

Fortgeschrittenen-Praktikum SS 2009

**Lehrstuhlversuch: Röntgenreflexion an
dünnen Schichten**

Dominik Duda, Ernesto Ruge

März 2009

TU Dortmund

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theorie	4
2.1	Brechungsindex	5
2.1.1	Herleitung des Brechungsindex	5
2.2	Reflexion an einer homogenen Grenzschicht	6
2.2.1	Kritischer Winkel	7
2.3	Bestimmung der Fresnelformeln	7
2.4	Herleitung der Fresnelreflektivität	8
2.5	Mehrschichtsysteme	10
2.5.1	Parratt-Algorithmus	11
2.6	Rauigkeit	12
2.7	Aufgaben	13
2.7.1	Aufgabe 4: Interferenz an zwei Schichten	13
2.7.2	Gesamtreflexivität eines Systems ohne Rauigkeit	14
2.7.3	Gesamtreflexivität eines Systems mit Rauigkeit	14
3	Aufbau	16
4	Durchführung	17
4.1	Funktionsweise des Labordiffraktometers	17
4.2	Justage des D8-Labordiffraktometers	17
4.2.1	Detektorscan	17
4.2.2	z-Scan	18
4.2.3	Rockingscan	18
4.2.4	Korrektur von Winkelfehlern	18
4.3	Messung	18
5	Auswertung	19
5.1	Diffuser Scan	19
5.2	Geometriefaktor	19
5.3	Normierung	20
5.4	Bestimmung der Parameter des Parratt-Algorithmus	20
6	Zusammenfassung	23

1 Einleitung

Ziel bei diesem Versuch ist es, einen Einblick in ein aktuelles Forschungsgebiet der Festkörperphysik zu bekommen. Dabei sollen mittels Röntgenreflexion Informationen über eine Probe bzw. über deren Oberfläche gesammelt werden, so dass man letztendlich qualitative Aussagen über das Elektronendichteprofil und die Schichtdicke der Probe, sowie über die Rauigkeit deren Grenzflächen treffen kann.

Um diese charakteristischen Größen messen zu können, bestrahlt man gezielt die Oberfläche kondensierter Materie mit **Röntgen-Strahlen** (elektromagnetischen Wellen, die in ihrem Spektrum einen Wellenlängenbereich von 10 nm bis 100 nm einnehmen).

Zur Messung dieser Röntgenreflexe wird ein D8-Labordiffraktometer verwendet, welches von der Firma Bruker-AXS hergestellt entworfen wurde.

2 Theorie

Im folgenden werden die zum Verstehen der bei diesem Versuch auftretenden Effekte bzw. Resultate erörtert, wobei besonders auf den Brechungsindex und dessen Wellenlängenabhängigkeit (dieser Effekt ist in der Literatur als Dispersion bekannt), sowie auf die Brechung bzw. Transmission von elektromagnetischen Wellen an Grenzflächen eingegangen wird.

Aus dem Verhalten der elektromagnetischen Wellen an den Grenzflächen, dieses wird durch die **Fresnelformel** beschrieben, wird schließlich die **Röntgenreflektivität** hergeleitet, mit der schließlich die gesuchten Größen (Rauigkeit, Schichtdicke und das Elektronendichteprofil) bestimmt werden können.

Bei der Herleitung der Röntgenreflektivität wird dabei zunächst nur auf den Fall idealer Grenzflächen eingegangen, wobei dieser für Ein- und Mehrschichtsysteme diskutiert wird, bevor der Übergang zu realen Grenzschichten erfolgen soll. Bei diesen wird berücksichtigt, dass die Oberflächen über eine gewisse Rauigkeit verfügen.

2.1 Brechungsindex

Der Brechungsindex

$$n = \frac{c}{v} \quad (2.1)$$

ist ein Maß der Änderung der Ausbreitungsrichtung einer elektromagnetischen Welle beim Transmittieren der Grenzfläche zweier unterschiedlicher Medien. Dabei bezeichnet c die Phasengeschwindigkeit der elektromagnetischen Welle im Vakuum, während v die Geschwindigkeit im entsprechenden Medium benennt.

Falls eine Welle eine Grenzfläche zwischen zwei Medien mit n_1 und n_2 durchschreitet, so wird sie z.B. für

$$n_1 > n_2$$

vom Lot weggebrochen.

2.1.1 Herleitung des Brechungsindex

Der Brechungsindex lässt sich auch in der Form

$$n = \sqrt{\epsilon_r(\omega) \cdot \mu_r(\omega)} \quad (2.2)$$

schreiben, aus der die Frequenzabhängigkeit (und somit auch Wellenlängenabhängigkeit) wegen den materierespezifischen und komplexen Größen ϵ_r (Dielektrizitätszahl) und μ_r (Permeabilitätszahl) ersichtlicher wird.

Für nichtmagnetisches Material gilt für die Permeabilität der entsprechenden Materie $\mu_r \approx 1$, so dass sich () zu

$$n \approx \sqrt{\epsilon_r(\omega)}$$

vereinfachen lässt. Die Dielektrizitätszahl lässt sich gemäß dem Lorentz-Drude-Modell für Ionengitter über

$$\epsilon_r = 1 + \frac{n_0 e_0^2}{\epsilon_0 m_0} \sum_i \frac{1}{\omega_i^2 - \omega^2 - i\omega\gamma_i} \quad (2.3)$$

berechnen, wobei n_0 die Elektronendichte, e_0 und m_0 die Ladung und die Masse des Elektrons, ϵ_0 die Influenzkonstante, ω_i die Eigenfrequenzen der Gitterelektronen und γ_i Dämpfungskonstanten sind. Durch Trennung in Real- und Imaginärteil sowie anschließender Reihenentwicklung ergibt sich für Röntgenstrahlung (Wellenlängen zwischen $10^{-8} m$ und $10^{-12} m$) aus Gleichung ()

$$\boxed{n = 1 - \delta + i\beta}. \quad (2.4)$$

In Gleichung () sind der Dispersionsterm

$$\delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} \cdot r_e \rho \quad (2.5)$$

und der Absorptionskoeffizient

$$\beta = \frac{\lambda}{4\pi} \mu \quad (2.6)$$

enthalten, in denen die Größen $r_e \cdot \rho$ als Streulängendichte und μ als linearer Absorptionskoeffizient auftreten.

