

Laserellipsometrie für die
kondensierte
 ^{83m}Kr -Konversionselektronenquelle
des KATRIN-Experiments

Anne Wegmann

Diplomarbeit

Institut für Kernphysik
Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät
Westfälische Wilhelms-Universität Münster

September 2010

korrigierte Version
1. Februar 2011



Referent: Prof. Dr. C. Weinheimer
Korreferent: Priv.-Doz. Dr. A. Khoukaz

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
1.1	Der Beginn der Neutrinophysik	1
1.2	Die experimentelle Suche nach Neutrinos	1
1.3	Neutrinoquellen	3
1.4	Massive Neutrinos und Oszillationsexperimente	4
1.4.1	Experimente zu Neutrinooszillationen	6
1.5	Absolute Neutrinomassenbestimmung	8
2	Das KATRIN-Experiment	11
2.1	Der Tritium- β -Zerfall	11
2.2	Die Funktionsweise eines MAC-E-Filters	14
2.3	Experimenteller Aufbau des KATRIN-Experiments	18
2.3.1	Die Tritiumquelle	18
2.3.2	Die Transport- und Pumpsektion	19
2.3.3	Das Vor- und Hauptspektrometer	20
2.3.4	Der Detektor	21
2.4	Systematische Unsicherheit und Stabilitätskontrolle der Retardierungs- spannung	22
2.4.1	Statistische und systematische Unsicherheiten	22
2.4.2	HV-Stabilitätskontrolle	22
2.4.3	Kalibrationsquellen und ihre Einsatzorte	24
2.5	Die Kryptonquelle	26
2.5.1	Konversionselektronen von ^{83m}Kr	27
2.5.2	Das Gassystem	27
2.5.3	Das Kryosystem mit Substratbereich	29
3	Die Theorie der Ellipsometrie	31
3.1	Die Polarisation von Licht	32
3.2	Verhalten von Licht an Grenzflächen	34
3.3	Schichtdickenbestimmung mit Reflexionsellipsometrie	38
3.3.1	Reflexion an einem 3-Schichtsystem bestehend aus Vakuum-Film- Substrat	38
3.3.2	Nullellipsometrie in PCSA-Anordnung	42
4	Der experimentelle Aufbau der Ellipsometrie	45
4.1	Der Ellipsometrieaufbau	45
4.2	Das Graphit-Substrat	46
4.2.1	Die Eigenschaften uniaxialer Kristalle	47
4.3	Das LabVIEW-Programm zur iterativen Minima-Suche	50

5	Die Analyse der Ellipsometriedaten	57
5.1	Der Brechungsindex von festem Krypton	58
5.2	Vergleich der Literaturwerte mit der gemessenen Krypton-Referenzkurve	59
5.2.1	Variation einzelner Analyseparameter	61
5.3	Die Krypton-Referenzkurve	66
5.3.1	Die Krypton-Referenzkurve aus 2006	68
5.3.2	Die aktuelle Krypton-Referenzkurve	70
5.4	Restgas-Analysen	75
6	Ellipsometrie über Spiegel	81
6.1	Betrachtung möglicher Spiegel	81
6.2	Dielektrische Spiegel	82
6.2.1	Messprinzip der Testmessung	83
7	Zusammenfassung und Ausblick	91

1 Einführung

1.1 Der Beginn der Neutrinophysik

Mit der Entdeckung der Radioaktivität startete eine Vielzahl von Experimenten zur Untersuchung der Struktur von Atomen und Kernen. Die drei beobachteten Strahlungsarten wurden mit α , β und γ bezeichnet. Dabei wurde die α -Strahlung mit Heliumkernen identifiziert, die β -Strahlung als Strom von Elektronen und die γ -Strahlung als hochenergetische elektromagnetische Strahlung mit Energien von einigen MeV. Im Gegensatz zu den diskreten Spektren von α - und γ -Strahlung, besaß β -Strahlung ein kontinuierliches Spektrum [Cha14]. Da man zu dieser Zeit annahm, es handele sich bei dem β -Zerfall um einen Zwei-Körper-Zerfall, schienen bei dem Zerfall die Erhaltungssätze für Energie, Drehimpuls und quantenmechanische Spinstatistik verletzt zu sein.

Es war W. Pauli, der in seinem offenen Brief vom 4. Dezember 1930 ein elektrisch neutrales Spin 1/2-Teilchen postulierte, welches er „Neutron“ nannte [Pau30]. Dieses Teilchen sollte eine Masse der gleichen Größenordnung wie die des Elektrons besitzen und gemeinsam mit dem Elektron entstehen. Der β -Zerfall wäre somit als 3-Körper-Zerfall beschreibbar und das kontinuierliche Spektrum ließe sich erklären. 1932 entdeckte Chadwick das neutrale Nukleon – heute Neutron genannt [Cha32]. Es besaß aber eine im Vergleich zum Elektron zu große Masse und daher konnte es sich daher nicht um das von Pauli postulierte Teilchen handeln.

Im Jahr 1934 gelang E. Fermi eine theoretische Beschreibung des β -Zerfalls, in der das „Neutrino“ eingeschlossen war [Fer34]. Der Zerfallsprozess wurde dabei als Strom-Strom-Wechselwirkung beschrieben. In dieser Theorie ist das Neutrino masselos und die Zerfallsprodukte – Neutrino und Elektron – entstehen erst bei der Emission. E. Fermis Theorie liefert eine erfolgreiche Beschreibung der Lebensdauer von β -instabilen Kernen und der Form des Spektrums. Sie gilt mit kleinen Zusätzen im Niederenergielimit der schwachen Wechselwirkung bis heute [Zub04].

1.2 Die experimentelle Suche nach Neutrinos

Im Jahr 1956 – gut 25 Jahre nachdem W. Pauli das Neutrino postuliert hatte – gelang es F. Reines und C.L. Cowan das Neutrino experimentell nachzuweisen. Sie untersuchten hierzu den inversen β -Zerfall.



Als Neutrinoquelle nutzten sie einen Kernreaktor (Savannah River). Deren Spaltprodukte sind wegen ihres Neutronen-Überschusses β^- -Strahler und strahlen Elektron-Antineutrinos mit einigen MeV Energie ab.

Sie nutzten einen mit Kadmium-Chlorid ($CdCl_2$) in wässriger Lösung gefüllten Behälter, der zwischen zwei Flüssig-Szintillationszählern, die mit Photomultipliern versehen

waren, eingebracht war.

Die gesuchte Reaktion findet an einem Proton in der wässrigen Lösung statt. Das da-

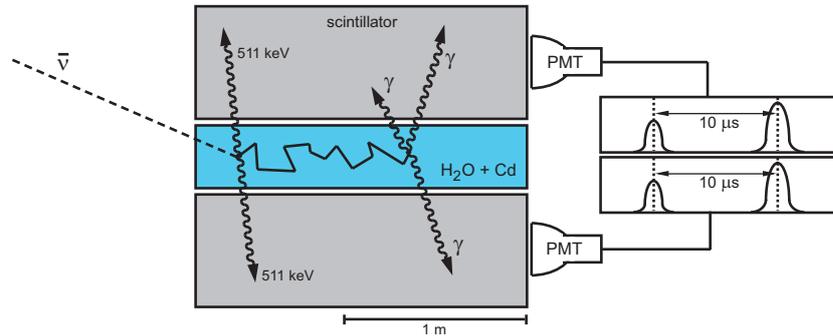


Abbildung 1.1: Schematischer Aufbau zum Nachweis von Neutrinos. Mit diesem Aufbau wiesen F. Reines und C.L. Cowan erstmals Neutrinos nach. [Rei96]

bei entstehende e^+ kommt schnell zur Ruhe und annihiliert mit einem e^- ($e^+ + e^- \rightarrow \gamma + \gamma, E_\gamma = 511 \text{ keV}$). Diese Photonen werden z.B. durch Erzeugung von Compton-Elektronen als promptes Signal in den Szintillationszählern nachgewiesen. Das verbliebene Neutron wird während einiger μs durch Stöße auf niedrigere Energie abgebremst und dann von einem Cd-Kern eingefangen ($^{113}\text{Cd}(n,\gamma) \rightarrow ^{114}\text{Cd}$). Die γ -Strahlung, die entsteht, wenn dieser angeregte Cadmium-Kern sich abregt, wird als verzögertes Signal in dem Szintillationsdetektor registriert. Das Auftreten von diesen beiden verzögerten Signalen liefert eine eindeutige Signatur für den gesuchten inversen β -Zerfall. Sie bestimmten den Wirkungsquerschnitt zu

$$\sigma = (1,1 \pm 0,3) \cdot 10^{-43} \text{ cm}^2, \quad (1.2)$$

was in Übereinstimmung stand mit der theoretischen Beschreibung durch E. Fermi.

Familie	1	2	3	Ladung
Leptonen	$\begin{pmatrix} \nu_e \\ e^- \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} \nu_\mu \\ \mu^- \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} \nu_\tau \\ \tau^- \end{pmatrix}$	0 -e
Quarks	$\begin{pmatrix} u \\ d \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} c \\ s \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} t \\ b \end{pmatrix}$	+2/3e -1/3e

Abbildung 1.2: Übersicht der Elementarteilchen des Standardmodells. Nicht dargestellt sind die entsprechenden Antiteilchen und die Austauschteilchen der Wechselwirkungen.

und $\pm \frac{2}{3}e$.

Ebenso gibt es 3 Dubletts von Leptonen (ν_e, e) , (ν_μ, μ) und (ν_τ, τ) , wobei die Neutrinos

¹Das Myonenneutrino wurde 1962 am Brookhaven AGS-Beschleuniger durch die Untersuchung des Pionzerfalls $\pi^\pm \rightarrow \mu^\pm + \nu_\mu/\bar{\nu}_\mu$ nachgewiesen.

Das Tauonneutrino wurde erst 2000 durch das DONUT-Experiment am Fermilab nachgewiesen [Don00].

Die beiden Anfang der 1960er bekannten Neutrinoarten (ν_e, ν_μ) ¹ passen sich gut in das sich in dieser Zeit etablierende Standardmodell der Elementarteilchenphysik ein.

Das Standardmodell unterscheidet 12 fundamentale Fermionen (Quarks und Leptonen) und ihre entsprechenden Antiteilchen, die durch die Austauschteilchen der Wechselwirkungen ergänzt werden. Die Elementarteilchen werden in drei Familien (Generationen) von Fermionen entsprechend ihrer Masse gruppiert. Es existieren 6 Arten (flavour) von Quarks, die in je 3 Farbzuständen (colours) vorkommen. Ihre elektrischen Ladungen betragen $\pm \frac{1}{3}e$

elektrisch neutral sind und die geladenen Leptonen jeweils eine Elementarladung $\pm e$ tragen.

Die vereinheitlichte Theorie der schwachen und elektromagnetischen Wechselwirkung wurde 1967/68 von Glashow, Weinberg und Salam aufgestellt. Diese CWS-Theorie ([Gla61], [Sal68], [Wei67]) der elektroschwachen Wechselwirkung sagt die Existenz von Vektorbosonen voraus, die die Austauscheteilchen (W^\pm , Z^0 -Bosonen) der schwachen Wechselwirkung darstellen.

Im Standardmodell der Teilchenphysik werden die Neutrinos als ungeladene Teilchen ohne elektrisches und magnetisches Dipolmoment betrachtet, sie nehmen deshalb nur an der schwachen Wechselwirkung teil.

Den Fermionen wird in diesem Modell durch 'Yukawa'-Kopplungen zwischen links- und rechtshändigen Spinorkomponenten eine Masse zugewiesen. Durch die maximale Paritätsverletzung der schwachen Wechselwirkung existiert keine rechtshändige Komponente für Neutrinos bzw. keine linkshändige Komponente für Antineutrinos. Im Standardmodell ist demnach für Neutrinos keine Massengeneration analog zu derjenigen der Fermionen möglich. Sie müssen als masselos angesehen werden. Massive Neutrinos müssen durch Modelle jenseits des Standardmodells erklärt werden.

1.3 Neutrinoquellen

Neutrinos kommen in der Natur sehr häufig vor, wechselwirken aber kaum mit der übrigen Materie. Grob unterteilt man Neutrinoquellen in natürliche und künstliche Quellen. Künstliche Quellen sollen möglichst intensive und teilweise gerichtete Neutrinoflüsse haben. Mit ihnen kann man Neutrinoreaktionen und -eigenschaften untersuchen. Dagegen können natürliche Neutrinoquellen auch genutzt werden, um die in der Quelle ablaufenden Entstehungsprozesse zu untersuchen.

Natürliche Neutrinoquellen sind:

- atmosphärische Neutrinos

Stößt ein Teilchen der kosmischen Strahlung² mit einem Atomkern (N,O) der oberen Erdatmosphäre zusammen, entsteht ein sogenannter „Luftschauder“. Dieser besteht hauptsächlich aus geladenen Pionen π^\pm und Kaonen K^\pm . Diese zerfallen, wenn sie zu wenig Energie besitzen, um weitere Teilchen zu erzeugen, zu Myonen μ^\pm und Elektronen (bzw. Positronen) e^\pm .

$$p + N \rightarrow \pi^\pm, K^\pm \rightarrow \mu^\pm + \nu_\mu/\bar{\nu}_\mu \quad (1.3)$$

$$\rightarrow e^\pm + \nu_e/\bar{\nu}_e + \bar{\nu}_\mu/\nu_\mu \quad (1.4)$$

Bei diesen Zerfallsprozessen entstehen auch Myonneutrinos und Elektronneutrinos (Verhältnis 2:1) mit Energien von einigen MeV bis zu 10^6 GeV.

- solare Neutrinos

Solare Neutrinos entstehen in der Sonne bei der Fusion von Wasserstoff zu Helium.

²Die kosmische Strahlung besteht zu fast 90% aus Protonen, zu knapp 9% aus α -Teilchen und zu ungefähr 1% aus Elektronen.

Die Summenreaktion der pp-Fusionskette [Sch97] lautet:



In der Sonne entstehen ausschließlich Elektroneneutrinos ν_e , die wegen ihres sehr kleinen Wirkungsquerschnitts die Sonne ungehindert verlassen können. Aufgrund der langen Wegstrecke zwischen Sonne und Erde ($\approx 1,5 \cdot 10^8$ km) und der niedrigen Energie der Neutrinos ($E_\nu \approx 0,3$ MeV) eignen sie sich sehr gut, um Neutrinooszillationen im Vakuum zu untersuchen.

- Kosmologische Neutrinos
- Neutrinos aus Supernovae, Hochenergetische kosmische Neutrinos
Auf diese soll an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden.

1.4 Massive Neutrinos und Oszillationsexperimente

Im letzten Jahrzehnt haben zahlreiche Experimente den Nachweis erbracht, dass Neutrinos Masse besitzen, indem sie Neutrinooszillationen beobachtet haben. Es gibt zwei Voraussetzungen, die notwendig sind, um Neutrinooszillationen zu erklären.

1. Neutrinos mischen

Die Flavourzustände $|\nu_\alpha\rangle$ ($\alpha = e, \mu, \tau$) sind nicht identisch mit den Eigenzuständen $|\nu_i\rangle$ ($i = 1, 2, 3$) des Massenoperators M . Durch eine unitäre Mischungsmatrix U können die Massen-Eigenzustände $|\nu_i\rangle$ mit den Eigenwerten m_i ($i = 1, 2, 3$) als lineare Superposition der Flavour-Eigenzustände dargestellt werden [Sch97].

$$|\nu_i\rangle = \sum_{\alpha} U_{i\alpha}^+ |\nu_\alpha\rangle = \sum_{\alpha} U_{i\alpha}^* |\nu_\alpha\rangle, \quad (1.6)$$

$$|\nu_\alpha\rangle = \sum_i U_{\alpha i} |\nu_i\rangle \quad (1.7)$$

Dabei ist die Mischungsmatrix U eine unitäre ($n \times n$)-Matrix mit $(n-1)^2$ unabhängigen Parametern. Diese ist beschreibbar durch eine n -dimensionale Rotationsmatrix mit $(\frac{1}{2}n(n-1))$ Mischungswinkeln und $(\frac{1}{2}(n-1)(n-2))$ Phasen. Für $n = 3$ erhält man drei Mischungswinkel und eine CP-verletzende Phase.

2. Mindestens einer der Masseneigenwerte besitzt eine Masse $m_i \neq 0$. Hieraus folgt weiterhin, dass nicht alle Neutrinos die gleiche Masse haben [Sch97].

Die zeitliche Entwicklung des Massen-Eigenzustandes erhält man durch Anwenden der Schrödinger-Gleichung ($\hbar = c = 1$).

$$|\nu_i(t)\rangle = e^{-i \cdot E_i t} |\nu_i\rangle \quad (1.8)$$

mit

$$E_i = \sqrt{p_i^2 + m_i^2} \approx p + \frac{m_i^2}{2p} \approx E + \frac{m_i^2}{2E} \quad \text{falls } p \gg m_i \quad (1.9)$$

Dies bedeutet, dass unterschiedliche Masseneigenzustände mit unterschiedlichen Phasenfaktoren propagieren, falls $m_i \neq m_j$ für $i \neq j$.

Ein zur Zeit $t = 0$ reiner Flavourzustand $|\nu_\alpha\rangle$ entwickelt sich mit der Zeit in einen Zustand

$$|\nu(t)\rangle = \sum_i U_{\alpha i} \cdot e^{-i \cdot E_i t} |\nu_i\rangle = \sum_{i,\beta} U_{\alpha i} U_{\beta i}^* \cdot e^{-i \cdot E_i t} |\nu_\beta\rangle \quad (1.10)$$

Detektiert man das Neutrino nach einer Flugstrecke L (bzw. Flugzeit t) durch einen Prozess der schwachen Wechselwirkung, so ist es möglich, dass die Leptonen l_α und l_β von unterschiedlicher Art sind.

Die Übergangswahrscheinlichkeit $\mathcal{P}(\alpha \rightarrow \beta, t) \equiv |\langle \nu_\beta | \nu(t) \rangle|^2$ berechnet sich zu

$$\mathcal{P}(\alpha \rightarrow \beta, t) = \left| \sum_i U_{\alpha i} U_{\beta i}^* e^{-i E_i t} \right|^2 \quad (1.11)$$

$$= \underbrace{\sum_i |U_{\alpha i} U_{\beta i}^*|^2}_{\text{mittlere Übergangswahrscheinlichkeit}} + 2 \cdot \underbrace{\Re \sum_{j>i} U_{\alpha i} U_{\alpha j}^* U_{\beta i}^* U_{\beta j} e^{-i(E_i - E_j)t}}_{\text{Oszillationsterm}} \quad (1.12)$$

Die Auswertung von mittleren Übergangswahrscheinlichkeiten gibt Auskunft über die Parameter der Mischungsmatrix, nicht aber über die Massendifferenz Δm_{ij}^2 .

Betrachtet man ultrarelativistische Neutrinos, so ist die Zeit t äquivalent zu einer Strecke $L \approx c \cdot t = t$, wenn $c = 1$ gesetzt ist.

Mit Gleichung (1.9) ergibt sich daher für die Phasendifferenz im Oszillationsterm der Übergangswahrscheinlichkeit (Gl. 1.12)

$$(E_i - E_j)t \approx \frac{m_i^2 - m_j^2}{2} \cdot \frac{L}{E} \equiv \frac{\Delta m_{ij}^2}{2} \cdot \frac{L}{E} \quad (1.13)$$

An Gleichung (1.13) sieht man, dass die Übergangswahrscheinlichkeit periodisch mit L/E variiert. Das heißt, der zweite Term beschreibt den Prozess der Neutrinooszillation. Dies ist aber nur möglich, wenn mindestens eine der Neutrinomassen $m_i \neq 0$ ist, da andernfalls alle Δm_{ij}^2 verschwinden.

Wenn man sich zur Veranschaulichung des Sachverhalts auf einen ‘‘Zwei-Flavour-Formalismus‘‘ mit zwei Neutrinoarten, einem Mischungswinkel θ und keiner komplexen Phase beschränkt

$$\begin{pmatrix} \nu_\alpha \\ \nu_\beta \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & \sin(\theta) \\ -\sin(\theta) & \cos(\theta) \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \nu_1 \\ \nu_2 \end{pmatrix}, \quad (1.14)$$

so ergibt sich

$$\mathcal{P}(\alpha \rightarrow \beta, L) = \sin^2 2\theta \cdot \sin^2 \left(\frac{\Delta m^2 L}{4 E} \right) \quad (1.15)$$

als Wahrscheinlichkeit für den Übergang von einem Flavourzustand in den anderen. Es ist erkennbar, dass der Mischungswinkel θ und die Massendifferenz Δm^2 nicht verschwinden dürfen, damit Neutrinooszillationen möglich sind.

Der Mischungswinkel definiert die Amplitude und die Massendifferenz zusammen mit der Energie und der Distanz die Phase.

Falls die Neutrinos Materie variierender Elektronendichte durchqueren, kann es zu einer resonanten Verstärkung der Oszillationswahrscheinlichkeit kommen. Man spricht von dem MSW-Effekt³ [Sch97].

1.4.1 Experimente zu Neutrinooszillationen

An dieser Stelle sollen exemplarisch einige Experimente vorgestellt werden.

R. Davis et al. untersuchten ab ungefähr 1970 die solaren Neutrinos. Hierzu bauten sie in der Homestake Mine (USA) in 1400 m Tiefe einen mit 615 Tonnen Perchloräthylen C_2Cl_4 gefüllten Tank auf. In diesem reagieren die solaren Elektroneneutrinos mit den Chloratomen.



Das dadurch entstandene radioaktive ${}^{37}\text{Ar}$ wurde regelmäßig ausgespült und durch den Rückzerfall ($T_{1/2} = 35$ d) nach Chlor nachgewiesen. Aus der Anzahl der gemessenen ${}^{37}\text{Ar}$ -Atome ließ sich der Neutrinofluss aus der Sonne bestimmen.

Unter Berücksichtigung der Nachweiseffizienz des Detektors war dieser gemessene Neutrinofluss (1.17), angegeben in Einheiten von SNU⁴, um einen Faktor drei kleiner als die Erwartung aus Modellrechnungen des Standard-Sonnen-Modells (SSM) [Dav96].

$$\text{Homestake} : 2,56 \pm 0,22 \text{ SNU} \quad (1.17)$$

$$\text{SSM} : 9,3 \pm 1,3 \text{ SNU} \quad [\text{Bah95}] \quad (1.18)$$

Diese Diskrepanz wurde als solares Neutrino-Problem bekannt. Erklärt werden konnte das solare Neutrino-Problem erst durch die Entdeckung der Neutrinooszillationen.

