

**Fakultät für Physik und Astronomie
Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg**

Bachelorarbeit

Im Studiengang Physik

vorgelegt von

Thorwald Klapdor-Kleingrothaus

aus Heidelberg (Deutschland)

Herstellung und Charakterisierung dünner Metallschichten als Filter und Spiegel für Neutronenleiter mittels einer Sputteranlage

Die Bachelorarbeit wurde von Thorwald Klapdor-Kleingrothaus ausgeführt am
Physikalischen Institut der Universität Heidelberg
unter der Betreuung von
Herrn Priv.-Doz. Dr. Ulrich Schmidt

Kurzdarstellung

Neutronenexperimente sind fast immer durch die Neutronenintensität am Experimentierplatz limitiert. Die Neutronen müssen oft über größere Distanzen von 50 m bis 100 m von ihrem Entstehungsort durch sogenannte Neutronenleiter zu den Experimentierplätzen geleitet werden. Bei diesen Neutronenleitern handelt es sich meist um rechteckige, evakuierte Glasröhren. Diese Neutronenleiter besitzen innen eine ^{58}Ni -Beschichtung und leiten die Neutronen mittels Totalreflexion. Der vom Neutronenleiter akzeptierte Raumwinkel hängt vom kritischen Winkel θ_{tot} für die Neutronenbrechung ab. Durch eine Vergrößerung des kritischen Winkels über den Totalreflexionswinkel hinaus kann der Neutronenfluss im Leiter wesentlich verbessert werden, da der Neutronenfluss proportional zu θ^2 ist. Dies lässt sich mit Vielschichtstrukturen (Supermirrors) erreichen. Diese Vielschichtstrukturen nutzen die Bragg-Reflexion aus, um so den reflektierenden Winkelbereich zu vergrößern.

Die Aufgabe dieser Bachelorarbeit war es, nicht-depolarisierende Neutronenleiter mit Kupfer und Titan herzustellen, die dia- bzw. paramagnetisch sind im Gegensatz zum ferromagnetischen ^{58}Ni . Die Herstellung der Schichten wurde mittels einer Magnetron-sputteranlage durchgeführt. Es wurde eine Methode angewandt, mit der es möglich war, die Schichtdicken durch optische Transmissionsmessungen zu bestimmen. Zum Vergleich wurden einige hergestellte Schichten mittels Röntgendiffraktometrie vermessen und die Ergebnisse mit der optischen Methode verglichen.

Abstract

In neutron experiments the neutron intensity at the location of the experiments often is the limiting factor. So called neutron guides are often used to guide the neutrons over distances of typically 50 to 100 meters from their place of origin to the experiment. Usually, rectangular glass tubes, coated inside with a layer of nickel, serve as such guides. They work by means of total internal reflection. The solid angle accepted by the neutron guide depends on the critical angle θ_{tot} for the neutron refraction. If the critical angle is increased beyond the angle of total reflection, the neutron flux through the neutron guide will be significantly improved as the neutron flux is proportional to θ^2 . This can be achieved with a multilayer structure (so called supermirrors). These multilayer structures use Bragg-reflection in order to increase the reflective angle.

The task of this bachelor thesis was to establish a non-depolarizing neutron guide with copper and titanium, which are dia- and paramagnetic, respectively, in contrast to the ferromagnetic nickel. The layers are produced in a magnetron sputtering device. A method was developed to determine the thickness of the layers by optical transmission. The thickness of some of the produced layers was also determined by X-ray diffraction. The results of the X-ray diffraction were compared with the results of the optical transmission method.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
1.1. Motivation	1
1.2. Neutronenleiter	1
1.2.1. Neutronen	1
1.2.2. Klassifizierung von Neutronen	1
1.2.3. Neutronenleiter	2
1.2.4. Prinzip der Neutronenleiter	3
1.3. Sputtern als Beschichtungsverfahren	5
2. Erzeugung der Schichten	9
2.1. Aufbau der Sputteranlage	9
2.2. Erzeugung der Schichten	11
3. Bestimmung der Schichtdicken	15
3.1. Schichtcharakterisierung durch Transmissionsmessungen	15
3.1.1. Aufbau des Spektrometers	15
3.1.2. Kalibration des Photospektrometers	17
3.1.3. Theorie zur Methode der optischen Transmissionsmessung	19
3.1.4. Auswertung mit <i>Mathematica</i>	23
3.1.5. Ergebnisse	25
3.2. Röntgendiffraktometer im Vergleich zu optischer Transmissionsmessung	27
4. Zusammenfassung und Ausblick	31
A. Konventionen	33

1. Einleitung

1.1. Motivation

Experimente mit kalten Neutronen können wesentliche Information zu der Physik *jenseits* des Standardmodells der Elementarteilchen liefern [Kon10] [Gru08] [Dub99] [Dub10]. Die für solche Experimente verwendeten Neutronen müssen im Allgemeinen von einer Neutronenquelle (z.B. Reaktoren) bis zu 100 m zum Experimentierplatz geleitet werden. Die Effizienz der hierzu eingesetzten Neutronenleiter ist daher ein entscheidender Faktor im Hinblick auf hinreichende Neutronenintensitäten am Experiment.

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit einer Optimierung von Neutronenleitern durch die Herstellung und Untersuchung von Beschichtungen der inneren Wände von Neutronenleitern mit verschiedenen Materialien, um Intensitätsverluste zu minimieren und auf die Polarisation des Neutrons keinen Einfluss zu nehmen.

1.2. Neutronenleiter

1.2.1. Neutronen

Ein Neutron ist ein elektrisch neutrales Baryon, welches zusammen mit Protonen die Atomkerne bildet. Mit dem Spin $\frac{1}{2}$ gehört es zu den Fermionen. Das freie Neutron ist instabil. Der Zerfall wird durch die schwache Wechselwirkung hervorgerufen :

$$n \rightarrow p + e^- + \bar{\nu}_e + 0.78 \text{ MeV.}$$

1.2.2. Klassifizierung von Neutronen

Man unterscheidet Neutronen anhand ihrer Energien (s. Tab. 1.1)

1. Einleitung

Typ	kinetische Energie
ultrakalte Neutronen	≤ 300 neV
sehr kalte Neutronen	$0.3 \mu\text{eV} \leq \dots \leq 50 \mu\text{eV}$
kalte Neutronen	~ 2 meV
thermische Neutronen	~ 0.025 eV
epithermische Neutronen	0.4 eV - 1 MeV
mittelschnelle Neutronen	100 eV – 100 keV
schnelle Neutronen	100 keV – 50 MeV
relativistische Neutronen	≥ 1 GeV

Tabelle 1.1.: Neutronenklassifikation [Uni04] [Bro02]

Thermische Neutronen

Um thermische Neutronen zu erhalten, werden die freigesetzten Neutronen durch einen Moderator abgebremst (ähnlich wie in Kernkraftwerken). Dazu wird meist Wasser, „schweres Wasser“ oder auch Graphit benutzt. Nach genügend Stößen der Neutronen in dem Moderator haben die Neutronen eine Energie von weniger als 100 meV. Die thermischen Neutronen stehen im thermischen Gleichgewicht mit dem Moderator und haben eine Wellenlänge von 1.8 \AA bei 25 meV [Uni04].

Kalte Neutronen

Kalte Neutronen befinden sich im thermischen Gleichgewicht mit einer stark gekühlten Umgebung von ≈ 25 K (beispielsweise: flüssiges Deuterium als Moderator). Die typische Energie der kalten Neutronen ist 2 meV.

1.2.3. Neutronenleiter

Die Idee von Neutronenleitern ist, kalte Neutronen möglichst ohne Transportverluste über große Distanzen zu leiten. Bei Neutronenleitern handelt es sich in der Regel um evakuierte Glaskörper, meist rechteckiger Form, die im Allgemeinen innen mit ^{58}Ni beschichtet sind. Mit diesen Neutronenleitern ist es möglich, niederenergetische Neutronen über längere Distanzen, bis zu 100 m [FRM], mit nur sehr geringem Intensitätsverlust zu leiten. Ihr Nutzen zeigt sich ganz klar, wenn mehrere Experimente um komplizierte Neutronenquellen aufbaut werden sollen, wie zum Beispiel am Institut Laue-Langevin in Grenoble, an der Forschungsquelle am Heinz Maier-Leibnitz Institut in München oder am Berliner Experimentier-Reaktor am Helmholtz-Zentrum für Materialien und Energie

in Berlin.

1.2.4. Prinzip der Neutronenleiter

Werden die Neutronen durch eine Materiewelle beschrieben, so lässt sich die Brechung an einem Material, ähnlich wie bei sichtbarem Licht, bestimmen. Wird als Neutronenleiter eine evakuierte Glasröhre genutzt, so werden die Neutronen nur durch Totalreflexion weitergeleitet. Die Totalreflexion tritt aber nur unter sehr flachen Auftreffwinkeln auf. Dies liegt zum Einen daran, dass sich die Brechzahlen vom Glas und Vakuum nur geringfügig unterscheiden. So werden meist nur kalte Neutronen reflektiert. Um den Unterschied der Brechzahlen zwischen Neutronenleiter und Vakuum zu vergrößern und somit die Leitung zu verbessern, wird bislang im Allgemeinen eine Nickelschicht auf das Glas aufgebracht. Heutzutage werden sogenannte Supermirrors als Neutronenleiter verwendet. Diese bestehen aus mehreren, sehr dünnen Metallschichten auf einem Träger, der meist aus Glas besteht. Bis zum Grenzwinkel kann die Totalreflexion ausgenutzt werden, und im Anschluss daran werden die Maxima der Bragg-Reflexion ausgenutzt, die mit zunehmendem Winkel abfallen. Die Herstellung dieser Supermirrors findet meist durch Sputtern (siehe Kapitel 1.3) statt.

Supermirror Die Idee der Supermirrors oder auch Vielschichtspiegel stammt von Mezei [Mez77]. Die Vielschichtspiegel (s. Abb. 1.1) bestehen nach Möglichkeit aus mehreren Einzelschichten zweier verschiedener Materialien mit einem möglichst stark unterschiedlichen Brechungsindex. Dazu werden heutzutage Nickel und Titan verwendet (s. Abb. 1.1). Eine weitere Bedingung an diesen Stapel von Einzelschichten ist, dass er möglichst viel konstruktive Interferenz erzeugt. Durch die verschiedenen Brechungsindizes wird an jeder Grenzfläche ein Teil der Amplitude reflektiert und ein Teil transmittiert. Die so entstehenden Partialwellen interferieren. Um ganze Wellenlängen- oder auch Winkelbereiche reflektieren zu können, müssen in dem Supermirror für jede Wellenlänge und jeden Winkel eine ideale Schichtabfolge mit entsprechenden Schichtdicken vorkommen, die konstruktiv interferieren. Damit sich der gesamte Vielschichtspiegel wie ein Einzelschichtspiegel verhält mit einem größeren kritischen Winkel, muss der Bereich, der durch den Supermirror abgedeckt wird, an den Winkel der Totalreflexion anschließen. Um die Polarisation der Neutronen nicht zu beeinflussen, ist es andererseits notwendig, keine ferromagnetischen Materialien wie zum Beispiel Nickel zu benutzen, da für das ferromagnetische Nickel das Vorzeichen der magnetischen Streulänge von der Spinstellung des Neutrons zum Magnetfeld abhängig ist (s. z.B. [Sch95]). Optimierte Schichtdicken

