben. Für einen Wert von 10 s dauert die Messung dann ungefähr 2,0 Stunden. Um die „wahre Reflektivität“ zu erhalten muss ein so genannter „Diffuser Scan“, der den Anteil der gestreuten Intensität an der Reflektivität bestimmt, durchgeführt werden. Dieser muss von dem Reflektivitätsscan für die Versuchsauswertung (Kapitel 5.3) subtrahiert werden. Aus diesem Grund wird eine zweite Messung durchgeführt, bei der der Detektorwinkel (Abb. 4.19) um  $0,1^\circ$  gegenüber dem Einfallswinkel verschoben wird. Der Messvorgang verläuft analog zu dem vorher Beschriebenen und die Datensicherung (Abb. 4.36) unterscheidet sich lediglich in dem Dateinamen. Es sollten dieselben Schrittweiten und Zählraten wie bei dem Reflektivitätsscan verwendet werden. Auch dieser Scan dauert somit 2,5 Stunden.

Die gemessenen Daten werden folgendermaßen gespeichert. In der Symbolleiste befindet sich ein „Disketten“ – Button (Abb. 4.35) dieser wird angeklickt und es erscheint eine Eingabemaske „Datei speichern unter“ (Abb. 4.36). In dieser Eingabemaske wird in dem Feld „Speichern in“ der Speicherordner festgelegt und in dem Eingabefeld „Dateiname“ der Name der Datei mit der Endung „raw“ eingegeben.



Abb. 4.34: Eingabemaske für die Schrittweiten „Increment“ und die Zeit pro Messpunkt „Scanspeed“



Abb. 4.35: Symbolleiste mit „Disketten“ – Button

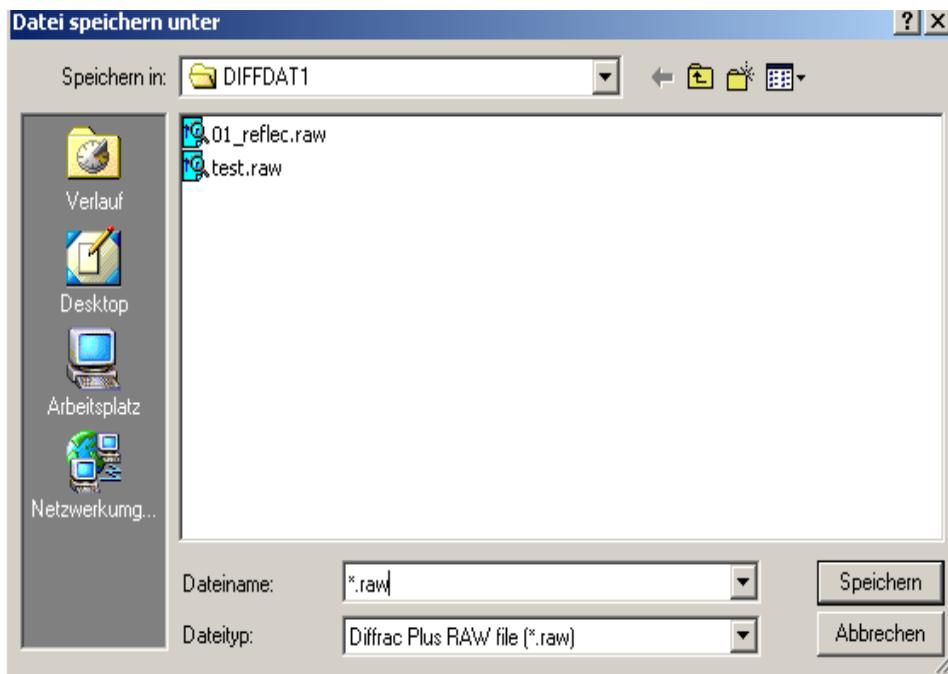


Abb. 4.36: Eingabemaske „Datei speichern unter“

Die gespeicherten Dateien müssen für die spätere Auswertung von .raw in .uxd konvertiert werden, da sie ansonsten von dem Auswerteprogramm nicht gelesen werden können. Hierfür muss das Programm „File Exchange“ (Abb. 4.37) gestartet werden. Durch das Anklicken des „File open“ – Buttons (Abb. 4.38) in der Symbolleiste des „File Exchange“ Programms, erscheint eine Eingabemaske (Abb. 4.39), in der die vorher gespeicherte Datei aus dem jeweiligen Ordner ausgewählt werden kann. Die ausgewählte Datei kann nun durch das Anklicken des „UXD“ – Buttons (Abb. 4.38) in das Dateiformat .uxd konvertiert werden. Zur Speicherung der konvertierten Dateien betätigt man den „Disketten“ – Button (Abb. 4.38). Die .uxd Dateien werden dadurch in dem Ordner gespeichert, in dem die .raw Dateien gespeichert wurden.