Seit Mitte der neunziger Jahre detektiert der Superkamiokande-Detektor solare und atmosphärische Neutrinos. Bei dem Superkamiokande-Detektor handelt es sich um einen Wasser-Tscherenkow-Detektor, der aus einem mit 50 kt ultrareinem Wasser gefüllten zylindrischen Tank ($\varnothing = 39$ m, $h = 41$ m) besteht, welcher von 11200 Photomultipliern beobachtet wird. Um langreichweitige atmosphärische Myonenstrahlung abzuschirmen, befindet sich das Experiment in der Kamioka-Mine (Japan) in etwa 1 km Tiefe.

Ein einfallendes Neutrino erzeugt beim Einfang im Detektor ein Lepton der gleichen Generation, das durch Tscherenkow-Licht nachgewiesen wird. Bei solaren Neutrinos geschieht dies über elastische ν - e -Streuung

$$\nu_e + e^- \rightarrow \nu_e + e^- \quad (1.19)$$

und bei atmosphärischen Neutrinos über geladene-Strom-Reaktionen

$$\nu_\alpha + N \rightarrow l_\alpha + X \quad (1.20)$$

Durch das detektierte Tscherenkow-Licht der Leptonen erhält man Informationen über Flavour, Energie, Richtung und Zeit.

³Der MSW-Effekt ist nach seinen Entdeckern S. Mikheyev, A. Smirnov und L. Wolfenstein benannt.

⁴Solar Neutrino Unit, 1 SNU = 10^{-36} ν_e -Einfänge pro Targetatom pro Sekunde [Sch97].

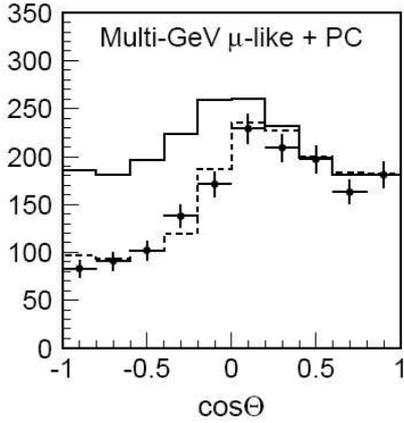


Abbildung 1.3: Zenitwinkelabhängiges Defizit von ν_μ . Bei Superkamiokande wurde eine zenitwinkelabhängiges Defizit an Myonantineutrinos beobachtet. Dargestellt ist der erwartete Fluss ohne Neutrinooszillationen (durchgezogene Linie) und der Fit an die Daten (gestrichelte Linie). Die Daten sind konsistent mit einer Zwei-Flavour-Neutrinooszillation $\nu_\mu \leftrightarrow \nu_\tau$ [SK04].

Für atmosphärische Neutrinos erwartet man entsprechend ihrer Produktionsreaktionen (siehe Gl. 1.4) ein Verhältnis des Flusses $\nu_\mu + \bar{\nu}_\mu$ zum Fluss $\nu_e + \bar{\nu}_e$ von etwa zwei. Das Experiment zeigte jedoch ein zenitwinkelabhängiges Defizit von Myon(anti)neutrinos. Die experimentellen Daten sind mit einer Zwei-Flavour-Oszillation $\nu_\mu \leftrightarrow \nu_\tau$ konsistent. Die beobachtete Abhängigkeit vom Zenitwinkel wird dadurch erklärt, dass das Neutrino abhängig von seinem Einfallswinkel eine unterschiedlich lange Wegstrecke L ($L_{min} \approx 20$ km und $L_{max} \approx 13000$ km) zurückgelegt hat. Es wurde also gezeigt, dass der Oszillationseffekt nicht nur bei solaren Neutrinos auftritt.

Die Parameter können mit 90% C.L. auf folgende Bereiche eingeschränkt werden [Ash04]:

$$1,9 \cdot 10^{-5} \text{ eV}^2 < \Delta m_{23}^2 < 3,0 \cdot 10^{-3} \text{ eV}^2 \quad (1.21)$$

$$\sin^2(2\theta) > 0,9 \quad (1.22)$$

Dies ist mit “maximaler Mischung“ $\sin^2(2\theta) = 1$ verträglich.

Erst 2001 konnte die SNO-Kollaboration (“Sudbury Neutrino Observatory“) mit einem neuen Experiment zeigen, dass die Ursache des beobachteten Defizits der solaren Neutrinos Neutrino-Flavour-Oszillationen sind [Ahm01]. Hierzu nutzte die SNO-Kollaboration einen von 9456 Photomultipliern umgebenen kugelförmigen Detektor aus 1000 t D_2O , der sich zur Abschirmung von kosmischer Strahlung in einer über 2 km tiefen Miene bei Sudbury (Kanada) befindet. Der Detektor ist aufgrund der im Deuterium vorhandenen Neutronen in der Lage, die drei Neutrinoarten ν_α ($\alpha = e, \mu, \tau$) gemäß folgenden Reaktionen zu beobachten.

$$\nu_e + d \rightarrow p + p + e^- \quad \text{CC, charged current} \quad \Phi_{CC} = \Phi_e \quad (1.23)$$

$$\nu_\alpha + d \rightarrow p + n + \nu_\alpha \quad \text{NC, neutral current} \quad \Phi_{NC} = \Phi_e + \Phi_{\mu,\tau} \quad (1.24)$$

$$\nu_\alpha + e^- \rightarrow \nu_\alpha + e^- \quad \text{ES, elastic scattering} \quad \Phi_{ES} = \Phi_e + 0,16\Phi_{\mu,\tau} \quad (1.25)$$

Anhand ihres charakteristischen Tscherenkow-Lichts lassen sich Reaktionen des geladenen Stroms und elastische Streuungen identifizieren. Bei den neutralen Strom-Reaktionen detektiert man 6,25 MeV γ -Strahlung, die bei einem Neutroneneinfang des entstandenen Neutrons durch das Deuterium entsteht [SNO02]. Sowohl die gemessenen Flüsse des geladenen und neutralen Stroms als auch diejenigen aus elastischer Streuung haben

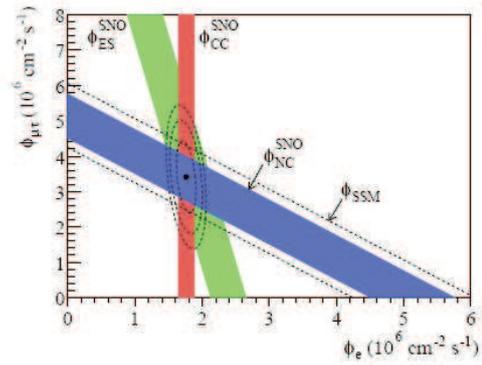


Abbildung 1.4: *Das Resultat von SNO* Der totale Neutrinofluss stimmt sehr gut mit der Vorhersage des SSM überein, wobei der Fluss der Elektroneneutrinos zu etwa 1/3 zum Gesamtfluss beiträgt [Ahm02].

charakteristische Anteile von Elektron-, sowie von Myon- und Tauonneutrinos. Sie addieren sich genau zu dem aus SSM-Modellrechnungen erwarteten Fluss auf (siehe Abb. 1.4).

Das solare Neutrinoproblem kann also durch Berücksichtigung von Materie-induzierten Oszillationen in der Sonne und in Verbindung mit Vakuum-Oszillationen auf dem Weg von der Sonne zur Erde erklärt werden.

1.5 Absolute Neutrinomassenbestimmung

In dem vorangegangenen Abschnitt wurden Möglichkeiten und Experimente vorgestellt, die Neutrinooszillationen untersuchen. Diese Experimente sind allerdings nicht in der Lage die absolute Neutrinomasse zu bestimmen. Desweiteren können sie auch keine Aussage über die Massenhierarchie der Neutrino-Masseneigenzustände machen. Es gibt mehrere experimentelle Methoden, mit denen man versucht, die absolute Neutrinomasse zu bestimmen.

1. kosmologische Untersuchung: WMAP + Strukturuntersuchungen
2. neutrinoloser doppelter β -Zerfall
3. Untersuchung schwacher Zerfälle: Diese Methode zur Neutrinomassenbestimmung ist modellunabhängig und nutzt hauptsächlich die relativistische Energie-Impuls-Beziehung. Die aktuellen Obergrenzen für die Myon- und Tauonneutrinomasse stammen aus der Untersuchung des schwachen Zerfalls des Myons und des Tauons. Sie sind um mindestens fünf Größenordnungen schlechter als die aktuell genaueste Obergrenze für die Elektronneutrinomasse.

$$m_{\nu_e} < 2 \text{ eV} \quad [\text{PDG}] \quad (1.26)$$

Diese Elektronneutrinomasse wurde bei der Untersuchung des Endpunktes des Tritium- β -Zerfalls bestimmt. In dem folgenden Kapitel soll das KATRIN Experiment beschrieben werden, das auf Elektronneutrinomassen $m_{\nu_e} < 0,2 \text{ eV}$ sensitiv sein wird.

Gliederung der Arbeit

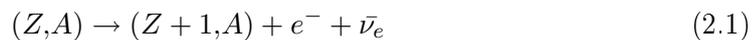
- **Kapitel 1** gibt einen kurzen Überblick über einige der bisherigen Entdeckungen und Experimente auf dem Gebiet der Neutrino-physik.
- In **Kapitel 2** wird das KATRIN-Experiment vorgestellt. Es wird der β -Zerfall und der MAC-E-Filter als theoretische Grundlagen erläutert. Anschließend wird der Aufbau und einzelne Komponenten des Experimentes beschrieben. Hierbei wird dann insbesondere auf die kondensierte ^{83m}Kr -Konversionselektronenquelle eingegangen.
- In **Kapitel 3** werden die theoretischen Grundlagen des in dieser Arbeit verwendeten Ellipsometrieaufbaus erläutert. Dies geschieht im Hinblick auf die vorgestellte Analyse der aufgenommenen Referenzkurve und in Hinblick auf die notwendige Anpassung des Aufbaus für den Einsatz der kondensierten Konversionselektronenquelle in der Hauptstrahlführung des KATRIN-Experiments, in der Form, dass der Laserstrahl über Spiegel auf das zu untersuchende Substrat geführt werden kann. Dies stellt hohe Anforderungen in Bezug auf die polarisationserhaltenden Eigenschaften der Spiegel.
- In **Kapitel 4** wird der experimentelle Laserellipsometrie-Aufbau an der kondensierten Konversionselektronenquelle und das neu entwickelte LabVIEW basierte Messprogramm zur Bestimmung der Analysemessgrößen beschrieben.
- **Kapitel 5** stellt erste Messergebnisse, die mit dem neuen Aufbau bestimmt wurden dar und geht vor allem auf die, bei der Analyse aufgedeckten, systematischen Abweichungen zwischen der theoretischen Kurvenbeschreibung und der experimentell bestimmten ein. Weiterhin wird eine mit dem Ellipsometrieaufbau durchgeführte Restgas-Analyse vorgestellt.
- In **Kapitel 6** wird dargestellt, mit welchen Spiegeln ein Ellipsometrieaufbau realisiert werden kann, bei dem das Licht über diese Spiegel auf das Substrat geführt. Es werden erste Testmessungen zu den in Frage kommenden Spiegeln vorgestellt.
- **Kapitel 7** gibt eine kurze Zusammenfassung über die vorliegende Arbeit.

2 Das KATRIN-Experiment

In diesem Kapitel wird das KATRIN-Experiment, die physikalische Idee und der experimentelle Aufbau vorgestellt. Es werden die Eigenschaften des Spektrometers und seine prinzipielle Funktionsweise erklärt. Zum Verständnis der Teilchenbewegung im Spektrometer wird die adiabatische Näherung in erster Ordnung betrachtet, wodurch die Teilchenbewegung in verschiedene Bewegungsanteile zerlegt werden kann.

2.1 Der Tritium- β -Zerfall

Wenn sich in einem nackten Atomkern ein Neutron in ein Proton umwandelt, wird dabei ein Elektron und ein Elektronantineutrino abgestrahlt. Diesen Prozeß, in dem sich die Kernladung Z um eins erhöht, die Massenzahl A aber konstant bleibt, nennt man β^- -Zerfall.



Die freiwerdende Zerfallsenergie verteilt sich auf das Elektron und das Elektronneutrino, wobei man den geringen Energieübertrag auf den Tochterkern, wegen seiner im Vergleich zu den Zerfallsprodukten großen Masse, vernachlässigen kann.

KATRIN verwendet als Elektronenquelle Tritium ($\equiv {}^3H$). Dieses ist β -instabil und zerfällt in seinen Spiegelkern Helium-3.

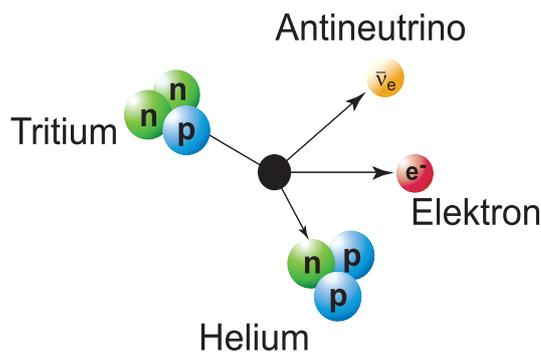


Abbildung 2.1: *Der Beta-Zerfall eines Neutrons im Tritium-Molekül. Ein Neutron wandelt sich unter Aussendung eines Elektrons und eines Elektronantineutrinos in ein Proton um.*

Im Folgenden soll erklärt werden, wie man aus der Form des kontinuierlichen Energiespektrums des Elektrons die Energie des Elektronantineutrinos bestimmen kann. Die

Form des Energiespektrums kann durch Anwenden von Fermis Goldener Regel abgeleitet werden. Die Rate der emittierten Elektronen im Energieintervall zwischen E und $E + dE$ ist durch das Übergangsmatrixelement \mathcal{M} und durch die Phasenraumdichte der möglichen Endzustände $\rho(E)$ gegeben:

$$\frac{d^2 N}{dt dE} = \frac{2\pi}{\hbar} |\mathcal{M}|^2 \rho(E) \quad (2.3)$$

Die Form des β -Spektrums ergibt sich zu [KRA05]:

$$\frac{d^2 N}{dt dE} = R(E) \sqrt{(E_0 - E)^2 - m_{\nu_e}^2 c^4} \Theta(E_0 - E - m_{\nu_e} c^2) \quad (2.4)$$

mit

$$R(E) = \frac{G_F^2}{2\pi^3 \hbar^7 c^5} \cos^2 \theta_c |\mathcal{M}|^2 F(Z + 1, E) p(E + m_e c^2) (E_0 - E) \quad (2.5)$$

wobei

G_F	die Fermi-Kopplungskonstante,
θ_C	der Cabibbo-Winkel,
$\mathcal{M}(E)$	das Kernmatrixelement des Übergangs,
$F(Z, E)$	die Fermi-Funktion, welche die Coulomb-Wechselwirkung zwischen dem emittierten Elektron und dem Tochterkern berücksichtigt,
p	der Impuls des Elektrons und
E	seine kinetische Energie,
E_0	die Endpunktsenergie des β -Spektrums,
$m_e c^2$	die Ruheenergie des Elektrons und
$m_{\nu_e} c^2$	die Ruheenergie des Elektronantineutrinos ist.

Für den betrachteten Tritium- β -Zerfall ist sowohl das Kernmatrixelement \mathcal{M} als auch die Fermifunktion $F(Z + 1, E)$ unabhängig von der Neutrinomasse m_{ν_e} .

- Das Kernmatrixelement $|\mathcal{M}|^2$ ist energieunabhängig und berechnet sich zu [Rob88]

$$|\mathcal{M}|^2 = 5,55 \quad (2.6)$$

- Die Fermifunktion beschreibt die Coulomb-Wechselwirkung des emittierten Elektrons mit dem Tochterkern und ergibt sich für Tritium mit $Z = 1$ zu [Ang04]

$$F(Z + 1, E = E_0) = 1,1875 \quad (2.7)$$

Die Neutrinomasse beeinflusst das Spektrum nur über den im Phasenraumfaktor enthaltenen Impuls des Neutrinos.

$$p_\nu = \sqrt{(E_0 - E)^2 - m_{\nu_e}^2 c^4} \quad (2.8)$$

Der Einfluss nimmt zu je näher man der Endpunktsenergie kommt und er bewirkt eine Verschiebung des Endpunktes (siehe Abb. 2.2).

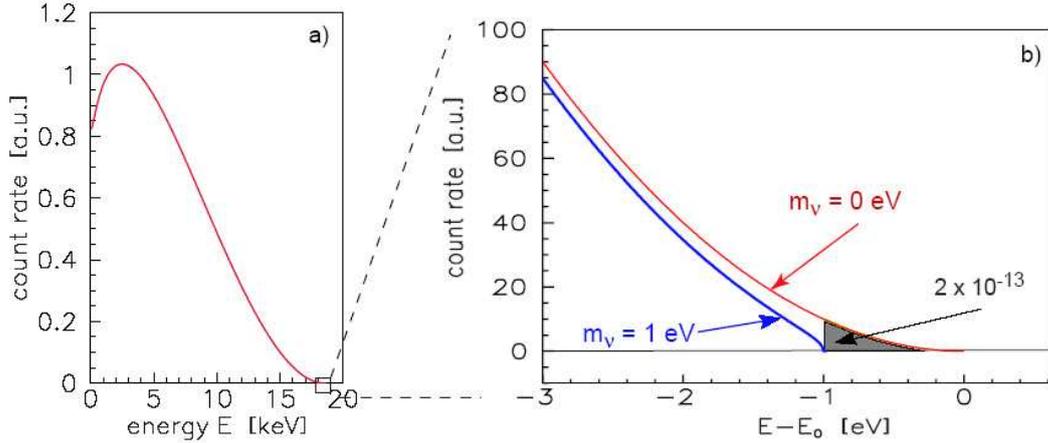


Abbildung 2.2: Signatur einer endlichen Neutrinomasse im Endpunktsbereich des Tritium- β -Zerfalls. Links: Das vollständige Spektrum der Zerfallselektronen. Rechts: Dargestellt ist der Bereich, in dem die Signatur für die Neutrinomasse am größten ist. Man kann erkennen, dass sich die Form und der Endpunkt des Spektrums mit einer endlichen Neutrinomasse verändert. Besitzt das Elektronantineutrino keine Ruhemasse, so endet das Spektrum bei der Zerfallsenergie E_0 von molekularem Tritium, besitzt es eine Masse von 1 eV , so endet das Spektrum bei $[E_0 - 1\text{ eV}]$. In diesem Bereich findet nur ein Anteil von $2 \cdot 10^{-13}$ Ereignissen statt, sodass der Endpunkt des β -Spektrums von Untergrundsignalen überdeckt sein wird und die Ruhemasse des Elektronantineutrinos über die spektrale Form des Spektrums bestimmt werden muss.

Man muss beachten, dass die vorgestellten Spektren für einen nackten Atomkern gelten. In der Realität wird die Tritiumquelle aus molekularem Tritium bestehen, d.h. es müssen Wechselwirkungen und Einflüsse der Hüllenelektronen und des zweiten Moleküllkerns berücksichtigt werden. Außerdem muss man berücksichtigen, dass das Tochtermolekül in einem angeregten Zustand verbleiben kann. Für weitergehende Informationen hierzu verweise ich auf [KAT04].

Prinzipiell wäre es möglich die Neutrinomasse aus der Verschiebung des gemessenen Endpunktes des β -Spektrums gegenüber der Zerfallsenergie E_0 des Tritium-Zerfalls zu bestimmen. Jedoch wird der Endpunkt des gemessenen Spektrums von Untergrundsignalen überdeckt sein und der aktuell genaueste Wert für die Zerfallsenergie beträgt

$$E_0(T_2) = 18571,8 \pm 1,2\text{ eV} \quad (2.9)$$

für molekulares Tritium [Ott08], wobei die $(T, {}^3\text{He})$ -Massendifferenz aus einem Penningfallen-Experiment [Nag06] eingeflossen ist. Im Hinblick auf die hohe Sensitivität, die das KATRIN Experiment erreichen möchte, sind beide Parameter nicht als Input-Parameter geeignet.

Stattdessen wird man die Form des Spektrums in der Nähe des Endpunktes analysieren. Bei der Analyse gehen sowohl das Neutrinomassenquadrat $m_{\nu_e}^2$ als auch die Position des Endpunktes als freie Parameter ein.

Folgende Anforderungen müssen an ein Experiment gestellt werden, das den Endpunkts-

bereich des β -Spektrums vermessen soll, um die Ruhemasse des bei dem Zerfall freiwerdenden Elektronantineutrinos zu bestimmen:

- **Eine hohe Signalrate in der Endpunktregion**

Die Zählrate sinkt in dem Energieintervall unterhalb des Endpunktes mit der dritten Potenz der Energie (siehe Gl. 2.4 und 2.5). Deshalb ist es für eine hohe Signalrate notwendig, dass der akzeptierte Raumwinkel des Spektrometers für die emittierten Elektronen möglichst groß ist.

- **Hohe Energieauflösung**

Die erreichbare Sensitivität verbessert sich mit der Energieauflösung.

- **Gutes Signal-zu-Untergrund-Verhältnis in dem Endpunktsbereich**

Diese Anforderungen kann ein MAC-E-Filter erfüllen. Seine prinzipielle Funktionsweise soll nachfolgend erläutert werden.

