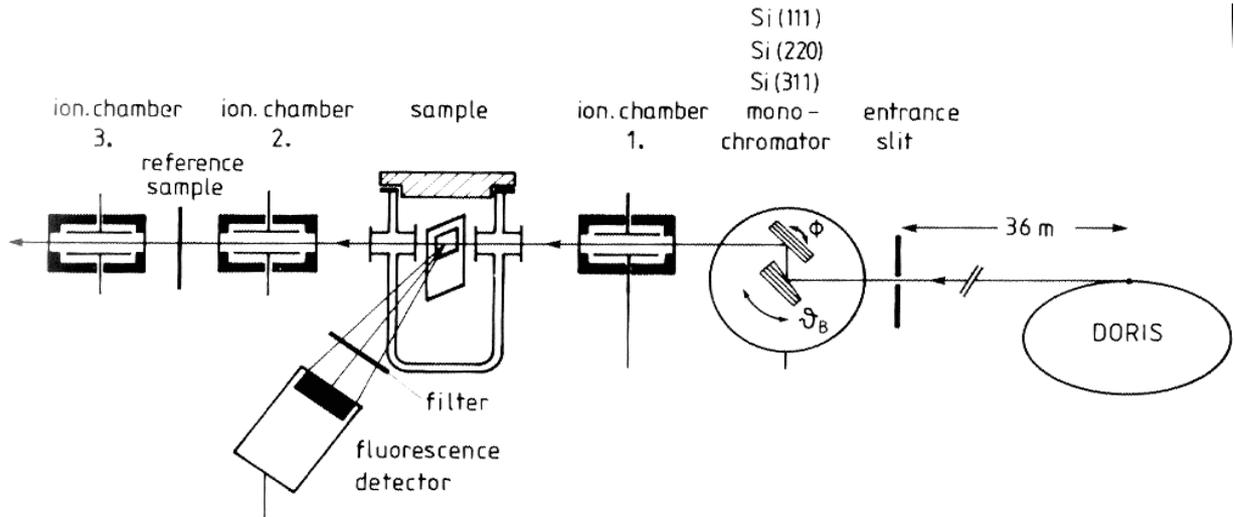


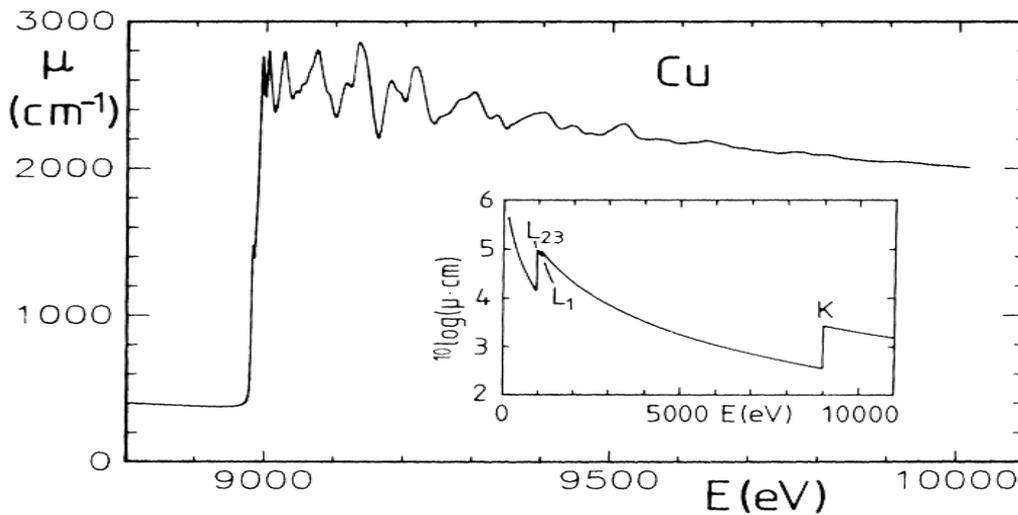
Reflexion von Röntgenstrahlen

Marcus Beranek

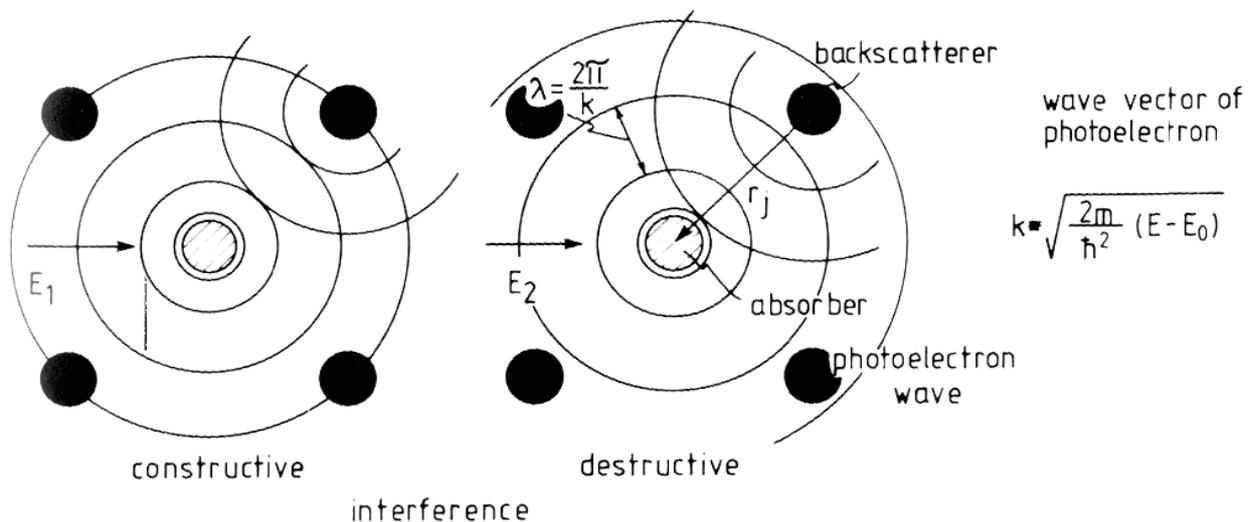
Röntgenreflexion — Absorption



Schematischer Aufbau eines Röntgenabsorptionsspektrometers an einem Speicherring (DORIS)

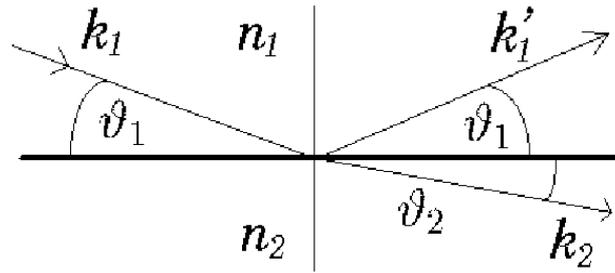


Linearer Absorptionskoeffizient μ von metallischem Kupfer mit EXAFS—Oszillationen oberhalb der K—Kante (Messung bei 77 K). Im Einsatz ist der gerechnete Verlauf von μ mit K— und L—Kanten gezeigt.



