

# F-Praktikum

## Röntgentopographie

Anna Andrlé (550727)  
Sebastian Pfitzner (553983)

11. November 2014

### Abstract

Mit Hilfe der Röntgentopographie können Defekte im Kristall lokalisiert und charakterisiert werden. Dabei benutzt man die Röntgenbeugung und die Abhängigkeit der Bragg-Reflexion von der Kristallstruktur. In diesem Versuch wurde eine Silizium-Germanium-Schicht auf einem Silizium-Substrat untersucht. Es wird der Fehlschnitt der Probe bestimmt, die Rockingkurven des (044)-Reflexes aufgenommen und die lineare Versetzungsdichte bestimmt.

### Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Dosimetrische Betrachtungen</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Diffraktometerkurven</b>	<b>3</b>
2.1	Fehlschnitt der untersuchten Probe . . . . .	3
2.2	Rockingkurven . . . . .	4
<b>3</b>	<b>Aufnahme und Auswertung des Topogramms</b>	<b>5</b>
3.1	Messung . . . . .	5
3.2	Auswertung und Diskussion . . . . .	6
3.2.1	Röntgenfilmaufnahme . . . . .	6
3.2.2	Kernspurplatte . . . . .	6
3.2.3	Bestimmung des Relaxationsgrades . . . . .	8

# 1 Dosimetrische Betrachtungen

Im Folgenden soll der Messaufbau auf seine Strahlenschutzigenschaften überprüft werden. Dafür werden mit einem Zählrohr in verschiedenen Situationen Zählraten aufgenommen, die mit den gesetzlich festgelegten unbedenklichen Dosen verglichen werden können.

Aus den Zählereignissen  $N$ , die das Zählrohr in der Zeit  $t$  auf der Fläche  $A$  registriert hat, ergibt sich der Photonenfluss  $\Phi$  nach

$$\Phi = \frac{N}{\Delta t \cdot A}. \quad (1)$$

Bei der im Experiment verwendeten Röntgenstrahlung handelt es sich um die charakteristische Kupfer- $K_{\alpha 1}$ -Linie, mit einer Photonenenergie von 8 keV. Diese Strahlung besitzt für Wasser (eine gute Näherung für menschliches Gewebe, was zu etwa 70 % aus Wasser besteht) laut [1] eine mittlere Eindringtiefe  $1/\mu$  von rund 10 cm, denn  $\mu/\rho_{\text{H}_2\text{O}} = 10 \text{ cm}^2/\text{g}$  und  $\rho_{\text{H}_2\text{O}} \approx 1 \text{ g/cm}^3$ .

Ein für Personen der allgemeinen Bevölkerung im Strahlenschutzgesetz festgelegter Maximalwert für die über ein Jahr akkumulierte Äquivalentdosis liegt bei  $H = 1 \text{ mSv} = 1 \text{ mJ/kg}$ . Für Röntgenstrahlung ist der Umrechnungsfaktor zwischen Energiedosis  $D$  und Äquivalentdosis 1, sodass sich sofort auf die Maximalanzahl der absorbierten Photonen pro Sekunde und Kilogramm schließen lässt:

$$\dot{N}_{\text{max}} = \frac{D}{E_{\text{ph}} \cdot 365 \cdot 24 \cdot 60 \cdot 60 \text{ s}} \approx 24\,740 \frac{1}{\text{kg s}}. \quad (2)$$

Mit dem Zählrohr werden die Zählraten der Hintergrundstrahlung und der an verschiedenen Stellen aus dem Messaufbau austretenden Röntgenstrahlung gemessen, woraus die während der Versuchsdurchführung aufgenommene Dosis abgeschätzt werden kann. Die Hintergrundstrahlungsrate ergibt sich zu durchschnittlich  $\dot{N}_{\text{BG}} = 1,35 \text{ Counts/s}$ , während bei geschlossener Plexiglasabdeckung und eingeschalteter Röntgenstrahlung im Mittel  $\dot{N}_{\text{zu}} = 1,78 \text{ Counts/s}$  detektiert werden. Selbst bei geöffneter Plexiglasabdeckung – dieser Fall kann in der Praxis nur dann auftreten, wenn die Sicherheitsvorkehrungen durch einen Fehler oder durch einen Override abgeschaltet sind – ergeben sich  $\dot{N}_{\text{offen}} = 2,15 \text{ Counts/s}$ .