2.2 Die Funktionsweise eines MAC-E-Filters

Der MAC-E-Filter wurde 1980 von P. Kruit und F.H. Read unter dem Namen SRS vorgestellt. [Bea80], [Kru83]. Dieser Spektrometertyp wurde bei den Neutrinomassenexperimenten in Mainz und Troitsk verwendet und für den Einsatz beim KATRIN-Experiment weiterentwickelt. Die wesentliche Verbesserung gegenüber den vorherigen MAC-E-Filtern ist die signifikant bessere Energieauflösung¹

$$\begin{aligned} \text{Mainz :} & \quad \frac{\Delta E}{E} = 4,8 \text{ eV} \\ \text{KATRIN :} & \quad \frac{\Delta E}{E} = 0,93 \text{ eV} \end{aligned}$$

und die neu entwickelte zweilagige Drahtelektrode zur Untergrundreduzierung. Abbildung 2.3 zeigt den schematischen Aufbau des MAC-E-Filters. Zwei Hauptbestandteile sind die beiden Solenoiden am Ein- und Ausgang des Spektrometers, die ein magnetisches Führungsfeld erzeugen. Die magnetische Feldstärke B ist innerhalb der Solenoiden maximal $B = B_{max}$ und nimmt zur Spektrometermitte ab. Der Minimalwert $B = B_{min}$ wird im Idealfall in der sogenannten Analysierebene erreicht und es gilt für das KATRIN-Experiment $\frac{B_{max}}{B_{min}} \approx 20.000$. Elektronen, die in der Tritiumquelle links vom Eingangssolenoiden erzeugt werden, werden im Spektrometertank entlang der Magnetfeldlinien zum Detektor geführt. Hierbei führen sie aufgrund der Lorentzkraft $\vec{F}_L = q \cdot (\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B})$ eine Zyklotronbewegung um die Feldlinien aus. Die kinetische Energie der Elektronen kann man in eine zu den Feldlinien parallele Komponente E_{\parallel} und eine transversale Komponente E_{\perp} zerlegen:

$$E_{kin} = E_{\parallel} + E_{\perp} \quad (2.10)$$

$$= E_{kin} \cos^2 \theta + E_{kin} \sin^2 \theta \quad (2.11)$$

¹Diese Auflösung gilt für den Fall, dass noch der ganze Flusschlauch im Spektrometertank liegt. Zu Lasten der Luminosität kann die Auflösung erhöht werden, indem in der Spektrometermitte ein geringeres Magnetfeld B_{min} angelegt wird. Auf diese Weise wird das Mainzer Spektrometer als Monitorspektrometer bei KATRIN wiederverwendet.

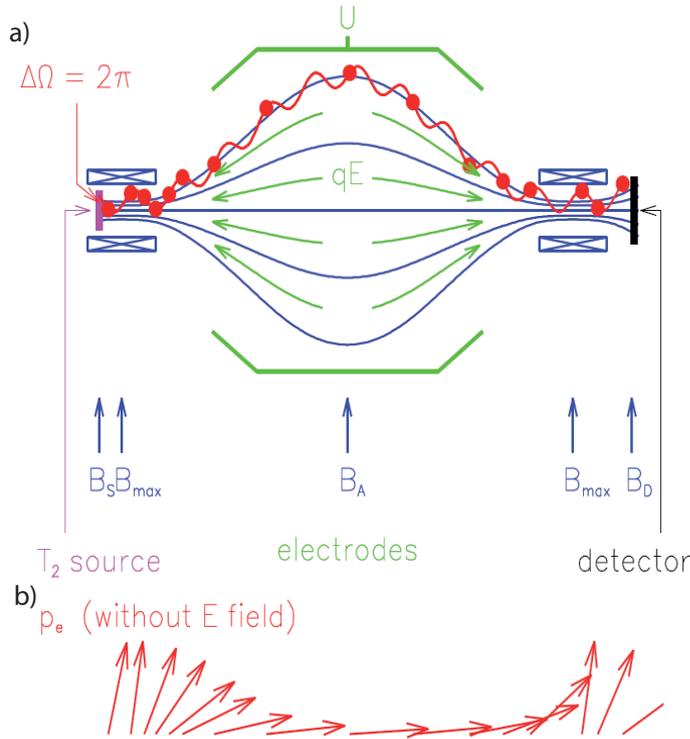


Abbildung 2.3: Konzept des beim KATRIN-Experiment verwendeten MAC-E-Filters [KAT04]. a) Gezeigt ist der experimentelle Aufbau des Spektrometers. b) Es wird gezeigt, wie der transversale Impuls der Elektronen sich im Spektrometer verändert.

Dabei ist θ der Winkel zwischen Geschwindigkeitsvektor \vec{v} und der Magnetfeldlinie und es gilt: $\cos\theta = \left| \frac{\vec{B} \cdot \vec{v}}{|\vec{B}| \cdot |\vec{v}|} \right|$.

Durch die Zyklotronbewegung besitzen die Elektronen ein magnetisches Bahnmoment $\mu = |\vec{\mu}| = \frac{e}{2m_e} |\vec{l}|$. Aufgrund der sich ändernden magnetischen Feldstärke im Spektrometer wirkt auf die Elektronen eine Gradientenkraft

$$\vec{F}_{\nabla} = \vec{\nabla}(\vec{\mu} \cdot \vec{B}), \quad (2.12)$$

die sie parallel zu den Feldlinien in Richtung der minimalen Feldstärke beschleunigt. Ist die Änderung gegenüber einem Zyklotronumlauf klein, so geschieht dies adiabatisch und das Bahnmoment ist eine Erhaltungsgröße der Bewegung.

$$\mu = \frac{E_{\perp}}{B} = const. \quad (2.13)$$

Da sich die magnetische Feldstärke entlang der Feldlinien ändert und da μ eine Konstante ist, muss sich E_{\perp} entlang der Feldlinien ebenfalls ändern. Gleichzeitig ist aber die Gesamtenergie des Elektrons erhalten (siehe Gl. 2.11). Betrachtet man ein abnehmendes Magnetfeld, so wandelt sich die transversale Energie E_{\perp} in longitudinale Energie E_{\parallel} um. Dies bewirkt, dass sich der Impuls \vec{p}_e eines Elektrons mit transversalem Anteil bis zum minimalen Magnetfeld (in der Analysierebene) parallel zu den Feldlinien ausrichtet.

Startet ein Elektron aus dem Tritium- β -Zerfall mit seiner maximalen kinetischen Energie 18,6 keV in der Transversalkomponente, so ist der maximale mögliche Anteil E_{\perp} in der

Analysierebene durch die Erhaltung von μ als

$$\Delta E = E_{\perp,max,A} = E_{kin,max} \cdot \frac{B_{min}}{B_{max}} \quad (2.14)$$

$$= 0,93 \text{ eV} \quad (2.15)$$

gegeben, wobei $B_{max} = 6 \text{ T}$ das Magnetfeld am Pinch-Magneten ist. Dieser Wert entspricht der Energieauflösung des Spektrometers.

Bis jetzt werden die Elektronen allein magnetisch durch das Spektrometer geführt. Um eine Energieselektion der Elektronen vorzunehmen, legt man eine Retardierungsspannung U_0 an das Spektrometer. Die Spannung U_0 erzeugt ein elektrisches Gegenpotential, das in der Analysierebene maximal ist. Diese bewirkt, dass nur Elektronen mit Energien $E_{\parallel,A} > -eU_0$ den Potentialwall überwinden können und dann auf dem Weg zum Detektor wieder auf ihre ursprüngliche Energie beschleunigt werden. Es gilt die Transmissionsbedingung für die Analysierebene:

$$E_{\parallel,A} - qU_0 = E_S - E_{\perp,A} - qU_0 > 0 \quad (2.16)$$

welche entsprechend Gl. 2.11 vom Startwinkel θ der Elektronen abhängt.

$$E_{\parallel,A} - qU_0 = E_S - \underbrace{E_S \sin^2 \theta \frac{B_{min}}{B_S}}_{E_{\perp,A}} - qU_0 > 0 \quad (2.17)$$

mit

- $E_{\parallel,A}$ die Longitudinalenergie in der Analysierebene,
- $E_{\perp,A}$ die Transversalenergie in der Analysierebene,
- E_S die Energie des Elektrons am Entstehungsort,
- B_S die magnetische Feldstärke am Entstehungsort,
- B_{min} die minimale magnetische Feldstärke in der Analysierebene,
- θ der Startwinkel der Elektronen zwischen Impulsrichtung und Magnetfeldlinie,
- U_0 das maximal retardierende Potential in der Analysierebene.

Demnach werden alle Elektronen transmittiert, die unter einem Startwinkel

$$\theta \leq \theta_S = \arcsin \left(\sqrt{\frac{E_S - qU_0}{E_S} \cdot \frac{B_S}{B_{min}}} \right) \quad (2.18)$$

emittiert werden. Da bei dem realen experimentellen Aufbau das Magnetfeld in der Tritiumquelle $B_S = 3,6 \text{ T}$ geringer ist als das maximale Magnetfeld $B_{max} = B_{Pinch} = 6 \text{ T}$, muss der magnetische Spiegeleffekt berücksichtigt werden. Dieser bewirkt, dass Elektronen mit einem Startwinkel $\theta > \theta_S^{max}$ reflektiert werden.

$$\theta_S^{max} = \arcsin \left(\sqrt{\frac{B_S}{B_{max}}} \right) \quad (2.19)$$

Dies hat den Vorteil, dass Elektronen mit großen Startwinkeln, die eine größere Wegstrecke in der Quelle zurücklegen und somit eine größere Wahrscheinlichkeit besitzen an

inelastischen Streuprozessen teilzunehmen, nicht zum Detektor gelangen. Bei dem KATRIN-Experiment beträgt $\theta_S^{max} = 50,77^\circ$.

Es ergibt sich eine analytische Transmissionsfunktion, die in drei Abschnitte unterteilt ist [Pic92].

$$T(E_S, U_0) = \begin{cases} 0 & \text{für } E_S < qU_0 \\ \frac{1 - \sqrt{1 - \frac{E_S - qU_0}{E_S} \cdot \frac{B_S}{B_{min}}}}{1 - \sqrt{1 - \frac{B_S}{B_{max}}}} & \text{für } E_S(1 - \frac{B_{min}}{B_S}) \leq qU_0 \leq E_S \\ 1 & \text{für } qU_0 \leq E_S(1 - \frac{B_{min}}{B_S}) \end{cases} \quad (2.20)$$

Die Transmissionsfunktion lässt nur Elektronen mit Startwinkeln $\theta < \theta_S^{max}$ zu und hängt von der Energie der Elektronen E_S , dem Verhältnis der Magnetfelder von Quellort zu Analysierebene $\frac{B_S}{B_{min}}$, dem Retardierungspotential U_0 und der Spektrometerauflösung ΔE ab. Unter der Energieauflösung des Spektrometers versteht man in diesem Zusammenhang das Energieintervall ΔE , in dem die Transmission von 0% auf 100% ansteigt, wie man in Abb. 2.4 erkennen kann.

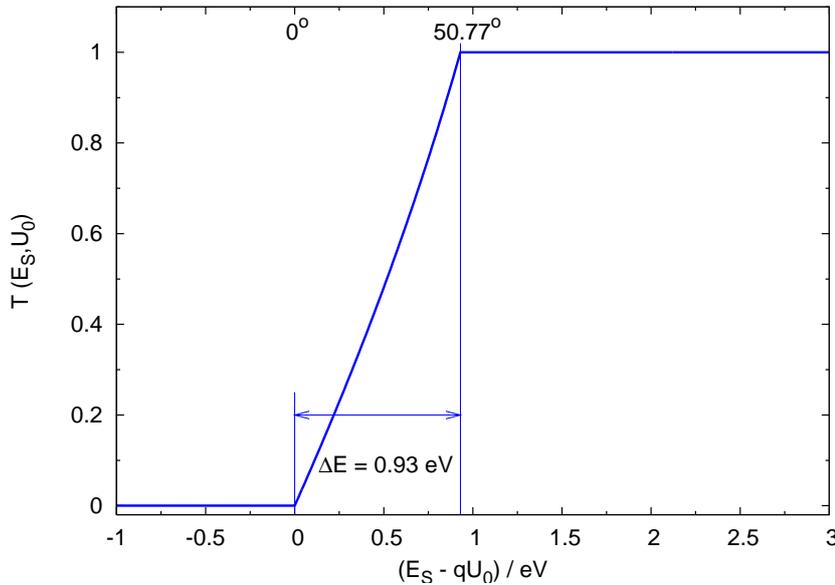


Abbildung 2.4: Die analytische Transmissionsfunktion des KATRIN-Hauptspektrometers. Dargestellt ist die theoretische Transmissionsfunktion des KATRIN-Hauptspektrometers für Elektronen mit einer festen Startenergie E_S als Funktion der Filterenergie qU_0 . Man kann die drei Abschnitte der Transmissionsfunktion erkennen. In dem ersten Abschnitt können keine Elektronen den Potentialwall überwinden. Der Verlauf des zweiten Abschnitts lässt sich dadurch erklären, dass Elektronen mit verschiedenen Startwinkeln unterschiedliche Überschussenergien benötigen, um die Filterschwelle passieren zu können. Elektronen mit kleinem Startwinkel werden schon bei geringsten Überschussenergien transmittiert, während Elektronen mit großen Startwinkeln ($\theta_S^{max} = 50,77^\circ$) erst bei Überschussenergien, die der Auflösungsbreite des Spektrometers entsprechen, transmittiert werden. An der geringen Breite des Anstiegs ist die sehr gute Energieauflösung zu erkennen.

Bei KATRIN wird das β -Spektrum vermessen, indem man die Retardierungsspannung schrittweise variiert und jeweils die Zählrate bestimmt. Es handelt sich bei dem MAC-E-Filter, wenn er in dieser Art betrieben wird, um einen integrierenden Hochpassfilter, der nur auf die Longitudinalenergie der Elektronen sensitiv ist.

2.3 Experimenteller Aufbau des KATRIN-Experiments

Das KATRIN Experiment wird am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) aufgebaut. Nur in dem dortigen Tritiumlabor (TLK) kann die notwendige Menge Tritium mit der benötigten Isotopenreinheit von über 95% bereitgestellt werden.

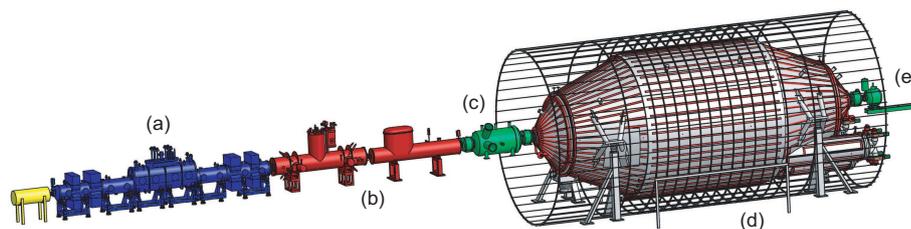


Abbildung 2.5: *Der experimentelle Aufbau des KATRIN-Experiments.* Dargestellt ist der 70 m lange Referenzaufbau des KATRIN-Experiments mit der fensterlosen gasförmigen Tritiumquelle (WGTS) (a), dem Transportsystem mit differentieller (DPS) und kryogener (CPS) Pumpstrecke (b), dem Vor- (c) und dem Hauptspektrometer mit Luftspulen (d) und dem Detektor (e).

Das KATRIN Experiment kann, wie in Abb. 2.5 dargestellt, in mehrere Sektionen unterteilt werden. Die Elektronen, die bei dem in der Quellsektion (WGTS) stattfindenden $T_2 - \beta$ -Zerfall entstehen, werden magnetisch durch die Transportsektion – bestehend aus differentieller und kryogener Pumpstrecke – in die Spektrometersektion geführt. In der Spektrometersektion werden die Elektronen nach ihrer Energie selektiert und am Detektor nachgewiesen. Nachfolgend werden die einzelnen Komponenten beschrieben.

2.3.1 Die Tritiumquelle (WGTS)

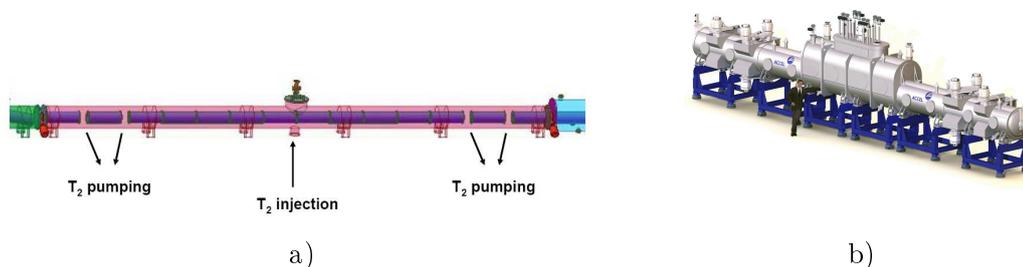


Abbildung 2.6: *Die WGTS.* a) Schematische Darstellung [Hab06], b) 3D Grafik

Die Tritiumquelle (**WGTS: Windowless Gaseous Tritium Source**) besteht aus einem 10 m langen zylindrischen Rohr mit einem Durchmesser von 90 mm (siehe Abb. 2.6). In der Mitte des Rohres wird, über 250 Löcher mit je 2 mm Durchmesser, Tritium (T_2) mit $2 \text{ mbar} \cdot \text{l/s}$ eingelassen. Der Einlassdruck beträgt $3,35 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ und der Druck fällt zu den Enden der WGTS auf ungefähr $4 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ ab.

Das Rohr wird auf 30 K gekühlt, da die Quellsäulendichte bei gegebenem Druck mit abnehmender Temperatur zunimmt. Die Quellsäulendichte liefert den Hauptbetrag der Quelle zu den systematischen Unsicherheiten, deswegen muss z.B. sichergestellt sein, dass die Temperatur des Rohres nicht um mehr als 30 mK schwankt. Insgesamt besitzt die Quelle eine Aktivität von 10^{11} Bq .

Die ganze WGTS befindet sich in supraleitenden Solenoiden, die ein 3,6 T starkes axiales magnetisches Führungsfeld erzeugen und die Zerfallselektronen adiabatisch in die Richtung des Spektrometers führen. Dieses magnetische Feld definiert zusammen mit dem genutzten Innendurchmesser von 82 mm den magnetischen Flussschlauch von $191 \text{ T} \cdot \text{cm}^2$. An der Rückwand der WGTS wird eine Elektronenkanone angebracht, die die Ansprechfunktion des gesamten KATRIN-Aufbaus vermessen kann und die Quellsäulendichte überwachen wird.

2.3.2 Die Transport- und Pumpsektion (DPS2-F und CPS)

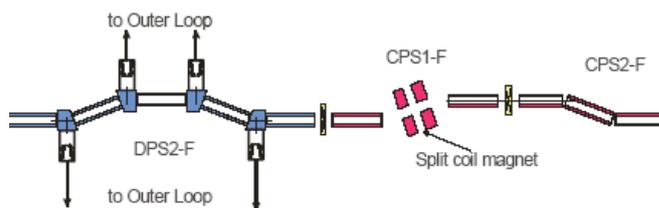


Abbildung 2.7: *Transportsektion. Schematische Darstellung. [Eic05]*

An die Tritiumquelle schließt sich die Transportsektion bestehend aus differentieller Pumpstrecke DPS2-F² und kryogener Pumpstrecke CPS³ an. Die Aufgabe dieser Transportsektion ist es, die Zerfallselektronen adiabatisch in das Spektrometer zu führen und den Tritium(T_2)-Fluss um einen Faktor 10^{14} zu reduzieren⁴. Beide Pumpstrecken sind von Solenoiden umgeben, die ein 5,6 T starkes Magnetfeld erzeugen.

Die DPS2-F besteht aus einem verwinkelten Rohr mit vier Biegungen, in dessen Ecken sich Turbomolekularpumpen befinden. Die Zerfallselektronen werden durch das Magnetfeld entlang der Feldlinien geführt. Das elektrisch neutrale Tritium(T_2) wird nicht geführt und trifft mit hoher Wahrscheinlichkeit auf eine der sich in den Winkeln befindenen Pumpen. Es gibt allerdings T_2 -Moleküle, die an die Wand der differentiellen

²engl. **Differential Pumping Section 2 – Forward**: 2. vordere differentielle Pumpstrecke, die 1. differentielle Pumpstrecke (DPS1-F) befindet sich innerhalb der WGTS.

³engl. **Cryogenic Pumping Section**: kryogene Pumpstrecke.

⁴Der Tritiumfluss am Eingang der Transportsektion: $2 \frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{s}}$

Der erlaubte Tritiumfluss am Ausgang der Transportsektion beträgt: $10^{-14} \frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{s}}$

Diese obere Grenze ergibt sich, da T_2 -Moleküle, die erst im Spektrometer zerfallen die Form des Spektrums verändern und den Untergrund erhöhen. Die akzeptierte Untergrunderhöhung beträgt 10^{-3} Ereignisse/s, was einem Tritiumfluss von $10^{-14} \frac{\text{mbar} \cdot \text{l}}{\text{s}}$ entspricht.

Pumpstrecke stoßen und so in die CPS gelangen. Der Tritiumfluss wird in DPS2-F um einen Faktor 10^5 reduziert.

Die kryogene Pumpstrecke besteht ebenfalls aus einem verwinkelten Rohr mit vier Biegungen. Jedoch ist auf der 3 K kalten Oberfläche Argon-Frost kondensiert, was zu einer Erhöhung der effektiven Oberfläche führt. Das neutrale Tritium wird auf den kalten Flächen adsorbiert, während die Zerfallselektronen entlang der Feldlinien zu der Spektrometersektion geführt werden.

Der Tritiumfluss wird in dieser kryogenen Pumpstrecke um einen weiteren Faktor 10^7 reduziert. Das Prinzip der CPS wurde im Testaufbau TRAP (**T**Ritium **A**rgon **F**rost **P**ump) erfolgreich getestet [Stu07].

2.3.3 Das Vor- und Hauptspektrometer

An die Pumpstrecke schließt sich ein System aus einem Vor- und einem Hauptspektrometer an. Beide Spektrometer arbeiten nach dem in Kapitel 2.2 vorgestellten Prinzip des MAC-E-Filters.

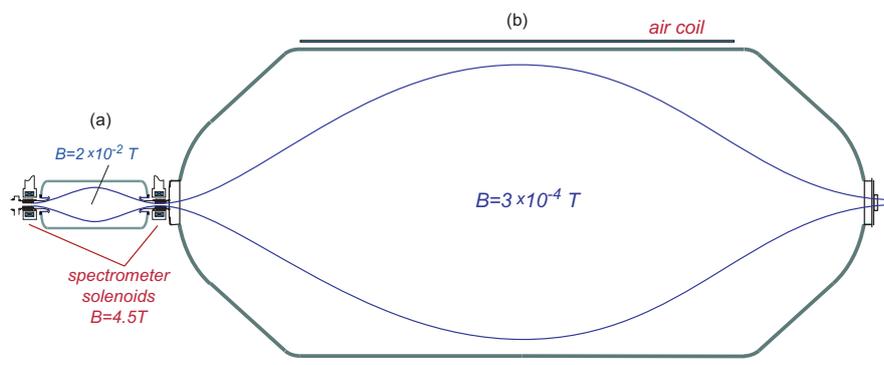


Abbildung 2.8: Vor- und Hauptspektrometer im KATRIN-Aufbau. Elektronen müssen zuerst das grob filternde Vorspektrometer (a) passieren, um das hochauflösende Hauptspektrometer (b) zu erreichen.