1. Einleitung

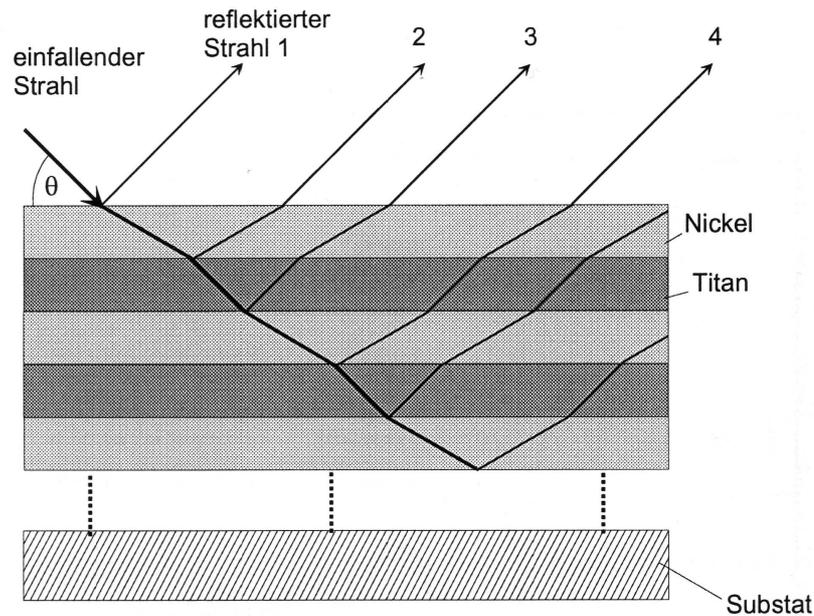


Abbildung 1.1.: schematischer Aufbau eines typischen Supermirrors aus Nickel und Titan [Fie98]

für Supermirrors bestehend aus Ni oder Cu und Mn oder Ti sind bereits in [Sch79] abgeschätzt worden. Als geeigneter Ersatz für das Nickel wurde in dieser Arbeit das diamagnetische Kupfer untersucht.

Alle Neutronenquellen arbeiten mit Kernreaktionen (Reaktoren, Spallationsquellen [Bro02]). Die somit entstehende Untergrundstrahlung, bestehend aus γ -Strahlen, hochenergetischer β -Strahlung und anderen Spaltprodukten, wird an den Neutronenleiterwänden aus dem Strahlengang gestreut. Somit wird das Verhältnis von Signal zu Untergrund durch einen längeren Neutronenleiter verbessert.

Der Untergrund lässt sich durch einen Trick auch vollständig ausfiltern: Dazu wird der Neutronenleiter gekrümmt und nach hinreichender Länge von 20 m – 50 m ist der Untergrund herausgefiltert [FRM]. Durch diesen Trick werden auch höherenergetische Anteile des Neutronenspektrums unterdrückt. Heutzutage sind alle Neutronenleiter so weit gekrümmt, dass die Experimente nicht mehr von den aus der Neutronenquelle austretenden γ -Strahlen getroffen werden können.

1.3. Sputtern als Beschichtungsverfahren

Sputtern bedeutet im Allgemeinen, dass durch Beschuss eines Festkörpers (Target) mit energiereichen Teilchen, die in einem elektrischen Feld beschleunigt wurden, Atome aus diesem Festkörper herausgelöst werden, und dass diese auf der zu beschichtenden Oberfläche kondensieren. Mit Hilfe von Sputtern lassen sich einfach Schichtdicken von weniger als $5\ \mu\text{m}$ herstellen. [Sei08]

Die Zahl der verschiedenen Sputtertechniken ist groß. Unter anderem gehören dazu:

- Gleichspannungs-Glimmentladungssputtern
- Hochfrequenz-Glimmentladungssputtern
- Magnetronsputtern
- Ionenstrahlsputtern
- Reaktives Sputtern

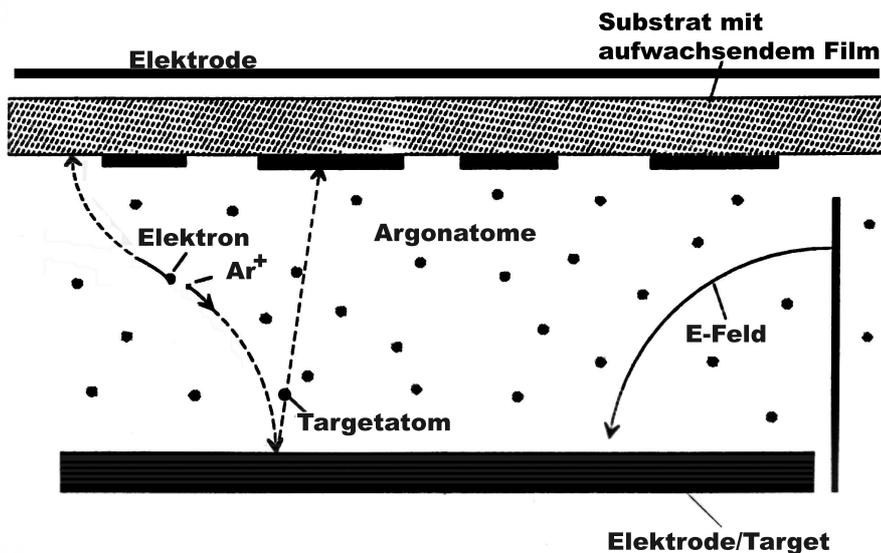


Abbildung 1.2.: Prinzip des Sputterns mit Argon als Prozessgas. Die auf dem Substrat aufwachsende Schicht beginnt mit der Bildung von Inseln, die zu einem Film koalieren [Sti95].

Gleichspannungs-Glimmentladungssputtern

Hierbei wird in einem Niederdruckplasma eine Glimmentladung durch eine konstante Gleichspannung zwischen zwei Elektroden erzeugt. Als Kathode dient ein elektrisch leitendes Target, während über dem Substratkarussell die Anode liegt (s. Abb. 1.2). Die,

1. Einleitung

durch das E-Feld, energiereicheren Elektronen ionisieren die Gasatome. Bei jedem Stoß wird ein weiteres Elektron frei und ionisiert weitere Atome. Durch diesen Prozess kann das Plasma selbstständig brennen. Die ionisierten Gasatome schlagen Atome aus dem Target heraus, die dann am Substrat kondensieren.

Hochfrequenz-Glimmentladungsputtern

Die Glimmentladung wird mit einer hochfrequenten Wechselspannung betrieben. Dabei wird der Hochfrequenzgenerator mit einem Kondensator und dem Plasma in Reihe geschaltet. Die Kondensatoren werden als „Match Box“ bezeichnet. Sie sorgen unter anderem dafür, dass die volle Leistung bei den Targets ankommt. Hauptsächlich dienen die Match Boxes aber dazu, den Gleichspannungsanteil abzutrennen und das Plasma elektrisch neutral zu halten. Um das Gas zum Beschuss des Targets zu verwenden, darf es

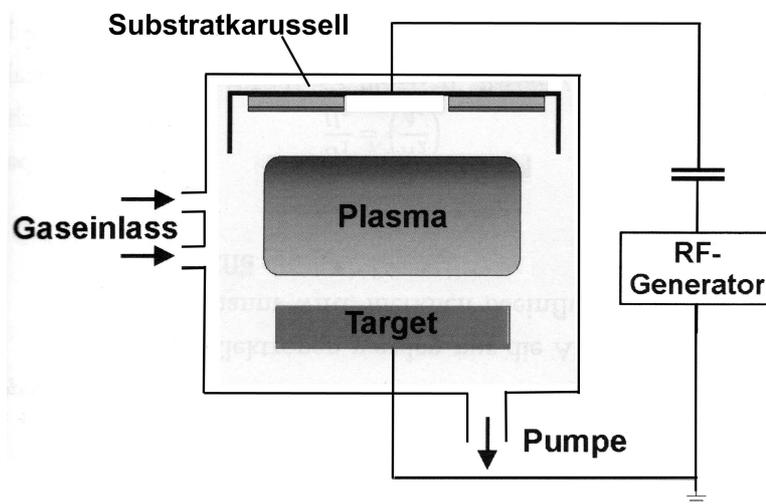


Abbildung 1.3.: Aufbau beim Hochfrequenzputtern (schematisch). (RF = *radio frequency*)

nicht mit dem Target weiter reagieren. Somit ist ein Edelgas erforderlich, welches leicht zu ionisieren ist, wie zum Beispiel Argon. Durch Elektronen, die eine Energie oberhalb der Ionisationsenergie haben, wird ein Argonplasma gezündet. Die Argonionen oszillieren im Wechselfeld und können so höhere Energien erreichen. Durch Impulsübertrag werden Atome aus dem Targetmaterial durch die energiereichen Argonatome (200 eV bis 300 eV) herausgeschlagen. Die neutralen Targetatome haben danach eine Energie von ca. 20 eV. Die Targetatome wandern durch das Plasma zum Substrat, um dort zu kondensieren. Durch die oszillierenden Elektronen im Plasma, die sich mit den Argonatomen stoßen, wird eine hohe Plasmarate gewährleistet. Durch die Wechselspannung ist es auch mög-

lich, Isolatoren als Target zum Sputtern zu verwenden, da nicht, wie beim Gleichspannungssputtern, Strom durch das Target fließt.

Magnetronzerstäubung

Magnetronsputtern wird entweder zusammen mit Gleichstrom- oder Hochfrequenzsputtern genutzt. Dazu wird zusätzlich noch ein Magnetfeld an das Target angelegt. Mit dem Magnetfeld – auch *Elektronenfalle* genannt – lässt sich bis zu einem gewissen Grad verhindern, dass Elektronen aus dem Plasma entweichen. Dem liegen zwei Effekte zu Grunde:

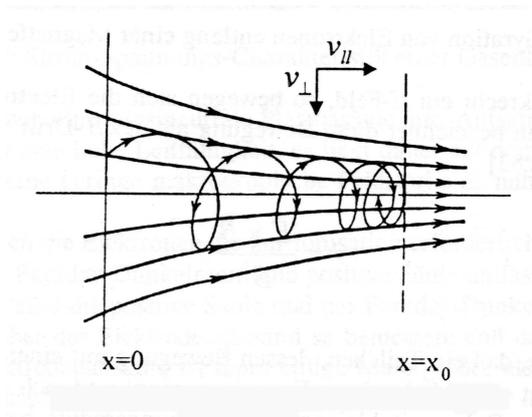


Abbildung 1.4.: Magnetischer Flascheneffekt, der auch beim Magnetronsputtern genutzt wird [Sti95].

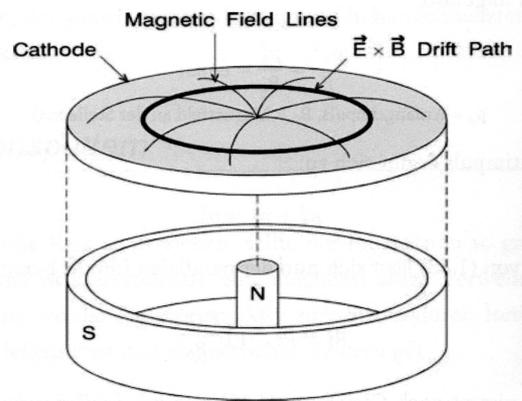


Abbildung 1.5.: Vollständige Bewegung der Elektronen beim Magnetronsputtern

1. Magnetischer Flascheneffekt

Ein Magnetfeld, welches in der Mitte relativ schwach ist und nach beiden Seiten in Richtung der Feldlinien stärker wird, wird als eine *magnetische Flasche* bezeichnet (s. Abb. 1.4). Bewegt sich ein Elektron durch die Mitte dieses Magnetfelds mit der Geschwindigkeitskomponente v_{\perp} , so erfährt es eine Lorentzkraft $\vec{F} = e\vec{v} \times \vec{B}$, die es auf eine Kreisbahn um die \vec{B} -Feldlinien zwingt. Die andere Geschwindigkeitskomponente v_{\parallel} bleibt unangetastet. Im Bereich des stärkeren Feldes stehen v_{\parallel} und die Feldlinie unter einem Winkel θ zueinander. Nun hat die Lorentzkraft eine Komponente in x-Richtung: $F_{\parallel} = ev_{\parallel}|\vec{B}|\sin(\theta)$. Diese Kraft wirkt in $-x$ -Richtung. Das Elektron wird so durch den Feldgradienten an beiden Seiten jeweils reflektiert, und ist im Magnetfeld gefangen.