Die Eintrittsöffnung des verwendeten Zählrohrs ist ungefähr  $3,5 \text{ cm}^2$  groß, so dass sich unter der Annahme einer gleichmäßigen Bestrahlung auf einer Fläche von  $100 \text{ cm}^2$  (entspricht der Seite eines Würfels aus Wasser mit einer Masse von einem Kilogramm) bei geöffneter Abdeckung pro Sekunde 215 absorbierte hochenergetische Teilchen bzw. Photonen ergeben. Auch diese Angabe überschätzt die tatsächliche Anzahl der absorbierten Röntgenquanten, da im betrachteten Kubus nur  $1 - 1/e \approx 63 \%$  der durch die Grenzfläche eintretenden Photonen absorbiert werden.

Ganz offensichtlich wird der Grenzwert für die Energiedosis nicht überschritten, falls sich die Experimentatoren nicht nahe der Probenauflage aufhalten. Dort ergeben sich um mindestens zwei Größenordnungen größere Zählraten, so dass pro Sekunde und Kilogramm Körpermasse um die 25 000 Photonen  $> \dot{N}_{\text{max}}$  absorbiert werden.

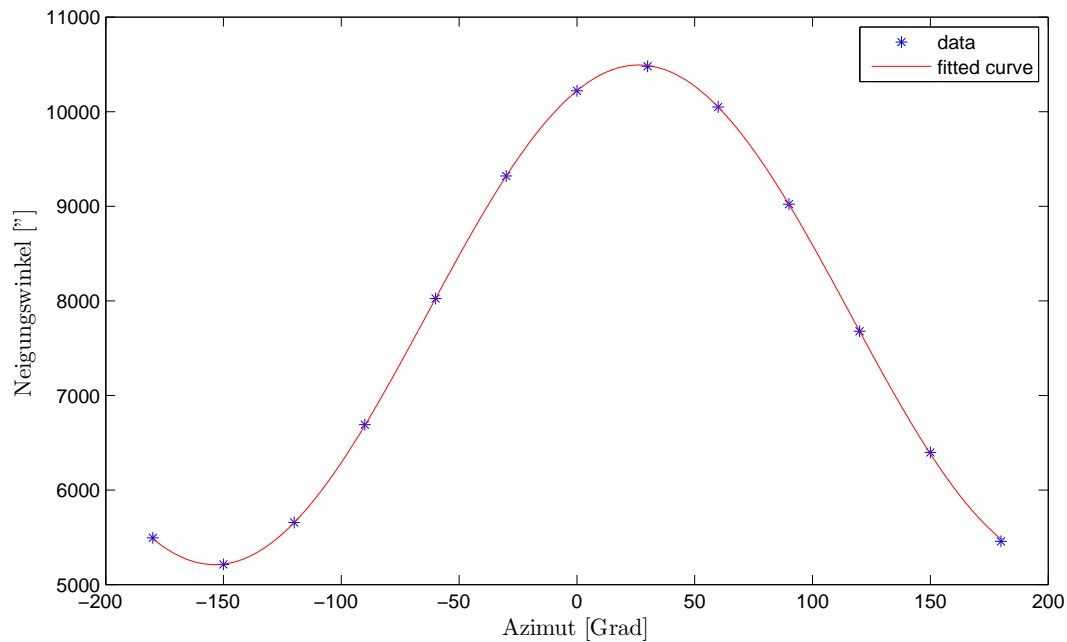
Um bei einer medizinischen Röntgenuntersuchung die gleiche Strahlendosis zu erzeugen, sind zwar mindestens zwölf-mal weniger Photonen erforderlich, allerdings dringt die höher-energetische Röntgenstrahlung weiter ins Gewebe ein, sodass potentielle Schädigungen durch die Ionisation weniger auf die Oberfläche konzentriert ist.

## 2 Diffraktometerkurven

### 2.1 Fehlschnitt der untersuchten Probe

Die Oberfläche eines geschnittenen Kristalls stimmt im Allgemeinen nicht mit einer einzelnen Netzebene überein, da dazu eine sehr große Winkeltreue erforderlich wäre. Demzufolge stimmt der Einfallswinkel der Röntgenstrahlung (relativ zur Kristalloberfläche) nicht mit dem Beugungswinkel relativ zur Kristallebene überein.