Die Aufgabe des Vorspektrometers ist es, die niederenergetischen Zerfallselektronen ($E < E_0 - 300 \text{ eV}$) zurück in die Quellsektion zu reflektieren. Der Fluss wird dadurch um einen Faktor 10^7 auf 10^3 Elektronen/s reduziert. Dies führt dazu, dass weniger Betaelektronen an dem Restgas streuen können und verhindert somit eine Anhebung des Untergrundes.

Der mechanische Aufbau der Spektrometer ist sehr ähnlich. Beide bestehen aus einem zylindrischen Tank, der zu den Enden konisch zuläuft. Sie unterscheiden sich vor allem in der Größe und diese ist durch die gewünschte Energieauflösung bedingt.

- Das Vorspektrometer besitzt eine Energieauflösung von etwa 100 eV. Es ist 3,4 m lang und hat in der Analysierebene einen Durchmesser von 1,7 m.
- Das Hauptspektrometer hingegen hat bei einer Energieauflösung von $\Delta E = 0,93 \text{ eV}$ in der Analysierebene einen Durchmesser von 10 m und ist 23 m lang.

Dabei gibt es einen direkten Zusammenhang zwischen dem Durchmesser des Tanks und der Energieauflösung. Die minimale Länge des Tanks ist dadurch bestimmt, dass der Energietransfer $E_{\perp} \rightarrow E_{\parallel}$ adiabatisch sein soll. Um Ionisationsprozesse am Restgas zu verhindern, deren Zerfallselektronen eventuell bis zum Detektor gelangen könnten und dort irrtümlicherweise als β -Zerfallselektronen detektiert werden, ist es notwendig, den Druck in den Spektrometern auf 10^{-11} mbar zu halten. Dies erfordert, dass die Spektrometer bei 350°C ausgeheizt werden können. Hierzu wurden beide Tanks mit einem Kühl-Heiz-System ausgestattet. Es sind sechs Turbomolekularpumpen mit einem Saugvermögen von insgesamt 10^4 l/s und SAES NEG Getterpumpen⁵ angebracht, die das gewünschte Vakuum erzeugen können.

In den Spektrometern werden quasi-masselose Drahtlagen angebracht, die folgende Funktionen haben:

- **Abschirmung gegen Untergrundelektronen**, die durch radioaktive Zerfälle in der Tankwand bzw. durch kosmische Myonen verursacht werden. Hierzu wird die Drahtlage auf ein, im Vergleich zum Tank, negativeres Potential gelegt.
- **Feinjustierung des elektrischen Gegenfeldes**
- Durch Anlegen eines Dipolfeldes können gespeicherte Elektronen über einen $\vec{E} \times \vec{B}$ -Drift aus dem Flussschlauch gedrängt werden.

Im Hauptspektrometer werden zwei Drahtlagen mit jeweils 100 V Potentialdifferenz installiert. Für weitere Details zu der Drahtelektrode sei auf [Hug08], [Val09] und [Hil11] verwiesen.

2.3.4 Der Detektor

Elektronen, die die Filterschwelle des Hauptspektrometers überwinden, werden auf dem Weg zum Detektor nachbeschleunigt und im Detektor gezählt. Als Detektor wird eine segmentierte SI-PIN-Diode mit einem Durchmesser von 9 cm und 148 Pixeln verwendet. Der Detektor muss folgende Anforderungen erfüllen.

- Hohe Nachweiseffizienz für Elektronen auf dem Tritium- β -Zerfallselektronen
- Hohe Energieauflösung für niederenergetische Untergrundelektronen
- Niedrige Untergrundzählrate

Durch die Segmentierung können Inhomogenitäten der magnetischen und elektrischen Felder in der Analysierebene bei der späteren Datenanalyse berücksichtigt werden [Hug08].

⁵NEG: Non Evaporable Getter

Getterpumpen binden Gase durch chemische Reaktion an der Oberfläche und anschließende Diffusion in das Gettermaterial.

2.4 Systematische Unsicherheit und Stabilitätskontrolle der Retardierungsspannung

2.4.1 Statistische und systematische Unsicherheiten

Die angestrebte Sensitivität von KATRIN auf Neutrinomassen $m_{\bar{\nu}_e} < 0,2 \text{ eV}$, legt die maximal erlaubten statistischen und systematischen Unsicherheiten fest [KAT04].

Für eine optimierte Messzeit bzw. Messpunktverteilung und für ein Messintervall $[E_0 - 30 \text{ eV}, E_0 + 5 \text{ eV}]$ wird ein statistischer Fehler von

$$\sigma_{stat} = 0,018 \text{ eV}^2 \quad (2.21)$$

erwartet [KAT04].

Fehlerquelle	abgeschätzte Unsicherheit [10^{-3} eV^2]
elastische Streuung der Elektronen in der WGTS	< 5
Fluktuationen in der Quelldichte	< 6,7
Überwachung des Potentials in der Analysierebene	< 7,5
Aufladung der Quelle (WGTS) durch Ionenrumpfe	< 0,1
Verteilung der Endzustände	< 6

Tabelle 2.1: Die wichtigsten Fehlerquellen, die zur systematischen Unsicherheit beitragen.

In Tabelle 2.1 sind die wichtigsten Quellen der systematischen Unsicherheit zusammengefasst und abgeschätzt [KAT04]. Keine der Unsicherheiten überschreitet $\Delta m_\nu^2 = 0,0075 \text{ eV}^2$, welches als maximal zulässiger Beitrag zur absoluten systematischen Unsicherheit festgelegt wurde. Diese Unsicherheiten addieren sich quadratisch zu der erwarteten systematischen Unsicherheit:

$$\sigma_{syst,tot} \leq 0,017 \text{ eV}^2 \quad (2.22)$$

Es ergibt sich in der quadratischen Summe eine Gesamtunsicherheit von

$$\sigma_{tot} \leq 0,025 \text{ eV}^2 \quad (2.23)$$

Mit dieser Unsicherheit erreicht KATRIN die angestrebte Sensitivität von $m_\nu \leq 0,2 \text{ eV}$ und bei einer Messzeit von 3 Jahren kann eine Neutrinomasse von $m_\nu \leq 0,35 \text{ eV}$ mit 5σ nachgewiesen werden.

2.4.2 HV-Stabilitätskontrolle

Unerkannte Gauß'sche Fluktuationen in der Retardierungsspannung mit der Breite σ bewirken eine negative systematische Verschiebung des Neutrinomassenquadrats [Rob88]

$$\Delta m_\nu^2 = -2\sigma^2 \quad (2.24)$$

Wenn man also die Neutrinomasse bestimmen möchte, muss man solche Verschiebungen verhindern oder wenigstens identifizieren.

Um die Forderung an den systematischen Fehler von $\Delta m_{\text{sys}}^2 < 0,0075 \text{ eV}^2$ zu erfüllen, darf es maximal zu einer Spannungsfluktuation von $\sigma < 60 \text{ mV}$ kommen. In der Analyseebene wird ein Potential von $18,6 \text{ keV}$ anliegen. Das bedeutet, dass die Spannung auf $\frac{0,06 \text{ V}}{18576 \text{ V}} \simeq 3 \text{ ppm}^6$ genau messbar und kontrollierbar sein muss – sowohl während eines zweimonatigen Messzyklus als auch während der effektiven Messzeit von 3 Jahren.

Um diese Anforderungen an die HV-Stabilität zu gewährleisten, kommen zwei Kontrollmechanismen parallel zum Einsatz:

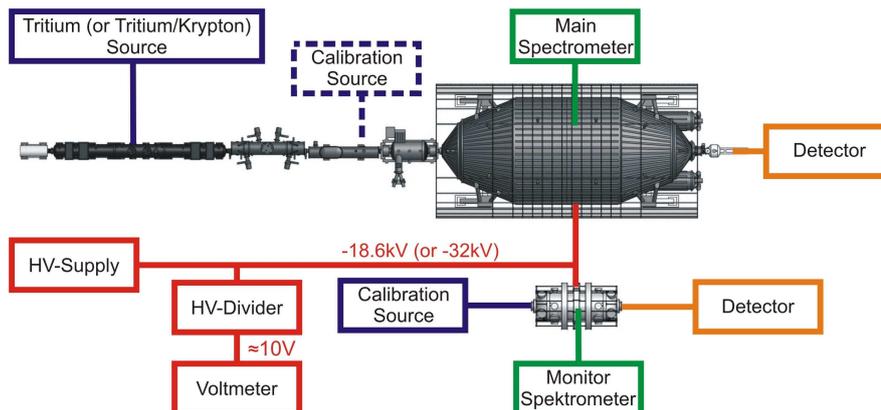


Abbildung 2.9: Dargestellt ist eine schematische Übersicht der Kalibrationsmechanismen zur Stabilitätsüberwachung der Retardierungsspannung des KATRIN Experiments. Die Hochspannung (HV-Supply) wird sowohl an das Hauptspektrometer – durch ein grünes Kästchen gekennzeichnet – als auch an das Monitorspektrometer (durch ein grünes Kästchen dargestellt) angelegt. Zur Kalibration kommen nun zwei Mechanismen parallel zum Einsatz: Ein hochpräziser Spannungsteiler (durch ein rotes Kästchen dargestellt), der in Verbindung mit einem präzisen Voltmeter (rotes Kästchen) die angelegte Spannung misst, und mehrere Kalibrationsquellen (jeweils durch ein blaues Kästchen dargestellt), die auf einem natürlichen Standard basieren. Die Energie der emittierten Elektronen bzw. γ -Quanten wird durch die Detektoren (jeweils durch ein gelbes Kästchen repräsentiert) bestimmt.

1. Hochpräziser Spannungsteiler [Thu07]

2. Kalibrationsquellen basierend auf einem natürlichen Standard

Bei Kalibrationsquellen, die auf einem natürlichen Standard basieren, ist es das Ziel, die Energie von emittierten Elektronen (Konversionselektronen, Augerelektronen) bzw. von γ -Quanten sehr genau und reproduzierbar zu messen.

An eine geeignete Kalibrationsquelle werden folgende Anforderungen gestellt:

- schmale Linienbreite
- gute Reproduzierbarkeit der Linienlage
- hohe Zählrate

⁶ppm: parts per million

- geringe Halbwertszeit, falls sie in der Hauptstrahllinie eingesetzt werden sollen
- Energie der zu detektierenden Elektronen sollte im Bereich der Retardierungsenergie liegen

Es gibt mehrere Kalibrationsquellen, die diese Aufgabe erfüllen können (siehe z.B. [KAT04]). Jedoch soll nachfolgend nur das aktuell vorgesehene Kalibrationsprinzip erläutert werden.

2.4.3 Kalibrationsquellen und ihre Einsatzorte

Ein Langzeitdriften ist bei elektronischen Bauteilen nicht ausgeschlossen und der experimentell bestimmte Langzeitdrift von $\leq 0,6$ ppm/Monat für den ersten Spannungsteiler erlauben es nicht, die Retardierungsspannung für den gesamten Messzeitraum ausschließlich mit den Spannungsteilern zu bestimmen. Es wird deshalb parallel mehrere Kalibrationsquellen geben, die auf einem natürlichen Standard basieren.

Kalibrationsquelle im HV-Monitorspektrometer Die an das Hauptspektrometer angelegte Spannung kann synchron gemessen werden, indem man außerhalb der Hauptstrahlführung in einem zweiten Spektrometer, an das die gleiche Retardierungsspannung gelegt wird, eine Kalibrationsquelle vermisst. Eine Kalibrationsquelle muss über einen langen Zeitraum energetisch stabil sein, sie kann aber, im Gegensatz zu einer Quelle am Hauptspektrometer, eine lange Halbwertszeit besitzen.

Als Kalibrationsquelle kommen an dieser Stelle sowohl die kondensierte Kryptonquelle⁷ (siehe Kap. 2.5) als auch eine implantierte Rb/Kr-Festkörperquelle [Zbo10] in Frage. Aufgrund ihres einfachen Aufbaus und wegen der einfachen Handhabung wird an dieser Stelle allerdings die Rb/Kr-Festkörperquelle bevorzugt. Mit solch einer Quelle kann sichergestellt werden, dass die Retardierungsspannung konstant ist. Falls es zu Fluktuationen oder zu einem zeitlichen Driften kommt, ist es aber nicht möglich, allein mit dieser Quelle die Ursachen der Instabilitäten zu analysieren. Bei beiden Quellen wird die kinetische Energie E'_k der emittierten Konversionselektronen gemessen. Aufgrund der unterschiedlichen Austrittsarbeiten aus dem Elektrodenmaterial $\Phi_{spectrometer}$ und aus dem Quellsubstrat Φ_{source} , verändert sich der Potenzialunterschied zwischen Quelle und Analysierebene. Die wirkliche kinetische Energie E_k der Konversionselektronen ergibt sich anhand der gemessenen Energie über

$$E_k = E'_k + (\Phi_{spectrometer} - \Phi_{source}) + C_S \quad (2.25)$$

Dabei berücksichtigt C_S im Quellmaterial auftretende Effekte wie z.B. Bildladungseffekte (siehe [Ost09]). Misst also der Spannungsteiler zeitlich konstante Spannungen und die Kalibrationsquelle zeigt trotzdem eine Verschiebung der Linienlage E'_k , so ist die Quelle – unter der Annahme, dass die Energie der emittierten Elektronen stabil ist – sensitiv auf Veränderungen und zeitliches Driften der Austrittsarbeit der Filterelektroden. Die Austrittsarbeiten der Filterelektroden am Monitor- und am Hauptspektrometer können unterschiedlich sein und auch unterschiedliche zeitliche Drifts aufweisen. Unter anderem

⁷ engl. condensed Krypton source, deshalb oft kurz als CKrS bezeichnet.

aus diesem Grund wird es zwei Kalibrationsquellen in der Hauptstrahlführung geben, die beide nur während der Tritiummesspausen zum Einsatz kommen können.

^{83m}Kr -Gas als Beimischung in der WGTS Mit einer omnipräsenten, aber nicht interagierenden, Beimischung von gasförmigen ^{83m}Kr zum gasförmigen Tritium kann man die Potentialvariation in der Quelle untersuchen. Um das Ausfrieren von Krypton zu verhindern, muss die Quelle während diesen Kalibrationszyklen bei einer erhöhten Temperatur von 120 – 150 K betrieben werden [KAT04].

Justierbare Kalibrationsquelle in der CPS Mit einer monoenergetischen Kalibrationsquelle, deren Elektronen eine Energie im Endpunktsbereich von Tritium und eine bekannte Winkelverteilung besitzen, kann die ortsabhängige Transmissionsfunktion der beiden kombinierten Spektrometer vermessen werden. Es sind Abweichungen von den theoretischen, simulierten, elektrostatischen und magnetischen Felder möglich. Diese lassen sich, wenn die Abweichungen sehr genau bekannt sind, durch die Ortsauflösung des Detektors ausgleichen.

Durch eine Kalibrationsquelle kann der Potentialdurchgriff, die Radialsymmetrie des Spektrums und die Transmissionsverluste durch nicht adiabatische Bewegung im Hauptspektrometer vermessen werden.

Prinzipiell kann dies sowohl mit niederenergetischen Photoelektronen [Val09] als auch mit ≈ 20 keV-Konversionselektronen realisiert werden. Eine Konversionselektronenquelle, auf einem natürlichen Standard basierend, hat den Vorteil, dass man gleichzeitig die Hochspannungsstabilität und die Austrittsarbeit der Filterelektroden des Hauptspektrometers überprüfen kann.

Eine an der CPS einsetzbare Quelle darf nur eine kurze Halbwertszeit besitzen, um eine Kontamination des Hauptspektrometers auszuschließen. Diese Quelle muss mindestens auf einer Zeitskala stabil sein, die benötigt wird, um alle Detektorpixel auszuleuchten. Es bietet sich ein mechanisch veränderter Aufbau der in Münster getesteten CKrS an.

Durch einen kombinierten Einsatz von gasförmiger ^{83m}Kr -Quelle in der WGTS und einer verfahrenbaren Kalibrationsquelle in der CPS können sowohl räumliche als auch zeitliche Instabilitäten aufgedeckt werden.

Bei einer Kontrolle von ortsabhängigen Potentialveränderungen ist die Gasquelle sowohl sensitiv auf räumliche Abweichungen im Quellpotential als auch auf Abweichungen im Hauptspektrometer. Die Messungen mit einer justierbaren Kalibrationsquelle in der CPS, die nur auf Veränderungen im Hauptspektrometer sensitiv ist, lokalisiert die Instabilität.

Zur Kontrolle von zeitlichen Driften werden zuerst die Elektronen der Gasquelle in der WGTS untersucht. Ist deren Linienlage stabil, kann man annehmen, dass die Tritiumdaten frei von Fluktuationen sind. Ist diese nicht stabil, muss man eine weitere Analyse mit der Kalibrationsquelle in der CPS starten. Wenn diese Quelle stabil ist, liegt die Ursache der Instabilitäten in der WGTS. Wenn diese Quelle aber instabil ist, kann dies entweder auf eine Veränderung in der Oberfläche der Filterelektroden z.B. in Reinheit oder Geometrie, oder auf die HV-Messung zurückzuführen sein. Mit einer Messung am Monitorspektrometer kann hier überprüft werden, ob die HV-Messung die Instabilitäten

verursacht. Es kann aber eine zusätzliche Störung in der WGTS nicht ausgeschlossen werden.

Im Folgenden soll kurz die kondensierte Kryptonquelle dargestellt werden, die sowohl für einen Einsatz am HV-Monitorspektrometer als auch für eine Nutzung an der CPS geeignet ist [Ost09].

2.5 Die Kryptonquelle

In diesem Abschnitt wird ein kurzer Überblick über den Aufbau und die Arbeitsweise der CKrS gegeben.

Die wichtigsten Anforderungen an eine kondensierte Kryptonquelle, die am HV-Spektrometer und in der CPS einsetzbar sein soll, sind nachfolgend noch einmal aufgeführt.

1. Bildung des metastabilen ^{83m}Kr aus dem Elektroneneinfang von ^{83m}Rb soll räumlich getrennt von dem Substratbereich, der sich in der Hauptstrahlführung des KATRIN-Aufbaus befindet, stattfinden. Auf diese Weise soll eine mögliche Kontamination des Hauptspektrometers mit ^{83}Rb verhindert werden. In dem Abschnitt 2.5.2 wird gezeigt, wie dies bei der CKrS realisiert wird.
2. Die Position der Peaks im Energiespektrum, d.h. die Linienlage der verwendeten Konversionselektronen, soll langzeitstabil und reproduzierbar sein. In der Dissertation von Beatrix Ostrick wurde gezeigt, dass die CKrS diese Anforderungen erfüllt [Ost09].
3. Für die Bestimmung der Transmissionsfunktion der Spektrometersektion – bestehend aus Vor- und Hauptspektrometer – ist eine hohe Zählrate (im Bereich von 2-3 kHz) notwendig. Jürgen Smollich hat in seiner Diplomarbeit gezeigt, dass dies mit verändertem Substratbereich und einem sehr warmen inneren Kühltisch (≈ 150 K) prinzipiell erreicht werden kann [Smo08]. Jedoch wurde für diese Konfiguration, die Stabilität der Linienlage nicht überprüft. Das lokal schlechtere Vakuum innerhalb des 12 K-Schildes könnte, durch eine erhöhte Restgaskondensation auf dem Substrat, die Linienlage beeinflussen.

Die kondensierte Kryptonquelle nutzt zur Energiekalibration monoenergetische Konversionselektronen, die bei der Kernabregung von ^{83m}Kr in den Grundzustand entstehen. Dieser Zerfall wird in Abschnitt 2.5.1 näher erläutert.

Der experimentelle Aufbau gliedert sich in drei Abschnitte: das Gaseinlasssystem, das Kryosystem mit Substratbereich und der Optikaufbau zur Analyse und zur Reinigung des Substrats.

^{83m}Kr -Gas entsteht in einem Quellvolumen, gelangt in das Gassystem, wo es gesammelt wird und wird dann ventilgesteuert durch eine ≈ 200 K kalte Kapillare zum Substrat gelassen. Das Substrat besteht aus HOPG (**h**ighly **o**rdere**d** **p**yrolytic **g**raphite) und wird durch die thermische Kopplung an den massiven Kupfer-Kühlfinger und einem Widerstandsheizler, der gegenheißt, auf ≈ 30 K gehalten (nähere Informationen hierzu sind in Abschnitt 2.5.3 zu finden). Das gasförmige Krypton adsorbiert auf der kalten Substratoberfläche und zerfällt dort unter Aussendung von Konversionselektronen in den Grundzustand (Abschnitt 2.5.1).

2.5.1 Konversionselektronen von ^{83m}Kr

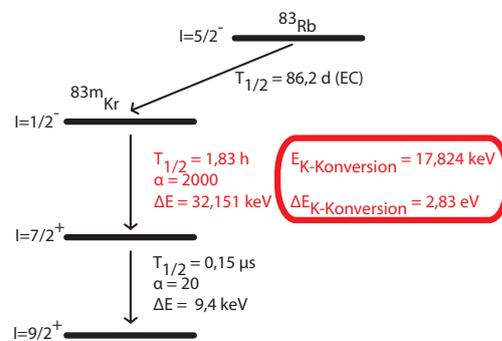
Die Abregung eines angeregten Kerns kann sowohl durch die Emission von γ -Strahlung als auch durch den Prozess der internen Konversion geschehen. Bei der internen Konversion wechselwirkt der angeregte Kern elektromagnetisch mit seinen Hüllenelektronen. Die Anregungsenergie wird dabei auf ein oder mehrere Hüllenelektronen übertragen, die dann aus der Hülle eines freien Atoms gelöst werden können. Den Elektronen bleibt im Wesentlichen die Überschussenergie zur kinetischen Bewegung.

$$E_{kin} = E_{\gamma} - E_B^{Vak} \quad (2.26)$$

E_{kin} die kinetische Energie der Konversionselektronen,
 E_{γ} die Anregungsenergie des Kerns,
 E_B^{Vak} die Bindungsenergie bzgl. des Vakuums.