Aus Gleichung () ist leicht ersichtlich, dass für Röntgenstrahlung $\Re(n) < 1$ ist, wobei diese Eigenschaft des Brechungsindex erheblichen Einfluss auf das Verhalten der elektromagnetischen Strahlung an Materiegrenzflächen ausübt. Dies soll im Folgenden etwas näher beschrieben werden.

2.2 Reflexion an einer homogenen Grenzschicht

Zunächst soll hier die Reflexion einer auf eine homogene (d.h. unendlich dicke und ideal glatte) Schicht einfallende elektromagnetische Welle der Form $\vec{E}(\vec{r}) = \vec{E}_0 \cdot e^{i\vec{k}\vec{r}}$ diskutiert werden. Trifft eine solche Welle auf eine glatte Grenzfläche (siehe Abb.1), so wird sie teilweise reflektiert und teilweise gebrochen.

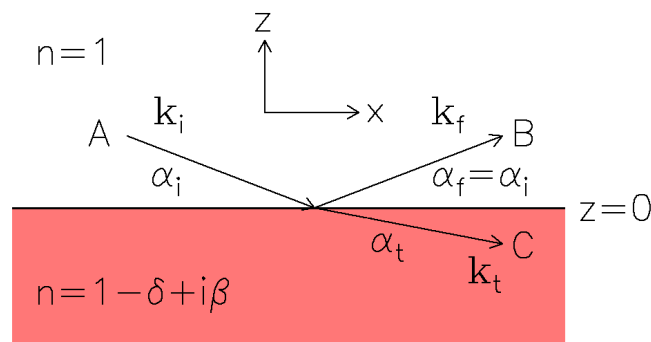


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Transmission bzw. Reflexion einer elektromagnetischen Welle mit Wellenvektor \vec{k}_i , die aus dem Vakuum (somit $n=1$) und unter einem Einfallswinkel α_i auf eine ideale Grenzfläche zu einem Medium mit $n = 1 - \delta + i\beta$ einfällt. Dabei erfährt die Welle teilweise eine Reflexion unter dem Winkel $\alpha_f = \alpha_i$, so dass sich diese anschließend mit dem Wellenvektor \vec{k}_f ausbreitet, während sich die unter dem Winkel α_t gebrochene Teilwelle mit \vec{k}_t durch das Medium bewegt.

2.2.1 Kritischer Winkel

Aus dem Brechungsgesetz nach Snellius

$$n = \frac{\cos a_i}{\cos a_t} \quad (2.7)$$

folgt, da für Röntgenstrahlung stets $\Re(n) < 1$ gilt, dass die transmittierte Welle vom Lot weg gebrochen wird, so dass es einen kritischen Winkel a_c gibt, unter dem der Brechungswinkel des transmittierten Anteils $a_t = 0$ beträgt.

D.h. dass für $a < a_c$ ausschließlich externe total Reflexion stattfindet

Ist dies der Fall, so folgt mit (2.7):

$$\cos a_c = n \quad (2.8)$$

Für sehr kleine Winkel a_c lässt sich die linke Seite von (2.8) hinreichend genau durch ihre Taylorreihe (bis zur quadratischen Ordnung) ausdrücken

$$1 - \frac{1}{2!} \cdot a_c^2 \approx n \quad ,$$

so dass sich mit $n = 1 - \delta$ also unter Vernachlässigung der Absorption $\beta (\Im(n))$

$$a_c \approx \sqrt{2\delta} \quad (2.9)$$

ergibt.

2.3 Bestimmung der Fresnelformeln

Wie bereits erwähnt wird eine unter dem Winkel α_i einfallende elektromagnetische Welle $\vec{E}_i(\vec{r}) = A e^{i\vec{k}_i \cdot \vec{r}} \cdot \vec{e}_y$ an einer Grenzfläche in eine unter dem Winkel α_f reflektierte Teilwelle $\vec{E}_r(\vec{r}) = B e^{i\vec{k}_r \cdot \vec{r}} \cdot \vec{e}_y$ und eine unter dem Winkel α_t gebrochene Teilwelle $\vec{E}_t(\vec{r}) = C e^{i\vec{k}_t \cdot \vec{r}} \cdot \vec{e}_y$ separiert. Die Wellenvektoren sind dabei durch

$$\vec{k}_i = k \begin{pmatrix} \cos \alpha_i \\ 0 \\ -\sin \alpha_i \end{pmatrix} \quad \vec{k}_r = k \begin{pmatrix} \cos \alpha_f \\ 0 \\ \sin \alpha_f \end{pmatrix} \quad \vec{k}_t = nk \begin{pmatrix} \cos \alpha_t \\ 0 \\ -\sin \alpha_t \end{pmatrix}$$

gegeben, wobei der Betrag des Wellenvektors generell $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ genügt.

Aus den Stetigkeitsbedingungen an der Grenzfläche der beiden Medien ergeben sich je nach Polarisation der elektromagnetischen Strahlung unterschiedliche Amplitudenverhältnisse, die in der Literatur als Fresnelformel bezeichnet werden.