Für die späteren Messungen ist es wichtig, dass Netzebenennormale und die einfallende Röntgenstrahlung in einer Ebene liegen, da nur so die zu analysierende gebeugte Strahlung den Detektor treffen kann.



**Abbildung 1:** Fit der Messwerte zur Bestimmung des Fehlschnitts. Fitparameter:  $A = (2641 \pm 10)^\circ$ ,  $\omega = 0,01746 \pm 0,00005) 1^\circ$ ,  $\Phi = (1,113 \pm 0,004)$ ,  $B = (7852 \pm 9)^\circ$

Um den Fehlschnitt zu bestimmen wird der Kristall um die Oberflächennormale gedreht und dann der Neigungswinkel so angepasst, dass die mit dem Szintillationszähler gemessene Intensität maximal wird. Diese Messdaten können mit

$$f(\varphi) = A \cdot \sin(\omega\varphi + \Phi) + B \quad (3)$$

angefittet werden, wobei die Amplitude  $A$  dem Fehlschnitt des Kristalls entspricht.

Aus dem Fit folgt als Messwert für die Amplitude  $A = (2641 \pm 10)^\circ = (0,733 \pm 0,003)^\circ$ . Ein Fehlschnitt von weniger als  $1^\circ$  ist akzeptabel. Der Fehler wurde hier nur minimal abgeschätzt, da die Fehler für die Messwerte vernachlässigbar klein sind. Der Einfluss der Hintergrundstrahlung ist im Vergleich zu den gemessenen Counts insignifikant und die Einstellung der Rotation mit Hilfe des Motors hinreichend genau. Die größte Unsicherheit folgt aus der Einstellung des Maximums der Intensität, da die Messung der Strahlung ein statistischer Prozess ist und so die gemessene Anzahl einer gewissen Schwankung unterliegt.

## 2.2 Rockingkurven

Die Probe wurde so ausgerichtet, dass der (044)-Reflex detektiert wurde. Danach wurde die Probe gekippt (daher auch der Name Rockingkurve), sodass die Reflexionsintensität vor und nach dem Maximum mit aufgezeichnet wird. Während der Messung bewegt sich der Motor immer langsam weiter, sodass die gemessenen Counts einem Winkelbereich zuzuordnen sind. Es werden vier Messungen durchgeführt: Jeweils zwei mit justiertem Kollimator-Kristall, so dass die Bragg-Bedingung für einem Großteil der Probe erfüllt ist, und zwei ohne. Diese zwei Messungen unterschieden sich durch eine Blende, die auf den Detektor geschraubt wird.

Die Justage des Kollimators wird dafür sorgen, dass die Bragg-Bedingung nicht nur in einem schmalen Bereich der gekrümmten Schicht erfüllt ist, sondern auf der gesamten Oberfläche. Dies hat eine gleichmäßige Ausleuchtung des Detektors zur Folge.

Die justierte Kurve besitzt ein deutlich größeres Maximum und ist dafür schmaler als die unjustierte; auch hat sich das Maximum verschoben. Durch die Justage wurde die Probe so ausgeleuchtet, dass die Bragg-Bedingung auf der gesamten Fläche erfüllt ist.

Ist der Kollimatkristall nicht justiert, so ist die Bragg-Bedingung nur auf einem schmalen Streifen erfüllt, welcher bei verschiedenen Einfallswinkel wandert. Dies hat eine Verbreiterung der Rocking-Kurven zur Folge. Im Gegensatz dazu wird die Intensität des Bragg-Reflexes der ganzen Probe geringer, sobald der Einfallswinkel variiert wird, was keine Verbreiterung der Rockingkurve zur Folge hat.

Im Vergleich zu den Kurven ohne Blende wurden mit Lochblende deutlich weniger Photonen gemessen, da nicht mehr alle den Detektor erreichen. Auch ist die unjustierte Kurve deutlich schmaler, da der Detektor nur noch Photonen aus einer Richtung misst. Die Justage sorgt auch bei der Messung mit Blende dafür, dass sich das Maximum verschiebt und verkleinert.