1. Einleitung

2. $\vec{E} \times \vec{B}$ -Drift

Ein senkrecht zu einem \vec{B} -Feld anliegendes \vec{E} -Feld führt zu einem Driften eines Elektrons senkrecht zu beiden Feldern. Durch seine Geschwindigkeitskomponente v_{\perp} zum \vec{B} -Feld wird es auf eine Kreisbahn gezwungen (s. Abb. 1.5). Das \vec{E} -Feld beschleunigt das Elektron auf der einen Bahnhälfte und bremst es auf der anderen ab. Der Radius

$$r = \frac{mv^2}{eBv_{\perp}} \quad (1.1)$$

ist geschwindigkeitsabhängig und somit für beide Bahnhälften verschieden, so dass keine geschlossene Kreisbahn mehr entsteht. Durch eine geeignete Geometrie des Magnetfeldes lässt sich diese Drift zu einer geschlossenen Bahn bringen. [Fie98]

Realisiert wird dies durch einen Permanentmagneten und einen Polschuh aus Weicheisen direkt unter dem Target.

Durch die höhere Elektronenkonzentration über dem Target kann der Druck im Rezipienten abgesenkt werden, ohne dass das Plasma erlischt. Durch den niedrigeren Druck haben die Targetatome, die das Substrat erreichen, höhere Energien als bei höherem Druck. Durch die höhere Energie entsteht eine höhere Haftung der Targetatome am Substrat.

Ein Nachteil der Methode ist, dass die Rauheit der Schicht im Allgemeinen sehr hoch ist. [Fie98]

2. Erzeugung der Schichten

Das Ziel dieser Arbeit war zunächst die Herstellung von dünnen Kupferschichten mit Hilfe einer Sputteranlage als Vorstufe für die Herstellung absolut nicht magnetischer Vielschichtspiegelsysteme. Diese Kupferschichten sollten dann optisch untersucht werden. Zudem wurde auch mit den Materialien Titan, Aluminium und Permalloy experimentiert.

2.1. Aufbau der Sputteranlage

Es stand eine Sputteranlage der Firma Alcatel (Modellnummer SMC859) zur Verfügung. Der ursprüngliche Aufbau der Anlage wurde im Laufe der Zeit oft verändert. Stattdessen entspricht der Aufbau der Anlage dem Aufbau, wie er auch schon in einer Diplomarbeit [Mor07] genutzt wurde. Mit dieser Anlage ist Hochfrequenz-, Gleichspannungs- sowie Magnetronspütern möglich. Der aktuelle Aufbau (s. Abb. 2.2) lässt sich in folgende Punkte unterteilen

- der Rezipient
- das Vakuumsystem
- die Schleuse

und wird im Folgenden beschrieben.

Rezipient

Der Rezipient besteht aus einem Boden- und einem Deckelteil (s. Abb. 2.1).

In dem Bodenteil befinden sich vier horizontal liegende Sputterköpfe (Targets), die über eine Wasserkühlung gekühlt werden. Über den Sputterköpfen ist ein Shutter befestigt, der die nicht aktiven Sputterköpfe abdeckt. Dieser hatte zu Beginn der Bachelorarbeit eine leichte Fehlstellung, die durch eine Korrektur im Steuerungsprogramm behoben

2. Erzeugung der Schichten

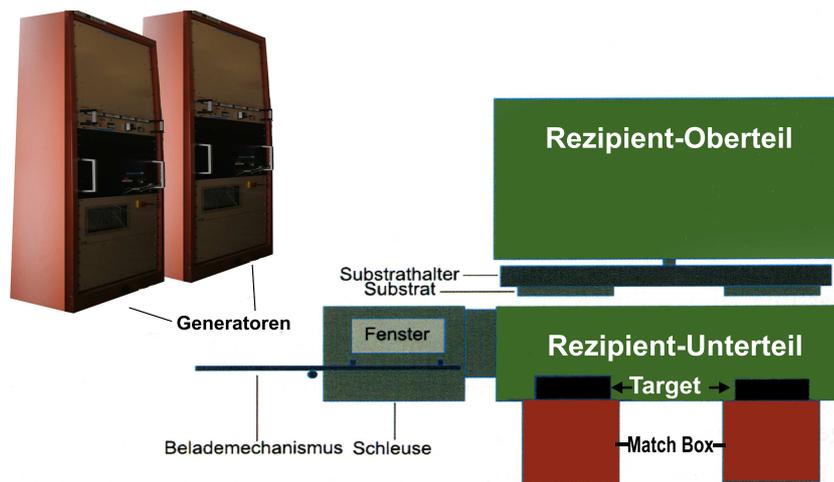


Abbildung 2.1.: Schematische Übersicht über den Aufbau der gesamten Sputteranlage

werden konnte. Die Sputterköpfe werden mit Druckluft getriebenen RF-Umschaltern geschaltet. Unter den RF-Umschaltern sind noch die sogenannten *Match Boxes* (s. Abb. 2.3) angebracht, die dafür sorgen, dass die Generatorleistung auch wirklich die Sputterköpfe erreicht (s. Kap. 1.3).

In dem Deckelteil befinden sich Motoren, die das Substrat über die Sputterköpfe hinwegbewegen.

Das Vakuumsystem

Die Sputterkammer wird über drei Pumpen evakuiert (s. Abb. 2.4). Dieser Aufbau, eine leistungsstarke Turbomolekularpumpe mit zwei nachgeschalteten Vorpumpen, ist nötig, um die geforderte Saugleistung zu garantieren, die benötigt wird, wenn das Prozessgas (Argon) einströmt. Mit diesem Pumpsystem ist es auch möglich, die Sputteranlage nach einem Öffnen schnell wieder einsatzfähig zu bekommen. Die Leistung dieses Pumpsystems ist so großzügig dimensioniert, dass es während des Sputterns nötig war, die Saugleistung mit dem Regelventil herunterzufahren. Über drei verschiedene Manometer konnte der Druck gemessen werden:

1. Piranisonde: Druckbereich von 100 mbar bis 10^{-3} mbar,
2. Baratron: Druckbereich von 10^{-1} mbar bis 10^{-4} mbar,
3. Ionisationsmessgerät: von Druckbereich 10^{-4} mbar bis 10^{-9} mbar.

Das Baratron wurde am Computer über das *Monitoring Programm* ausgelesen. Dabei wurde beobachtet, dass es um eine Potenz falsch anzeigt (Beispiel: angezeigt: 0.9×10^{-3} mbar,



Abbildung 2.2.: Bild des aktuellen Aufbaus der Sputteranlage am Physikalischen Institut in Heidelberg

in Wirklichkeit 9×10^{-3} mbar). Das Baratron wurde während des Prozessgasflusses zum Bestimmen des Drucks benutzt.

Die Schleuse

Durch die Schleuse ist es möglich, die Sputterkammer auch im evakuierten Zustand zu beladen. Über einen Transferarm kann der Substrathalter dann in die Sputterkammer geführt werden. Die Evakuierung der Schleuse geschieht über zwei separate Pumpen (s. Abb. 2.4).

2.2. Erzeugung der Schichten

Die Schichten wurden mit der oben beschriebenen Sputteranlage hergestellt. Als Substrat dienten Glasplättchen, wie sie auch als Objektträger in der Mikroskopie verwendet werden. Diese Glasplättchen zeichnen sich durch eine sehr glatte Oberfläche aus. Sie wurden mit Hochfrequenzsputtern und gleichzeitig Magnetronsputtern beschichtet. Dazu mussten je nach Material und Größe des Targets unterschiedliche Generatorleistungen gewählt werden:

1. Kupfer: 800 W

2. Erzeugung der Schichten

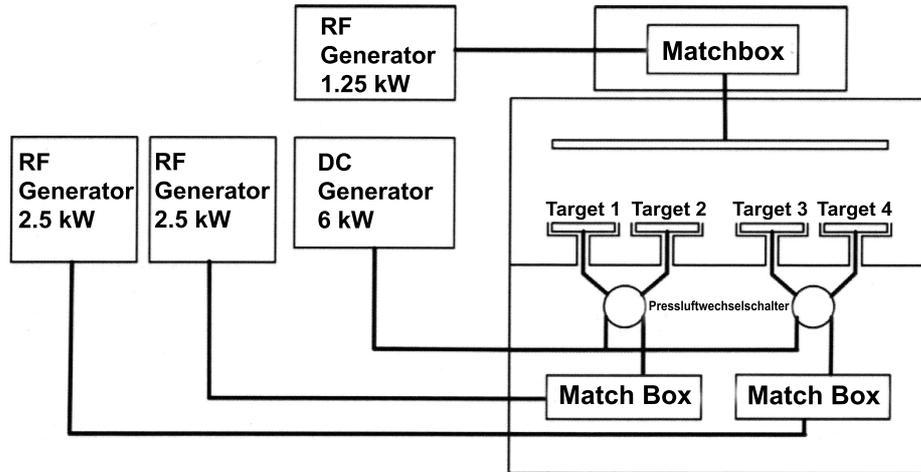


Abbildung 2.3.: Übersicht über die Einspeisung der elektrischen Leistung

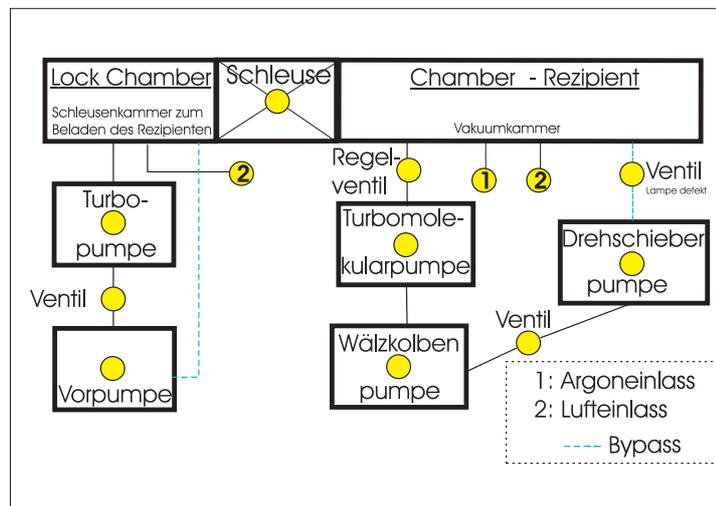


Abbildung 2.4.: Pumpsystem der Sputteranlage

2. Titan: 600 W
3. Aluminium: 600 W
4. Permalloy: 300 W

Die Substrate lassen sich in der Sputteranlage selbst noch durch eine in-situ Methode reinigen. Diese Methode ist die sogenannte „Backsputtermethode“. Dazu wurden die Glasplättchen eingeschleust und mit Argon beschossen, um so noch mögliche Verunreinigungen von den Glasplättchen zu entfernen. Während dieser Arbeit wurde dies an verschiedenen Plättchen (Kupfer: 3, 4, 5; Titan: 12, 13) (siehe Tabelle 3.2) ausprobiert, zeigte aber nur einen vernachlässigbaren Effekt.