Für senkrecht polarisierte Wellen, also solche bei denen die Feldvektoren senkrecht zur Reflexionsebene (Ebene, die von der Oberflächennormale und des Wellenvektors aufgespannt wird) stehen, gelten die folgenden Relationen:

$$r_S = \frac{B}{A} = \frac{k_{i,z} - k_{t,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} \quad (2.10)$$

und

$$t_S = \frac{C}{A} = \frac{2 k_{i,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}}. \quad (2.11)$$

Für parallel polarisierte Wellen haben die Fresnelformeln hingegen diese Gestalt.

$$r_P = \frac{B}{A} = \frac{nk_{i,z} - \frac{1}{n}k_{t,z}}{nk_{i,z} + \frac{1}{n}k_{t,z}} \quad (2.12)$$

und

$$t_P = \frac{C}{A} = \frac{2 k_{i,z}}{nk_{i,z} + \frac{1}{n}k_{t,z}}. \quad (2.13)$$

Das z im Index der Wellenvektoren steht dabei in allen vier Gleichungen für die entsprechende Raumkoordinate.

Da der Korrekturfaktor im Realteil des Brechungsindex $n \approx 1 - \beta$ für Röntgenstrahlung der Energie $E = 8 \text{ keV}$ von der Größenordnung $\beta \approx 10^{-7}$ ist, unterscheiden sich die Fresnelformeln für parallel und senkrecht polarisierte Wellen nur geringfügig, so dass die Polarisation der Strahlung vernachlässigt werden kann, wobei einfach mit Gleichungen () und () weitergerechnet wird.

2.4 Herleitung der Fresnelreflektivität

Die bisher aufgeführten Koeffizienten der Reflexion und Transmission sind experimentell nur schwer zugänglich, weshalb es sinnvoll ist eine Größe einzuführen die auf Intensitätsverhältnissen beruht, da sich Intensitäten einfacher messen lassen.

Im folgenden wird deshalb die sogenannte Fresnelreflektivität

$$R_F = \frac{I_R}{I_0} = |r|^2$$

eingeführt, wobei I_R die Intensität der an einer Grenzfläche reflektierten Welle, I_0 die Intensität der einfallenden Strahlung, und r die Fresnelformel für reflektierte Wellen benennen.

Unter der Verwendung von () ergibt sich somit:

$$R_F = \left| \frac{\sin a_i - \sqrt{n^2 - \cos^2 a_i}}{\sin a_i + \sqrt{n^2 - \cos^2 a_i}} \right|^2 \quad (2.14)$$

$$= \left| \frac{\sin^2 a_i - \sqrt{n^2 - \cos^2 a_i}^2}{(\sin a_i + \sqrt{n^2 - \cos^2 a_i})^2} \right|^2 \quad (2.15)$$

$$= \left| \frac{1 - n^2}{(\sin a_i + \sqrt{n^2 - \cos^2 a_i})^2} \right|^2. \quad (2.16)$$

Mit () folgt daraus:

$$R_F = \left| \frac{1 - \cos^2 a_c}{\left(\sin a_i + \sqrt{1 - \sin^2 a_c - \cos^2 a_i} \right)^2} \right|^2 \quad (2.17)$$

$$= \left| \frac{\sin^2 a_c}{\left(\sin a_i + \sqrt{\sin a_i - \sin^2 a_c} \right)^2} \right|^2. \quad (2.18)$$

Für die Annahme kleiner Winkel lassen sich die Sinus-Funktionen durch den linearen Term ihrer Taylorreihe approximieren, so dass sich

$$R_F \approx \left| \frac{a_c^2}{(a_i + \sqrt{a_i - a_c})^2} \right|^2 \quad (2.19)$$

ergibt. Wird nun $a_i > 3a_c$ angenommen, kann a_c gegenüber a_i vernachlässigt werden und man erhält letztendlich

$$R_F \approx \left(\frac{a_c}{2a_i} \right)^4. \quad (2.20)$$

Die Fresnelreflektivität fällt also mit a_i^{-4} ab, was gerade bei größeren Einfallswinkeln erhebliche Größenunterschiede hervorruft, so dass es nahelegt stets logarithmische Intensitätsskalen zu verwenden.

2.5 Mehrschichtsysteme

Die bisher aufgeführten Betrachtungen, lassen sich leicht auf Mehrschichtsysteme (siehe Abb. 2) erweitern. Dabei muss jedoch berücksichtigt werden, dass sich die einzelnen Teilwellen (in Abhängigkeit zur Phasendifferenz und zur Anzahl der Grenzschichten) durch Interferenzen entweder konstruktiv oder auch destruktiv überlagern können. Diese Überlagerungen haben somit natürlich einen erheblichen Einfluss auf die zu messende Fresnelreflektivität (siehe).

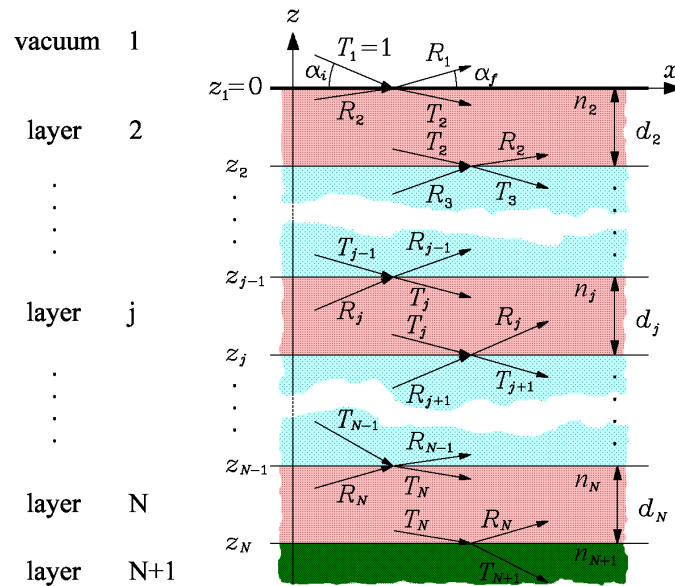


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung eines aus $N+1$ Schichten bestehenden Mehrschichtsystems, das über N Grenzflächen verfügt, die die jeweils unterschiedlichen Medien voneinander trennt. Dabei entspricht die Schicht 1 dem Vakuum und die Schicht $N+1$ dem Siliziumwafer. Die den einzelnen Schichten entsprechenden Amplituden der reflektierten Wellen R_j und der transmittierten Wellen T_j sind an den Grenzschichten eingezeichnet.