Abb. 4.37: „File Exchange“ – Button

„Disketten“ - Button



Abb. 4.38: Symbolleiste des „File Exchange“ Programms mit „File open“ – „Disketten“ – und „UXD“ – Button

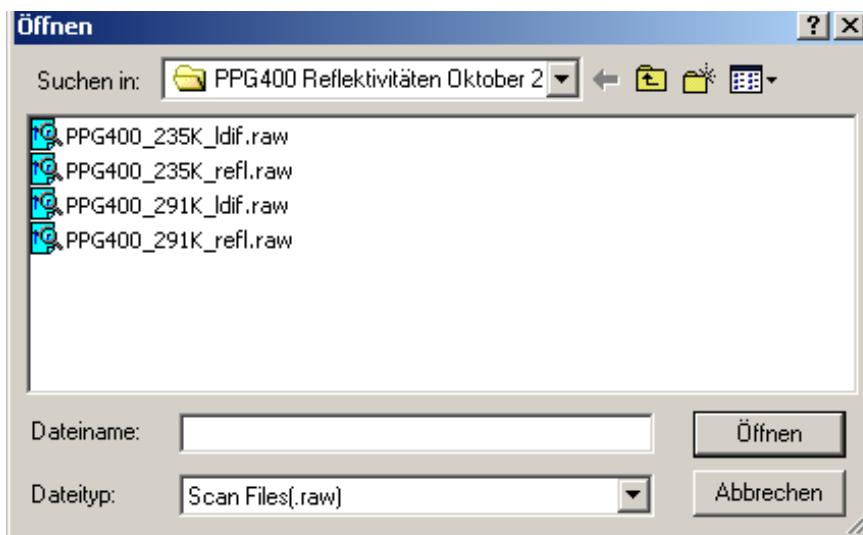


Abb. 4.39: Eingabemaske zur Öffnung von .raw Dateien

Damit ist der Messvorgang des Polymerfilmes auf einem Silizium-Wafer abgeschlossen und die Daten können ausgewertet werden.

**7. Aufgabe:**

**Messen Sie die Röntgenreflektivität eines beschichteten Silizium Wafers.**

## **5. Versuchsauswertung**

Ziele:

1. Bestimmen Sie die Dispersion und Rauigkeit des Siliziumwafers sowie die Schichtdicke, Dispersion und Rauigkeit der Polyesterolschicht.

### **5.1 Geometriefaktor und Geometriewinkel**

Der Geometriefaktor  $G$  (Abb. 5.1) berücksichtigt, dass erst bei einem genügend großen Einfallswinkel, dem sog. Geometriewinkel  $\alpha_g$ , der gesamte Strahl auf die Oberfläche trifft und reflektiert wird. Bei einem Durchmesser  $D$  der Probenoberfläche und der Höhe  $d_0$  des Strahls gilt für den Geometriewinkel  $\alpha_g = \arcsin(d_0/D)$ . In unserem Fall sind die Einfallswinkel  $\alpha_i$  anfangs sehr klein und somit ist die Fläche, die der Strahl überstreicht, größer als die Probenoberfläche, so dass nicht die gesamte eingestrahlte Intensität von der Probenoberfläche reflektiert wird und in den Detektor gelangen kann. Dies hat einen Abfall der Reflektivität im Bereich sehr kleiner Winkel  $\alpha_i \leq \alpha_g$  zur Folge. Der Geometriefaktor  $G$  berücksichtigt diesen Effekt und wird als das Verhältnis der Strahlbreite  $D \sin \alpha_i$ , die die Probenoberfläche trifft, zur Gesamtstrahlbreite  $d_0$  definiert [Stettner]. Es gilt:

$$G = \frac{D \sin \alpha_i}{d_0} \quad \text{für } \alpha_i < \alpha_g \quad (17)$$

und  $G = 1 \quad \text{für } \alpha_i \geq \alpha_g \quad (18)$

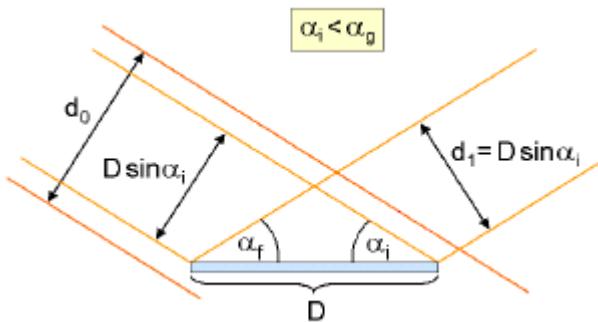


Abb. 5.1: Strahlverlauf zur Veranschaulichung des Geometriewinkels für  $\alpha_i < \alpha_g$ . [Streit]