Entstehung der Feinstruktur (EXAFS) im Röntgenabsorptionskoeffizienten μ

Reflexion von Röntgenstrahlen



Brechungsgesetz:

$$n_1 \cos \vartheta_1 = n_2 \cos \vartheta_2$$

Brechungsindex für Photonen, die in Materie eindringen:

$$n = 1 - \frac{N_a}{2\pi} r_0 \lambda^2 \sum_j \frac{\rho_j}{A_j} f_j$$

N_a : Avogadrozahl

r_0 : klass. Elektronenradius

ρ_j : Dichte des Elements j

A_j : Atommasse

$f_j = Z_j + f'_j + i f''_j$: Atomformfaktor

Z_j : Kernladungszahl

n ist komplex:

$$n = 1 - \delta - i\beta$$

$$\delta = \frac{N_a}{2\pi} r_0 \lambda^2 \sum_j \frac{\rho_j}{A_j} (Z_j + f'_j)$$

$$\beta = \frac{N_a}{2\pi} r_0 \lambda^2 \sum_j \frac{\rho_j}{A_j} (f''_j)$$

Totalreflexion:

$$\cos \vartheta_{1c} = n_2 \quad \text{mit } n_1 = 1$$

Für $\sin \vartheta \approx \vartheta$ und $\beta = 0$ gilt:

$$\Rightarrow \vartheta_{1c} = \sqrt{2\delta_2} = \sqrt{\frac{N_a r_0 \rho (Z + f')}{\pi A}} \lambda$$

z.B. : E = 8.6 keV : Al : $\vartheta_{1c} = 0.22^\circ$

Cu : $\vartheta_{1c} = 0.39^\circ$ Cu₂O : $\vartheta_{1c} = 0.33^\circ$

Reflexion bei streifendem Einfall:

Polarisierte Lichtwelle (E – Reflexionsebene):

$$\underline{E}_1 = \begin{pmatrix} 0 \\ A_1 \\ 0 \end{pmatrix} \exp[i(\underline{k}_1 \underline{r} - \omega t)] \quad \text{einfallende Welle}$$

ebenso : \underline{E}'_1 reflektierte Welle (A'_1, \underline{k}'_1)

\underline{E}_2 transmittierte Welle (A_2, \underline{k}_2)

wegen $\underline{H} = n \hat{k} \times \underline{E}$

und der Stetigkeit an der Grenzfläche :

$$\Rightarrow \begin{pmatrix} A_1 \\ A'_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\sin \vartheta_1 + n_2 \sin \vartheta_2}{2 \sin \vartheta_1} & 0 \\ \frac{\sin \vartheta_1 - n_2 \sin \vartheta_2}{2 \sin \vartheta_1} & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_2 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Fresnelformeln

Für kleine Winkel:

$$A'_1 = A_1 \frac{\vartheta_1 - \vartheta_2}{\vartheta_1 + \vartheta_2} \quad \text{reflektierte Amplitude}$$

$$A_2 = A_1 \frac{2\vartheta_1}{\vartheta_1 + \vartheta_2} \quad \text{transmittierte Amplitude}$$

$$\vartheta_2 = \sqrt{\vartheta_1^2 - 2\delta - i2\beta}$$

$$\vartheta_2 \text{ komplex, falls } \vartheta_1 < \vartheta_{1c} = \sqrt{2\delta_2}$$

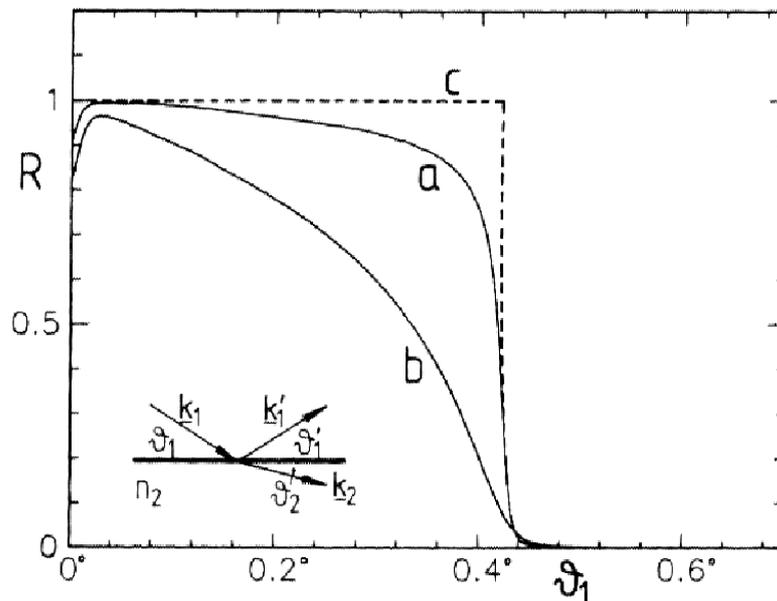
Reflektivität:

$$R = \left| \frac{A'_1}{A_1} \right|^2 = \left| \frac{\vartheta_1 - \vartheta_2}{\vartheta_1 + \vartheta_2} \right|^2$$