2.5.1 Parratt-Algorithmus

Um die Reflektivität eines Systems aus mehreren Schichten zu berechnen, wird der sogenannte Parratt-Algorithmus verwendet, welcher im Folgenden genauer erläutert werden soll.

Abbildung 2 zeigt die schematische Darstellung eines möglichen Mehrschichtsystems mit $N - 1$ Schichten, die durch N Grenzflächen an den Positionen z_j von einander getrennt werden. Die Schichten, die über die Dicke $d_j = z_{j-1} - z_j$ verfügen, weisen einen Brechungsindex $n_j = 1 - \delta_j + i\beta_j$ auf.

Die einfallende Welle wird durch $T_1 = 1$ nomiert und zu dem wird angenommen, dass das Vakuum ($n_1 = 1$) und das Substrat (Schicht $N + 1$) als Schichten unendlicher Dicke betrachtet werden können, da das Substrat definitiv dicker ist als die Eindringtiefe von elektromagnetischen Wellen der Energie 8 keV . Somit kann die an der untersten Grenzfläche (also bei z_N) transmittierte Strahlung T_{N+1} nicht reflektiert werden, so dass $R_{N+1} = 0$ gilt. Dadurch existiert also ein Startwert, mit dem man rekursiv die Verhältnisse der Amplituden der reflektierten zu den transmittierten Wellen an der j -ten Grenzfläche nach folgender Formel berechnen kann.

$$X_j = \frac{R_j}{T_j} = \exp(-2ik_{z,j} z_j) \frac{r_{j,j+1} + X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1} z_j)}{1 + r_{j,j+1} \exp(2ik_{z,j+1} z_j)} \quad (2.21)$$

Dabei sind

$$r_{j,j+1} = \frac{k_{z,j} - k_{z,j+1}}{k_{z,j} + k_{z,j+1}} \quad (2.22)$$

die Fresnelreflektivität der j -ten Grenzfläche mit der z -Komponente des Wellenvektors

$$k_{z,j} = k \sqrt{n_j^2 - \cos^2 \alpha_i} \quad (2.23)$$

in der j -ten Schicht.

Die Gesamtreflektivität eines Systems mit einer Schicht auf einem Substrat, die durch eine Grenzfläche getrennt (also ein System mit $N=2$) ist, ergeben sich mit den Brechungsindizes $n_0 = 1$ (Vakuum), $n_1 = 0,999999$ (GaAs) und $n_2 = 0,999997$ (Substrat), die folgenden Rekursionswerte:

$$X_2 = 0 \quad (2.24)$$

$$X_1 = r_{1,2} \cdot \exp(2ik_{z,1} d_1) \quad (2.25)$$

$$X_0 = \frac{r_{0,1} + r_{1,2} \cdot \exp(2ik_{z,1} d_1)}{1 + r_{0,1} \cdot r_{1,2} \cdot \exp(2ik_{z,1} d_1)} \quad (2.26)$$

Wobei $z_0 = 0$ und $z_1 = -d_1 = -80 \text{ nm}$ gelten soll. Mit () lässt sich somit das System mit $N = 2$ für glatte Grenzschichten berechnen.

2.6 Rauigkeit

Nun müssen wir uns noch von den Idealvorstellungen „glatter“ Grenzflächen trennen (bei diesen konnte man den Brechungsindexverlauf $n(z)$ an der Grenzfläche als Sprungfunktion beschreiben), denn der Übergang einer Schicht j zur nächsten Schicht $j+1$ wird durch die Rauigkeit „ausgeschmiert“.

Wenn $P(z)$ die Wahrscheinlichkeit dafür ist, dass sich die j -te Grenzfläche in dem Intervall $[z_j + z, z_j + z + dz]$ befindet, dann gilt die sogenannte „root-mean-square“-Rauigkeit der j -ten Grenzfläche:

$$\sigma_j^2 = \int (z - z_j)^2 P_j(z) dz, \quad (2.27)$$

wobei als Wahrscheinlichkeitsverteilung eine Gauß-Funktion der Gestalt

$$P_j(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_j} \cdot \exp\left(-\frac{(z - z_j)^2}{2\sigma_j^2}\right) \quad (2.28)$$

gewählt werden muss. Mit diesem Ansatz gewinnt man modifizierte Fresnelkoeffizienten, mit denen sich ein Schichtsystem mit realen Grenzflächen wie ein Schichtsystem glatter Grenzflächen (bzgl. dem Parratt-Formalismus) behandeln lässt. Die modifizierten Koeffizienten haben dabei die Gestalt:

$$\tilde{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} \cdot \exp(-2k_{z,j} k_{z,j+1} \sigma_j^2) \quad (2.29)$$

und

$$\tilde{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} \cdot \exp\left(\frac{(k_{z,j} - k_{z,j+1})^2 \sigma_j^2}{2}\right). \quad (2.30)$$

Um mit den modifizierten Fresnelkoeffizienten die Gesamtrefektivität eines Schichtsystems mit rauen Grenzflächen zu berechnen, kann man die Gleichungen () und () in () einsetzen. Für z.B. ein Schichtsystem das aus einem Substrat ($n_1 = 0,999999$) und dem Vakuum besteht ergibt sich die Gesamtrefektivität zu:

$$X_0 = r_{0,1} \cdot \exp(2ik_{z,0} d_1) \cdot \exp(-2k_{z,0} k_{z,1} \sigma_0^2) \quad (2.31)$$