Werden einzelne Elektronen aus einer Schale gelöst, ist ihre Energie monoenergetisch und ihre Linienbreite hängt von den Lebensdauern der beteiligten Niveaus ab.

Der langlebige angeregte Zustand ^{83m}Kr entsteht zu 77% aus einem Elektroneneinfangsprozess des Mutterisotops ^{83}Rb . Dieser isomere Zustand bei 41,55 keV⁸ besitzt eine Halbwertszeit von $t_{1/2} = 1,83$ h und zerfällt über ein Zwischenniveau bei 9,4 keV.



Der Übergang vom Zustand $I = \frac{1}{2}^-$ nach $I = \frac{7}{2}^+$ hat eine Zerfallsenergie von 32,151 keV. Er hat einen Konversionskoeffizienten von 2000, d.h. die Wahrscheinlichkeit für innere Konversion ist um einen Faktor 2000 höher als die für die Emission eines γ -Quants. Die Konversionselektronen aus der K-Schale haben eine Energie von 17,824 keV und eine Linienbreite von 2,83 eV.

Der zweite Übergang von $I = \frac{7}{2}^+$ nach $I = \frac{9}{2}^+$ ist mit einer Halbwertszeit von $t_{1/2} = 154,4$ ns viel kurzlebiger und hat einen Konversionskoeffizienten von 20.

Abbildung 2.10: Das Zerfallsschema von ^{83m}Kr .

2.5.2 Das Gassystem

Das Gassystem soll sowohl stabiles als auch radioaktives (^{83m}Kr) Krypton reproduzierbar auf das Substrat auffrieren. Das stabile Krypton wird genutzt, um die Funktionsweise des Gassystems zu testen [Sch10] und mit Hilfe einer mit Ellipsometrie aufgenommenen Referenzellipse (siehe Abschnitt 5.3) eine Zuordnung zwischen gemessener Veränderung der Polarisatorstellungen ($P - P_0, A - A_0$) und einer Schichtdicke des kondensierten Filmes zu geben. Desweiteren wurde im Rahmen der Dissertation von B. Ostrick [Ost09] getestet, ob ein Preplating-Film aus stabilem Krypton die Stabilität der Linienlage erhöht. Da dies nicht der Fall war, wird in Zukunft auf diese Filmpräparation verzichtet

⁸Die hier verwendeten Daten stammen aus [Nudat2].

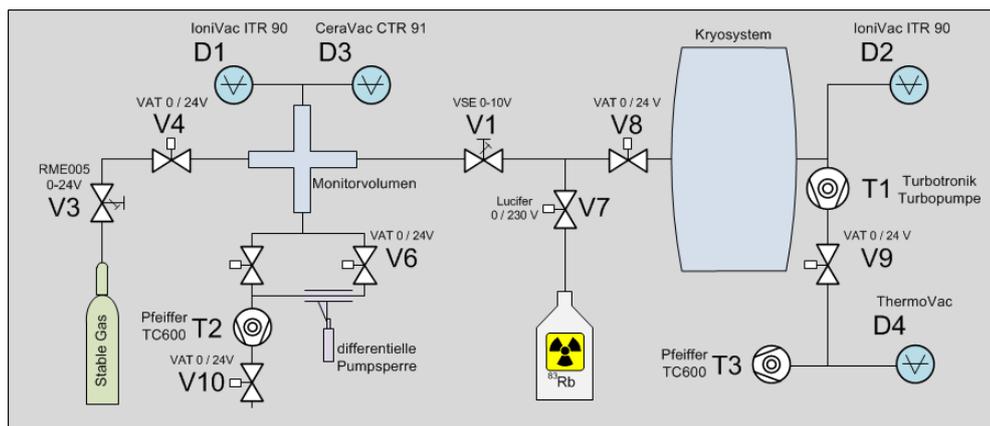


Abbildung 2.11: Gaseinlasssystem der CKrS [Sch10]. Um stabiles Krypton auf dem Substrat aufzufrieren, wird zunächst eine einstellbare Menge stabiles Krypton über die Ventile **V3** und **V4** in das Monitorvolumen eingelassen. Der Druck im Monitorvolumen wird üblicherweise auf ungefähr 1 mbar geregelt. Dieser Druck, der maßgeblich den Gasfluss zum Substrat bestimmt, wird mit zwei Druckmessröhren – einem Baratron **D3** und einer Full-Range-Messröhre von IoniVac **D1** – überwacht. Außerdem wird der Gasfluss über ein thermomechanisches Ganzmetall-Regelventil **V1** eingestellt. Das Monitorvolumen kann abhängig von der eingelassenen Gasmenge entweder direkt über das O/C-Ventil **V5** oder über das O/C-Ventil **V6** in Verbindung mit der differentiellen Pumpstrecke abgepumpt werden. Radioaktives Krypton wird direkt über die Ventile O/C-Ventile **V7** und **V8** eingelassen. Der Gasfluss ist durch die Anzahl der vorhandenen ^{83m}Kr -Atome und den Leitwert der Kapillare bestimmt. Das Kryosystem mit dem Substratbereich schließt sich an (siehe Text).

werden. Der neue vereinfachte Aufbau [Sch10] sei an dieser Stelle anhand der beiden Betriebsmodi kurz vorgestellt.

- **Stabiles Krypton:**

Möchte man das stabile, gasförmige Krypton auf dem Substrat kondensieren, so wird dieses zuerst in eine Mischkammer – auch Monitorvolumen genannt – eingelassen. Der Gasfluss aus der Gasflasche zu dem Monitorvolumen und die Gasmenge kann über ein Regelventil **V3** mit nachfolgendem O/C-Ventil **V4** eingestellt werden; in der Regel wird der Druck im Monitorvolumen auf ungefähr 1 mbar gehalten. Da der Gasfluss über die Beziehung

$$Q = L \cdot \Delta p \quad (2.27)$$

gegeben ist und die Partialdrücke am Substrat weniger als 10^{-12} mbar betragen, ist der Gasfluss im Wesentlichen über den Druck im Monitorvolumen bestimmt. Um den Gasfluss reproduzierbar zu halten, muss demnach der Druck in dem Monitorvolumen sehr genau bekannt sein. Die Überwachung des Druckes im Monitorvolumen wird über zwei unabhängige Druckmessröhren realisiert. Das eingebaute Baratron **D3** – ein gasartenunabhängiges Druckmessgerät – bestimmt Drücke im Bereich von $> 10^{-2}$ – mbar mit sehr hoher Genauigkeit. Um niedrigere Drücke zu messen, wurde zusätzlich eine Full-Range-Druckmessröhre IoniVac **D1** eingebaut.

Um die Reinheit des gasförmigen Kryptons zu überprüfen, ist an das Monitorvolumen ein Quadrupol-Massenfilter (Typ: Inficon H200M) angeschlossen. Gegebenenfalls kann dann in den Flansch des Monitorvolumens eine Getterkutsche zur Reinigung eingesetzt werden. Der Gasfluss vom Monitorvolumen zum Substrat wird durch ein thermomechanisches Ganzmetall-Regelventil **V1** und den Leitwert der Kapillare, die das Gassystem mit dem Kryobereich verbindet, eingestellt. Das gasförmige Krypton, das sich im Monitorvolumen befindet, kann über zwei Wege abgepumpt werden. Abhängig von der eingelassenen Gasmenge wird direkt über das O/C-Ventil **V5** oder über das O/C-Ventil **V6** in Verbindung mit der differentiellen Pumpstrecke abgepumpt.

- **Radioaktives Krypton:**

Um radioaktives Krypton auf dem Substrat aufzufrieren, wird das Ventil **V1** geschlossen und die beiden O/C-Ventile **V7** und **V8** geöffnet. Der Gasfluss ist durch die Anzahl der vorhandenen ^{83m}Kr -Atome und den Leitwert der Kapillare bestimmt.

2.5.3 Das Kryosystem mit Substratbereich

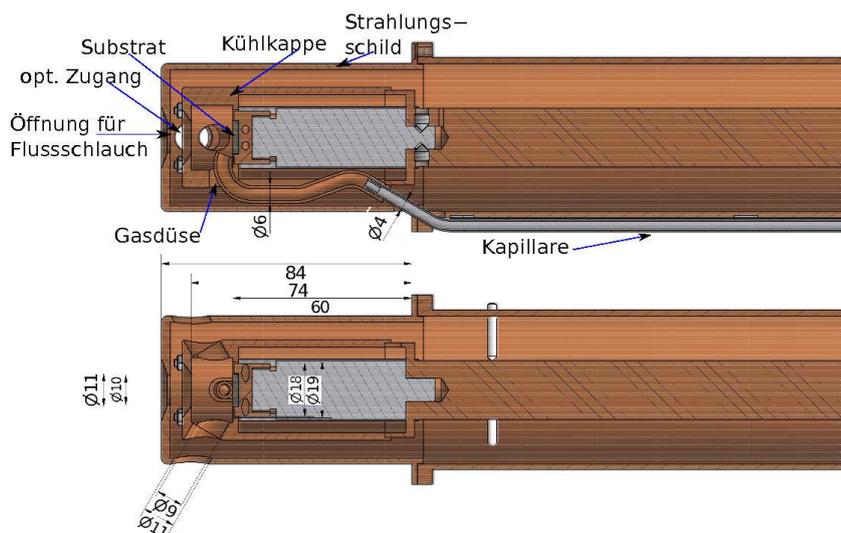


Abbildung 2.12: Substratbereich der CKrS. Dargestellt ist der Substratbereich, wie er bei dem waagerechten Aufbau der CKrS verwendet werden kann. Das HOPG-Substrat ist der wichtigste Bestandteil dieses Bereichs. Es ist umgeben von zwei Kühlschilden. Einem äußeren Strahlungsschild, das den Substratbereich vor der Wärmestrahlung durch die umgebende Raumtemperatur schirmt und einer inneren Kühlkappe, die als Kühlfalle für Restgase wirken soll. Das ^{83m}Kr wird über eine lange Kapillare, die mit dem Gassystem verbunden ist, zugeführt. In dieser Zeichnung besteht sie aus einem gebogenen Kapillarendstück wie es z.B. bei dem letzten Messblock von B. Ostrick in 2007 verwendete wurde. Dieses Endstück wurde auch bei den Testmessungen des neuen Gassystems in 2010 verwendet [Sch10].

Das Kryosystem besteht im Wesentlichen aus einer zweistufigen Kältemaschine (Sumitomo Heavy Industries Ltd. Modell RDK 408D) und einem Kühlfinger. Auf der Stirnseite des Kühlfingers ist das HOPG-Substrat angebracht (siehe Abb. 2.12). Die Distanz zwischen der HOPG-Substratoberfläche und der Mittelachse des Kaltkopfes beträgt ≈ 1300 mm.

Die erste Kühlstufe hat eine Kühlleistung von 34 W bei 40 K. Das äußere Strahlungsschild ist thermisch an diese Stufe gekoppelt. Die zweite Kühlstufe hat bei 4 K eine Kühlleistung von 1 W. Sowohl der Kühlfinger mit Substrat als auch das innere Kühlschild sind thermisch mit dieser Stufe verbunden.

Das äußere Schild soll den sensiblen Substratbereich vor der Wärmestrahlung durch die umgebende Raumtemperatur abschirmen. Das innere Kühlschild wird ungefähr auf der Temperatur des Kühlfingers gehalten. Es wirkt so als Kühlfalle für Restgase und soll das Vakuum lokal verbessern, um eine Restgaskondensation auf dem Substrat zu vermeiden. Unter anderem aus diesem Grund wird das Substrat auf eine leicht höhere Temperatur von etwa 25 – 30 K geregelt.

In Abb. 2.12 kann man optische Zugänge für Ellipsometrie- und Ablationslaser erkennen. Diese Analyse und Reinigungsmechanismen sind notwendig, um bei den Kalibrationsmessungen eine gleichbleibende Reinheit des Substrats zu gewährleisten. In der Dissertation von B. Ostrick [Ost09] wurde gezeigt, dass die benötigte Stabilität der Linienposition erreicht werden kann, wenn man ein ablationsgereinigtes Substrat mit Polarisatorstartwerten⁹, die nicht um mehr als $0,3^\circ$ voneinander abweichen, verwendet und kontinuierlich ^{83m}Kr auffriert. Ebenfalls kann die geforderte Stabilität erreicht werden, wenn man unter die Schicht aus radioaktivem Krypton einen stabilen „preplating“-Kryptonfilm friert. Während dieser Arbeit war es nicht möglich, den Ablationslaser zum Reinigen zu verwenden. Das Substrat wurde mit einem Widerstandsheizer auf ungefähr 370 K hochgeheizt.

Motivation für diese Arbeit

Aufgabe dieser Diplomarbeit war es einen neuen, verbesserten Ellipsometrieaufbau zu realisieren und das LabVIEW-basierte Programm zu schreiben, mit dem die experimentellen Messgrößen einer Schichtdickenbestimmung mit Ellipsometrie bestimmt werden können.

Mit diesem verbesserten Aufbau wurden Testmessungen an der CKrS durchgeführt. Zum einen wurde untersucht, wie bei den gegebenen Bedingungen Restgas auffriert und zum anderen wurde mit dem verbesserten Aufbau das modifizierte Gassystem getestet. Für einen umfassenden Überblick des Gassystems verweise ich auf die Diplomarbeit von T. Schäfer [Sch10]. In dieser Arbeit wurden vor allem die systematischen Unsicherheiten der Analyse untersucht.

Desweiteren wurde untersucht, ob und wie ein Ellipsometrieaufbau realisiert werden kann, bei dem der Lichtstrahl über Spiegel auf das Substrat geführt wird.

⁹Siehe hierzu Kap. 3 und Kap. 4.

3 Die Theorie der Ellipsometrie

Ellipsometrie ist ein optisches Messverfahren, mit dem man Informationen über ein optisches System wie z.B. eine Filmbedeckung oder die Struktur der untersuchten Probe, erhält. Durch Messung des eingehenden und ausgehenden Polarisationszustandes nach Interaktion mit dem optischen System, kann eine Transformationsvorschrift für die Polarisation in Form einer Jones-Matrix (siehe Abschnitt 3.2) für ein nicht depolarisierendes System bzw. in Form einer Müller-Matrix für depolarisierende Systeme angegeben werden. Um weitergehende Informationen über das polarisationsverändernde optische System zu erhalten, muss man die inneren polarisationsverändernden Prozesse unter Ausnutzung der Theorie elektromagnetischer Wellen betrachten.

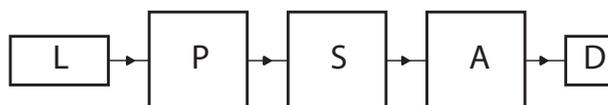


Abbildung 3.1: *Eine schematische Darstellung eines allgemeinen Ellipsometrieaufbaus. Der Laserstrahl der Lichtquelle **L** durchläuft eine Anordnung von polarisierenden Komponenten **P**, die den gewünschten Polarisationszustand herstellen. Danach interagiert das polarisierte Licht mit dem optischen System **S** und verändert dabei seinen Polarisationszustand. Dieses polarisierte Licht wird von einem Analysator untersucht und dann von dem Photodetektor detektiert.*

Man hat einen monochromatischen, kollimierten Laserstrahl aus einer Lichtquelle **L**. Dieser durchläuft eine Anordnung von polarisierenden Komponenten **P**, die den gewünschten Polarisationszustand erzeugen. Anschließend interagiert das definiert polarisierte Licht mit dem optischen System **S** und verändert seinen Polarisationszustand. Dieses polarisierte Licht wird mit einem Analysator **A**, der z.B. aus einem Linearpolarisator bestehen kann, analysiert. Die Intensität des transmittierten Lichts wird von einem Photodetektor **D** detektiert.

Das optische System kann durch drei verschiedene Prozesse den Polarisationszustand des Lichtes verändern und dementsprechend gibt es Unterschiede in der ellipsometrischen Analyse.

1. Reflexion oder Brechung

Wenn eine elektromagnetische Welle an der Grenzfläche zwischen zwei unterschiedlichen Medien reflektiert bzw. gebrochen wird, ändert sich der Polarisationszustand abrupt. Dies ist in den unterschiedlichen Reflexions- bzw. Transmissionskoeffizienten für s- und p-polarisiertes Licht (siehe Abschnitt 3.2) begründet.

Man spricht in diesem Fall von „Reflexions- oder Oberflächenellipsometrie“. Es ist

ein Standardverfahren, um optische Materialeigenschaften, wie z.B. den Brechungsindex der Probe zu bestimmen. Man kann das Schichtdickenwachstum sehr dünner Filme, wie z.B. durch Oxidation oder Adsorption, oder auch das Abtragen solcher Filme, z.B. durch Desorption oder Sputtern, beobachten.

2. Transmission

In diesem Fall ändert sich die Polarisation kontinuierlich mit der in dem Material zurückgelegten Wegstrecke. Die Änderung beruht auf der optischen Anisotropie des Mediums.

Die Transmissionselektroskopie – auch als Polarimetrie bekannt – ist ein wichtiges analytisches Verfahren in der physikalischen Chemie. Das Hauptinteresse bei diesen Untersuchungen besteht in der Bestimmung der molekularen Struktur des Materials.

3. Streuung

Streuung tritt auf, wenn das Licht ein Material mit räumlich inhomogenen Brechungsindex, z.B. verursacht durch Streuzentren, durchquert.

Im Gegensatz zu Reflexions- oder Transmissionselektroskopie weitet sich bei der ellipsometrischen Lichtstreuung der vorher gut kollimierte Strahl auf.

In diesem Kapitel sollen die theoretischen Grundlagen eines Null-Elektroskopieaufbaus in PCSA-Anordnung zur Schichtdickenbestimmung dargelegt werden, welches die schichtdickenabhängige Veränderung des Verhältnisses der Reflexionskoeffizienten untersucht. Es handelt sich damit um Reflexionselektroskopie.

3.1 Die Polarisation von Licht

Licht kann als eine ebene elektromagnetische Welle beschrieben werden. Breitet sich die Welle in einem optisch isotropen Medium aus, stehen das elektrische Feld \vec{E} , das Magnetfeld \vec{B} und der Wellenvektor \vec{k} jeweils senkrecht aufeinander.

Dabei beschreibt der elektrische Feldvektor \vec{E} die Polarisationsrichtung des Lichts.

Eine sich in z-Richtung ausbreitende, polarisierte Welle kann allgemein folgendermaßen beschrieben werden:

$$\vec{E}(z,t) = \tilde{E}_x \vec{e}_x e^{i(kz-\omega t)} + \tilde{E}_y \vec{e}_y e^{i(kz-\omega t)} \quad (3.1)$$

- \tilde{E}_x, \tilde{E}_y komplexe Amplituden der Welle,
- \vec{e}_x, \vec{e}_y Basisvektoren eines rechtshändigen Orthonormalsystems,
- $\omega = 2\pi f$ Kreisfrequenz,
- $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ Wellenvektor, welcher den Abstand zwischen zwei Wellenfronten gleicher Phase angibt.

Die Amplituden \tilde{E}_x und \tilde{E}_y können komplex sein, da zwischen Wellen verschiedener Polarisation eine Phasendifferenz bestehen kann. Man kann die komplexen Amplituden schreiben als

$$\tilde{E}_x = \mathcal{E}_x \cdot e^{i\delta_x} \quad (3.2)$$

$$\tilde{E}_y = \mathcal{E}_y \cdot e^{i\delta_y} \quad (3.3)$$

Bei Gleichung 3.1 wurde ausgenutzt, dass man jede ebene Welle als Überlagerung zweier orthogonaler Teilwellen beschreiben kann [Jac02].

Physikalisch ist für die Beschreibung von polarisiertem Licht die relative Phasendifferenz $\delta = \delta_y - \delta_x$ und das relative Amplitudenverhältnis zwischen den beiden Teilwellen interessant. Desweiteren betrachtet man nur den Realteil des elektrischen Feldes, da man nur die Intensität $I = E(z,t) \cdot E^*(z,t)$ des Lichts detektieren kann. Der Realteil des elektrischen Feldes ergibt sich zu:

$$\vec{E}(z,t) = \mathcal{E}_x \vec{e}_x \cos(kz - \omega t) + \mathcal{E}_y \vec{e}_y \cos(kz - \omega t + \delta) \quad (3.4)$$

Man unterscheidet zwischen linear, zirkular und elliptisch polarisiertem Licht. Im Hinblick auf die spätere Betrachtung von optischen Systemen mit bekannten Eigenpolarisationen¹ werden an dieser Stelle schon die physikalisch wichtigen Spezialfälle von s- und p-polarisiertem Licht behandelt.

Linear polarisiertes Licht

Eine elektromagnetische Welle ist linearpolarisiert, wenn die Phasendifferenz zwischen den beiden orthogonalen Teilwellen ein ganzzahliges Vielfaches von π beträgt:

$$\delta = 0, \pm\pi, \pm2\pi, \dots \quad (3.5)$$

Der elektrische Feldvektor \vec{E} schwingt entlang einer Geraden in der xy-Ebene.

Wird eine Welle an einer Grenzfläche reflektiert, gibt es zwei lineare Polarisationszustände, die erhalten sind: Dies ist zum Einen Licht, dessen elektrische Feldverteilung in der Einfallsebene schwingt. Man spricht von p-polarisiertem Licht, da \vec{E} parallel zur Einfallsebene liegt. Zum Anderen wird der Polarisationszustand von senkrecht zur Einfallsebene polarisiertem Licht – s-polarisiert genannt – erhalten.

Wir wählen im Folgenden ein rechtshändiges kartesisches Koordinatensystem, bei dem \vec{e}_x in der Einfallsebene liegt.

Die Welle wird für dieses Koordinatensystem **s-polarisiert** genannt, wenn $\mathcal{E}_x = 0$ ist.

$$\vec{E}(z,t) = \mathcal{E}_y \vec{e}_y \cos(kz - \omega t) \quad (3.6)$$

Die Welle wird **p-polarisiert** genannt, wenn $\mathcal{E}_y = 0$ ist.

$$\vec{E}(z,t) = \mathcal{E}_x \vec{e}_x \cos(kz - \omega t) \quad (3.7)$$

Zirkularpolarisiertes Licht

Das Licht ist zirkularpolarisiert, wenn die Amplituden der Teilwellen gleich sind $\mathcal{E}_0 = \mathcal{E}_x = \mathcal{E}_y$ und gleichzeitig für die Phasendifferenz gilt:

$$\delta = \pm\frac{\pi}{2}, \pm\frac{3\pi}{2}, \dots \quad (3.8)$$

¹Die Eigenpolarisationen eines optischen Systems sind die Polarisationszustände, die beim Durchgang durch das System bis auf einen multiplikativen, im Allgemeinen komplexen, Faktor erhalten bleiben.