Die Schwankungen am Anfang und am Ende der Kurven lässt sich durch die vorhandene Hintergrundstrahlung erklären, da das Strahlenschutzgehäuse nicht perfekt abschirmen kann und das die Photonen auch am Messaufbau gestreut werden können. Auch sorgt der Fehlschnitt der Probe für die Verschiebung der Maxima.

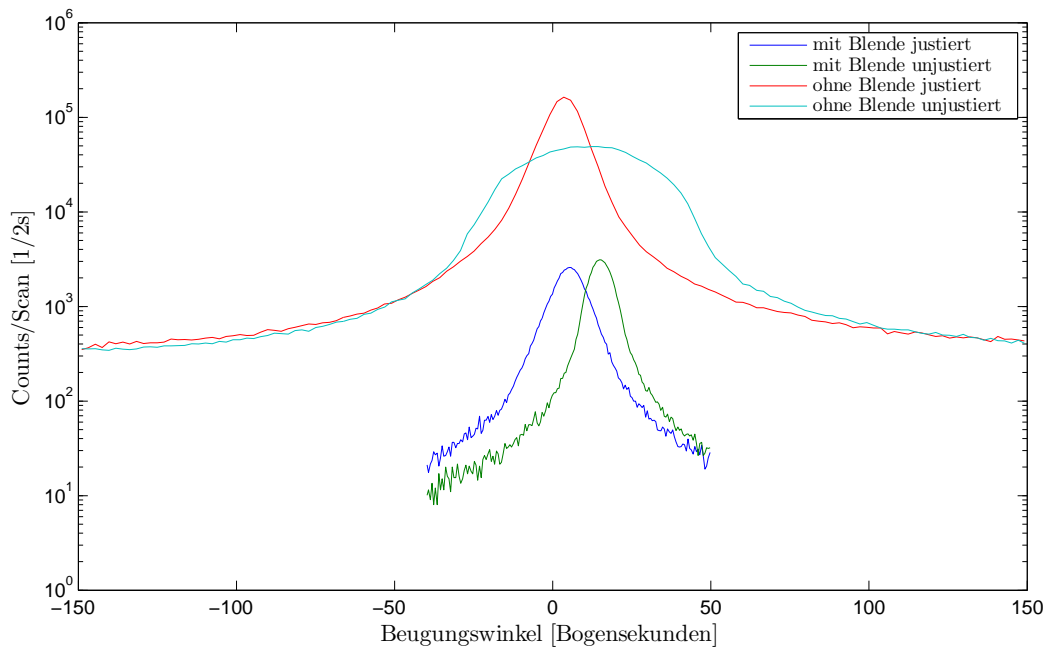


Abbildung 2: Logarithmisch skalierte Darstellung der Rockingkurven.

### 3 Aufnahme und Auswertung des Topogramms

Um Aussagen über die Versetzungsdichte und damit den Relaxationsgrades der untersuchten Probe zu gewinnen, wird ein Topogramm aufgenommen, d.h. eine Abbildung des Bragg-Reflexes der gesamten Probe. Versetzungen in der Kristallstruktur verursachen eine lokale Änderung des Gitterparameters, wodurch die Bragg-Bedingung hier bei festem Einfallswinkel und Detektionswinkel nicht erfüllt ist; dies zeigt sich in den Aufnahmen dann als unbelichtete Stelle.

Da die versetzungsbedingte lokale Änderung des Gitterparameters der Schicht auch eine entgegengesetzte Änderung des Gitterparameters des Substrats zur Folge hat und der Substratreflex aufgrund der geringen Dicke der Schicht eine höhere Intensität aufweist, wird der Versuchsaufbau auf diesen eingestellt.

#### 3.1 Messung

Um den Bragg-Reflex des zu untersuchenden Kristalls räumlich aufzunehmen, wird zwischen dem bereits verwendeten Zählrohr und der Probe ein Röntgenfilm eingebracht. Dabei wird wie im vorigen Teil des Experiments der (044)-Reflex verwendet, da bei diesem das an der Netzebene gebrochene Licht nahezu senkrecht zur Oberfläche des Kristalls austritt, sodass ein möglichst verzerrungsfreies Bild gewährleistet ist.