Unterhalb von ϑ_{1c} gilt: $R = 1$

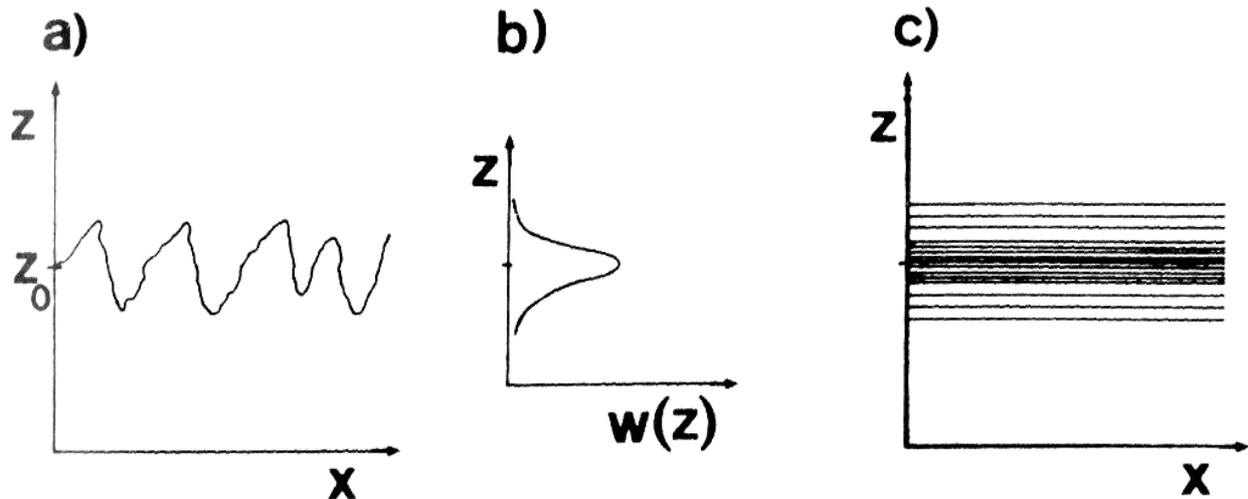
Weit oberhalb gilt: $R \sim \delta^2 / 4\vartheta_1^4$

Mit Absorption:



Reflektivität an einer Tantalprobe. Ohne Absorption wäre $R = 1$ unterhalb ϑ_{1c} (----). Die Absorption reduziert die Reflektivität. (a) $E = 9800$ eV, (b) $E = 9880$ eV. Die L_3 -Kante des Ta liegt bei 9876 eV.

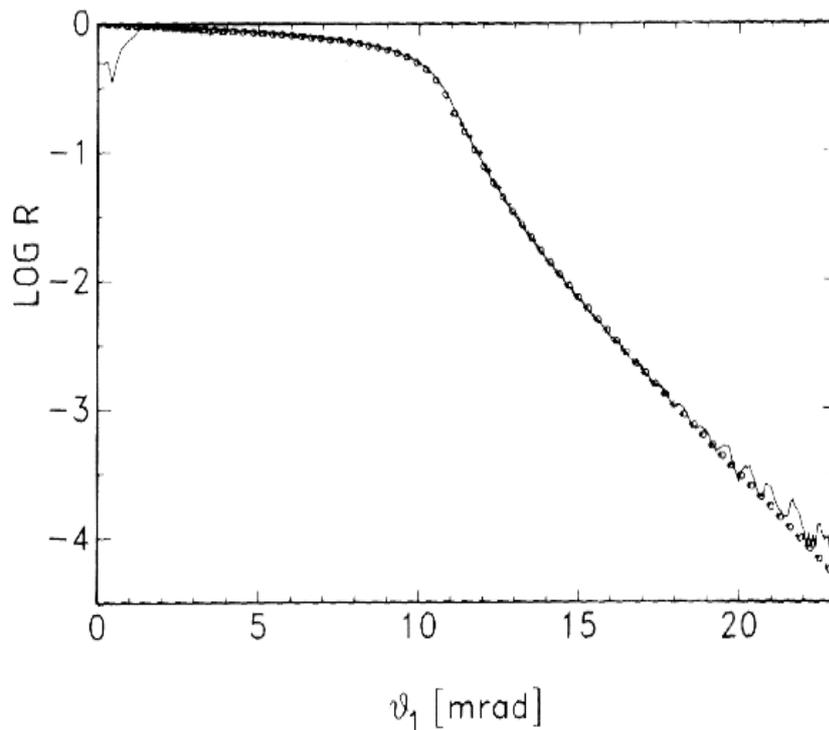
Grenzflächenrauigkeit:



Beschreibung der Rauigkeit einer Grenzfläche durch eine Schar paralleler, glatter Grenzflächen mit der gleichen (gauss'schen) Verteilungsfunktion $w(z)$.

Näherung: „Gaußverteilung glatter Oberflächen“

$$\Rightarrow R_{Rau} = R \cdot \exp(-4k_1^2 \vartheta_1 \vartheta_2 \sigma^2)$$



Messung von σ an einer dünnen Goldschicht und theoretische Berechnung

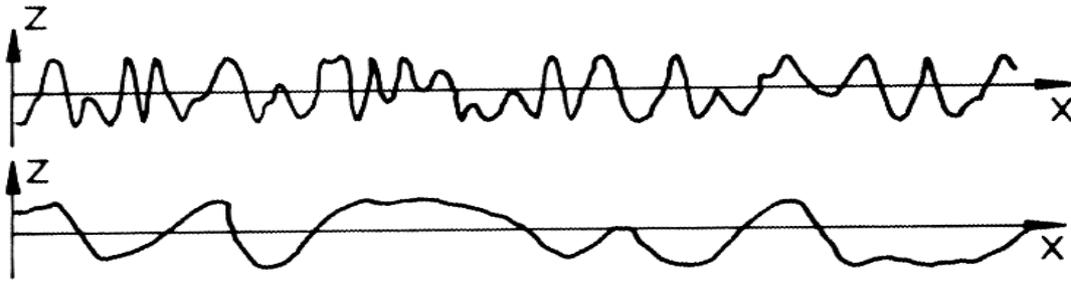
$$\sigma = 33 \text{ \AA}$$

$$E = 7.2 \text{ keV}$$

$$10 \text{ mrad} = 0.57^\circ$$

Reflektivität (—) an einer 1000 \AA dicken Goldschicht bei 7200 eV . Fit der Daten :

Korrelationsfunktion:



Rauhe Oberflächen mit gleicher vertikaler Rauigkeit σ , aber verschiedener Höhen–Höhen–Korrelationslänge ξ .

Problem: Verschieden starke Strukturierung der Oberfläche bei gleichem σ .

Ausweg: Beschreibung der rauhen Oberfläche durch Höhen–Höhen–Korrelationsfunktion:

$$C(x) = \sigma^2 \cdot \exp \left[- \left(\frac{x}{\xi} \right)^{2H} \right]$$

σ : vertikale Rauigkeit, RMS-Rauigkeit

ξ : Korrelationslänge

$H \in [0, 1]$: beschreibt die Kontur der Oberfläche

$H \ll 1 \Rightarrow$ sehr schroffe Kontur

$H \approx 1 \Rightarrow$ sanfte Kontur

Wichtig bei der Untersuchung dünner Schichten (Reflexion am Substrat) und bei Multilayern (Vielfachreflexion an den Grenzflächen).

Messmethoden:

1. Spekular-Messung: Reflektivitätsmessung

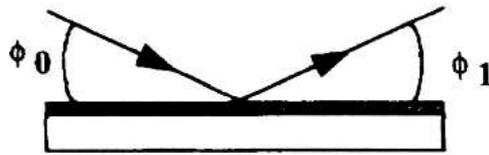


Fig. 1. GIXA configuration for XRR measurement.