Es wurden verschiedene Drücke im Rezipienten zwischen 2×10^{-3} mbar und 10×10^{-3} mbar verwendet.

Während des Beschichtens wurden die Glasplättchen gleichmäßig durch das Plasma gefahren, indem das Substratkarussell rotierte. Durch Wahl der Anzahl der Runden sowie der Geschwindigkeit konnte die Schichtdicke definiert werden.

Während des Beschichtens waren folgende Einstellungen für alle Plättchen gleich:

- Substrathalter status: floating
- Substrathalter vertikale Position: 1000

Die vertikale Position gibt den Abstand zwischen Substrat und Target an. Der Wert für den maximal möglichen Abstand ist 1000.

3. Bestimmung der Schichtdicken

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie die hergestellten Schichten mittels zweier verschiedener Methoden untersucht wurden. Beide Methoden, sowohl optische Transmissionsmessung als auch Röntgendiffraktometrie basieren auf derselben Theorie, die in Kapitel 3.1.3 beschrieben wird. Auf die optische Transmissionsmessung wird in diesem Kapitel das Hauptaugenmerk liegen, da es sich bei der Röntgendiffraktometrie um ein schon übliches Verfahren handelt.

3.1. Schichtcharakterisierung durch Transmissionsmessungen

Für eine sorgfältige Herstellung dünner Schichten ist es notwendig, die Eigenschaften dieser Schichten kontinuierlich zu überprüfen. Zwei der wichtigsten Schichtparameter sind zum einen die Schichtdicke und zum anderen die Rauheit der Schicht.

Um auch am Physikalischen Institut die Möglichkeit zu haben, die Schichtdicke zu bestimmen, wurde eine Methode angewandt, die auf der optischen Untersuchung der Schicht mit einem Photospektrometer beruht. Hierzu wird die Transmission der Schicht in Abhängigkeit von der Wellenlänge im optischen Bereich gemessen. Im Anschluss daran wird versucht, mit einem theoretischen Modell das gemessene Transmissionspektrum zu reproduzieren. Die Daten wurden dazu mit dem theoretischen Modell gefittet. Nachfolgend wird das verwendete optische Photospektrometer genauer erläutert, sowie die theoretischen Grundlagen.

3.1.1. Aufbau des Spektrometers

Für die Transmissionsmessungen stand ein Zweistrahl-Gitterspektrometer der Firma Hitachi-Merck mit der Modellnummer 100-60 zur Verfügung. Das Spektrometer ist mit zwei Lampen ausgestattet: einer Wolframlampe, deren nutzbares Spektrum im sichtbaren Bereich liegt und einen Wellenlängenbereich von 340 nm – 870 nm abdeckt, und einer

3. Bestimmung der Schichtdicken

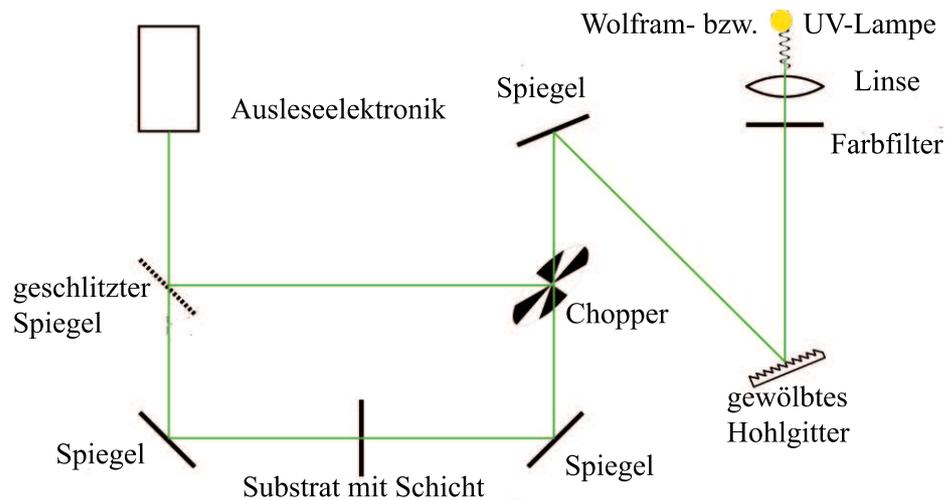


Abbildung 3.1.: schematischer Aufbau des Photospektrometers.

UV-Lampe (Deuterium), deren nutzbares Spektrum den Wellenlängenbereich 190 nm – 340 nm umfasst.

Das Licht der jeweiligen Lampe passiert einen Kollimator und wird parallelisiert, um dann auf einen Monochromator zu treffen. Dieser soll einen möglichst schmalen Wellenlängenbereich selektieren. Der Monochromator arbeitet mit einem sehr feinen Gitterspektrometer. Das auftreffende Licht wird durch die Gitterstruktur reflektiert, wobei sich durch die entstehenden Gangunterschiede ein Interferenzmuster ausbildet. Durch die Interferenz treten für jede Wellenlänge mehrere Maxima verschiedener Ordnung auf. Durch gezieltes Bewegen des Gitters, zum Beispiel durch einen Schrittmotor, lässt sich so das erste Maximum jeder beliebigen Wellenlänge einstellen. Durch eine Spiegelanordnung wird das Licht in zwei parallele Strahlen gleicher Intensität aufgeteilt. Der eine Strahl dient als Referenzstrahl, während der andere durch die Probe geht. Bevor beide Strahlen den Bereich erreichen, in den Proben eingesetzt werden können, treffen sie auf eine rotierende, spiegelnde Scheibe mit mehreren Schlitzen (Chopper bzw. Shutter). So wird entweder der Strahl durch den Chopper reflektiert oder andererseits durchgelassen, so dass immer nur einer der beiden Lichtstrahlen den Chopper passiert. Somit gelangt das Licht abwechselnd durch die Referenzprobenhalterung und die Probenhalterung. Beide Strahlen werden über Spiegel auf denselben Photomultiplier abgebildet. Damit beide Strahlen die gleiche Anzahl von Spiegeln passieren, müssen Probenstrahl und Referenzstrahl durch den halbdurchlässigen Spiegel. Da dieser halbdurchlässige Spiegel wellenlängenunabhängig sein muss, wurde hierbei ein geschlitzter Spiegel verwendet, der die Hälfte des Referenzstrahls reflektiert und die Hälfte des Probenstrahls transmittiert.

Somit wird eine mögliche Intensitätsverfälschung durch die Spiegel minimiert. Das erzeugte Signal wird dann durch eine, mit dem Chopper gekoppelte, Analogelektronik verstärkt und gemessen. Diese Elektronik bildet automatisch das Verhältnis der Intensitäten von Referenzstrahl und Probenstrahl und gibt eine Prozentzahl aus.

Für sehr geringe Messintensitäten lässt sich das Photospektrometer noch empfindlicher einstellen, sodass sehr niedrige Intensitäten besser vermessen werden können. Durch Messungen mit einem optischen Abschwächer stellte sich heraus, dass es sich hierbei um den Faktor (13.39 ± 0.02) anstelle des angegebenen Faktors 10 handelt.

Der in diesem Photospektrometer verwendete Zweistrahl Aufbau hat im Vergleich zu einem Einstrahl Aufbau den Vorteil, dass z.B. eine mögliche Drift der Analogelektronik durch den vorhandenen Referenzstrahl ausgeglichen werden kann.

Die vielleicht naheliegende Idee, durch Einsetzen eines unbeschichteten Glasplättchens in den Referenzstrahl die reine Schicht zu vermessen, ohne Einfluss des Glassubstrats (beide Strahlen wären dann durch die Absorption des Glasplättchens gleichermaßen geschwächt, und das Glas würde somit nicht zum Intensitätsverhältnis beitragen), ist indessen nicht gangbar. Der Grund ist folgender: Der vom Hersteller angegebene Transmissionswert entspricht einem Mittelwert, der gemessen werden kann. Die Theorie erwartet jedoch eine stark oszillierende Kurve, die aus Interferenzen an den Schichtgrenzen resultiert (siehe Abb. 3.7) und die bei weiteren Berechnungen berücksichtigt werden muss. Der Effekt der Hinzufügung einer weiteren Schicht kann nicht einfach multiplikativ berücksichtigt werden.

Ursprünglich wurde die Wellenlänge mit einem Stellrad am Gehäuse des Spektrometers eingestellt. Doch schon mein Vorgänger [Mor07] montierte einen Schrittmotor, der die Achse des Stellrades ansteuert. Mit einer Software war es nun möglich, sowohl die Messung mit einem Analog-Digital-Wandler der Firma Meilhaus auszulesen, als auch den Schrittmotor anzusteuern.

3.1.2. Kalibration des Photospektrometers

Das Photospektrometer wurde mit Hilfe mehrerer schmalbandiger Filter: 405 nm, 408 nm, 454 nm, 525.02 nm, 687 nm geeicht. Diese schmalbandigen Filter sind so gebaut, dass sie nach Möglichkeit nur genau eine Wellenlänge durchlassen. Dazu wurde der Filter in den Probenstrahlengang gestellt und eine Messung um einen Bereich der erwarteten Filterwellenlänge durchgeführt. (siehe beispielhaft Grafik: 3.2) Die Daten wurden mit einer

3. Bestimmung der Schichtdicken

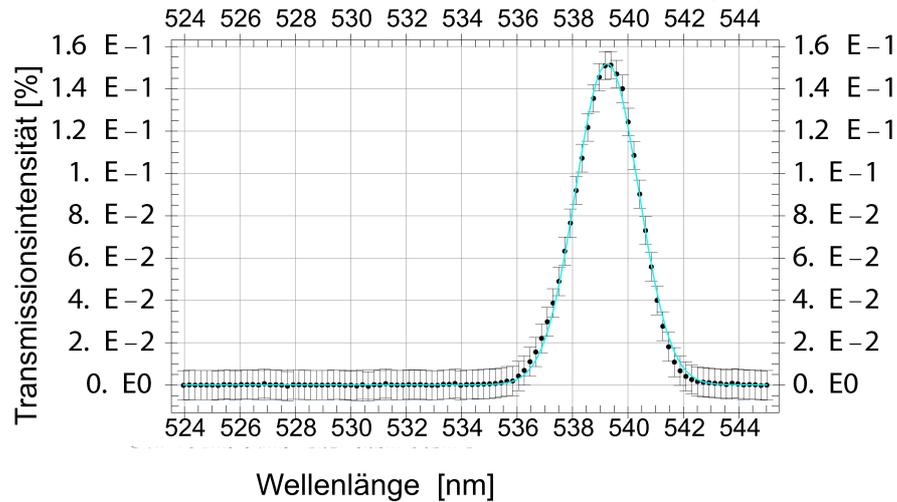


Abbildung 3.2.: Transmissionsmessung eines schmalbandigen Filters mit Maximum bei 525.02 nm. Es ist eine deutliche Abweichung zwischen gemessener und für die Kantensfilter angegebener Wellenlänge erkennbar. Die blaue Linie zeigt die Bestimmung der gemessenen Wellenlänge durch einen Gaußfit.