Da der Röntgenfilm nicht alle Photonen absorbiert, lässt sich mithilfe des Zählrohrs eine ständige Nachkalibrierung des Messaufbaus während der 12 h dauernden Belichtung

durchführen. Dazu wird der Beugungswinkel so eingestellt, dass die steil ansteigende Kante des Reflexes detektiert wird. Treten nun beispielsweise aufgrund von Temperaturschwankungen Änderungen in der Signalintensität ein, wird dies durch softwareseitiges Nachsteuern des Beugungswinkels kompensiert. Die ansteigende Flanke wird gewählt, da bei dieser auch kleine Änderungen im Versuchsaufbau eine große Intensitätsänderung hervorrufen.

## **3.2 Auswertung und Diskussion**

Aufgrund der schlechten Verfügbarkeit von Kernspurplatten zu akzeptablen Preisen werden in diesem Versuch Röntgenfilme verwendet, die allerdings aufgrund ihrer beschränkten Auflösung keine quantitative Auswertung der Daten erlauben.

### **3.2.1 Röntgenfilmaufnahme**

Der belichtete und entwickelte Röntgenfilm wird mit einem Mikroskop samt angeschlossener Kamera digitalisiert. Zur Skalierung der Aufnahmen werden mit den drei relevanten Objektiven (vier-, zehn- und 20-fache Vergrößerung) jeweils passende Objektskalen aufgenommen.

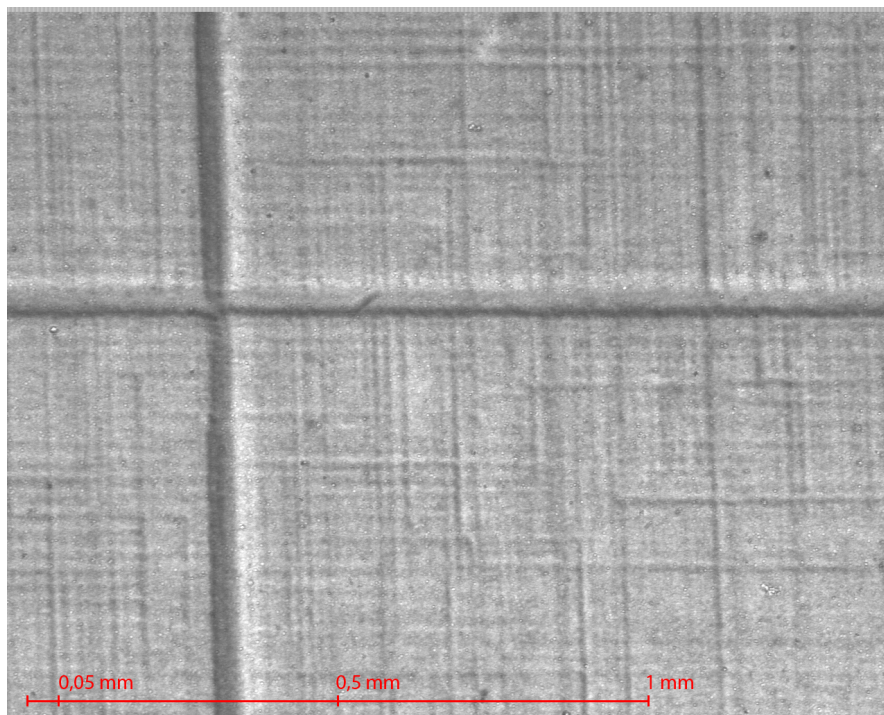
In Abbildung 3 ist das Ergebnis der Digitalisierung gezeigt. Versetzungsbündel sind gut als dunkle Streifen zu erkennen, die senkrecht bzw. waagrecht über die Probe laufen. Die zwei rund  $50\ \mu\text{m}$  breiten Versetzungsbündel sind das Ergebnis einer durch Bestrahlung mit einem Laser "erzwungenen" Bildung von Versetzungen.

Die Korngröße des verwendeten Films ist nicht ausreichend, um die einzelnen Versetzungsbündel klar aufzulösen. Auch eine Beurteilung der Breite derselben ist nicht ohne weiteres möglich, da aufgrund der beidseitigen Beschichtung des Films ein Doppelbild entsteht. Dabei ist das auf nicht mit dem Mikroskop fokussierten Seite liegende Bild unscharf und gegenüber dem scharfen Bild versetzt, da die Röntgenstrahlen nicht senkrecht zur Filmoberfläche einfallen; dies liegt am verwendeten (004)-Reflex, bei dem das an der Netzebene reflektierte Licht um etwa  $2^\circ$  zur Oberflächennormalen gekippt austritt.