2.7 Aufgaben

2.7.1 Aufgabe 4: Interferenz an zwei Schichten

Möchte man eine destruktive Interferenz erreichen, benötigt man zwei sich destruktiv überlagernder Wellen, was nur durch einen Weglängenunterschied von $\Delta x = n\lambda$ voneinander verschoben sind. Betrachtet man nun einen Wellenzug mit einem bestimmten Einfallswinkel $\alpha_{i,1}$, so kann man mithilfe von Grafik 2.3 folgende Gleichung aufstellen:

$$\sin \alpha_{i,1} = \frac{\Delta x}{2d} \Leftrightarrow n \frac{\lambda}{2} = d \sin \alpha_{i,1} \quad (2.32)$$

welche letztlich die Bragg-Bedingung darstellt. Betrachtet man nun einen Wellenzug mit größeren Einfallswinkel $\alpha_{i,2}$, so muss Δx um λ abgenommen haben:

$$(n-1) \frac{\lambda}{2} = d \sin \alpha_{i,2} \quad (2.33)$$

Betrachtet man nun beide Winkel, so erhält man:

$$\frac{\lambda}{2} = d(\sin \alpha_{i,1} - \sin \alpha_{i,2}) \quad (2.34)$$

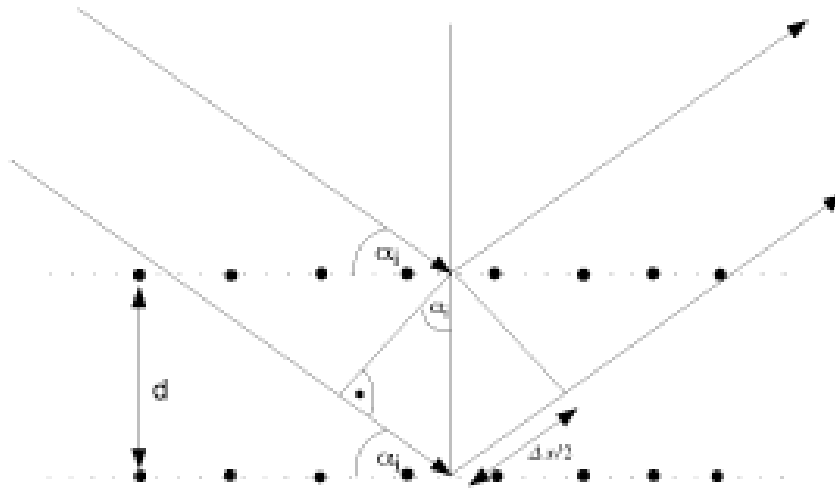


Abbildung 2.3: Skizze zur Erläuterung der Interferenz an zwei Schichten

2.7.2 Gesamtreflexivität eines Systems ohne Rauigkeit

Hierzu wird der Parrat-Algorithmus mit der Rauigkeit 0 verwendet, das Resultat findet sich in Skizze 2.4

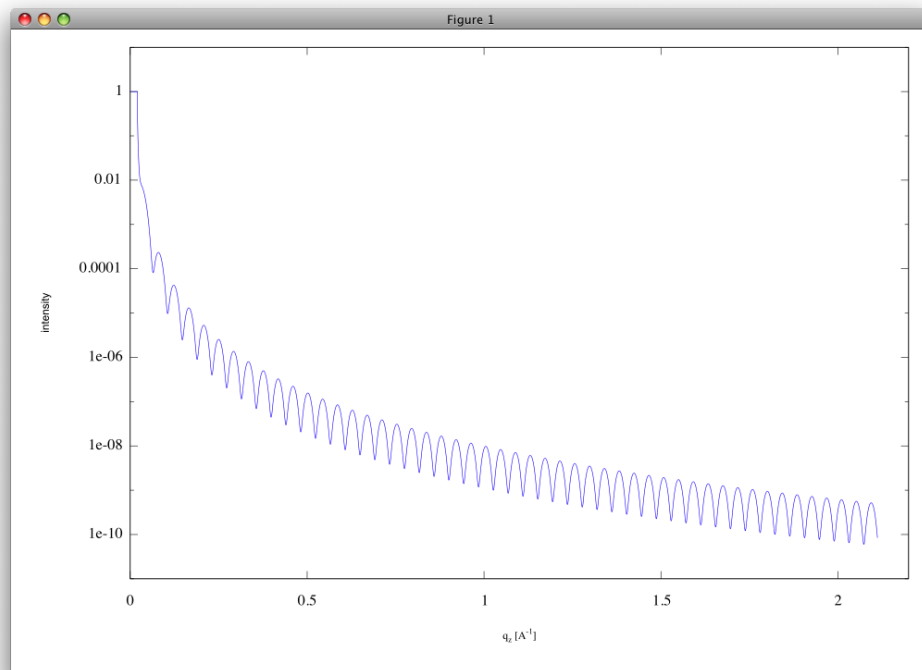


Abbildung 2.4: Gesamtreflexivität des Systems ohne Rauigkeit

2.7.3 Gesamtreflexivität eines Systems mit Rauigkeit

Wir nun noch beim Substrat Rauigkeit angenommen, verändert sich die Skizze 2.4 zu folgender Grafik 2.5:

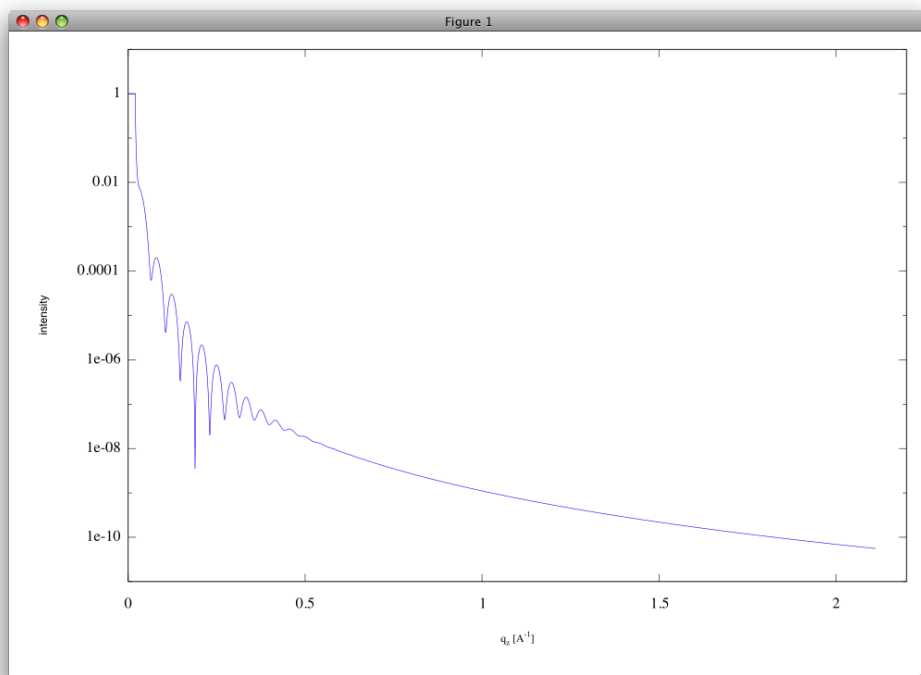


Abbildung 2.5: Gesamtreflexivität des Systems mit Rauigkeit

3 Aufbau

Für den Versuch wird ein D8-Labordiffraktometer verwendet, bei welchem sowohl Röntgenröhre als auch Detektor um den Probenstisch drehbar sind. Die Röntgenstrahlung wird an einer Kupferanodenröhre erzeugt, welche mit $I = 40 \text{ mA}$ und $U = 40 \text{ kV}$ betrieben wird. Um monochromate gebündelte Strahlung zu erhalten wird ein Göbel-Spiegel hinter dem Shutter eingesetzt. Er lässt Strahlung einer Wellenlänge von $\lambda = 1,54\text{\AA}$ in einer Intensität von $10^7 - 10^8 \frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot 0,1 \text{ mm} \cdot 1 \text{ cm}}$ hindurch.

4 Durchführung

4.1 Funktionsweise des Labordiffraktometers

Zur Messung der Röntgenreflektivität wird ein D8-Diffraktometer verwendet, wobei es sich dabei um ein sogenanntes $\Theta - \Theta$ -Diffraktometer (*Theta* benennt hier den Einfallswinkel α_i) handelt. Bei diesem Diffraktometer sind Röntgenröhre und Probenstisch drehbar, wobei die Röntgenröhre eine mit einem Strom von $I = 40 \text{ mA}$ und einer Spannung von $U = 40 \text{ kV}$ betriebenen Kupferanode beinhaltet. Ein Göbelspiegel, welcher aus mehreren parabolisch gekrümmten Schichten besteht, sorgt für die Bündelung und Monochromatisierung der Strahlung.

Die aus der Anode austretende Strahlung besitzt eine Wellenlänge von $\lambda = 15,4 \text{ nm}$ (dabei handelt es sich um die K^α -Linie des Kupfers) und einer Intensität von 107 bis 108 Photonen pro Sekunde und $0,1 \text{ mm}$ mal 1 cm Fläche.

Im Anschluss an den Göbelspiegel durchläuft der Strahl einen Autoabsorber, der die Intensität bei hohen Zählraten abschwächen soll, um den Detektor bei Bedarf zu schützen. Zudem muss der Strahl eine Blende durchlaufen. Nachdem der Strahl an der Probe reflektiert wird, muss er einen Spalt durchlaufen, der unerwünschte Streustrahlung ausblendet, bevor er endlich auf den Detektor fällt. Die Einfall- und Ausfallwinkel α_i und α_f werden dabei von den Blenden definiert.

4.2 Justage des D8-Labordiffraktometers

Vor Beginn jeder Messung wird der Autoabsorber immer auf die maximale Stufe eingestellt, da der Detektor bei zu hoher Intensität beschädigt werden könnte.

4.2.1 Detektorscan

Nach dem Einlegen der Probe wird ein Detektorscan durchgeführt, um so den Detektornullpunkt bestimmen zu können. Dabei wird die Probe mit Hilfe der Schrittmotoren am Probenstisch aus dem Strahlengang entfernt und die Winkel von Röntgenröhre und Detektor auf 0° eingestellt. Während des Scans wird die Detektorposition in einem Bereich um 0° variiert. Innerhalb dieses Bereichs findet man ein Intensitätsmaximum, genau dann wenn sich Röntgenröhre und Detektor exakt gegenüberstehen. Die so ermittelte Position muss als neuer Detektornullpunkt verwendet werden.

4.2.2 z-Scan

Im Anschluss an den Detektorscan wird einso genannter z-Scan durchgeführt, wobei die Probe solange in der Höhenachse variiert werden muss, bis man eine halbe Abschattung der Probe realisiert hat. Dies ist genau dann erreicht, wenn die Intensität auf die Hälfte des Maximalwertes gefallen ist. Der zu dieser Stelle zugehörige z-Wert wird für die folgenden Messungen verwendet.

4.2.3 Rockingscan

Im nächsten Schritt wird ein sogenannter Rockingscan durchgeführt, wobei man Röntgenröhre und Detektor um den selben Winkel um die Probe dreht. Diesem Scan entsprechend ist eine Drehung der Probe bei fester Position von Detektor und Röntgenröhre. Der Scanbereich wird dabei zu $\pm 1^\circ$ um den Nullpunkt ausgewählt. Der Verlauf der Intensitätskurve sollte einem Dreieck ähneln, wobei die Spitze der Hälfte des Intensitätsmaximums bei 0° entspricht. Im Fall einer zu hohen Asymmetrie des Dreiecks muss eine Korrektur der x- und y-Koordinaten vorgenommen werden, wobei nach der Koordinatenkorrektur der Scan wiederholt werden muss.

4.2.4 Korrektur von Winkelfehlern

Um die gegebenenfalls noch existierenden Winkelfehler zu korrigieren, werden z-Scan und Rockingscan so lange wiederholt bis die Probe optimal justiert ist.