Gaußfunktion:

$$f(x) = y_0 + \frac{A}{w * \sqrt{\pi/2}} * e^{-2(\frac{x-x_c}{w})^2} \quad (3.1)$$

gefittet. Die Fits lieferten die in Tabelle 3.1 gegebenen Werte.

angegebene Wellenlänge	gemessene Wellenlänge	Abweichung
405 nm	419.5 nm	14.5 nm
408 nm	422.13 nm	14.13 nm
454 nm	469.41 nm	15.41 nm
525.02 nm	539.25 nm	14.23 nm
687 nm	699.03 nm	12.03 nm

Tabelle 3.1.: Ergebnisse der Fituntersuchungen

Die Daten wurden in ein (tatsächliche Wellenlänge, abgelesene Wellenlänge)-Diagramm (siehe Abbildung 3.3) aufgetragen. Bei einem linearen Fit wurden die Parameter:

$$\text{Fitfunktion} = b * x + a \quad (3.2)$$

$$b = 0.992 \pm 0.003 \quad (3.3)$$

$$a = 17.85 \pm 1.44 \quad (3.4)$$

bestimmt. Dieses Resultat wurde bei der Auswertung der Daten berücksichtigt. Da die

3.1. Schichtcharakterisierung durch Transmissionsmessungen

Fehler der Parameter sehr korreliert sind, musste der Fehler für jede Wellenlänge bestimmt werden. Er wurde wie folgt berechnet:

$$\text{Fehler}(\lambda) = \sqrt{\vec{\partial}_\lambda \Delta \vec{\lambda} \cdot M_c \cdot \vec{\partial}_\lambda \Delta \vec{\lambda}} \quad (3.5)$$

$$= \sqrt{\begin{pmatrix} 1 \\ \lambda \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1,44 \\ 0,003 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 & -0,977 \\ -0,977 & 1 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ \lambda \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1,44 \\ 0,003 \end{pmatrix}} \quad (3.6)$$

Die Korrelationsmatrix M_c wird von *Mathematica* automatisch ausgegeben und erweitert mit einem Tensorprodukt „ \cdot “ die Gaußsche Fehlerfortpflanzung. Für die Gaußsche Fehlerfortpflanzung gilt im Allgemeinen die Korrelationsmatrix:

$$M_c = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}.$$

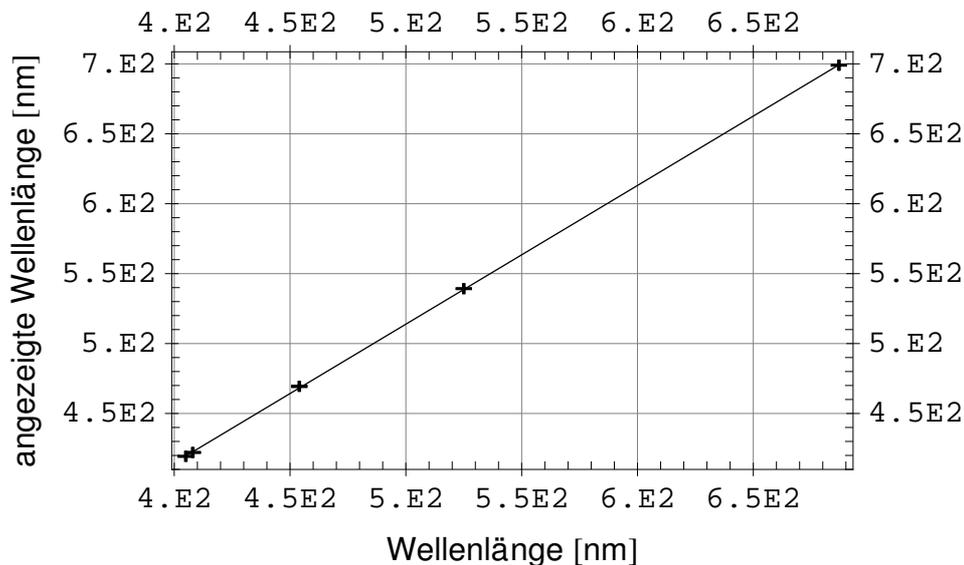


Abbildung 3.3.: tatsächliche Wellenlänge gegen abgelesene Wellenlänge

3.1.3. Theorie zur Methode der optischen Transmissionsmessung

Die folgende Theorie [Sch79] beschreibt das Verhalten von Röntgenstrahlung, Licht und Teilchenwellen an dünnen Schichten. Diese Theorie wird in der Arbeit sowohl für die Auswertung der optischen Transmissionsmessungen als auch der Röntgendiffraktion benutzt. In den Formalismus kann sowohl der Brechungsindex als auch das Potential eingesetzt

3. Bestimmung der Schichtdicken

werden. Im Fall von Licht wird natürlich der Brechungsindex verwendet. Im Falle der Neutronen- und Röntgenstrahlung wird mit Potentialen gerechnet. Dazu wird allgemein

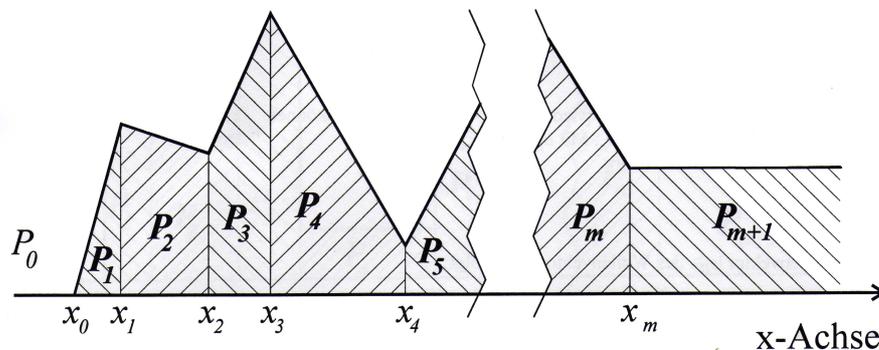


Abbildung 3.4.: ein mögliches Polygonzugpotential zur Berücksichtigung der Rauheit der Schichten und weiterer Parameter

die Annahme gemacht, dass die Schichten mit ihren Eigenschaften durch Potentiale beschrieben werden können (s. Abb. 3.4, 3.5).

An jedem Rand der Potentiale wird ein Teil reflektiert und ein anderer Teil transmittiert. Für eine gegebene Wellenzahl k_n und ein konstantes Potential P_n wird die allgemeine Lösung der Wellengleichung durch folgenden Vektor beschrieben:

$$|k_n\rangle = \begin{pmatrix} a_{k_1} e^{ik_n x} \\ b_{k_1} e^{ik_n x} \end{pmatrix}. \quad (3.7)$$

Es wird angenommen, dass das $(m+1)$ te (s. Abb. 3.5) Potential konstant ist und somit in dem Bereich keine Reflexion stattfindet. Der transmittierte Anteil der Wellenfunktion wird in diesem Bereich durch eine nach rechts laufende Welle beschrieben, mit folgender Lösung der Wellengleichung :

$$|k_{m+1}\rangle = \begin{pmatrix} e^{ik_{m+1}x} \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (3.8)$$

Mit der Bedingung, dass die Wellenfunktion überall stetig und differenzierbar sein muss, ist sie auf der ganzen x -Achse definiert. Die Wellenfunktion innerhalb des Potentials P_n ist mit $|k_n\rangle$ bezeichnet. Für die Wellenfunktion links von den m Potentialen wird $|k_0\rangle$ verwendet. Das zu diesem Bereich $-\infty \leq x \leq x_0$ gehörende Potential P_0 ist für die

meisten Fälle gleich Null (freie Welle):

$$|k_0\rangle = \begin{pmatrix} a_{k_0} e^{ik_0x} \\ b_{k_0} e^{ik_0x} \end{pmatrix}. \quad (3.9)$$

Die Reflektivität an einem bestimmten Potential kann durch den Koeffizienten $|k_0\rangle$ berechnet werden:

$$Ref = \frac{|b_{k_0}^2|}{|a_{k_0}^2|}. \quad (3.10)$$

Da die gemessene Teilchenintensität einerseits proportional zum Quadrat der Amplitude der Wellenfunktion und andererseits proportional zum Realteil des Teilchenstroms ist, muss für die Transmission gelten:

$$Trans = \frac{|a_{k_{m+1}}^2| Re(k_{m+1})}{|a_{k_0}^2| Re(k_0)} \quad (3.11)$$

$$= \frac{1}{|a_{k_0}^2|} \frac{Re(k_{m+1})}{Re(k_0)}. \quad (3.12)$$

Rechteckpotential

In dieser Arbeit wurde vereinfacht mit rechteckigen Potentialen (siehe Abbildung 3.5) gerechnet. Durch die Annahme, dass jede Schicht ein Potential darstellt, wird folgendes Modell erhalten: Dazu wird ein Potential, welches sich in verschiedene konstante Potentiale $P_n, n \in \{1 \leq n \leq m\}$ unterteilen lasse, wie in Abbildung 3.5 dargestellt, benutzt.

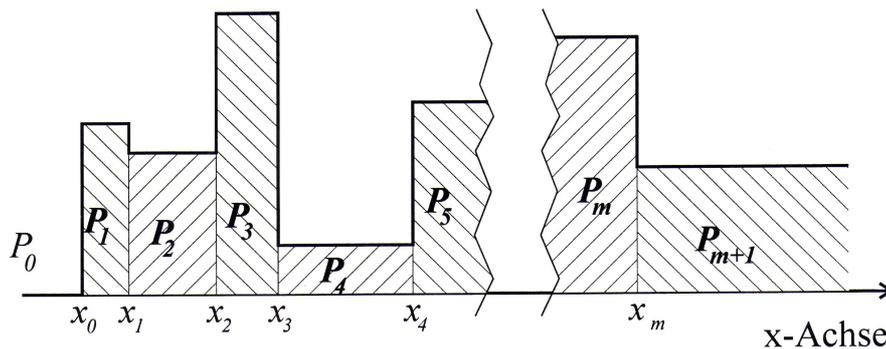


Abbildung 3.5.: Rechteckpotential

Das Potential $P_0 = 0$ sei für den Bereich $-\infty \leq x \leq x_0$ gegeben, wobei bei x_0

3. Bestimmung der Schichtdicken

das Potential P_1 beginnt. Das Potential P_{m+1} gilt für den Bereich $x_m \leq x \leq \infty$. Der Wellenvektor habe die allgemeine Form Gleichung 3.7. Die Wellenfunktion $|k_{m+1}\rangle$ ist durch Gleichung 3.8 und

$$k_n = \sqrt{k^2 - \frac{2m}{\hbar^2} \operatorname{Re}(P_n) + i \frac{2m}{\hbar^2} \operatorname{Im}(P_n)} \quad (3.13)$$

$$= k(n'_n(1 + \chi_n)) \quad (3.14)$$

k = Wellenzahl des freien Teilchens (Potential =0)

$\operatorname{Re}(P_n)$ = Potentialhöhe

$\operatorname{Im}(P_n)$ = Absorption

m =Masse des Teilchens

n' und χ beschreiben den Brechungsindex des jeweiligen Materials (siehe A.2)

gegeben. Gleichung 3.13 wird im Fall von Neutronen oder Röntgenstrahlung verwendet, und im Fall von Licht kann direkt der Brechungsindex in Gleichung 3.14 eingesetzt werden.