$\Phi_0 = \Phi_1$ wird kontinuierlich durchlaufen

2. Detektor-Scan: Diffuse Streuung

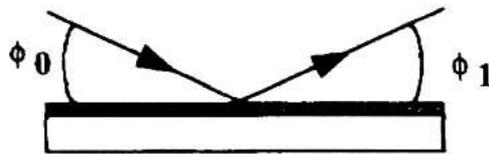


Fig. 1. GIXA configuration for XRR measurement.

Φ_0 wird festgehalten, Φ_1 wird kontinuierlich durchlaufen

3. Rocking-Kurve: „Mosaikstruktur“

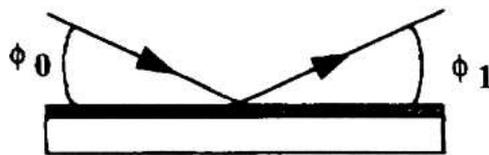


Fig. 1. GIXA configuration for XRR measurement.

Bei fest eingestelltem Φ_0 und Φ_1 wird die Probe gedreht

Beispiel: Oberflächenbeschaffenheit von dünnen Goldfilmen auf Quarz:

Au1: gesputtert in Argon-Atmosphäre: glatte Oberfläche

Au2: gesputtert in Luft: rauhe Oberfläche

Reflektivitätskurve ($E = 9.0 \text{ keV}$):

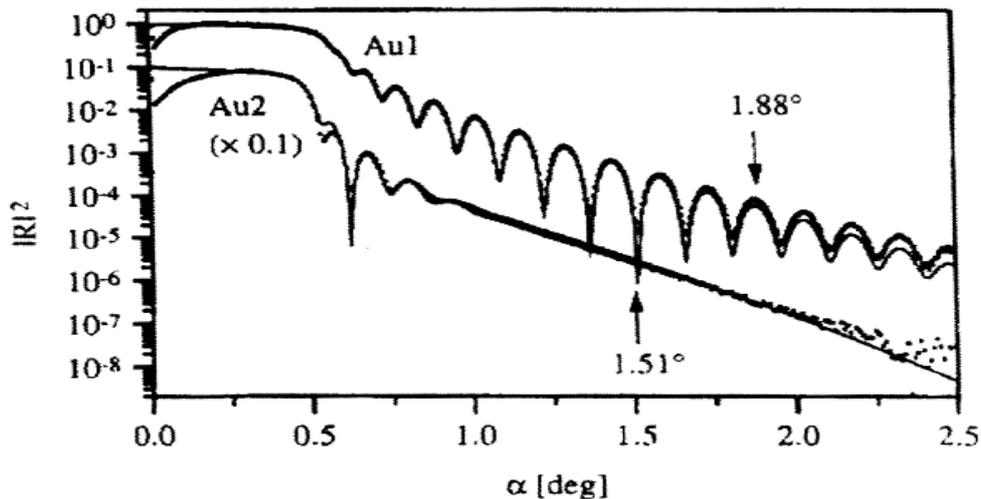
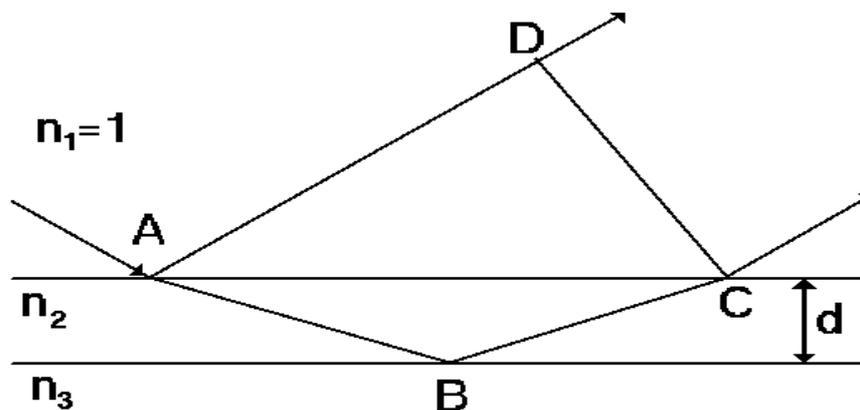


Fig. 1. Specular reflection with gold films Au1 and Au2: (●) experimental, (—) theoretical fit. The curves for Au2 are shifted in the plot.

Entstehung der Oszillationen:

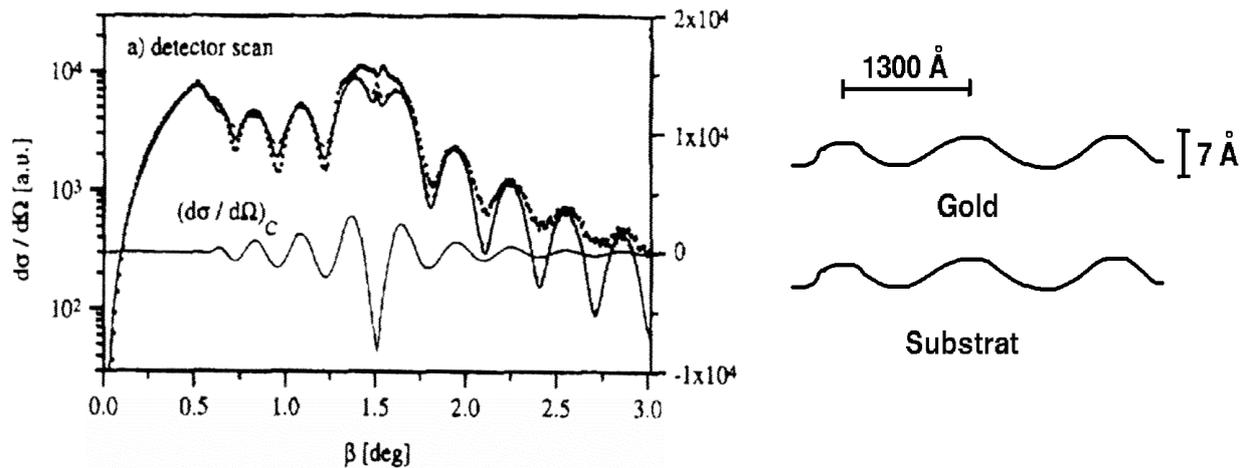


Interferenz der an der Oberfläche und am Substrat reflektierten Strahlen:

Periodenlänge \Rightarrow Schichtdicke

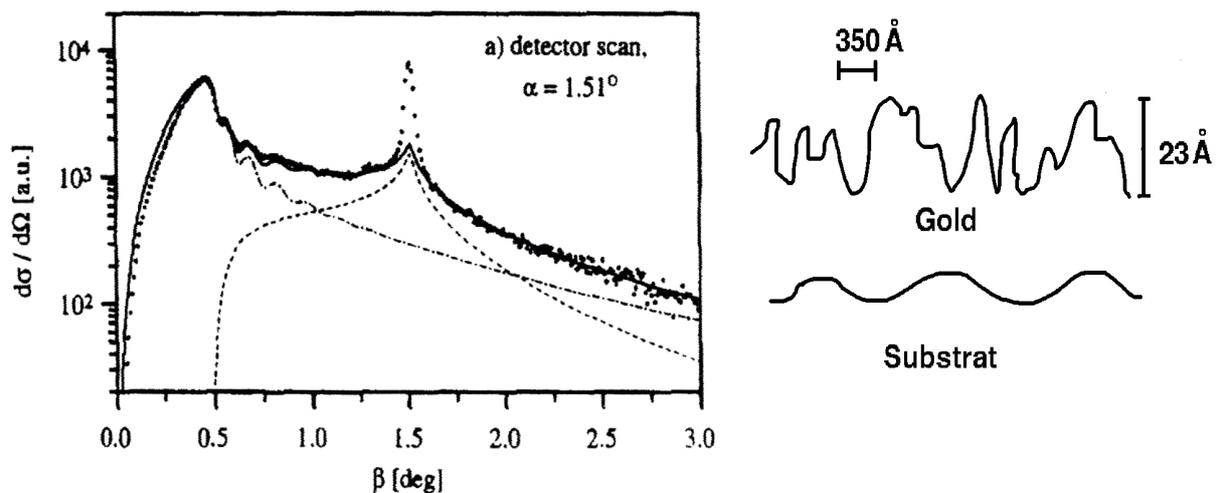
Dämpfung \Rightarrow Rauigkeit

Diffuse Streuung Au1 ($E = 9.0$ keV):



Einfallswinkel $\Phi_0 = 1.51^\circ$ (höchstes Maximum), kritischer Winkel bei etwa 0.5° (1. Maximum)

Diffuse Streuung Au2 ($E = 9.0$ keV):



Einfallswinkel $\Phi_0 = 1.51^\circ$, Überhöhung des 1. Maximums (kritischer Winkel), starke Abdämpfung der Oszillationen, Änderung der Periodizität

Au1-Film: stark ausgebildete Oszillationen

Schichtdicke $d_1 = 282\text{Å}$, $\xi = 1300\text{Å}$, $\sigma = 7.7\text{Å}$, $H = 0.25$

Au2-Film: starke Dämpfung der Oszillationen

Schichtdicke $d_2 = 235\text{Å}$, $\xi = 350\text{Å}$, $\sigma = 23.0\text{Å}$, $H = 0.75$

Substrat: $\xi = 2000\text{Å}$, $\sigma = 7.0\text{Å}$, $H = 0.25$

Beispiel: Kupfer auf Si-Substrat in wässriger Lösung

Es wird ein elektrisches Potential angelegt und der Stromfluß gemessen:

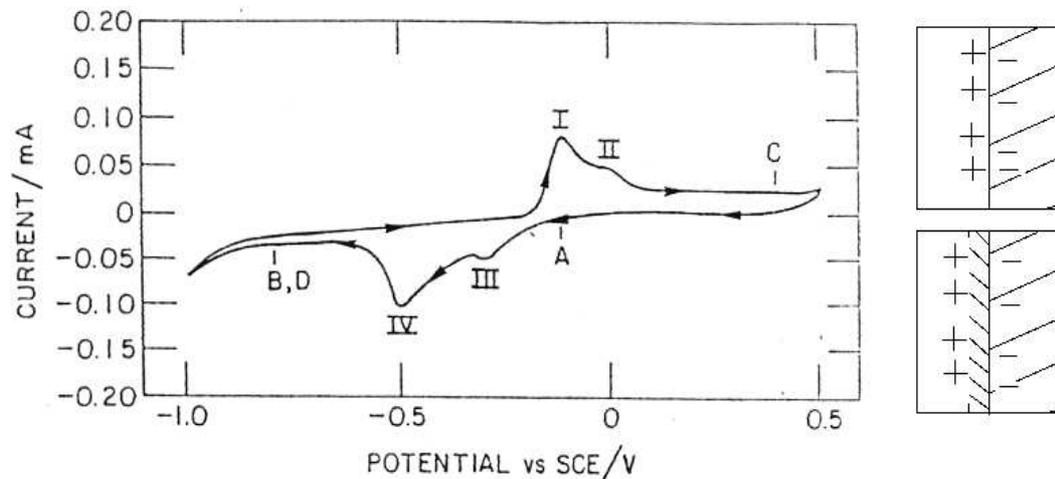
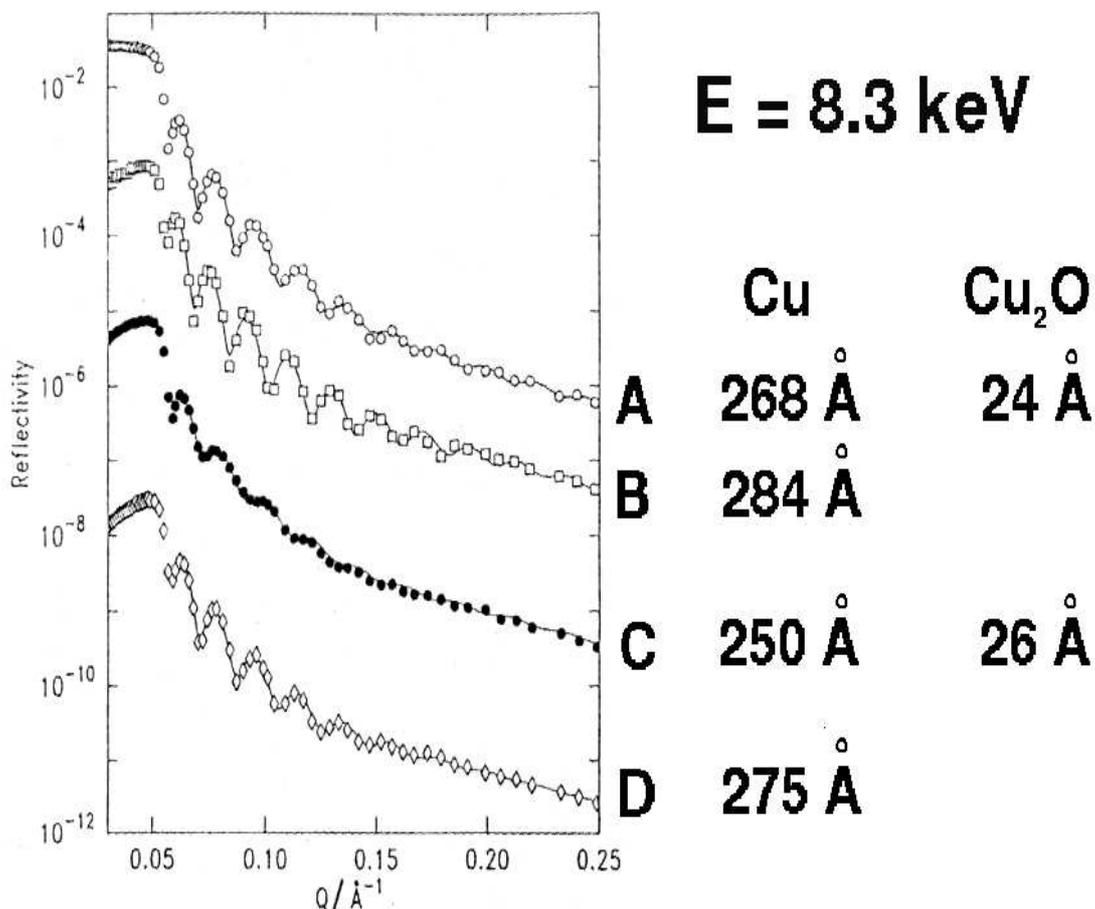