### **3.2.2 Kernspurplatte**

Die Auswertung soll im Folgenden mit der Abbildung einer vergleichbaren Probe auf einer Kernspurplatte erfolgen, da nur so sinnvolle quantitative Ergebnisse für die Relaxation gewonnen werden können.

Aus der Digitalisierung der Kernspurplatte an sechs verschiedenen Orten und bei zehnfacher Vergrößerung soll im Folgenden die lineare Versetzungsdichte und daraus der Relaxationsgrad bestimmt werden. In jeder der sechs Aufnahmen werden entlang zweier horizontaler und zweier vertikaler Schnitte die Versetzungsbündel gezählt, mit einem ihrer Breite proportionalen Faktor gewichtet und dieses Ergebnis sodann durch die Länge des betrachteten Schnitts geteilt. Aus der so berechnete Versetzungsdichte lässt sich weiterhin der Relaxationsgrad der SiGe-Schicht bestimmen.



**Abbildung 3:** Digitalisierter Ausschnitt des im Experiment belichteten Röntgenfilms bei zehnfacher Vergrößerung.

Der Umrechnungsfaktor von Pixeln in Mikrometer wird mithilfe der Objektskala zu  $(895 \pm 2)$  Pixel/1000  $\mu\text{m}$  bestimmt. Daraus lässt sich die Breite eines aufgenommenen Abschnitts zu  $(1427 \pm 3)$   $\mu\text{m}$  und die Höhe zu  $(1142 \pm 2)$   $\mu\text{m}$  berechnen.

Die Breite der erkennbaren Versetzungsbündel liegt zwischen 3  $\mu\text{m}$  und 11  $\mu\text{m}$  – die untere Grenze wird sowohl durch die Körnung der Kernspurplatte als auch durch die Digitalisierung bestimmt, denn 3  $\mu\text{m}$  entsprechen ungefähr 3 Pixeln.

Es wird im Folgenden davon ausgegangen, dass Versetzungsbündel von 3  $\mu\text{m}$  10 Versetzungen beinhalten [2] und die Breite linear mit der Anzahl der Versetzungen im Bündel wächst.

Die Unsicherheit für die lineare Versetzungsdichte  $\rho = N/L$  mit  $N$  der Anzahl der Versetzungen auf der Länge  $L$  wird durch die Abschätzung der Anzahl von Versetzungen pro Versetzungsbündel dominiert. Insbesondere ist die Beurteilung der Breite aufgrund der Körnigkeit der Kernspurplatte eher subjektiv und außerdem können sehr schmale Versetzungsbündel nicht aufgelöst werden. Demzufolge sind die in Tabelle 1 aufgelisteten Versetzungsdichten nur untere Abschätzungen. Aufgrund der großen Unsicherheit bei der Bestimmung der Versetzungsdichten wird keine explizite Fehlerrechnung durchgeführt sondern der Fehler auf  $\pm 50$  Versetzungen/mm abgeschätzt. Die Mittelwerte in der letzten Zeile der Tabelle lassen sich bilden, da sich die Unsicherheiten aller Versetzungsdichten überlappen.

Ausschnitt	#		$\rho$ [1/mm]		#/Bündel	
	h	v	h	v	h	v
1	23	20	170,52	195,58	10,58	11,17
	20	18	175,19	186,82	12,50	11,85
2	24	21	182,20	218,93	10,83	11,90
	27	21	231,25	201,42	12,22	10,95
3	28	20	212,57	236,45	10,83	13,50
	21	22	168,19	242,29	11,43	12,58
4	31	24	254,61	274,40	11,72	13,06
	26	28	212,57	297,75	11,67	12,14
5	27	23	256,95	262,72	13,58	13,04
	22	23	193,88	271,48	12,58	13,48
6	24	25	212,57	277,32	12,64	12,67
	28	22	247,61	230,61	12,62	11,97
Mittel:			$210 \pm 15$	$240 \pm 15$		

**Tabelle 1:** Die Tabelle zeigt die Anzahl der gezählten Bündel an jeweils zwei horizontalen und vertikalen Schnitten durch das Abbild des Kristalls, die daraus aus einer Abschätzung der Breite gewonnene lineare Versetzungsdichte  $\rho$  und die Anzahl von Versetzungen pro Versetzungsbündel.