Aufgabe ist es nun, die Koeffizienten a_{kn} und b_{kn} so zu bestimmen, dass die Wellenfunktion an der Grenze zwischen P_n und P_{n+1} stetig und differenzierbar ist. Wir suchen die Transformationsmatrix $T_{n,n+1}$, für die gilt :

$$|k_n\rangle = T_{n,n+1} |k_{n+1}\rangle. \quad (3.15)$$

Aus den Stetigkeitsbedingungen an der Grenzstelle x_n und der Stetigkeit der Ableitung an selbiger Stelle folgt:

$$T_{n,n+1} = \begin{pmatrix} \frac{k_n+k_{n+1}}{2k_n} & \frac{k_n-k_{n+1}}{2k_n} \\ \frac{k_n-k_{n+1}}{2k_n} & \frac{k_n+k_{n+1}}{2k_n} \end{pmatrix}. \quad (3.16)$$

Dabei wurde der x -Wert $x_n = 0$ gesetzt, um die Transformationsmatrix noch zu vereinfachen. Um an der Potentialgrenze P_{n-1}, P_n wieder $x_{n-1} = 0$ setzen zu können wird eine Koordinatensystemtransformationsmatrix D_n benötigt. Sei $d_n = x_n - x_{n-1}$. So ergibt sich

$$D_n = \begin{pmatrix} e^{-ik_n d_n} & 0 \\ 0 & e^{ik_n d_n} \end{pmatrix} \quad (3.17)$$

Sei $|c_n\rangle = \begin{pmatrix} a_{k_n} \\ b_{k_n} \end{pmatrix}$ der Koeffizientenvektor des Wellenvektors. Dann folgt für den Koef-

fizientenvektor $|c_0\rangle$ des Wellenvektors $|k_0\rangle$:

$$|c_0\rangle = (T_{0,1} \prod_{n=1}^m D_n T_{n,n+1}) |c_{m+1}\rangle = (T_{0,1} \prod_{n=1}^m D_n T_{n,n+1}) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix}. \quad (3.18)$$

Aus den Elementen von $|c_0\rangle$ kann die Reflektivität nach Formel 3.10 berechnet werden [Sch79].

3.1.4. Auswertung mit *Mathematica*

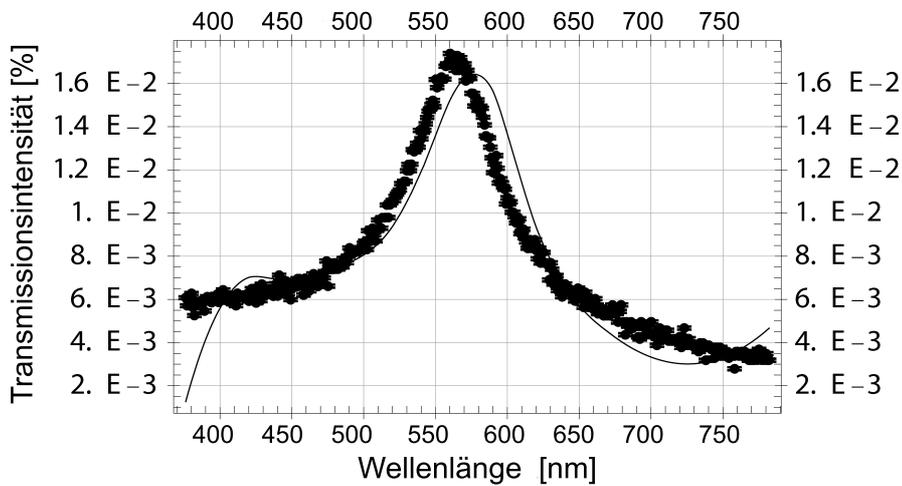


Abbildung 3.6.: Transmissionsmessung des Kupferplättchens 3 im Bereich 400 nm bis 800 nm. Aus dem gezeigten Fit ergab sich die Schichtdicke: 77.1 nm. Die schwarze Linie ist der theoretisch erwartete Transmissionsverlauf

Die mit dem Photospektrometer gemessenen Transmissionsdaten (s. z.B. Abb. 3.6) wurden in das Programm Mathematica zur Auswertung geladen. Es wurde untersucht, wie sich in kleinen Wellenlängenbereichen um die jeweilige Wellenlänge das gemessene Transmissionsverhältnis verhält. Der Fehler des Letzteren wurde zu 0.05% abgeschätzt. Die zu den Werten bestimmte Wellenlänge musste auf Grund der Kalibration des Photospektrometers korrigiert werden (s. Kap. 3.1.2). Die Transmission wurde für jede gemessene Wellenlänge wie folgt bestimmt:

$$\text{Transmission} = \frac{\text{Intensität Kupferdaten} - \text{Intensität Untergrund}}{\text{Volle Intensität} - \text{Intensität Untergrund}} \quad (3.19)$$

3. Bestimmung der Schichtdicken

Die Fitfunktion

Um die Schichtdicke und andere Schichtparameter, wie zum Beispiel die Rauheit, aus den gemessenen Transmissionsdaten berechnen zu können, wurde eine Fitfunktion entwickelt:

$$\text{errechnete Transmission} = \frac{\int_{x_{min}}^{x_{max}} \text{trans}[(\lambda + x)10^{-9}, \text{schichtlist}[\lambda, d]] dx}{x_{max} - x_{min}}. \quad (3.20)$$

Diese Funktion basiert auf dem Paket „`opticref.asc`“, welches innerhalb der Arbeitsgruppe entwickelt wurde. Aus diesem Paket stammt die Funktion `trans`, mit der die theoretische Berechnung der Transmission in Abhängigkeit von Wellenlänge und Schichtdicke, sowie weiterer Parameter berechnet werden kann. Die Berechnung basiert auf der vorher beschriebenen Theorie. Um die Funktion `trans` so allgemein wie möglich zu halten, hat sie ein Argument „`schichtlist`“. Die `schichtlist` besteht aus mehreren Teilen, z.B.:

$$\begin{aligned} \text{schichtlist} &= \underbrace{\{n, \chi, d, r\}}_{\text{Luft}}, \underbrace{\{n, \chi, d, r\}}_{\text{Glas}}, \underbrace{\{n, \chi, d, r\}}_{\text{Kupfer}}, \underbrace{\dots}_{\text{weitere Schichten}}, \underbrace{\{n, \chi, d, r\}}_{\text{Luft}} \end{aligned} \quad (3.21)$$

n = Brechungsindex Realteil¹
 χ = Brechungsindex Imaginärteil¹
 d = Dicke des Materials
 r = Rauheit des Materials

Diese `schichtlist` ist also abhängig von den Brechungsindizes des jeweilig verwendeten Materials, sowie von Dicke und Rauheit der Schicht.

Die Funktion `trans` oszilliert schon bei einem einfachen Glasplättchen stark (s. Abb. 3.7). Die Oszillation lässt sich durch Interferenz an den Grenzen des Glases erklären. Die Auflösung des hier verwendeten Photospektrometers ist begrenzt (s.Kap. 3.1.1). So wird mit dem Photospektrometer lediglich der Mittelwert der Oszillation gemessen. Deshalb muss auch in der Fitfunktion der Mittelwert berechnet werden. Dies geschieht durch einen Algorithmus, der die zwei nächsten Minima, $\lambda + x_{min}$ und $\lambda + x_{max}$, zu der jeweiligen Wellenlänge λ bestimmt. Dann wird über die `trans`-Funktion zwischen x_{min} und x_{max} integriert und das Integral durch die Differenz ($x_{max} - x_{min}$) geteilt. Somit kann die Schichtdicke als Fitparameter berechnet werden. Der Fit der gemessenen Transmission als Funktion der Wellenlänge wird mit der Funktion `DatFit` aus dem Mathematicapakete `datfit.m` berechnet (siehe Abbildung 3.6, 3.8).

¹nach Konvention (siehe Seite 33)

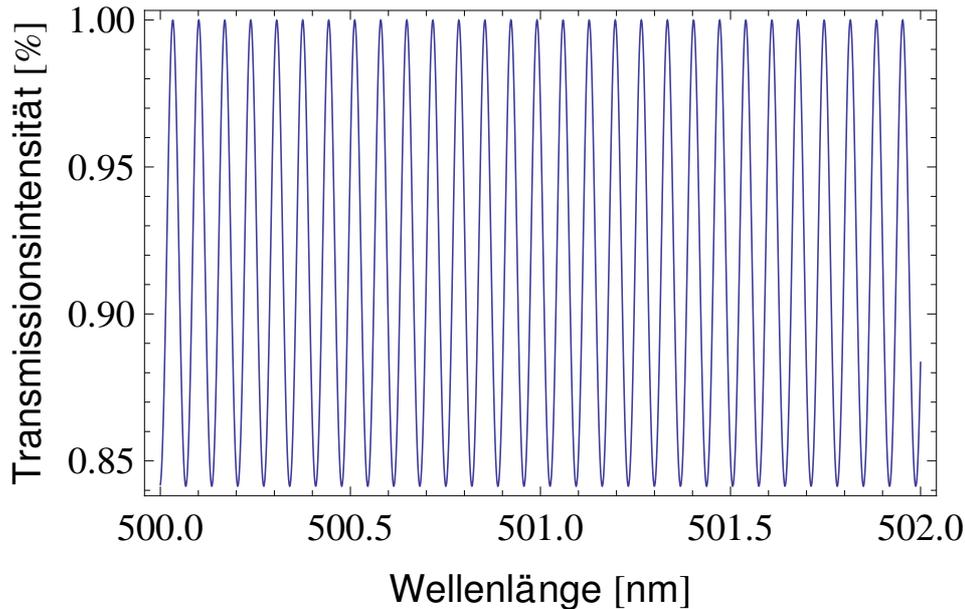


Abbildung 3.7.: *trans*-Funktion für ein Glasplättchen: $\lambda = 500$ nm bis 502 nm, Dicke= 50 nm, der Mittelwert über die Kurve ergibt die gemessene Transmission

3.1.5. Ergebnisse

Im Folgenden ist tabellarisch aufgelistet, mit welchen Konfigurationen die einzelnen Substrate beschichtet wurden und welche Schichtdicke mittels optischer Transmission errechnet wurde. Dazu wurden die einzelnen Substrate in Schritten von $\Delta\lambda = 1$ nm mit dem Photospektrometer durchgemessen (nur für Substrat 12 wurde in Schritten von $\Delta\lambda = 5$ nm gemessen). Die Ergebnisse der Messungen der Schichtdicken der einzelnen Plättchen sind in der untenstehenden Tabelle (Tabelle 3.2) aufgeführt. Die Abbildungen 3.6 und 3.8 zeigen Beispiele für die Messungen und deren Fits an die Theorie. Die angegebenen Fehler der Schichtdicken in Tabelle 3.2 und 3.3 sind die Fehler an den Fits.