Im Anschluss werden erneut Rockingscans und z-Scans durchgeführt, wobei diese diesmal unter einem Winkel von $2\Theta = 0,3^\circ$ erfolgen sollen. Bei diesem Winkel ist sichergestellt, dass bei der verwendeten Probe immer noch Totalreflexionen auftreten. Das Intensitätsmaximum sollte nun bei ca. $0,15^\circ$ zu finden sein. Nachdem die entsprechenden Koordinaten (bzgl. des Intensitätsmaximums) an die Winkelmotoren (welche Detektor und Röhre steuern) weitergegeben worden sind, muss zum Schluss noch eine Feinjustierung im Winkelbereich oberhalb des kritischen Winkels a_c durchgeführt werden, um eine Kalibrierung dieses Winkelbereiches zu realisieren. Dabei wird zunächst ein Rockingscan bei $2\Theta = 1^\circ$ durchgeführt, wobei das auftretende Maximum bei $0,5^\circ$ erwartet wird.

Als nächstes soll der Detektor relativ zur Röntgenröhre optimal ausgerichtet werden. Dazu muss man eine Primärstrahljustierung durchführen. Diese wird wie der Justageschritt abgeschlossen, der auch zur Bestimmung des Detektornullpunktes diente. Abschließend werden noch einige Rockingscans bei verschiedenen Winkeln durchgeführt, welche eventuel noch zur Verbesserung der Genauigkeit der Kalibrierung nötig sind.

4.3 Messung

Nachdem das Diffraktometer nun einjustiert ist, kann mit der eigentlichen Messung begonnen werden. Hierzu wird ein Reflexivscan durchgeführt, bei welchem Einfallswinkel α_i und Ausfallswinkel α_f immer identisch sind. Bei einer Schrittweite von $\Delta\alpha = 0,005^\circ$ und einer Dauer von 10 Sekunden pro Messung wird sowohl die eigentliche Messung als auch ein "diffuser Scan" durchgeführt. Letzterer wird benötigt, um die gestreute Strahlung zu detektieren und sie von dem eigentlichen Scan abzuziehen.

5 Auswertung

5.1 Diffuser Scan

Zunächst muss der diffuse Scan von der eigentlichen Messung abgezogen werden. Das Resultat ist in Zeichnung 5.1 zu sehen.

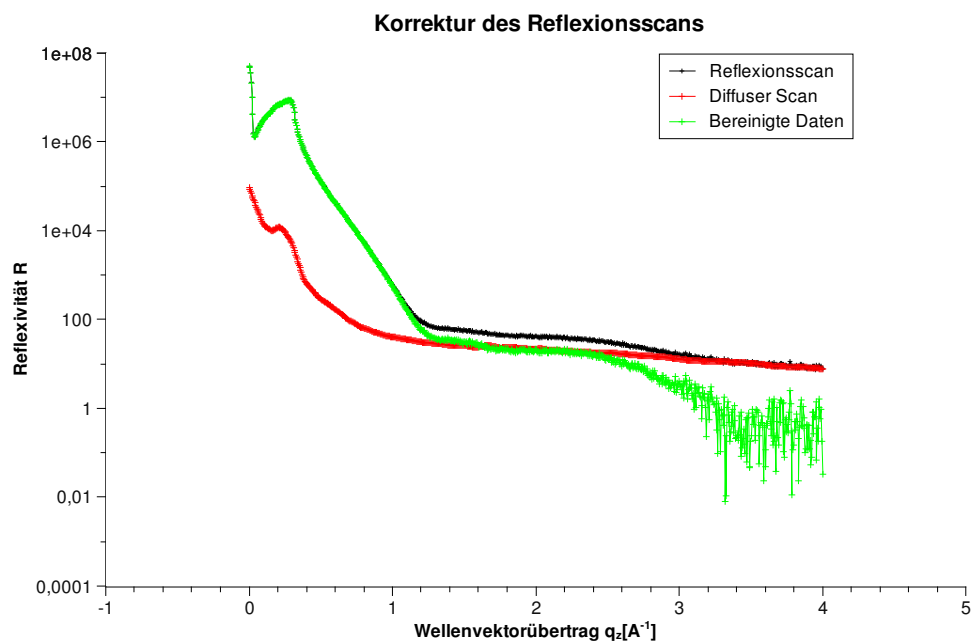


Abbildung 5.1: Korrektur der Reflexivität

5.2 Geometriefaktor

Wenn der Winkel α kleiner als ein bestimmter Winkel α_g wird, deckt der Röntgenstrahl eine Fläche größer der Probe ab, was zu einer Intensitätsverminderung führt. Durch die Parameter

d_0 und D lässt sich α_g berechnen. Leider ist dies für uns nicht möglich, da wir keinen Rocking-Scan bei $2\Theta = 0^\circ$ vorliegen haben, deswegen wird ein Winkel von $\alpha_g = 0,25^\circ$ angenommen.

$$\alpha_g = \sin^{-1} \left(\frac{d_0}{D} \right) \quad (5.1)$$

Mit einer Ausdehnung der Probe von $D = 3 \text{ mm}$ und einer Strahlhöhe von $d_0 = 0,1 \text{ mm}$ erhält man einen Winkel von $\alpha_g = 0,25^\circ$. Der winkelabhängige Geometriefaktor $G(\alpha)$ nimmt somit folgende Form an:

$$G(\alpha) = \frac{D \sin(\alpha)}{d_0} = 30 \sin \alpha \quad (5.2)$$

5.3 Normierung

Normiert man nun die Messung auf das unterhalb des kritischen Winkels liegende Eins-Niveaus, so lassen sich die Daten mit den theoretisch durch den Parratt-Algorithmus berechneten Werte vergleichen.