In den beiden letzten Spalten der Tabelle sind die Werte aufgeführt, die sich als gemittelte Anzahl der Versetzungen pro Versetzungsbündel ergeben. Bei einer statistischen Verteilung der Versetzungen wäre zu erwarten, dass diese Größe bei allen Messungen eine ähnliche Größe hat. In der Tat trifft dies gut zu, sodass davon ausgegangen werden kann, dass bei der Abschätzung der Breite zumindest kein großer zufälliger Fehler gemacht wurde.

Der Unterschied zwischen der horizontalen und vertikalen Versetzungsdichte ist  $\approx 2\sigma_\rho$  und damit nicht statistisch signifikant.

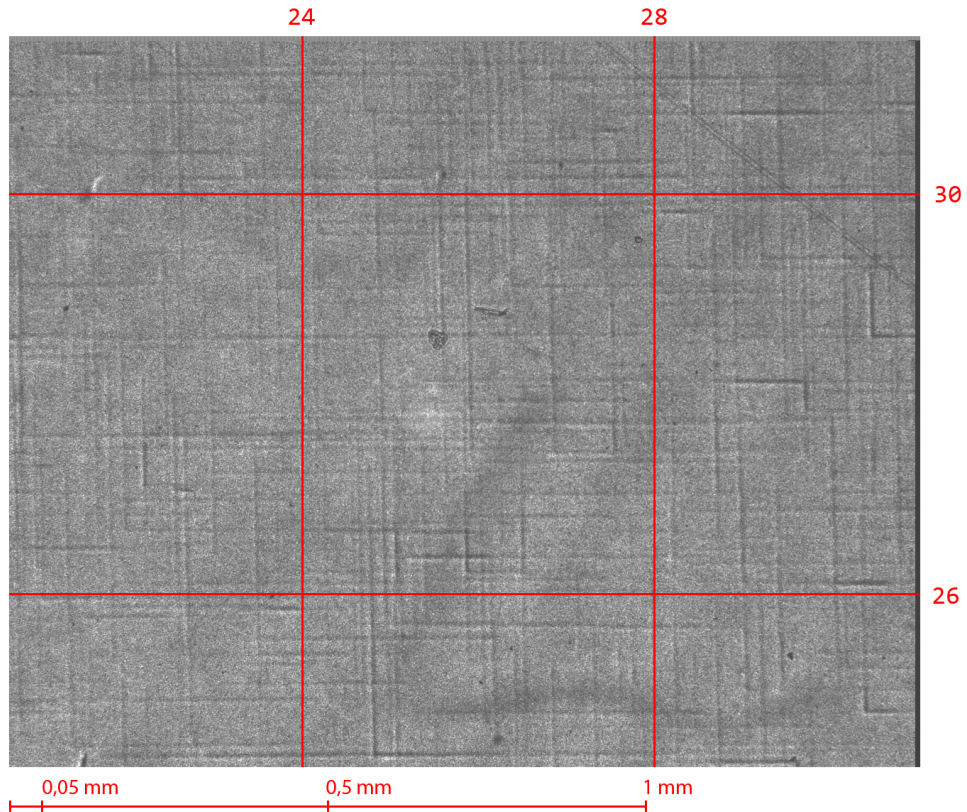
### 3.2.3 Bestimmung des Relaxationsgrades

Aus der Versetzungsdichte lässt sich der Relaxationsgrad der SiGe-Schicht bestimmen [3]. Der Misfit von reinem Germanium auf einem Si-Substrat beträgt rund 4,2%; dieser sinkt linear mit sinkendem Germanium-Anteil  $x \in [0, 1]$ :

$$\epsilon = x \cdot 4,2\%. \quad (4)$$

Die Relaxation einer verspannten Schicht erfolgt ausschließlich durch Stufen-Versetzungen, bei denen der Burgers-Vektor senkrecht auf der Versetzungslinie steht. Im hier betrachteten Fall entstehen die Stufenversetzungen an einer Oberfläche der Schicht und gleitet anschließend zur Grenzfläche mit dem Substrat herab. Demzufolge darf die durch





**Abbildung 4:** Digitalisierter Ausschnitt der Kernspurplatte bei zehnfacher Vergrößerung. Die Zahlen entsprechen den jeweiligen Anzahlen von Versetzungsbündeln an den Schnitten.