Der elektrische Feldvektor ist gegeben als:

$$\vec{\mathcal{E}}(z,t) = \mathcal{E}_0(\vec{e}_x \cos(kz - \omega t) \pm \vec{e}_y \sin(kz - \omega t)) \quad (3.9)$$

„+“ für $\delta = +\frac{\pi}{2}$ gültig. Die Welle wird als rechtszirkular polarisiert bezeichnet.
 „-“ für $\delta = -\frac{\pi}{2}$ gültig. Die Welle ist linkszirkular polarisiert.

Elliptisch polarisiertes Licht

In jedem anderen Fall ist das Licht elliptisch polarisiert.

3.2 Verhalten von Licht an Grenzflächen

Trifft eine monochromatische ebene Welle (Index 1) auf eine planare Grenzfläche zwischen zwei dielektrischen isotropen, nicht verlustbehafteten, nicht magnetischen Medien mit dem Brechungsindex n_1 und n_2 , so gibt es eine transmittierte (Index 2) und eine reflektierte (Index 3) Teilwelle (siehe Abb. 3.2).

Deren Wellenfronten fallen an der Grenzfläche zusammen, wenn Einfallswinkel und Aus-

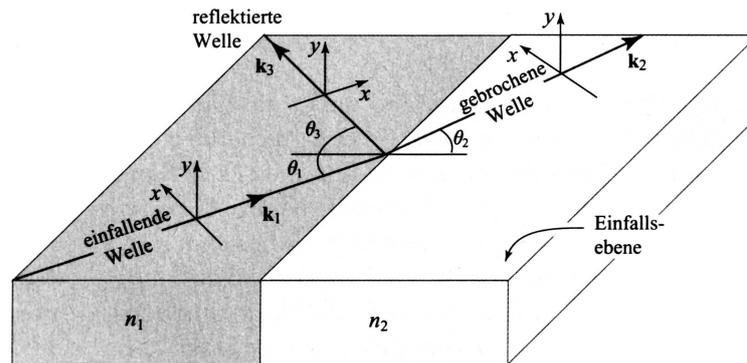


Abbildung 3.2: Reflexion an einer Grenzfläche. Trifft eine ebene Welle (Index 1) auf eine planare Grenzfläche zwischen zwei isotropen, dielektrischen Medien mit den Brechungsindizes n_1 und n_2 , so gibt es eine gebrochene (Index 2) und eine reflektierte Teilwelle (Index 3). Der Einfallswinkel und der Ausfallswinkel sind gleich, $\theta_1 = \theta_3$, und der Brechungswinkel θ_2 ist über das Snelliussche Brechungsgesetz (3.10) mit dem Einfallswinkel verknüpft. Die Ebene, die von der einfallenden und der reflektierten Welle aufgespannt wird, wird Einfallsebene genannt.

fallswinkel gleich sind, $\theta_3 = \theta_1$, und Brechungs- und Einfallswinkel das Snelliussche Brechungsgesetz erfüllen [Sa108].

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2 \quad (3.10)$$

Die Amplituden dieser Wellen lassen sich durch die drei nachfolgenden Jonesvektoren beschreiben.

$$\vec{J}_1 = \begin{bmatrix} \tilde{E}_{x,1} \\ \tilde{E}_{y,1} \end{bmatrix} \quad \vec{J}_2 = \begin{bmatrix} \tilde{E}_{x,2} \\ \tilde{E}_{y,2} \end{bmatrix} \quad \vec{J}_3 = \begin{bmatrix} \tilde{E}_{x,3} \\ \tilde{E}_{y,3} \end{bmatrix} \quad (3.11)$$

Die Beziehung zwischen \vec{J}_1 und \vec{J}_2 bzw. \vec{J}_1 und \vec{J}_3 kann man durch 2×2 -Jonesmatrizen \mathbf{t} bzw. \mathbf{r} ausdrücken, wobei \mathbf{t} die Transmission der Welle und \mathbf{r} die Reflexion beschreibt.

$$\vec{J}_2 = \mathbf{t} \vec{J}_1 \quad (3.12)$$

$$\vec{J}_3 = \mathbf{r} \vec{J}_1 \quad (3.13)$$

Die Elemente der Matrix können bestimmt werden, indem man die aus der elektromagnetischen Theorie geforderten Stetigkeitsbedingungen – die Normalkomponente von \vec{D} und \vec{B} sowie die Tangentialkomponenten von \vec{E} und \vec{H} müssen an der Trennfläche der beiden Medien stetig sein [Jac02] – ausnutzt.

Es kann gezeigt werden, dass eine s-polarisierte, was bei unserem gewählten Koordinatensystem einer in \vec{e}_y -Richtung polarisierten Welle entspricht, bzw. eine p-polarisierte Welle ($\hat{=}$ einer in \vec{e}_x -Richtung polarisierten Welle) die Randbedingungen unabhängig voneinander erfüllen. Sie werden als Normalmoden des Systems bezeichnet.

Aus der Unabhängigkeit der s- und p-Polarisation folgt, dass die Jonesmatrizen \mathbf{t} und \mathbf{r} diagonal sind.

$$\mathbf{t} = \begin{bmatrix} t_x & 0 \\ 0 & t_y \end{bmatrix} \quad \mathbf{r} = \begin{bmatrix} r_x & 0 \\ 0 & r_y \end{bmatrix} \quad (3.14)$$

Es gilt:

$$\tilde{E}_{x,2} = t_x \cdot \tilde{E}_{x,1} \quad \tilde{E}_{y,2} = t_y \cdot \tilde{E}_{y,1} \quad (3.15)$$

$$\tilde{E}_{x,3} = r_x \cdot \tilde{E}_{x,1} \quad \tilde{E}_{y,3} = r_y \cdot \tilde{E}_{y,1} \quad (3.16)$$

Dabei sind t_x und t_y die im Allgemeinen komplexen Transmissionskoeffizienten und r_x und r_y die komplexen Reflexionskoeffizienten. Sie ergeben sich unter Ausnutzung der Stetigkeitsbedingungen zu:

$$r_p = r_x = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} \quad (3.17)$$

$$t_p = t_x = (1 + r_p) \frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2} \quad (3.18)$$

$$r_s = r_y = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} \quad (3.19)$$

$$t_s = t_y = 1 + r_s \quad (3.20)$$

Diese Gleichungen sind unter der Bezeichnung **Fresnelgleichungen** bekannt und die einzelnen Koeffizienten werden Fresnelkoeffizienten genannt.

Den Winkel θ_2 erhält man bei bekanntem Einfallswinkel und bekannten Brechungsindizes n_1 und n_2 aus dem Snelliusschen Brechungsgesetz (3.10) zu:

$$\cos \theta_2 = \sqrt{1 - \sin^2 \theta_2} \quad (3.21)$$

$$= \sqrt{1 - \left(\frac{n_1}{n_2}\right)^2 \sin^2 \theta_1} \quad (3.22)$$

Da der Ausdruck unter der Quadratwurzel in Gleichung 3.22 negativ sein kann, sind die Fresnelkoeffizienten im Allgemeinen komplex.

$$r_p = |r_p| \cdot e^{i\delta_p} \quad (3.23)$$

$$r_s = |r_s| \cdot e^{i\delta_s} \quad (3.24)$$

In Tabelle 3.1 sind die Beträge $|r_p|$ und $|r_s|$ und die Phasenverschiebungen δ_p und δ_s als Funktion des Einfallswinkels sowohl für p-polarisiertes Licht als auch für s-polarisiertes Licht im Fall von äußerer ($n_1 < n_2$) und innerer ($n_1 > n_2$) Reflexion aufgetragen.

Bei der Reflexion an einem optisch dünneren Medium ($n_1 > n_2$) gibt es sowohl für p-polarisiertes als auch für s-polarisiertes Licht einen kritischen Winkel $\theta_k = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right)$ der Totalreflexion oberhalb dessen sich keine gebrochene Welle ausbilden kann, d.h. die Beträge der Reflexionskoeffizienten sind gleich 1. Jedoch werden r_p und r_s für $\theta_1 > \theta_k$ komplex. Dies erkennt man an einer kontinuierlichen, aber für p-Polarisation und s-Polarisation unterschiedlichen, Phasenverschiebung.

Bei p-polarisiertem Licht gibt es unabhängig von der Art der Reflexion – innerer oder äußerer – einen Winkel $\theta_1 = \theta_B$, Brewsterwinkel genannt, bei dem $|r_p| = 0$ ist. Das bedeutet, dass unter dem Brewsterwinkel nur s-polarisiertes Licht reflektiert wird. Diese Tatsache wird genutzt, um linearpolarisiertes Licht zu erzeugen.

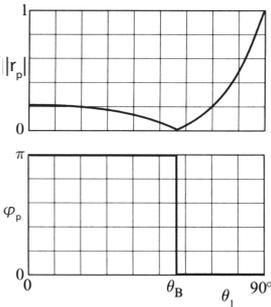
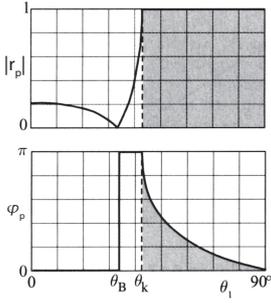
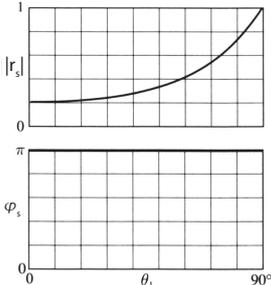
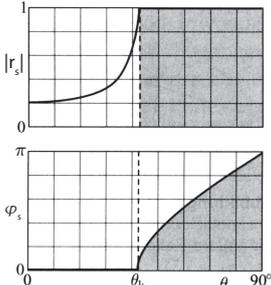
p-polarisiert	
<p>äußere Reflexion $n_1 < n_2$</p>	 <p>$\theta_1 \leq \theta_B$: r_p reell und negativ</p> <ul style="list-style-type: none"> • r_p fällt von $\frac{n_1-n_2}{n_1+n_2}$ bei $\theta_1 = 0^\circ$ auf 0 beim Brewsterwinkel $\theta_B = \arctan(\frac{n_2}{n_1})$ • $\delta_p = \pi$ <p>$\theta_1 > \theta_B$: r_p reell und positiv</p> <ul style="list-style-type: none"> • r_p steigt von 0 auf 1 bei 90° • $\delta_p = 0$
<p>innere Reflexion $n_1 > n_2$</p>	 <p>$\theta_1 \leq \theta_B$: r_p reell und positiv</p> <ul style="list-style-type: none"> • r_p fällt von $\frac{n_1-n_2}{n_1+n_2}$ bei $\theta_1 = 0^\circ$ auf 0 bei $\theta_1 = \theta_B$ • δ_p springt bei θ_B von 0 auf π <p>$\theta_B < \theta_1 \leq \theta_k$: r_p reell und negativ</p> <ul style="list-style-type: none"> • r_p steigt von 0 auf 1 bei $\theta_1 = \theta_K$ • $\delta_p = \pi$ <p>$\theta_1 > \theta_k$: Innere Totalreflexion, r_p komplex</p> <ul style="list-style-type: none"> • $r_p = 1$ • δ_p: $\tan \frac{\delta_p}{2} = \frac{-1}{\sin^2 \theta_k} \sqrt{\frac{\cos^2 \theta_k}{\cos^2 \theta_1} - 1}$
s-polarisiert	
<p>äußere Reflexion $n_1 < n_2$</p>	 <p>r_s ist immer reell und negativ</p> <ul style="list-style-type: none"> • r_s steigt von $\frac{n_2-n_1}{n_1+n_2}$ bei $\theta_1 = 0^\circ$ kontinuierlich bis auf 1 • $\delta_s = \pi$
<p>innere Reflexion $n_1 > n_2$</p>	 <p>$\theta_1 \leq \theta_k$: r_s reell und positiv</p> <ul style="list-style-type: none"> • r_s steigt von $\frac{n_1-n_2}{n_1+n_2}$ bei $\theta_1 = 0^\circ$ kontinuierlich bis auf 1 bei $\theta_1 = \theta_k = \arcsin \frac{n_2}{n_1}$ • $\delta_s = 0$ <p>$\theta_1 > \theta_k$: Innere Totalreflexion, r_s komplex</p> <ul style="list-style-type: none"> • $r_s = 1$ • δ_s: $\tan \frac{\delta_s}{2} = \sqrt{\frac{\cos^2 \theta_k}{\cos^2 \theta_1} - 1}$

Tabelle 3.1: Übersicht über Reflexion an einer Grenzfläche ($n_1 = 1.0$ und $n_2 = 1.5$) [Sal08].

3.3 Schichtdickenbestimmung mit Reflexionsellipsometrie

In dem Münsteraner Ellipsometrie-Aufbau an der Kryptonquelle soll sowohl die Dicke kondensierter Filme – stabiles Krypton oder Restgas – als auch die Reinheit des unbelegten Substrats vermessen werden können. Das Substrat besteht dabei aus HOPG (für nähere Informationen sei auf Abschnitt 4.2 verwiesen). Es ist anisotrop und beide Brechungsindizes, der ordentliche und der außerordentliche, sind komplex. Dieser Sachverhalt wird in Kapitel 4 erläutert.

3.3.1 Reflexion an einem 3-Schichtsystem bestehend aus Vakuum-Film-Substrat

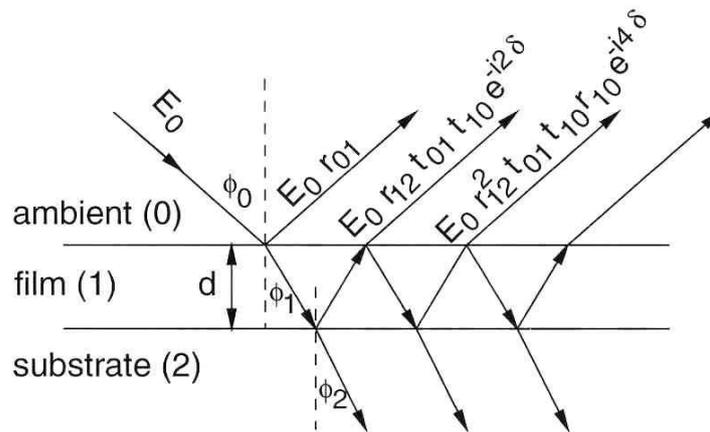


Abbildung 3.3: Reflexion und Transmission einer ebenen Welle an einem Mehrschichtsystem [Ost09]. Dargestellt ist ein 3-Schichtsystem (Vakuum-Film-Substrat), wobei die Grenzflächen als glatt und zueinander parallel angenommen werden. d ist die Filmdicke – auch Schichtdicke genannt –, Φ_0 der Einfallswinkel und Φ_1, Φ_2 sind die Brechungswinkel im Film bzw. im Substrat. $r_{01}, r_{10}, r_{12}, t_{01}, t_{10}$ sind die komplexen Fresnel'schen Reflexions- bzw. Transmissionskoeffizienten, δ der Phasenwinkel.

Wir betrachten ein 3-Schichtsystem wie in Abbildung 3.3 bestehend aus Vakuum (Index 1), einem Film (Index 2) der endlichen Dicke d und einem Substrat (Index 3). Die Medien werden als homogen und optisch isotrop angenommen². Sie werden durch die komplexen Brechungsindizes N_0, N_1 und N_2 beschrieben.

Der Einfluss des Filmes mit der Dicke d auf die Polarisierung drückt sich in dem Phasenunterschied der einzelnen reflektierten Teilwellen zueinander aus. Man misst die Polarisationsänderung einer Lichtwelle durch Vielstrahlinterferenz in Abhängigkeit von der Filmdicke d .

Eine einfallende, ebene Welle mit der Amplitude E_0 trifft unter einem Einfallswinkel Φ_0 auf den Film (Grenzfläche 01). Ein Anteil der Welle wird mit dem Reflexionskoeffizienten

²Die Anisotropie des Graphits wird später in die Betrachtung mit einbezogen.

r_{01} reflektiert, der andere Teil wird mit dem Transmissionskoeffizienten t_{01} unter dem Winkel Φ_1 gebrochen.

$$\Phi_1 = \arcsin\left(\frac{N_0}{N_1} \sin \Phi_0\right) \quad (3.25)$$

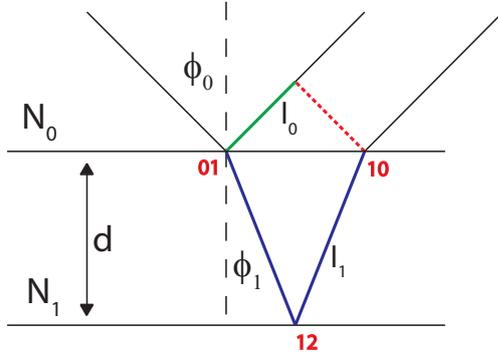


Abbildung 3.4: Der Gangunterschied bei der Reflexion an einem dünnen Film.

Trifft diese gebrochene Teilwelle auf die zweite Grenzfläche **12** zwischen Film und Substrat, gibt es wieder eine Teilwelle, die reflektiert wird – $E_0 t_{01} r_{12}$ – und eine Teilwelle, die unter dem Winkel $\Phi_2 = \arcsin\left(\frac{N_1}{N_2} \sin \Phi_1\right) = \arcsin\left(\frac{N_0}{N_2} \sin \Phi_0\right)$ gebrochen wird. Diese gebrochene Teilwelle wird von dem Substrat absorbiert.

Die an der Grenzfläche **12** reflektierte Welle wird an der Grenzfläche **10** wieder zu einem Teil reflektiert und zu einem Teil transmittiert. Die transmittierte Welle – $E_0 t_{01} r_{12} t_{10}$ – überlagert sich mit der ersten reflektierten Welle, wobei der Phasenunterschied δ beruhend auf dem Gangunterschied der Welle im

Film und im Vakuum (Δs) durch einen Phasenfaktor $e^{-i2\delta}$ beschrieben wird. Der optische Gangunterschied Δs ergibt sich zu:

$$\Delta s = 2N_1 l_1 - N_0 l_0 \quad (3.26)$$

wobei die zurückgelegte Wegstrecke im Vakuum l_0 und die zurückgelegte Strecke im Film l_1 folgendermaßen gegeben sind (siehe Abbildung 3.4):

$$l_1 = \frac{d}{\cos \Phi_1} \quad (3.27)$$

$$l_0 = 2d \tan \Phi_1 \sin \Phi_0 \quad (3.28)$$

$$= 2d \frac{N_1}{N_0} \sin \Phi_1 \quad (3.29)$$

Damit lässt sich Δs folgendermaßen schreiben:

$$\Delta s = 2dN_1 \cos \Phi_1 \quad (3.30)$$

Hiermit folgt für die Änderung des Phasenwinkels δ :

$$\delta = \frac{2\pi}{\lambda} dN_1 \cos \Phi_1 \quad (3.31)$$

$$= \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{N_1^2 - N_0^2 \sin^2 \Phi_0} \quad (3.32)$$

Es ist Konvention, dass dem Phasenwinkel δ nur die Hälfte des Gangunterschiedes Δs zugeordnet wird, was durch einen zusätzlichen Faktor 2 in dem Ausdruck des Phasenfaktors kompensiert wird.

In der vorhergehenden Betrachtung geht man von einer einfallenden Welle der Amplitude E_0 aus, die entweder s- oder p-polarisiert ist. Aus Gründen der Übersichtlichkeit und da die Herleitung für beide Polarisationszustände gleichermaßen gilt, wurden alle Indizes (p oder s) der Reflexions- oder Transmissionskoeffizienten weggelassen.

Addition aller reflektierten Teilwellen ergibt eine unendliche geometrische Reihe für den totalen, komplexen Amplitudenreflexionskoeffizienten R .

$$R = r_{01} + t_{01}t_{10}r_{12}e^{-i2\delta} + t_{01}t_{10}r_{10}r_{12}^2e^{-i4\delta} + t_{01}t_{10}r_{10}^2r_{12}^3e^{-i6\delta} + \dots \quad (3.33)$$

Unter Ausnutzung des Grenzwertes einer unendlichen geometrischen Reihe für $|q| < 1$ (Gl. 3.36)

$$\sum_{k=0}^{\infty} a_0 q^k = \lim_{n \rightarrow \infty} \sum_{k=0}^n a_0 q^k \quad (3.34)$$

$$= \lim_{n \rightarrow \infty} a_0 \frac{1 - q^{n+1}}{1 - q} \quad (3.35)$$

$$= \frac{a_0}{1 - q} \quad (3.36)$$

ergibt sich für den komplexen Amplitudenreflexionskoeffizienten R :

$$R = r_{01} + \frac{t_{01}t_{10}r_{12}e^{-i2\delta}}{1 - r_{10}r_{12}e^{-i2\delta}} \quad (3.37)$$

Dies lässt sich mit den Beziehungen [Azz77]

$$r_{10} = -r_{01} \quad (3.38)$$

$$t_{01}t_{10} = 1 - r_{01}^2 \quad (3.39)$$

zu

$$R = \frac{r_{01} + r_{12}e^{-i2\delta}}{1 + r_{10}r_{12}e^{-i2\delta}} \quad (3.40)$$

umformen. Die Gleichung gilt sowohl für linearpolarisiertes Licht in der Einfallsebene (p) als auch für senkrecht zur Einfallsebene (s) polarisiertes Licht:

$$R_p = \frac{r_{01p} + r_{12p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{10p}r_{12p}e^{-i2\delta}} \quad (3.41)$$

$$R_s = \frac{r_{01s} + r_{12s}e^{-i2\delta}}{1 + r_{10s}r_{12s}e^{-i2\delta}} \quad (3.42)$$

Um die Veränderungen der Amplitude und der Phase gegenüber der einfallenden, ebenen Welle getrennt betrachten zu können, beschreibt man die gesamten, komplexen Reflexionskoeffizienten R_p und R_s als Funktion ihrer Absolutwerte und Phasen:

$$R_p = |R_p|e^{i\delta_{R_p}} \quad (3.43)$$

$$R_s = |R_s|e^{i\delta_{R_s}} \quad (3.44)$$

Es ist offensichtlich, dass die gesamten, komplexen Reflexionskoeffizienten R_p und R_s verschieden sind, da sich schon die Fresnelkoeffizienten der Reflexion und Transmission für die beiden Eigenpolarisationszustände – \mathbf{s} und \mathbf{p} – an einer Grenzfläche unterscheiden.