Fig. 2. Cyclic voltammogram of Cu-on-Si electrode in borate buffer solution (pH 8.4), scan rate = 10 mV/s.

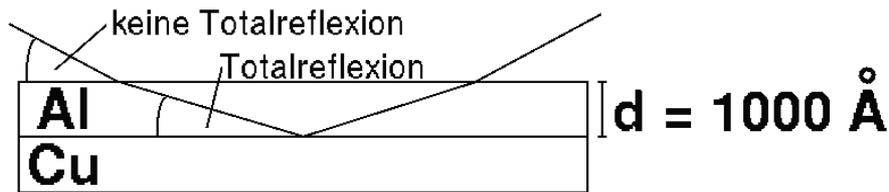
Oxidation (I, II) bzw. Reduktion (III, IV) des Kupfers beim Durchlaufen der Potentialkurve.

Änderung der Reflektivität an der Flüssig-Fest-Grenzfläche:



$$Q = \frac{4\pi \sin \vartheta}{\lambda}$$

Beispiel: Reflexion an innerer (vergrabener) Grenzfläche



Messung des Absorptionskoeffizienten bei verschiedenen Temperaturen ergibt:

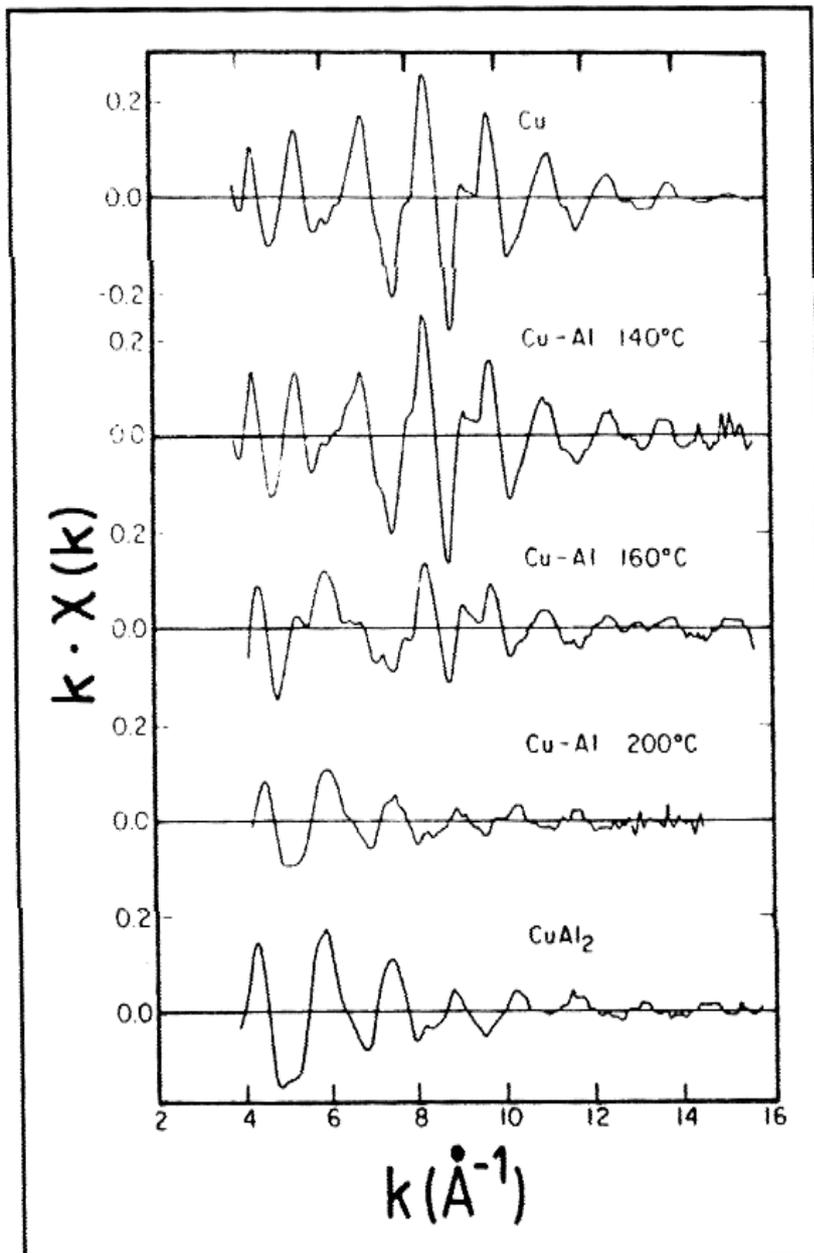


Abb. 16:
EXAFS $\chi \cdot k$ gemessen
in Fluoreszenz
bei streifendem Einfall
an einer Deckschicht aus
Al auf Cu. Die Schichten
wurden 5 Minuten
bei 140, 160 und 200°C
getempert. Zum Vergleich
sind auch die Spektren
für Cu und CuAl₂ gezeigt.