Burgers-Vektor und Versetzungslinie aufgespannte Gleitebene nicht parallel zur Grenzfläche liegen sondern in einem Winkel dazu. In der hier vorliegenden Diamantstruktur des Siliziums kommen dafür die  $\{1,1,1\}$ -Netzebenen in Frage. Daraus folgt, wie auch in [3] gezeigt, dass alle möglichen Burgers-Vektoren in einem Winkel von  $60^\circ$  auf der Versetzungslinie steht. Demzufolge sind aller Versetzungen, die zur Relaxation der Schicht beitragen, gemischte Stufen- und Schraubenversetzungen (bei letzteren liegen Burgers-Vektor und Versetzungsebene parallel). Der Anteil der Stufenversetzung ergibt sich durch die Projektion des Burgers-Vektors auf einen in der Gleitebene liegenden senkrecht auf der Versetzungslinie stehenden Einheitsvektor, sodass

$$b_{\text{eff}} = b \cdot \cos(60^\circ) = 0,5 \cdot b. \quad (5)$$

Der Relaxationsgrad  $R$  soll folgende Eigenschaften aufweisen: Ist die Schicht vollständig verspannt, d.h. die lineare Versetzungsdichte  $\rho$  ist Null, so ist  $R = 0$ . Bei vollständiger

Relaxation dagegen gilt  $R = 1$ . Es gelten folgende Proportionalitätsbeziehungen

$$R \propto \rho \qquad R \propto b_{\text{eff}} \qquad R \propto \frac{1}{\epsilon}, \qquad (6)$$

aus denen sich als Formel für den Relaxationsgrad

$$R = \frac{b_{\text{eff}}}{\epsilon} \rho \qquad (7)$$

ergibt (siehe auch [4]). Da keine Werte für den Germanium-Anteil  $x$  an der Schicht vorhanden sind, wird der Relaxationsgrad für  $x = 0,25$  bestimmt (laut [2] ein typischer Wert). Der Burgers-Vektor  $b$  ist immer ein Gittervektor und hat bei  $60^\circ$ -Versetzungen eine Länge von  $a_x/\sqrt{2}$  mit  $a_x = 0,5431 \text{ nm} \cdot (1 - x) + 0,5658 \text{ nm} \cdot x$  als Gitterparameter von  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ .

Der Relaxationsgrad in horizontaler und vertikaler Richtung ergibt sich mit diesen Werten zu

$$R_h = 0,0039 \qquad R_v = 0,0044.$$

Diese Werte sind, wie auch schon die linearen Versetzungsdichten in Tabelle 1, stark fehlerbehaftet und außerdem nur eine untere Abschätzung für den tatsächlichen Relaxationsgrad. Demzufolge wird auch auf eine Fehlerrechnung verzichtet.

Wie auch in [4] dargestellt, unterschätzt die Röntgentopographie die Versetzungsdichte um etwa eine Größenordnung. Wird dies berücksichtigt, so ergibt sich ein Relaxationsgrad von etwa 4% – die Unterschiede in den beiden betrachteten Richtungen sind, wie bereits bei den Versetzungsdichten dargestellt, nicht statistisch signifikant.

## Literatur

- [1] HUBBELL, J.H. und SELTZER, S.M.: Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients from 1 keV to 20 MeV for Elements  $Z = 1$  to 92 and 8 Additional Substances of Dosimetric Interest. 1996. <http://www.nist.gov/pml/data/xraycoef/index.cfm>.
- [2] KÖHLER, R. und SCHÄFER, P.: Fortgeschrittenen-Praktikum – Versuchsanleitung “Röntgentopographie”. März 2011.
- [3] SULZBERGER, M.: Wachstum von dreidimensionalen Germaniuminseln auf unverspannten und verspannten Silizium (001)-Oberflächen. Juli 2003.
- [4] PFEIFFER, J.-U.: Charakterisierung des Relaxationsverhaltens von  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  /Si(001) Schichten mittels Röntgentopographie. Dezember 2001.