### 8. Aufgabe:

Datenaufbereitung:

1. Ziehen Sie den diffusen Scan von dem Reflektivitätsscan ab.
2. Berechnen Sie den Geometriewinkel  $\alpha_g$  der untersuchten Probe aus den Daten, die Sie bei der Justierung aufgenommen haben! Leiten Sie daraus den Korrekturfaktor G ab und korrigieren Sie mit diesem die aufgenommenen Daten.

### 9. Aufgabe

Bestimmen Sie das Dispersionsprofil der untersuchten Probe unter der Verwendung des Parrot Algorithmus. Verwenden Sie dabei modifizierte Fresnelkoeffizienten, um die Rauigkeit mit einzubeziehen. Sie können hierfür ein Programm Ihrer Wahl verwenden. Als Vorschlag sei an dieser Stelle ein Skript aufgeführt, dass mit dem Programm Octave (freeware) verarbeitet werden kann (in Verbindung mit Gnuplot (freeware)):

```
%%%%%%%%%%%%%%
```

```
clear all
```

```
%Brechungsindex
```

```
n1=1; %Luft
```

```
n2=1-1e-6; %Schicht
```

```
n3=1-2e-6; %Substrat
```

```
%%%%%%%%%%%%%%
```

```
%Rauigkeit
```

```
sigma1=8e-10; %Schicht
```

```

sigma2=3e-10; %Substrat

%%%%%%%%%%%%%%%
%Schichtdicke

z2=500e-10;

%Einfallswinkel

ai=(0:0.0005:5)*pi/180;

%Wellenvektorübertrag

qz=4*pi/1.54*sin(ai);

%Betrag des Wellenvektors

k=2*pi/1.54*1e10;

%z-Komponenten

kz1=k*sqrt(n1^2-cos(ai).^2);
kz2=k*sqrt(n2^2-cos(ai).^2);
kz3=k*sqrt(n3^2-cos(ai).^2);

%modifizierte Fresnelkoeffizienten

r12=(kz1-kz2)./(kz1+kz2).*exp(-2*kz1.*kz2.*sigma1^2);
r23=(kz2-kz3)./(kz2+kz3).*exp(-2*kz2.*kz3.*sigma2^2);
x2=exp(-2*i*kz2*z2).*r23;
x1=(r12+x2)./(1+r12.*x2);

semilogy(qz,abs(x1).^2);

xlabel('q_z [A^{-1}]');
ylabel('intensity');
set au
replot
%%%%%%%%%%%%%%

```

Die zu bestimmenden Parameter (Dispersionen, Rauigkeiten und Schichtdicken) können per Hand verändert werden um eine optimale Anpassung zu erreichen. Sollte kein Programm vorliegen, so kann die Auswertung an einem der Rechner der Experimentellen Physik 1a durchgeführt werden.

Tipp zur Auswertung: Bestimmen Sie erst durch Verwendung der Formel 9 die Schichtdicke und tragen Sie diese in das Makro ein. Bestimmen anschließend die Dispersion des Substrates, indem Sie die Lage des kritischen Winkels der Totalreflexion anpassen. Anschließend können die restlichen Parameter bestimmt werden.

## Literatur

[[http://www.hmi.de/bensc/download/parratt32/parratt32\\_setup.exe](http://www.hmi.de/bensc/download/parratt32/parratt32_setup.exe)]

Downloadadresse des „Parratt32“ Auswerteprogramms von der Homepage des Hahn-Meitner-Instituts in Berlin,  
[http://www.hmi.de/bensc/download/parratt32/parratt32\\_setup.exe](http://www.hmi.de/bensc/download/parratt32/parratt32_setup.exe)(2005)

[Kiessig] H. Kiessig: *Interferenz von Röntgenstrahlen an dünnen Schichten*, Annalen der Physik 10, 769 (1931)

[Parratt] L. G. Parratt: *Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays*, Phys. Rev. 95, 359 (1954)

[Stettner] J. Stettner: *Charakterisierung von rauen MBE-CoSi<sub>2</sub>/Si-Schichtsystemen mittels Röntgenstreuung*, Dissertation Universität Kiel (1995)

[Streit] S. Streit: *Die Grenzflächenstruktur von Wasser-Glyzerin-Mischungen*, Diplomarbeit, Universität Dortmund (2004)

[Tolan] M. Tolan: *X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films*, Springer-Verlag Berlin (1999)