Experimentell wird aus Messungen der Polarisationszustände des einfallenden und reflektierten Lichts das Verhältnis der komplexen Reflexionskoeffizienten

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} \quad (3.45)$$

$$= \frac{r_{01p} + r_{12p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{10p}r_{12p}e^{-i2\delta}} \cdot \frac{1 + r_{10s}r_{12s}e^{-i2\delta}}{r_{01s} + r_{12s}e^{-i2\delta}} \quad (3.46)$$

bestimmt. Dieses Verhältnis lässt sich unter Ausnutzung von Gl. 3.43, 3.44 folgendermaßen als komplexe Zahl parametrisieren:

$$\rho = \tan \Psi e^{i\Delta} \quad (3.47)$$

wobei

$$\Psi = \arctan \left(\frac{|R_p|}{|R_s|} \right) \quad (3.48)$$

die unterschiedlichen Veränderungen der Amplituden bei der Reflexion von \mathbf{p} und \mathbf{s} -polarisiertem Licht beschreibt und

$$\Delta = \delta_{R_p} - \delta_{R_s} \quad (3.49)$$

die Unterschiede in den Phasenverschiebungen von \mathbf{p} und \mathbf{s} -polarisiertem Licht wiedergibt.

3.3.2 Nullellipsometrie in PCSA-Anordnung

Zur Bestimmung des Verhältnisses der komplexen Reflexionskoeffizienten ρ kann ein Aufbau zur Nullellipsometrie in PCSA-Anordnung eingesetzt werden (siehe Abb. 3.5). Das Prinzip dieser Nullellipsometrie beruht darauf, dass die Achsen von Polarisator, Kompensator ($\lambda/4$ -Plättchen) und Analysator so eingestellt werden können, dass das Licht nach Reflexion an der Probe (Sample) linear polarisiert ist und durch den Analysator ausgelöscht werden kann.

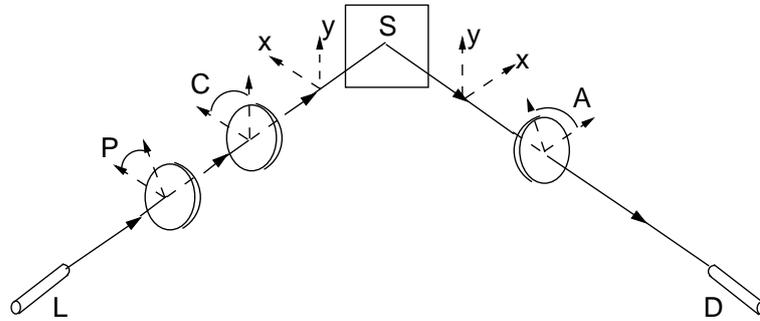


Abbildung 3.5: Schema der PCSA-Ellipsometeranordnung (nach [Azz77]). Die Anordnung besteht aus einem Polarisator P , einem Kompensator C ($\lambda/4$ -Plättchen) und einem Analysator A . S ist das optische System mit den Eigenpolarisationszuständen x (in der Einfallsebene) und y (senkrecht zur Einfallsebene). L ist die Lichtquelle – bei unserem Experiment ein grüner He-Ne-Laser mit $\lambda = 543,5 \text{ nm}$ – und D der Photodetektor. P, C und A geben die azimutalen Winkel des Polarisators, Kompensators und Analysators wieder. Sie werden ausgehend von der Richtung der x -Eigenpolarisation gegen den Uhrzeigersinn positiv gezählt, wenn man gegen die Strahlrichtung schaut.

Möchte man nachvollziehen, wie sich der Polarisationszustand beim Durchgang durch die optischen Elemente verändert, ist es zweckmäßig, den Lichtstrahl durch seinen komplexwertigen Jonesvektor und die optischen Elemente durch ihre Jonesmatrizen zu beschreiben [Azz77].

Nachfolgend sind die Jonesmatrizen der verwendeten, als ideal angenommenen, optischen Elemente in ihrem jeweiligen Koordinatensystem aufgeführt.

$$\text{Linearpolarisator:} \quad T_{LP}^{te} = K_{LP} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.50)$$

$$\text{Kompensator:} \quad T_C^{fs} = K_C \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \rho_C \end{bmatrix} \quad (3.51)$$

$$\text{Probe:} \quad T_S^{xy} = \begin{bmatrix} V_{ex} & 0 \\ 0 & V_{ey} \end{bmatrix} \quad (3.52)$$

Dabei sind die Basen die jeweiligen Eigenpolarisationszustände des optischen Elements. Das sind bei einem Linearpolarisator die **T**ransmissions- und die **E**xtinktionsachse, bei einem Kompensator die schnelle (**f**ast) und die langsame (**s**low) Achse und bei der Probe, an der reflektiert wird, die **x**-Achse in der Einfallsebene und die **y**-Achse senkrecht dazu – als Eigenpolarisationen der Reflexion. Die Konstanten K_{LP} und K_C beschreiben

die für beide Eigenpolarisationen gleichen Phasenverschiebungen und Amplitudenabschwächungen bei der Transmission durch das optische Element. V_{ex} und V_{ey} sind die, zu den Eigenpolarisationen gehörigen, Eigenwerte der Reflexion an der Probe.

Das System aller aufeinanderfolgenden optischen Elemente (P-C-S-A) kann durch eine resultierende Jonesmatrix beschrieben werden, wenn man die einzelnen Matrizen nacheinander miteinander multipliziert und jeweils durch Multiplikation mit der adäquaten Rotationsmatrix in das Eigenpolarisations-Koordinatensystem des nächsten Elements wechselt. Es ergibt sich für das detektierte Signal \mathcal{J}_D [Azz77]

$$\mathcal{J}_D = const. \cdot |L|^2 \quad (3.53)$$

wobei L durch

$$\begin{aligned} L = & V_{ex} \cos A [\cos C \cos(P - C) - \rho_C \sin C \sin(P - C)] \\ & + V_{ey} \sin A [\sin C \cos(P - C) + \rho_C \cos C \sin(P - C)] \end{aligned} \quad (3.54)$$

gegeben ist.

Das bedeutet, das detektierte Signal hängt von den azimuthalen Positionen von P, C und A, von ρ_C des Kompensators und den komplexen Eigenwerten V_{ex} und V_{ey} des optischen Systems ab.

$$\mathcal{L}_D = \mathcal{L}_D(P, C, A, \rho_C, V_{ex}, V_{ey}) \quad (3.55)$$

Im Idealfall entspricht die Bedingung für P, C, A unter welcher es zur Auslöschung des Signals kommt, einem nicht vorhandenen Lichtfluss auf den Detektor:

$$\mathcal{L}_D = 0 \quad (3.56)$$

$$\stackrel{(3.53)}{\Leftrightarrow} L = 0 \quad (3.57)$$

Mit dieser Bedingung und dem Ausdruck (3.54) erhält man für das Verhältnis ρ_S der Eigenwerte des optischen Systems:

$$\rho_S = \frac{V_{ex}}{V_{ey}} \quad (3.58)$$

$$= -\tan A \frac{\tan C + \rho_C \tan(P - C)}{1 - \rho_C \tan C \tan(P - C)} \quad (3.59)$$

Im Folgenden gehen wir explizit von einem Kompensator aus, der eine feste Phasenverschiebung von $\delta_C = -\pi/2$ zwischen schneller und langsamer Achse bewirkt – das entspricht einem $\lambda/4$ -Plättchen. Es gilt dann für ρ_C :

$$\rho_C = T_C \cdot e^{i\delta_C} = -i \quad (3.60)$$

Wird der Kompensator so fixiert, dass seine schnelle Achse einen Winkel von $\pm\pi/4$ zur Einfallsebene einnimmt, dann vereinfacht sich der Ausdruck für das komplexe Reflexionsverhältnis (3.59) zu:

$$\rho_S = \mp \tan A e^{\mp 2i(P \mp \pi/4)} \quad \text{für } C = \pm\pi/4 \quad (3.61)$$

Es gibt je zwei Paare (P, A), die die Lichtintensität zur Auslöschung bringen können, wobei jedes Paar natürlich auch modulo π gilt.

$$(P', A') = (P + \frac{\pi}{2}, \pi - A) \quad (3.62)$$

4 Der experimentelle Aufbau der Ellipsometrie

In diesem Kapitel wird der experimentelle Aufbau der Ellipsometrie beschrieben. Dabei wird besonders auf das verwendete Graphit-Substrat (HOPG) und dessen Anisotropie eingegangen. Es wird dargestellt, wie sich der Reflexionskoeffizient bei Reflexion an einem anisotropen Medium verändert. Desweiteren wird erläutert, wie man die gesuchten (P, A)-Wertepaare, die zur Auslöschung des detektierten Signals führen, experimentell bestimmt.

4.1 Der Ellipsometrieaufbau

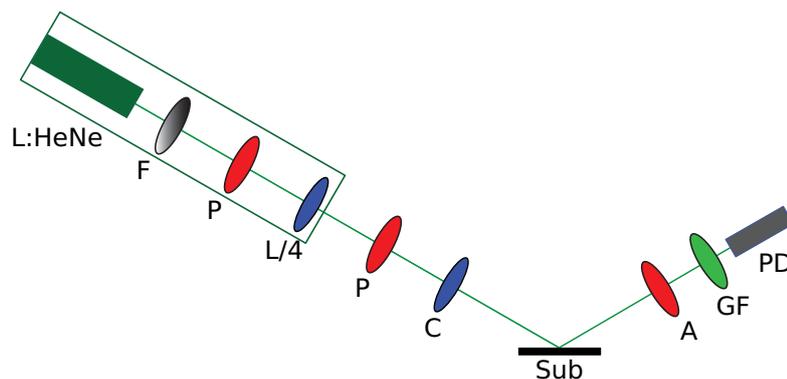


Abbildung 4.1: Eine schematische Darstellung des Ellipsometrieaufbaus in Münster. Die Lichtquelle besteht aus einem grünen He-Ne-Laser, einem Neutraldichtefilter **F**, einem Linearpolarisator **P** und einem $\lambda/4$ -Plättchen **L/4**. Der austretende Laserstrahl ist zirkularpolarisiert. Der Strahl wird dann durch einen drehbaren Polarisator **P** und ein fest eingestelltes $\lambda/4$ -Plättchen **L/4** gelenkt, tritt durch das Vakuumfenster (hier nicht eingezeichnet) und trifft auf das Substrat **Sub**. Nach der Reflexion an dem Substrat tritt der Strahl wiederum durch ein Vakuumfenster aus der Apparatur aus. Der Strahl wird durch den Analysator und einen Grünlichtfilter **GF** geführt und dann wird dessen Intensität mit einer Photodiode **PD** gemessen.

Der Ellipsometrieaufbau ist schematisch in Abb. 4.1 gezeigt. Das Licht eines grünen He-Ne-Lasers ($\lambda = 543,5 \text{ nm}$) wird zuerst durch einen variabel einstellbaren Neutraldichtefilter abgeschwächt. Das linear polarisierte Licht des Lasers wird dann durch eine Sektion aus fest eingestelltem Linearpolarisator und einem um theoretisch 45° zu dessen Achse verdrehtem $\lambda/4$ -Plättchen gelenkt. Die experimentelle Ausrichtung dieser beiden Achsen erfolgte im Hinblick auf eine minimale Intensitätsveränderung nach Durchqueren eines nachfolgenden drehbaren Linearpolarisators. Der folgende Polarisator ist auf

einem Rotationsdrehtisch von PI (Modell: M-060.DG) montiert, für dessen Motor eine unidirektionale Wiederholgenauigkeit von $50 \mu\text{rad}$ ($\hat{=} 0,0029^\circ$) und ein Spiel, wenn die Position aus unterschiedlicher Position angefahren wird, von $200 \mu\text{rad}$ ($\hat{=} 0,0115^\circ$) spezifiziert ist [PI]. Aus diesem Grund werden in dem LabVIEW gesteuerten Messprogramm alle Positionen aus der gleichen Richtung angefahren. Diese Motoren stellen eine wesentliche Verbesserung gegenüber dem alten Ellipsometrieaufbau von 2007/08 an der CKrS dar [Ost09]. Die alten Motoren konnten lediglich $0,02^\circ$ -Schritte fahren. Der Kompensator besteht in diesem Aufbau aus einem $\lambda/4$ -Plättchen, dessen schnell Achse um $-\pi/4$ gegen die Einfallsebene verdreht ist.

Der so präparierte Laserstrahl tritt durch ein antireflexbeschichtetes Vakuumfenster in die Vakuumapparatur ein. Nach der Reflexion am Graphit-Substrat unter einem Winkel von $\approx 60^\circ$ tritt der Strahl wiederum durch ein antireflexbeschichtetes Vakuumfenster aus der Apparatur aus. Die Intensität des Strahls wird durch einen drehbaren Analytator, der gleichermaßen auf einem M-060.DG Rotationsdrehtisch montiert ist, minimiert. Mit einem schmalbandigen Interferenzfilter ($FWHM = 10 \text{ nm}$)¹, der sein Transmissionsmaximum bei $\lambda = 543,5 \text{ nm}$ hat, wird eventuell vorhandenes Umgebungslicht herausgefiltert. Die Intensität des verbliebenen Laserlichts wird von einer Photodiode (Si-PIN-Diode, Typ S-3590-19 von Hamamatsu) ausgelesen.

Da man Ströme im Bereich von einigen pA bis zu μA erhält, wird das Signal durch einen fernsteuerbaren Stromverstärker von Femto (DLPCA-200) verstärkt und mit einem 12 bit ADC digitalisiert.

4.2 Das Graphit-Substrat

Graphit besteht aus übereinandergelagerten, durch schwache Van-der-Waals-Kräfte gebundene Schichten, die aus Sechsecken aufgebaut sind. Dies führt zu einer leichten Spaltbarkeit des Graphits entlang der Ebenen. Die Gitterkonstante in der Ebene beträgt $2,46 \text{ \AA}$ und der Abstand zwischen zwei Ebenen $3,354 \text{ \AA}$. Dies ergibt bei einer Stapelfolge ABAB.. (α -Graphit) einen Gitterabstand von $6,70 \text{ \AA}$. Die Achse senkrecht zu der Graphen-Ebene wird c-Achse genannt.

Da natürlich vorkommende Graphitkristalle sehr klein sind, benutzt man oft **HOPG**²

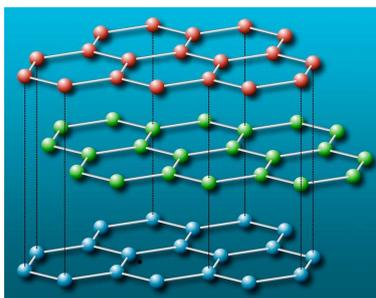


Abbildung 4.2: Die Struktur von HOPG [Ost09]. Man erkennt die aus Sechsecken aufgebauten Graphen-Ebenen. Die Achse senkrecht zu dieser Ebene wird c-Achse genannt.

¹FWHM: full width at half maximum

anstelle dessen. Dieses polykristalline Material ist atomar flach. Die Korngröße für die beste Qualität beträgt im Mittel $10\ \mu\text{m}$ und besitzt einen Mosaikwinkel von $0,4^\circ \pm 0,1^\circ$ [Jel07]. Dieser gibt an, wie sehr die Ausrichtung der einzelnen c-Kristallachsen gegeneinander verkippt sein kann.

Der Graphitkristall ist ein uniaxialer Kristall. Das bedeutet, er ist optisch anisotrop. Im folgenden sei eine kurze Übersicht über die für die Analyse interessanten Eigenschaften anisotroper Medien gegeben. Für weitergehende Informationen sei auf [Rei06] und [Sal08] verwiesen.

4.2.1 Die Eigenschaften uniaxialer Kristalle

In isotropen Medien kann der Zusammenhang zwischen dem elektrischen Feld \vec{E} und induzierter Polarisation \vec{P} bzw. zwischen elektrischem Feld und der dielektrischen Verschiebung \vec{D} durch eine skalare Suszeptibilität χ bzw. Permittivität ε ausgedrückt werden [Rei06].

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi \vec{E} \quad (4.1)$$

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (4.2)$$

$$= \varepsilon_0 \underbrace{(1 + \chi)}_{\varepsilon} \vec{E} \quad (4.3)$$

In anisotropen Medien hängt der Zusammenhang zwischen \vec{P} und \vec{E} von der Richtung von \vec{E} ab. Das führt dazu, dass die Ausbreitungsgeschwindigkeit richtungs- und polarisationsabhängig wird. Es gilt allgemein für anisotrope Medien [Rei06]:

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \boldsymbol{\chi} \vec{E} \quad (4.4)$$

wobei der Suszeptibilitätstensor $\boldsymbol{\chi}$ folgendermaßen gegeben ist.

$$\boldsymbol{\chi} = \begin{bmatrix} \chi_{11} & \chi_{12} & \chi_{13} \\ \chi_{21} & \chi_{22} & \chi_{23} \\ \chi_{31} & \chi_{32} & \chi_{33} \end{bmatrix} \quad (4.5)$$

Für die dielektrische Verschiebung gilt dann:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \underbrace{(\mathbf{1} + \boldsymbol{\chi})}_{\boldsymbol{\varepsilon}} \vec{E} \quad (4.6)$$

Im Fall von nichtmagnetischen, verlustfreien Materialien kann gezeigt werden, dass der Suszeptibilitätstensor und damit auch der Permittivitätstensor symmetrisch sind [Hau84]. Für symmetrische Tensoren kann immer ein kartesisches Koordinatensystem gefunden werden, in dem $\boldsymbol{\varepsilon}$ reine Diagonalfom hat.

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \quad (4.7)$$

$$:= \begin{bmatrix} \varepsilon_{(x)} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{(y)} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{(z)} \end{bmatrix} \quad (4.8)$$

²Highly oriented pyrolytic graphite

Die Achsen dieses Koordinatensystems werden Hauptachsen genannt und die Einträge ε_i auf der Diagonalen Hauptwerte. Die Quadrate aus den Hauptwerten werden als Brechungsindizes $n_i := \sqrt{\varepsilon_i}$ bezeichnet.

Wenn alle Hauptwerte verschieden sind, spricht man von einem biaxialen Kristall. Ist nur einer der Hauptwerte von den anderen beiden verschieden, handelt es sich um einen uniaxialen Kristall. Die beiden gleichen Hauptwerte werden als ordentliche Brechungsindizes n_o bezeichnet³. Der abweichende Hauptwert wird als außerordentlicher Brechungsindex n_e bezeichnet⁴. Die zugehörige Hauptachse nennt man optische Achse des Kristalls. Breitet sich eine Welle entlang dieser Achse aus, ist die Ausbreitungsgeschwindigkeit unabhängig von der Polarisation der Welle $\frac{c}{n_o}$ und in Hinblick auf die Polarisation scheint es so, als ob das Medium isotrop sei.

Ein anisotropes Medium kann durch ein so genanntes „Indexellipsoid“ charakterisiert werden:

$$\frac{x^2}{n_1^2} + \frac{y^2}{n_2^2} + \frac{z^2}{n_3^2} = 1 \quad (4.9)$$

Mit dieser Konstruktion ist es möglich, Eigenpolarisationen und die dazugehörigen Brechungsindizes zu bestimmen [Sal08]. Für einen uniaxialen Kristall ($n_1 = n_2 = n_o$ und $n_3 = n_e$) ist das Indexellipsoid ein Rotationsellipsoid.

Das Indexellipsoid hat für eine Welle, deren Ausbreitungsrichtung \vec{u} einen Winkel θ zur optischen Achse einschließt, die Halbachsen n_o und $n(\theta)$. Für $n(\theta)$ gilt:

$$\frac{1}{n^2(\theta)} = \frac{\cos^2 \theta}{n_o^2} + \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2} \quad (4.10)$$

Brechung ebener Wellen an einem anisotropen Medium

Wir betrachten die Brechung einer ebenen Welle an der Grenzfläche zwischen einem isotropen Medium wie z.B. Luft und einem anisotropen Kristall. Der Brechung liegt das Prinzip zugrunde, dass die Wellenfronten der einfallenden und der gebrochenen Welle an der Grenzfläche übereinstimmen müssen. Da das anisotrope Medium zwei Moden mit unterschiedlichen Phasengeschwindigkeiten $\frac{c}{n_o}$ und $\frac{c}{n(\theta)}$ und somit unterschiedlichen Brechungsindizes zulässt, werden bei der Brechung am anisotropen Medium zwei gebrochene Wellen mit unterschiedlichen Ausbreitungsrichtungen (siehe z.B. Gl. (4.13) und Gl. (4.15)) und Polarisationen erzeugt. Man spricht von **Doppelbrechung**.

Es gilt auch hier das (modifizierte) Snelliussche Brechungsgesetz:

$$n_1 \sin \theta_1 = n(\theta_a + \theta) \sin \theta \quad (4.11)$$

wobei θ_a der Winkel zwischen der optischen Achse und der Senkrechten zur Grenzfläche ist. Die Modifikation ergibt sich dadurch, dass die Phasen an der Grenzfläche übereinstimmen müssen:

$$k_0 \sin \theta_1 = k \sin \theta \quad (4.12)$$

und damit durch die Tatsache, dass die Wellenzahl $k = k(\theta) = n(\theta)k_0$ in einem anisotropen Medium selbst eine Funktion von θ ist.

³ **o** steht für ordinary.

⁴ **e** steht für extraordinary.

Im Folgenden betrachten wir einen uniaxialen Kristall, dessen optische Achse senkrecht zur Grenzfläche steht. Das bedeutet $\theta_a = 0^\circ$. Die beiden gebrochenen Wellen müssen die Gleichung (4.11) erfüllen.

- Die ordentliche Welle mit orthogonaler Polarisation (s-polarisiert) wird unter einem Winkel θ_o gebrochen.

$$n_1 \sin \theta_1 = n_o \sin \theta_o \quad (4.13)$$

- Die außerordentliche Welle mit paralleler Polarisation (p-polarisiert) wird unter einem Winkel θ_e gebrochen.

$$n_1 \sin \theta_1 = n(\theta_a + \theta_e) \sin \theta_e \quad (4.14)$$

$$\stackrel{\theta_a=0^\circ}{=} n(\theta_e) \sin \theta_e \quad (4.15)$$

Für $n(\theta_e)$ ist der Ausdruck aus Gl. (4.10) einzusetzen.