#	Einstellungen	errechnete Schichtdicke
1	<ul style="list-style-type: none"> • 10 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(8 - 10) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 1500 (Kupfer) 	(111.5 ± 0.4) nm
2	<ul style="list-style-type: none"> • 5 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(10 - 16) \times 10^{-3}$ mbar 	(65.9 ± 0.2) nm

Fortsetzung auf der nächsten Seite

3. Bestimmung der Schichtdicken

<i>Fortsetzung von der vorherigen Seite</i>		
#	Einstellungen	errechnete Schichtdicke
	<ul style="list-style-type: none"> • SetFlow ist 1500 (Kupfer) 	
3	<ul style="list-style-type: none"> • 5 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(8.2 - 8.4) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 1500 (Kupfer) 	(77.7 ± 0.1) nm
4	<ul style="list-style-type: none"> • 10 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf 9×10^{-3} mbar • SetFlow ist 1500 (Kupfer) 	(123.3 ± 0.4) nm
5	<ul style="list-style-type: none"> • 5 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(1.3 - 1.9) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 1500 (Kupfer) 	(90.7 ± 0.1) nm
6	<ul style="list-style-type: none"> • 100 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(1.3 - 1.9) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 1500 (Permalloy) 	nicht ausgewertet, da Permalloy nicht weiter verfolgt
7	<ul style="list-style-type: none"> • 5 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf 10.6×10^{-3} mbar • SetFlow ist 1500 (Titan) 	(4.08 ± 0.01) nm
8	<ul style="list-style-type: none"> • 15 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(9.7 - 10.1) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 1500 (Titan) 	(38.7 ± 0.1) nm
9	<ul style="list-style-type: none"> • 5 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(9.7 - 10.1) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 1500 (Aluminium) 	(10.5 ± 0.1) nm
10	<ul style="list-style-type: none"> • 5 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf 10.3×10^{-3} mbar • SetFlow ist 1500 (Kupfer) 	(34.5 ± 0.1) nm
11	<ul style="list-style-type: none"> • 5 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf 3.18×10^{-3} mbar • SetFlow ist 700 (Kupfer) 	(31.9 ± 0.1) nm
12	<ul style="list-style-type: none"> • 15 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(2.2 - 2.6) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 700 (Titan) 	(46.5 ± 0.2) nm
<i>Fortsetzung auf der nächsten Seite</i>		

Fortsetzung von der vorherigen Seite		
#	Einstellungen	errechnete Schichtdicke
13	<ul style="list-style-type: none"> • 15 Runden, Speed 1000 • Druckverlauf $(6.0 - 6.4) \times 10^{-3}$ mbar • SetFlow ist 1100 (Titan) 	(45.2 ± 0.1) nm
14	<ul style="list-style-type: none"> • 7 Runden, Speed 1115 * Druckverlauf $(2.6 - 3.2) \times 10^{-3}$ mbar * SetFlow ist 800 (Kupfer) • 9 Runden, 929 Speed * Druckverlauf $(2.3 - 2.7) \times 10^{-3}$ mbar * SetFlow ist 1000 (Titan) • 7 Runden, Speed 1115 * Druckverlauf 2.9 mbar * SetFlow ist 800 (Kupfer) 	nicht auswertbar, s. Abb. 3.9

Tabelle 3.2.: Die erzeugten Schichten, sowie deren durch optische Transmission bestimmten Dicken

3.2. Röntgendiffraktometer im Vergleich zu optischer Transmissionsmessung

Während der Bachelorarbeit wurden einige Schichten auch mittels der Röntgendiffraktion vermessen (siehe Tabelle 3.3). Drei Schichten (markiert mit \diamond) wurden bei dem Kollaborationspartner an der Universität Mainz vermessen, und drei Schichten (markiert mit φ) wurden bei der Firma S-DH GmbH in Heidelberg vermessen. Sowohl von Mainz als auch von der S-DH wurden lediglich die Daten der Röntgendiffraktometrie erhalten. Das Auswerten der Daten war auch ein Teil dieser Bachelorarbeit. Die dazu verwendete Fitfunktion war in der Arbeitsgruppe entwickelt worden und wurde hier verwendet. Diese Fitfunktion basiert auf derselben Theorie wie die Fitfunktion der optischen Transmissionsmessung, die in Kapitel 3.1.3 beschrieben wurde [Sch79]. Zudem werden die ermittelten Daten mittels Röntgendiffraktometrie mit den Daten der optischen Transmissionsmessung verglichen.

Abbildung 3.10 zeigt ein Beispiel für eine Röntgendiffraktometer-Auswertung. Hierbei ist deutlich das Plateau der Totalreflexion (3.10 a)) zu sehen, sowie der Abbruch des Plateaus (3.10 b)), der für die Elektronendichte der gesputterten Schicht charakteristisch ist.

3. Bestimmung der Schichtdicken

Mit c) sind die „schnellen Oszillationen“, die durch die Interferenz an den verschiedenen Ebenen in der Probe zustande kommen, die charakteristisch für die Schichtdicke sind, markiert. Abbildungen 3.6 und 3.8 zeigen Beispiele für die Schichtdickenbestimmung mittels optischer Transmissionsmessung (s. Kap. 3.1.5).

Plättchen	Material	Schichtdicke [nm] (Röntgendiff.-daten)	Schichtdicke [nm] (nach 3.1.5)
3°	Kupfer	(77.7 ± 0.1) nm	(77.7 ± 0.1) nm
4°	Kupfer	(125.7 ± 0.1) nm	(123.3 ± 0.4) nm
5°	Kupfer	(81.0 ± 0.1) nm	(90.7 ± 0.1) nm
11°	Kupfer	(39.8 ± 0.2) nm	(31.9 ± 0.1) nm
12°	Titan	(45.2 ± 0.3) nm	(46.5 ± 0.2) nm
14°	Multilayer	nicht bestimmt	nicht bestimmt

Tabelle 3.3.: Vergleich der Messungen mit Röntgendiffraktometrie und optischer Transmission

Ein Vergleich der beiden Methoden zeigt (Tab. 3.3) für Titan eine sehr gute Übereinstimmung, dagegen bei Kupfer teilweise deutliche Abweichungen. Für Letzteres wären mehrere Gründe möglich: Einerseits gibt es bei der Bestimmung der Dicke der Kupferschichten eine gewisse Abweichung der Theorie von den Daten. Dies ist deutlich auf den Plots (siehe beispielhaft Abb. 3.6) zu erkennen. Der Intensitätspeak der Daten ist gegenüber dem Intensitätspeak der Theorie um circa -13 nm verschoben. Dies hat natürlich auch Auswirkung auf den Fit und somit auf die Dicke. Der Unterschied zwischen Theorie und Daten ist nicht zu erklären, da die Kalibration des Photospektrometers sehr gründlich und mit mehreren Filtern gemacht wurde.

Andererseits wurden zur Auswertung der optischen Transmissionsmessungen Literaturdaten von Kupfer genommen, die aus dem Jahre 1969 stammen [Lyn85]. Die Frage, ob diese Daten noch aktuell und verlässlich sind, bleibt offen.

Der wichtigste Punkt könnte aber sein, dass sowohl Kupfer als auch Titan oxidieren. Das heißt, dass auch die oxidierte Grenzschicht berücksichtigt werden müsste, indem zu der Schichtliste eine Schicht mit Titan- bzw. Kupferoxid hinzugefügt werden müsste. Dafür wäre es wiederum notwendig, die Eigenschaften dieser speziellen Schichten zu kennen. Titan passiviert, bildet also eine Schutzschicht aus Titanoxid und oxidiert dann nicht mehr weiter [Wik10] [Bro02]. Kupfer dagegen tut dies nicht.

Desweiteren müsste berücksichtigt werden, dass auf dem Kupfer oder auch Titan, sobald es aus dem Vakuum entfernt wird, sich eine Wasserschicht niederschlägt. Erfahrungen haben gezeigt, dass diese Wasserschicht ca. 10 bis 20 Monolagen dick ist. Umgerechnet entspricht das ungefähr einer Wasserschicht von circa 3 nm. Der Effekt dieser

3.2. Röntgendiffraktometer im Vergleich zu optischer Transmissionsmessung

Wasserschicht ist bei Kupfer größer als bei Titan, auf Grund des höheren Unterschieds in der Elektronendichte bei Kupfer. Diese Wasserschicht wurde bei den Auswertungen noch nicht berücksichtigt.

Bei Titan ist die Abweichung zwischen den beiden Messmethoden sehr gering. Dies

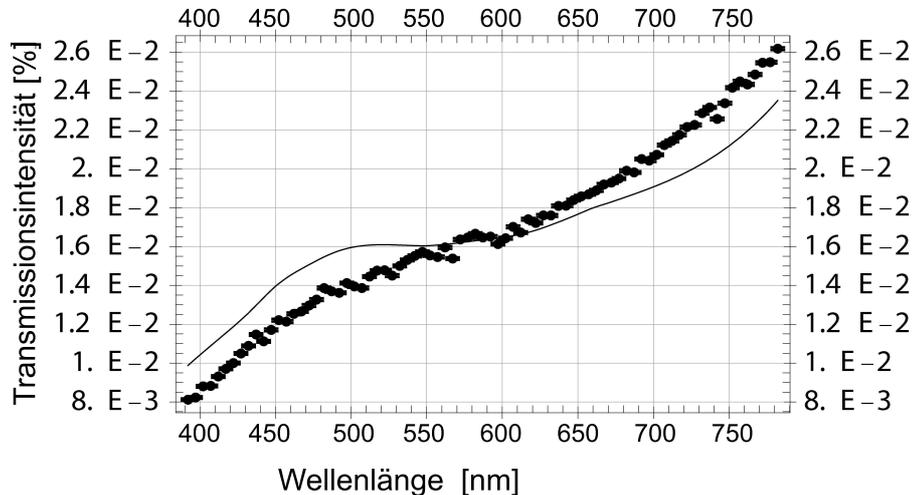


Abbildung 3.8.: Transmissionsmessung des Titanplättchens 12 im Bereich 400 nm bis 800 nm. Bestimmte Schichtdicke: 46.46 nm. Die schwarze Linie ist der theoretisch erwartete Transmissionsverlauf

liegt vermutlich daran, dass das Titan sich passiviert hat (s.o.).

Durch Betrachtung des Fits an die Daten (Abb. 3.8) ist andererseits ersichtlich, dass die Übereinstimmung der Theorie mit den Daten noch nicht sehr zufriedenstellend ist.

Für die erzeugte Multilayerschicht konnte die Schichtdicke nicht bestimmt werden, da der Nullpunkt des Photospektrometers nicht hinreichend genau kalibriert war. In dem Fall des Multilayers hatte die gemessene Transmission fast dieselben Werte wie der Untergrund, so dass die Subtraktion und Berechnung der Transmission sehr kleine, negative Werte um Null herum lieferte. Die Theorie ließ sich nicht an die negativen Werte (siehe Abb. 3.9) anpassen. Deutlich sichtbar ist, dass es sich lediglich um einen sehr geringen negativen Offset handelt. Dieser Offset beeinflusst die übrigen in Tabelle 3.2 angegebenen Werte nicht, bzw. vernachlässigbar gering. Die gemessenen Daten mittels Röntgendiffraktometrie für den Multilayer konnten innerhalb der Bachelorarbeit nicht mehr fertig ausgewertet werden.

3. Bestimmung der Schichtdicken

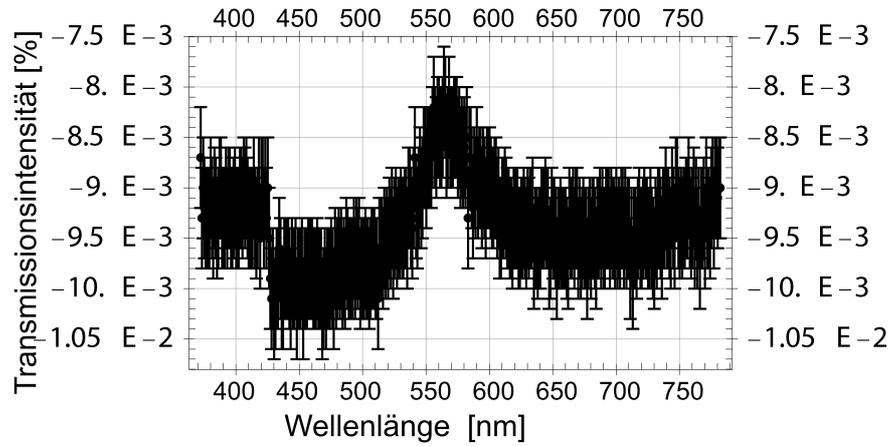


Abbildung 3.9.: Transmissionsmessung der Multilayerschicht: Kupfer - Titan - Kupfer; Durch Fehleinstellung des Nullpunkts nicht brauchbar; 400 nm bis 800 nm

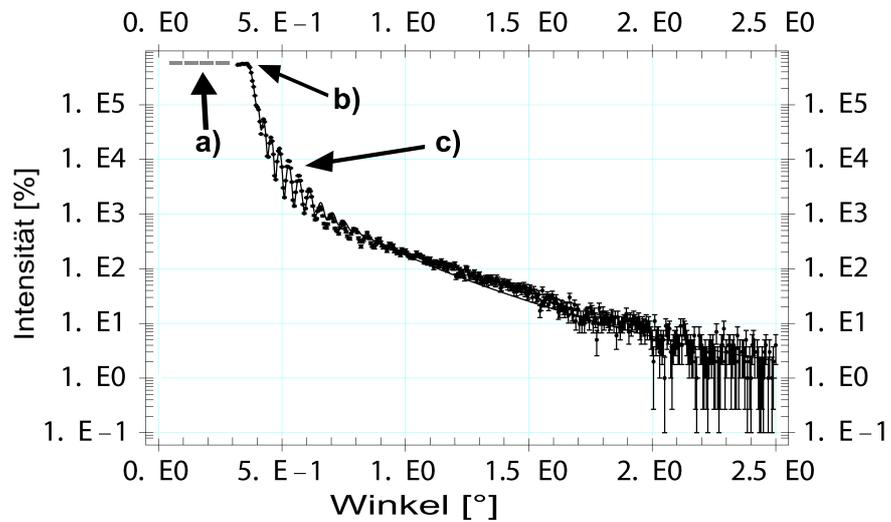


Abbildung 3.10.: typischer Röntgendiffraktometerdatensatz mit Fit (Plättchen 3, Kupfer). Bestimmte Schichtdicke 77.7 nm. a) Plateaubereich der Totalreflexion. b) Abbruchkante, die Aussagen über Elektronendichte ermöglicht. c) „Fringes“, die Aussage über Schichtdicke ermöglichen.

4. Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel dieser Bachelorarbeit war es, die Sputteranlage am Physikalischen Institut in Betrieb zu nehmen und definierte Schichten aus Kupfer, Titan und Aluminium zu erzeugen.

Um die Eigenschaften der in dieser Arbeit hergestellten Schichten bestimmen zu können, wurde ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke anhand optischen Transmissionsmessungen weiterentwickelt. Dieses Verfahren funktioniert für Titan mit hoher Genauigkeit. Mit der Dickenbestimmung von Kupfer wurde eine nicht so hohe Genauigkeit erzielt, unter anderem aufgrund der unzureichenden Datenlage für optische Brechungsparameter von Kupfer. Der Vergleich der Ergebnisse der optischen Transmissionsmessung und der Ergebnisse der Röntgenkleinwinkeldiffraktometrie zeigte, dass das Verfahren der optischen Transmissionsmessung in verschiedene Richtungen noch verbessert werden muss. Die Herstellung eines nicht-polarisierenden Neutronenleiters wurde in dieser Arbeit nicht realisiert. Dafür wurden erste wichtige Erkenntnisse bezüglich des Sputterns mit Kupfer, sowie ein erster Multilayer aus Kupfer und Titan gewonnen.

Die Bestimmung von Schichtdicken und deren Dichte ließe sich auch durch Reflexion bestimmen. Als Idee kam dazu folgender Aufbau zustande, der leider nicht während der Bachelorarbeit realisiert werden konnte (siehe Abb. 4.1). Bei diesem Aufbau soll eine Leuchtdiode genutzt werden, die drei verschiedene Farben abstrahlen kann. Denn nur durch mehrere Farben und somit Wellenlängen erhält man genug Datenpunkte, um Aussagen über die Schichteigenschaften machen zu können, wobei auch zu berücksichtigen ist, dass mehrere LED's eine komplizierte Optik mit sich bringen würden. So ist es dann möglich, Transmission und Reflexion simultan zu messen.

Eine mögliche Verwendung der Methode wäre die in-situ Bestimmung der Schichtparameter während des Sputterns. Dies würde am besten funktionieren, wenn die Schichtparameter über die Reflexion bestimmt werden, da man damit eine aufwendige Konstruktion, die die Transmission in der Sputteranlage misst, umgehen könnte.

4. Zusammenfassung und Ausblick

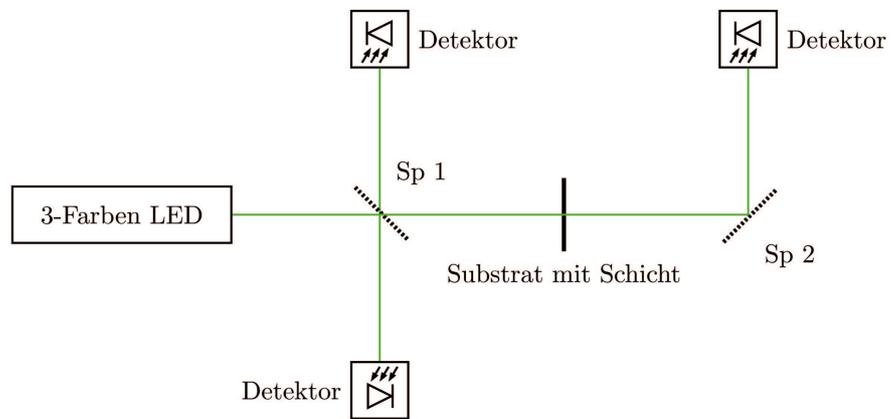


Abbildung 4.1.: Erstes Modell, um Reflektivität und Transmission einer Schicht gleichzeitig mit einer Dreifarbenphotodiode zu bestimmen. Sp1 und Sp2: halbdurchlässige Spiegel.

A. Konventionen

Da es in der Literatur oft unterschiedliche Bezeichnungen und Angaben gibt, möchte ich hier kurz zusammenfassen, auf welchen Grundlagen diese Bachelorarbeit aufbaut. Neutronen, die sich durch einen Neutronenleiter bewegen, lassen sich durch eine ebene Welle mit der Wellenzahl k

$$k = \frac{\omega}{c} = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (\text{A.1})$$

beschreiben. Als Wellenzahl wird der Betrag des Wellenvektors \vec{k} bezeichnet.

Der Brechungsindex eines Mediums lässt sich im Allgemeinen in Real- und Imaginärteil aufteilen. In den hier verwendeten Programmen und Notationen soll für den Brechungsindex gelten:

$$n = n'(1 + i\chi) = \underbrace{n'}_{\text{Realteil}} + \underbrace{in'\chi}_{\text{Imaginärteil}} . \quad (\text{A.2})$$

Bei der quantenmechanischen Betrachtung einer stehenden Welle im stationären Fall lässt sich der Term, der für die Dämpfung verantwortlich ist, leicht identifizieren:

$$\Psi(x) = \exp^{ikx} = \exp^{i(\text{Re}(k)+i\text{Im}(k))x} = \exp^{i\text{Re}(k)x} * \underbrace{\exp^{-\text{Im}(k)x}}_{\text{Dämpfung}} . \quad (\text{A.3})$$

Die Intensität der Welle ist proportional zum Quadrat der Wellenfunktion:

$$I \propto \Psi(x)^2 = \exp^{-2\text{Im}(k)x} . \quad (\text{A.4})$$

In Anlehnung an das Lambert-Beersche Gesetz lässt sich die Abschwächung der Intensität schreiben als

$$I \propto \exp^{-\mu x} . \quad (\text{A.5})$$

So ist in unserem Fall

$$\mu = 2\text{Im}(k) = \frac{4\pi\chi n}{\lambda_0} . \quad (\text{A.6})$$

Literaturverzeichnis

- [Bro02] BROCKHAUS IN DER WISSENMEDIA: *Der Brockhaus Naturwissenschaft und Technik, 3 Bände*. Edition: 1. 2002
- [Dub99] DUBBERS, D.: Fundamental Interaction Experiments. In: *Nuclear Physics A 654, 297 c* (1999)
- [Dub10] DUBBERS, D. ET AL.: *PERC*. 2010. – <http://www.physi.uni-heidelberg.de/Forschung/ANP/PERC/>
- [Fie98] FIEDERER, Klaus: *Entwicklung und Produktion von Supermirrors für einen Neutronenleiter*. 1998. – Universität Heidelberg, Dipl.
- [FRM] FRMII: *Neutronenleiter am FRM II*. <http://www.frm2.tum.de/technik/strahlfuehrung-der-neutronen/neutronenleiter/index.html>. – [Online; Stand 30. Juli 2010]
- [Gru08] GRUSS, Konstantin: *Elektrisches Dipolmoment des Neutrons*. 2008. – http://seminar.physik.uni-mainz.de/uploadz/fp_sem_11_02_08.pdf
- [Kon10] KONRAD, G. und w.: *Impact of Neutron Decay Experiments on non-standard Model physics*. (2010)
- [Lyn85] LYNCH, DAVID W. AND HUNTER, W.R.: *Handbook of optical constants of solids/[1]*. New York : Academic Pr., 1985. – XVIII, 804 S.
- [Mez77] MEZEI, F. UND DAGLISH, P.A.: Corrigendum and first experimental evidence on neutron supermirrors. In: *Communications on Physics* (1977). – S. 41-43
- [Mor07] MORHARD, Christoph: *Herstellung, Untersuchung und Dickenbestimmung dünner Schichten zur Detektion und Polarisation von Neutronen*, Universität Heidelberg, Diss., 2007. – 115 S.

- [Sch79] SCHELLEN J., MIKA K.: Calculated reflectivities of super-mirrors. In: *Nuclear Instruments and Methods* 160, S. 287-294 (1979)
- [Sch95] SCHMIDT, U.: *Experimente mit polarisierten Neutronen zu Fragen der höchstauflösenden Spektrometrie und Quantenoptik*, Technische Universität München, Diss., 1995
- [Sei08] SEIDEL, P.: *Vorlesung Dünnschichtphysik, 2. Beschichtungsverfahren*. (2008). – http://www.physik.uni-jena.de/~tief/Lehre/SS2006/DS1_08_Beschichtungsverfahren_Seidel.pdf [Online; Stand 30. Juli 2010]
- [Sti95] STIEGLITZ, Thomas: *Neutronenphysik, Entwicklung einer Sputteranlage zur Herstellung neutronenoptischer Elemente*. 1995. – Universität Heidelberg, Dipl.
- [Uni04] UNIVERSITÄT HEIDELBERG, FORTGESCHRITTENEN PRAKTIKUM: *F17: Experimente zur Neutronenphysik*. http://www.physi.uni-heidelberg.de/Forschung/ANP/Cascade/inc/f17_de.pdf. Version: 2004
- [Wik10] WIKIPEDIA: *Titan (Element)* — *Wikipedia, Die freie Enzyklopädie* . [http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Titan_\(Element\)&oldid=77092411](http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Titan_(Element)&oldid=77092411). Version: 2010. – [Online; Stand 30. Juli 2010]

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die mich bei dieser Arbeit begleitet und unterstützt haben. Mein ganz besonderer Dank gilt ...

- ... Herrn Priv.-Doz. Dr. Ulrich Schmidt für die Überlassung des Themas sowie die durchgehende Unterstützung während der Bachelorarbeit. Zum meinem Glück nahm er sich für jede Frage meinerseits viel Zeit, sie zu beantworten.
- ... Herrn Priv.-Doz. Dr. Klaus Reygers für das Lesen und Beurteilen meiner Arbeit
- ... Herrn Dr. Martin Klein für das Korrekturlesen der Arbeit und die anregenden Gespräche
- ... der gesamten Arbeitsgruppe für das gute Teamwork und die aufgeschlossene Atmosphäre
- ... der Firma S-DH sowie dem Kollaborationspartner in Mainz und allen Mitarbeitern, die sich die Mühe gemacht haben, die in dieser Arbeit benutzten auswärtigen Messungen durchzuführen

Erklärung

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Heidelberg, den

.....

(Thorwald Klapdor-Kleingrothaus)