5.4 Bestimmung der Parameter des Parratt-Algorithmus

Möchte man nun die Dicke der Probenschicht als Anfangswert für den Parrot-Algorithmus bestimmen, fällt einem eine weitere Schwierigkeit auf - es gibt keine zwei eindeutig erkennbaren Minima. Setzt man voraus, dass das zweite Minimum in etwa auf der Höhe des ersten ist, so lässt sich eine Schichtdicke von $25,66 * 10^{-10} \text{ m}$ ermitteln. Verwendet man nun den Parrot-Algorithmus, um die gemessene Kurve wie in Abb. 5.3 abzubilden, muss man die Schichtdicke auf $18,66 * 10^{-10} \text{ m}$ reduzieren. Zudem erhält man die folgenden weiteren Parameter: *Substrat* : $r_e \rho = 1,5 \cdot 10^{-6} \text{ circA}^{-2}$, $\sigma = 4 \cdot 10^{-10} \text{ oA}$, *Schicht* : $r_e \rho = 2 \cdot 10^{-6} \text{ circA}^{-2}$, $\sigma = 6 \cdot 10^{-10} \text{ oA}$. Die Eckdaten wie der Verlauf über eine Größenordnung bei dem einzigen Maximum, dem Abfall über gut 6 Größenordnungen danach, den sanften Knick nach dem Maximum und die etwaige q_z -Position stimmen überein, von einer exakten Übereinstimmung sind die Graphen jedoch weit entfernt.

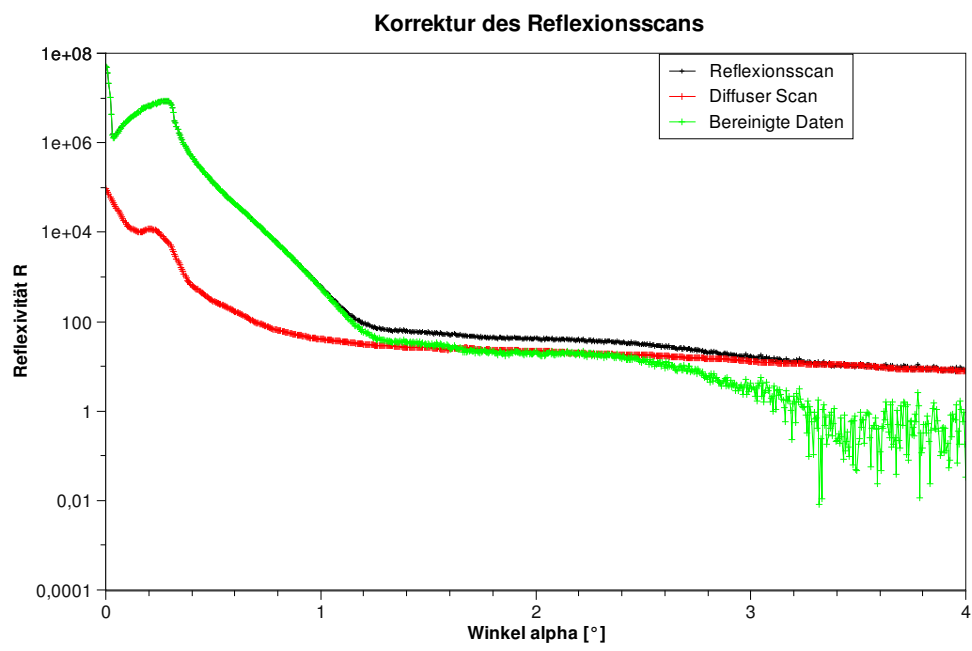


Abbildung 5.2: Reflexivität gemessen

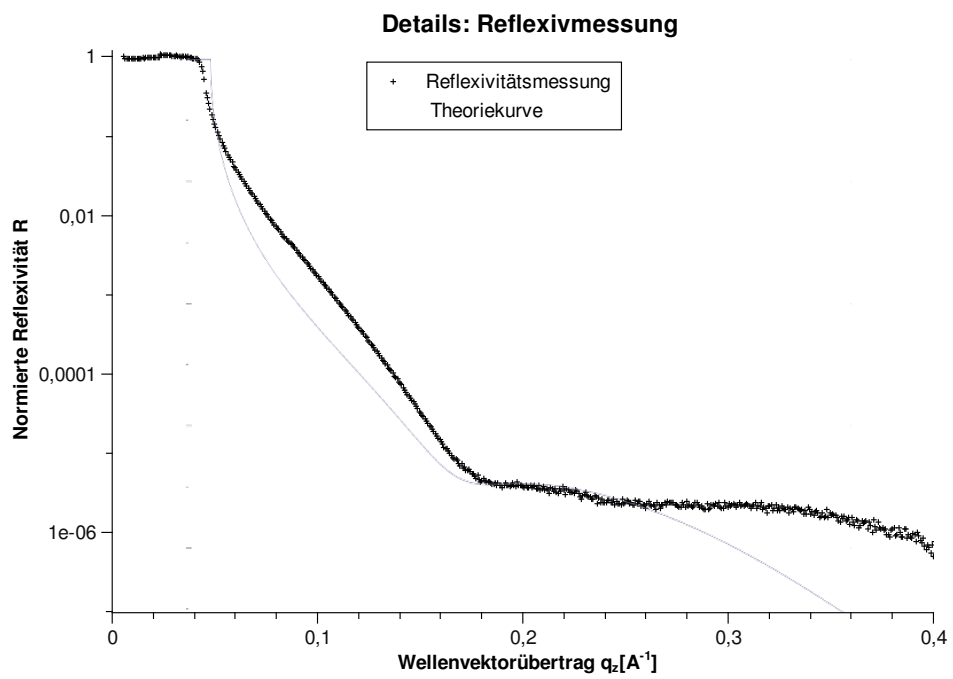


Abbildung 5.3: Reflexivität berechnet über den Parrot-Algorithmus verglichen mit Messung

6 Zusammenfassung

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Ergebnisse nicht befriedigend sind. Einerseits sind einige Phänomene wie das Abflachen am Ende der gemessenen Kurve nicht in der Theorie wiederzufinden, andererseits erschweren Phänomene wie die nicht eindeutig erkennbaren zwei Minima deutlich die Auswertung, so dass die Ergebnisse mit einem großen Fehler behaftet sein dürften.