

Versuch 1.14

Röntgen-Reflektometrie

Mit der Methode der Röntgen-Reflektometrie (XRR = X-ray reflection) lassen sich die Dichte, Schichtdicke und Rauigkeit von einfachen und mehrlagigen Festkörperdünnschichten bestimmen. Die Messungen zu diesem Versuch werden mit der gleichen Apparatur durchgeführt wie bei dem Röntgenbeugungsversuch 1.13. Der physikalische Hintergrund ist jedoch ein völlig anderer. Statt Beugung wird die Intensität der reflektierten Röntgenstrahlung im Bereich des kritischen Winkels der Totalreflexion unterhalb von 2° gemessen. Die zugrunde liegenden physikalischen Gesetzmäßigkeiten sind die gleichen wie bei der Reflexion von sichtbarem Licht an Festkörpergrenzflächen. Aus der Benutzung von Röntgenstrahlung anstelle von sichtbarem Licht ergeben sich jedoch einige wesentliche Vorteile:

- Wegen der kürzeren Wellenlänge (0.154 nm) verbessert sich das Auflösungsvermögen. Die Schichtdicken-Messgenauigkeit beträgt einige 0.1 nm.
- Bei Röntgenstrahlung hängt der Brechungsindex nicht mehr von Bindungseigenschaften der Festkörper-Gitterbausteine ab, sondern im Wesentlichen nur von der Elektronendichte. Es sind ausschließlich Elektronen von Einzelatomen zu berücksichtigen. Aus diesem Grund ist es auf einfache Weise möglich, für beliebige Substanzen den komplexen Brechungsindex zu berechnen. Die wenigen hierfür benötigten Parameter lassen sich für sämtliche Elemente aus Tabellen entnehmen. Die Stöchiometrie muss lediglich zur Auswahl und Gewichtung der Einzelatome berücksichtigt werden.
- Röntgenstrahlung wird im Vergleich zu sichtbarem Licht nur wenig absorbiert. Da die Proben-Leitfähigkeit bei Röntgenstrahlung keinen Einfluss auf den Brechungsindex hat, lassen sich auch Vielschichtsysteme mit Metallkomponenten problemlos analysieren.

Die Methode und ihre physikalischen Grundlagen sind ausführlich in der IPI-Schrift *Röntgen-Reflektometrie zur Dünnschichtanalyse* beschrieben, die zur Versuchsvorbereitung vom Betreuer zur Verfügung gestellt wird.

Aufgaben

Sie führen Berechnungen zur Röntgen-Reflektometrie durch und analysieren mit dieser Methode eine Goldaufdampfschicht sowie ein gesputtertes Zweischichtsystem aus Titandioxid und Molybdän. Die Dünnschichten befinden sich jeweils auf Floatglas-Substraten.

1. Berechnen Sie für Gold (Dichte $\rho = 19300 \text{ m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$) und SiO_2 ($\rho = 2450 \text{ m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$)
 - den komplexen Brechungsindex für Cu-K α -Strahlung,
 - den kritischen Winkel und die Röntgenstrahl-Eindringtiefe beim kritischen Winkel,
 - die reflektierte Röntgen-Intensität in Abhängigkeit vom normierten Einfallswinkel (Normierung auf kritischen Winkel, keine Rauigkeit). Stellen Sie das Ergebnis in logarithmischem Maßstab graphisch dar.

Die benötigten Materialdaten sind Tab. A1 im Anhang der Schrift *Röntgen-Reflektometrie zur Dünnschichtanalyse* zu entnehmen.

2. Bestimmen Sie mit dem Reflektometrie-Zusatz des Röntgenspektrometers D5000 die Dichte, Schichtdicke und Rauigkeit einer Gold-Aufdampfschicht auf Glas.

Hierfür ist durchzuführen:

- Exakte Probenjustierung im Hinblick auf Höhenposition und Kippwinkel mit dem Programm *Immediate Measurement (adjust)*.
- Reflektometrie-Messung mit dem Programm *JobMeasurement* und den Messparametern des Datensatzes *gold.job*.
- Auswertung der gemessenen Reflexionskurve durch Parameter-Optimierung beim Vergleich mit einer durch das Programm *REFSIM* berechneten Reflexionskurve. Ausdrucken des *REFSIM*-Ergebnisses.
- Zusätzliche Schichtdicken-Bestimmung aus den Winkelabständen der Interferenz-Maxima der Messkurve.

Vergleichen Sie Ihr Messergebnis außerdem mit der Simulation für:

- eine ideal glatte Goldschicht
 - unbedampftes Glas
 - eine unendlich dicke Goldschicht ohne Glassubstrat (für die vorher ermittelten Werte der Dichte und Rauigkeit).
 - Drucken Sie die entsprechenden Bilder aus.
 - Variieren Sie bei der Simulation die Gold-Schichtdicke und schätzen Sie aus den Ergebnissen die untere und obere Grenze des auflösbaren Schichtdickenbereichs ab.
3. Analysieren Sie in der gleichen Weise wie bei Aufgabe 2 ein Zweischichtsystem bestehend aus Glassubstrat, Titandioxid- und Molybdänschicht.
Es ist wieder durchzuführen: Probenjustierung, Reflektometrie-Messung mit dem Programm *JobMeasurement* und den Messparametern des Datensatzes *MoTio2.job*, Auswertung mit *REFSIM*, Ausdrucken des *REFSIM*-Ergebnisses.

Hinweise:

Am Messrechner des Röntgenspektrometers lassen sich Auswertungen durchführen, während im Hintergrund Messungen laufen. Die Messung für Aufgabe 3 kann somit während der *REFSIM*-Auswertung von Aufgabe 2 erfolgen.

Es ist die Praktikums-Kurzanleitung für die Durchführung von Reflektometrie-Messungen mit dem Röntgenspektrometer zu beachten.

Die Röntgenröhre wird vom Betreuer in Betrieb genommen und nach dem Versuch ausgeschaltet. Sie darf auf keinen Fall mit mehr als 30 mA, 40 kV betrieben werden!

Gewichtete Wellenlänge von $\text{CuK}\alpha_1$ - und $\text{CuK}\alpha_2$ -Röntgenstrahlung: 0.1541874 nm.