Erinnerung : bei $E = 8.6 \text{ keV}$: Al : $\vartheta_{1c} = 0.22^\circ$
Cu : $\vartheta_{1c} = 0.39^\circ$

Oberhalb von 0.22° dringt das Röntgenlicht in Al ein
Unterhalb von 0.39° erfolgt Totalreflexion am Cu

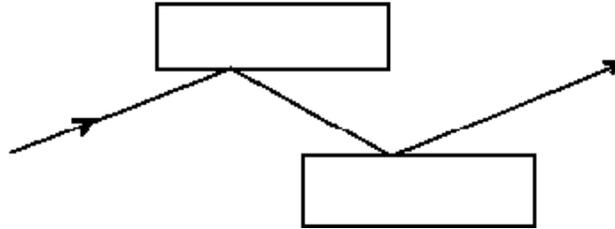
Praktische Anwendung:

Röntgenspiegel als Tiefpaß:

Erinnerung: $\vartheta_{1c} \sim \lambda$

\Rightarrow Abschneidenergie E_{max} bei festem ϑ_1

Monochromator:



Die Braggbedingung $n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \vartheta$ wird von vielen Werten für $n \cdot \lambda$ erfüllt \Rightarrow harmonische Oberwellen

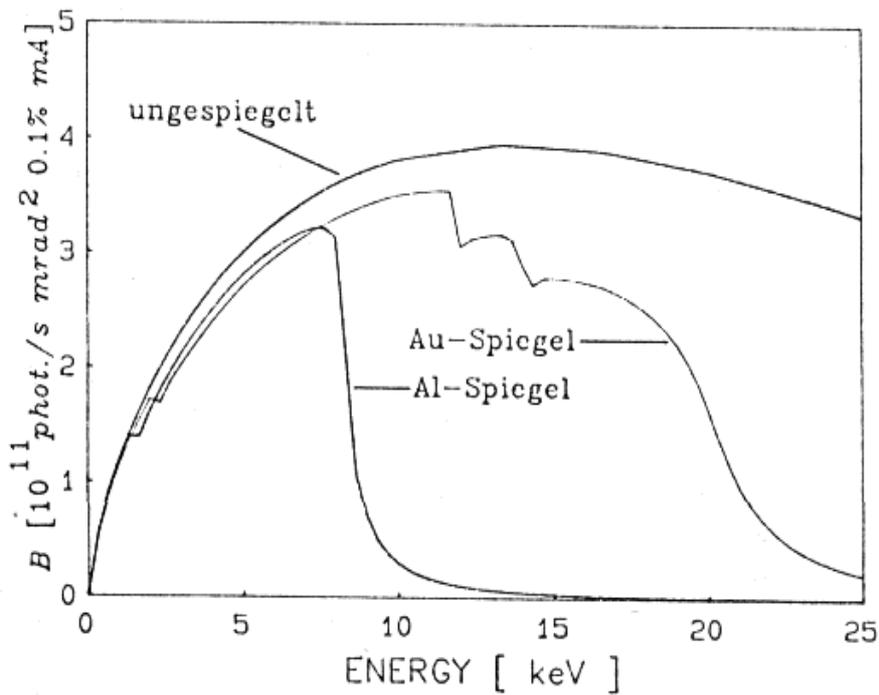
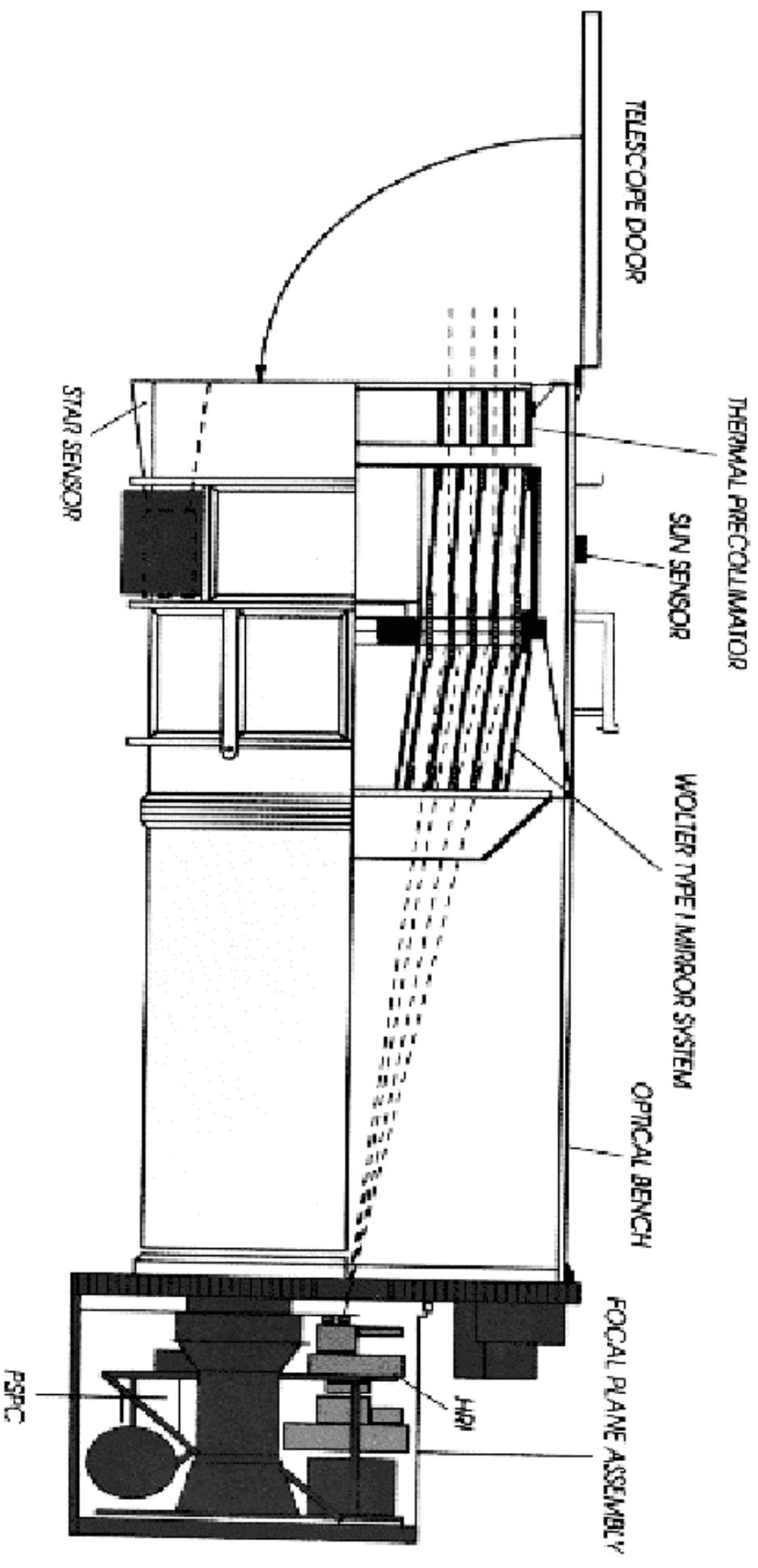


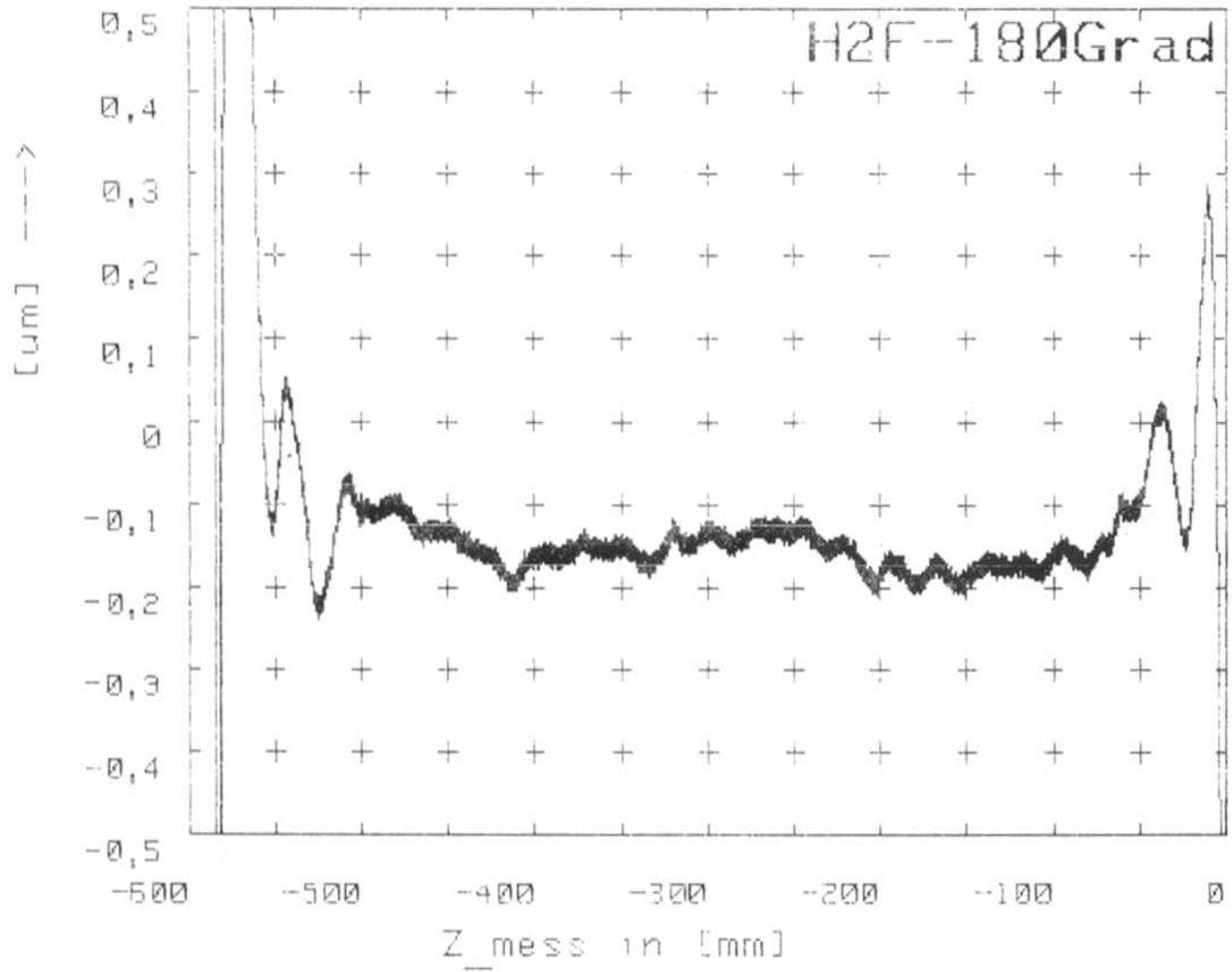
Abb.3: Doris III Spektrum ungespiegelt und hinter einem Aluminium- bzw. einem Goldspiegel, beide unter einem Winkel $\Theta = 4$ mrad im Strahl stehend. Die Struktur in der Reflexionskurve des Gold resultiert aus der Absorption an den L-Kanten.

Anwendung: Röntgenteleskop, Rosat



ROSAT:

Mantellinienmesskurve nach der Politur



2 Jun 1985 13:44 Messung #93

Zusammenfassung: Reflexion von Röntgenstrahlen

Brechungsindex $n < 1$, Totalreflexion

Untersuchung von Schichten und Oberflächen

- Fest-gasförmige (Vakuum) Grenzflächen
- Fest-flüssig Grenzflächen
- Fest-fest Grenzflächen
- Zerstörungsfrei

Anwendung:

- Röntgenspiegel als Tiefpaß
- Röntgenspiegel zur Fokussierung (ROSAT)

Literatur:

B. Lengeler, „Röntgenabsorptionsspektroskopie bei Totalreflexion“, 17. IFF-Ferienkurs, KFA Jülich

B. Lengeler, „Röntgenreflexion und diffuse Streuung an Grenzflächen“, 23. IFF-Ferienkurs, KFA Jülich

S. Jakosch, „Röntgenoptik für Synchrotronstrahlung hoher Leistung“, 23. IFF-Ferienkurs, KFA Jülich

A.J.G. Leenaers, J.J.A.M. Vrakking, D.K.G. de Boer, „Glancing incidence X-ray analysis: more than just reflectivity!“, Spectrochimica Acta Part B 52 (1997) 805-812, Elsevier

C. Schug, P. Lamparter, S. Steeb, „X-ray reflection and diffuse scattering from sputtered gold films“, Physica B 248 (1998) 62-66, Elsevier

C.A. Melendres, H. You, V.A. Maroni, Z. Nagy, „Specular X-ray reflection for the 'in situ' study of electrode surfaces“, J. Electroanal. Chem 297 (1991) 549-555, Elsevier

Bergmann, Schäfer, „Experimentalphysik Band 3: Optik“, de Gruyter

Prospekt der Firma Zeiss „Deutscher Röntgensatellit ROSAT“