Diese Tatsache muss bei der Reflexion an solch einem HOPG-Substrat, dessen optische Achse senkrecht zur Grenzfläche steht, berücksichtigt werden. Explizit bedeutet es für unsere Analyse, dass die Berechnung des Reflexionskoeffizienten r_{12p} für das komplexe Verhältnis der gesamten Reflexionskoeffizienten (siehe Gl. (3.46)) modifiziert werden muss.

Den Brechungswinkel θ_e kann man bestimmen, indem man Gl. (4.13) und (4.15) gleichsetzt und nach θ_e umformt. Es ergibt sich:

$$\theta_e = \arcsin \left(\frac{n_e \sin \theta_o}{\sqrt{\sin^2 \theta_o (n_e^2 - n_o^2) + n_e^2}} \right) \quad (4.16)$$

Um r_{12p} zu berechnen, muss man θ_e als Brechungswinkel im Substrat und $n(\theta_e)$ gemäß Gl. (4.10) einsetzen.

$$r_{12p} = \frac{n(\theta_e) \cos \theta_1 - n_1 \cos(\theta_e)}{n(\theta_e) \cos \theta_1 + n_1 \cos(\theta_e)} \quad (4.17)$$

Die Brechungsindizes von HOPG wurden von G. E. Jellison et al. mit einem Ellipsometrie-Messverfahren bestimmt. Die bestimmten Brechungsindizes $N_o = n_o - ik_o$ und $N_e = n_e - ik_e$ werden für $\lambda = 546 \text{ nm}$ in Tab. 4.1 aufgeführt. Diese Ergebnisse stehen im Widerspruch zu alten Ergebnissen von D. L. Greenway et al. (siehe Tab. 4.1).

	n_o	k_o	n_e	k_e
[Jel07]	2.52 ± 0.01	1.94 ± 0.02	1.50 ± 0.02	0.65 ± 0.01
[Gre69]	2.70	1.35	1.55	0.0

Tabelle 4.1: Literaturwerte für die Brechungsindizes von HOPG.

4.3 Das LabVIEW-Programm zur iterativen Minima-Suche

In Kap. 3.3.2 wurde gezeigt, dass es für jede Schichtdicke d ein Wertepaar (P, A) gibt, das zur Auslöschung des detektierten Lichtes führt.

Experimentell wird dieses Wertepaar durch einen iterativen Prozess der Minimabestimmung ermittelt. In Abb. 4.3 ist zu erkennen, wie sich die Intensität des detektierten

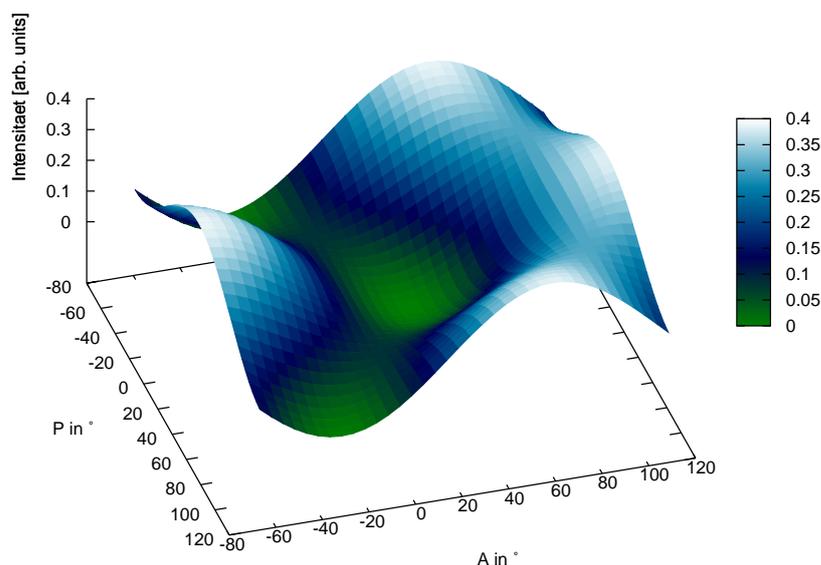


Abbildung 4.3: *Intensitätsverlauf des detektierten Lichts mit einem Aufbau zur Nullellipsometrie.* Dargestellt ist der Verlauf für die theoretischen Brechungsindizes nach [Jel07], einem Einfallswinkel von 60° und einer Schichtdicke $d = 0 \text{ \AA}$ in willkürlichen Einheiten. Das gesuchte Minimum liegt bei $P = 21,48^\circ$ und $A = 27,29^\circ$.

Lichts abhängig von den Stellungen P , A verändert. Das gesuchte Minimum liegt in diesem Fall bei $P = 21,48^\circ$ und $A = 27,29^\circ$. Es ist erkennbar, dass der „Parabeltopf“ um das Minimum herum nicht symmetrisch ist. Wenn man also einen der Rotationsdrehische auf einer festen Position belässt z.B. A und mit dem Polarisator P einen relativ kleinen Bereich um das Minimum herum abfährt, so ist das gefundene Minimum abhängig von der Stellung des Analysators A . Die übliche Vorgehensweise, um das absolute Minimum zu bestimmen, ist die folgende:

1. Durch ein grobes Abrastern des Intensitätsverlaufes über einen großen Winkelbereich – z.B. 180° – mit dem Polarisator und nachfolgend mit dem Analysator – wobei der Polarisator dann schon in das gefundene Minimum gefahren sein sollte – findet man ein relativ ungenaues „Minimum“.
2. Nachfolgend werden iterativ immer feinere Winkel mit entsprechend kleinerer Schrittweite abgefahren, wobei Polarisator und Analysator im Wechsel verfahren werden und das Intensitätsminimum der Parabel angefitet wird. Dabei wird der Polarisator bzw. Analysator jeweils auf das gefundene Minimum gefahren, bevor

der nächste Linearpolarisator gedreht wird. Dieser Vorgang wird solange wiederholt, bis die gefundenen Minima konvergiert sind.

Das hierzu entwickelte LabVIEW-Programm soll kurz vorgestellt werden.

Das LabVIEW-Programm – Elli.vi

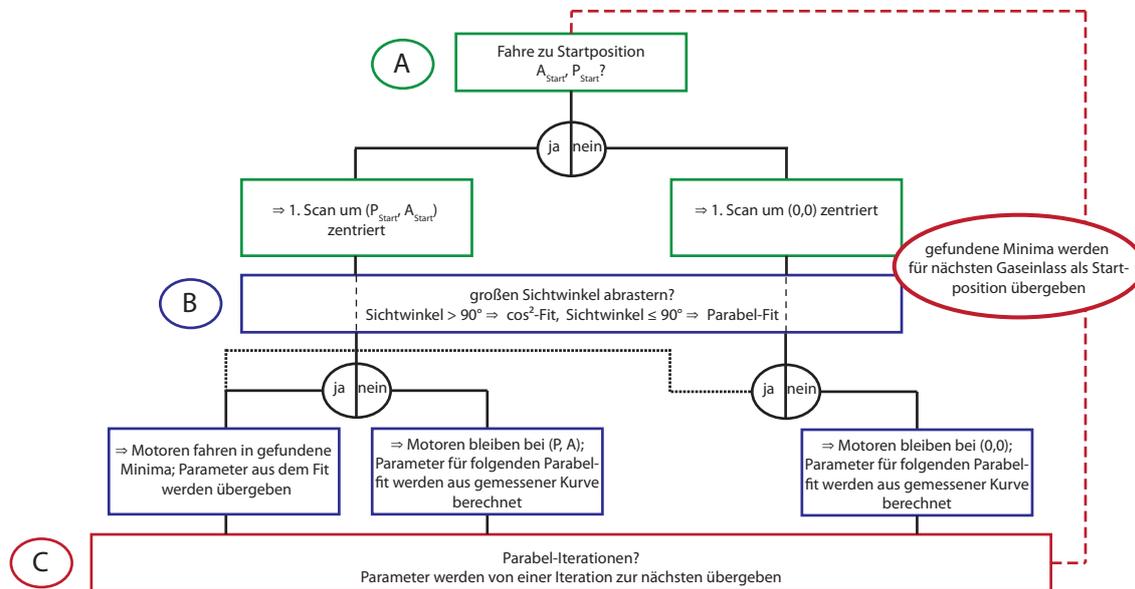


Abbildung 4.4: Flussdiagramm des LabVIEW-Programms – Elli.vi. Das Programm ist in drei Sequenzen (A, B, C) unterteilt, für die jeweils entschieden werden kann, ob sie durchlaufen werden sollen. Fährt man zu einer festen Startposition (P_{Start} , A_{Start}), so ist der nächste Scan um diese Position zentriert. Ansonsten ist er um $(0, 0)$ zentriert. Im Anschluss kann entschieden werden, ob einmal ein relativ großer Sichtwinkel abgefahren werden soll, um ein grobes Minimum zu bestimmen. Die so aufgenommene Messkurve wird für einen Sichtwinkel $> 90^\circ$ durch eine \cos^2 -Funktion angefitet. Ist der Sichtwinkel $\leq 90^\circ$, so wird die Kurve durch eine Parabelfunktion angefitet. Der nachfolgende erste iterative Parabelscan ist um das hier gefundene Minimum zentriert und die Parameter aus dem vorhergehenden Fit werden als Startparameter für den Parabelfit übergeben. Wurde kein großer Sichtwinkel abgerastert, so werden die Startparameter aus der gemessenen Kurve berechnet.

Die gefundenen Minima (P_{Min} , A_{Min}) können als Startpositionen für einen nächsten Durchlauf übergeben werden. Dies ist z.B. sinnvoll, wenn man eine kleinschrittige Krypton-Referenzellipse aufnehmen möchte und jeweils das Wertepaar (P_{Min} , A_{Min}), das für die aktuelle Schichtdicke zur Auslöschung führt, bestimmen muss.

Das geschriebene LabVIEW-Programm ist modular aufgebaut, damit man die Analyse den Gaseinlässen, z.B. wenn eine Referenzellipse aus stabilem Krypton gefroren wird, anpassen kann. In Abb. 4.4 sind schematisch der Aufbau des Programmes und die Auswahlmöglichkeiten dargestellt. Das Programm ist in drei Sequenzen unterteilt, für die jeweils entschieden werden kann, ob sie durchlaufen werden sollen.

A Am Anfang des Programms kann ausgewählt werden, ob man zu einer festen Startposition (P_{Start} , A_{Start}) fahren möchte. Dies kann über das Control-Panel –

wie in Abb. 4.5 Bedienelement **1** gezeigt – ausgewählt werden. Der nächste Scan ist dann um diese Startposition zentriert.

- B** Im Anschluss kann ausgewählt werden, ob man einen selbstfestzulegenden Winkelbereich „Sichtwinkel_1. Fit“ mit einstellbarer Schrittweite „Schrittweite_1. Fit“ – siehe Abb. 4.5 Bedienelement **1** und **2** – sowohl mit dem Polarisator als auch mit dem Analysator einmal abfahren möchte, um ein grobes Minimum zu bestimmen. Dabei wird zuerst der Polarisator um den eingestellten Winkelbereich verfahren und dann in das gefundene Minimum gestellt. Im Anschluss geschieht dies entsprechend für den Analysator.

Wird ein Sichtwinkel $> 90^\circ$ ausgewählt, werden die Messwerte durch eine \cos^2 -Funktion angefitet. Um das aus diesem Fit gefundene Minimum herum, werden zu jeder Seite die nächstliegenden acht Werte ausgewählt und mit einer Parabel angefitet. Die bei diesem Fit bestimmten Parameter werden auf dem Reiter „ \cos^{*2} -Fit“ (siehe Abb. 4.6) dargestellt und für die nachfolgenden „Parabel-Iterationen“ übergeben. Fährt man einen Sichtwinkel ab, der $\leq 90^\circ$ ist, werden die Messwerte direkt mit einer Parabel angefitet. In diesem Fall werden die Parameter auf dem Reiter „Parabelfit“ angezeigt (siehe Abb. 4.7) und ebenfalls für die nachfolgenden iterativen Parabelfits als Startparameter übergeben.

- C** Als letztes kann gewählt werden, ob man die Parabel-Iterationen durchlaufen möchte. Es wird ein erster Sichtwinkel – „Startsichtwinkel_Iteration“ in Abb. 4.5 Bedienelement **4** – eingestellt, der für Polarisator und Analysator gilt, und festgelegt, wieviele Messwerte pro Sichtwinkel (Abb. 4.5 Bedienelement **5**) abgefahren werden sollen. Daraus wird die Schrittweite berechnet. Außerdem muss angegeben werden, wie das Verhältnis von einem Sichtwinkel zu dem der nächsten Iteration sein soll (Abb. 4.5 Bedienelement **6**). Die Iterationen sollen abgebrochen werden, wenn die gefundenen Minima konvergiert sind. Konkret kann man über die Abbruchbedingung (Abb. 4.5 Bedienelement **7**) einstellen, ab welcher Differenz zwischen zwei Iterationen die Minima als konvergiert angesehen werden. Ein sinnvoller Wert ist z.B. $0,02^\circ$. Sobald die Abbruchbedingung für beide Drehtische – Polarisator und Analysator – erfüllt ist, wird noch eine Iteration absolviert und dann über die drei als konvergiert angesehenen Werte gemittelt. Die maximale Abweichung zwischen den drei Werten wird als Fehler für das gefundene Minimum weggeschrieben. Es kann jedoch zusätzlich eingestellt werden, nach welcher maximalen Anzahl von Iterationen (Abb. 4.5 Bedienelement **8**) die Messung auf jeden Fall angehalten werden soll. Die bei dieser Sequenz bestimmten Messwerte und Parameter für die Parabelfits werden auf dem Reiter „iterativer Parabelfit“ (siehe Abb. 4.8) dargestellt.

Es sei erwähnt, dass die Messwerte für die verschiedenen Parabelfits so verschoben werden, dass sie um Null zentriert liegen. Da der Fitalgorithmus Probleme hatte die Parabeln bei den sehr kleinen gemessenen Strömen – 10^{-12} – 10^{-8} A – anzufitten, wurden die gemessenen Ströme für den Fit auf den Bereich 10^{-3} – 10^1 nA hochskaliert.

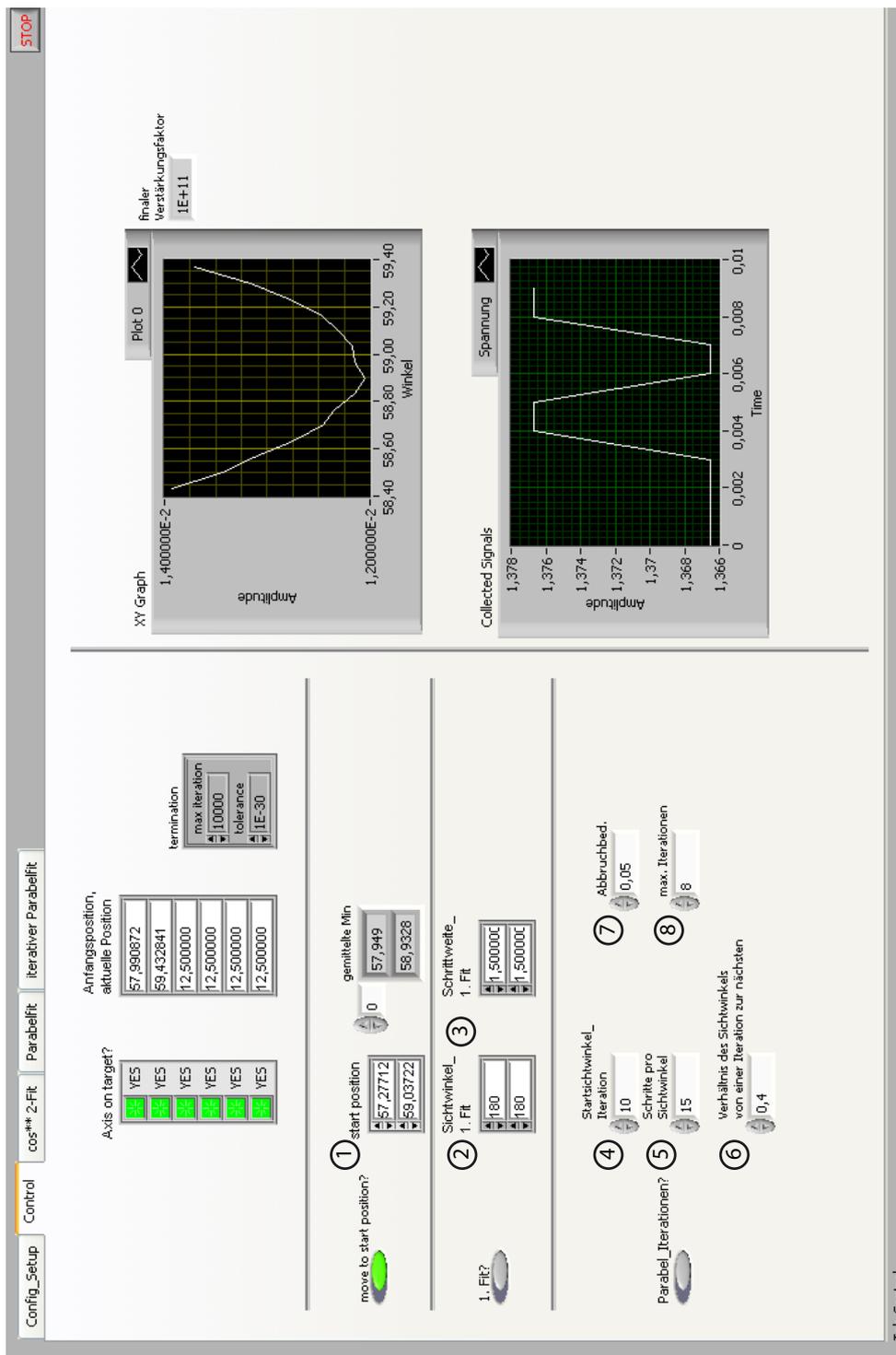


Abbildung 4.5: Darstellung des Reiters „control“ von Elli.vi. Die Bedienelemente auf der linken Seite sind im obenstehenden Text erläutert. Rechts sind der Signalgraph (oben) und die Messwerte des Stromverstärkers (unten), über die gemittelt wird, dargestellt.

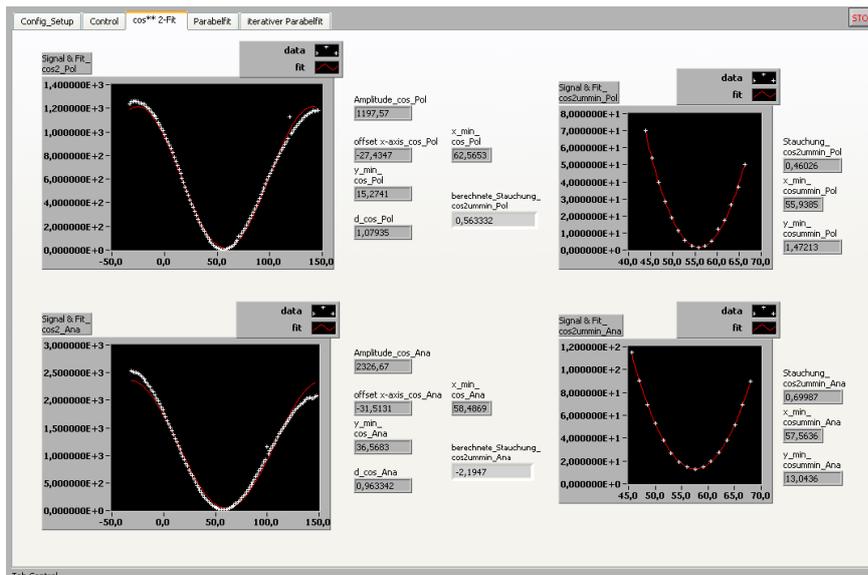


Abbildung 4.6: Darstellung des Reiters „cos²-Fit“ von Elli.vi. Die aufgenommenen Messwerte werden durch eine cos²-Funktion angefitet. Die dabei bestimmten Parameter werden jeweils rechts neben dem Signalgraph angezeigt. Um das Minimum herum werden die nächstliegenden 16 Messwerte ausgewählt und mit einer Parabelfunktion gefitet. Die hierfür benötigten Startparameter werden aus den Messwerten berechnet. Die für den Parabelfit bestimmten Fitparameter werden rechts neben dem Parabel-Signalgraph aufgeführt.

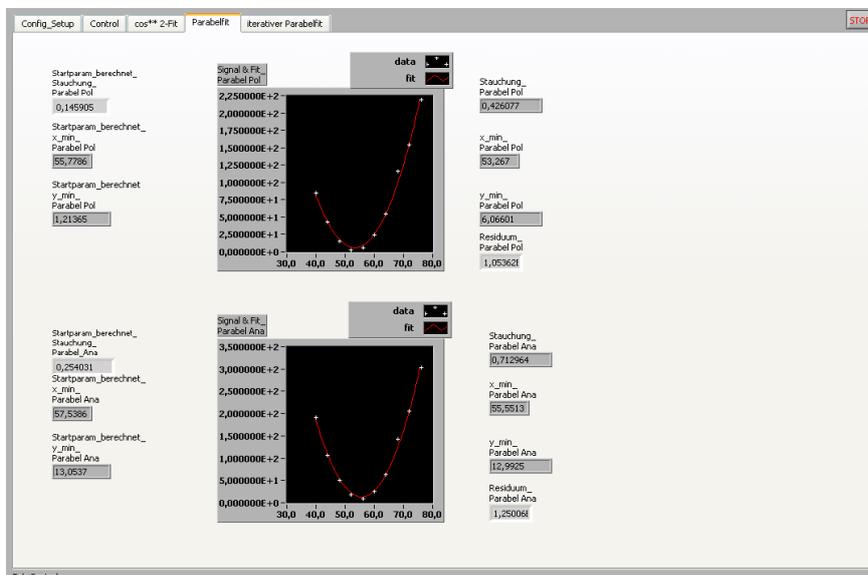


Abbildung 4.7: Darstellung des Reiters „Parabelfit“ von Elli.vi. Links neben den Signalgraphen werden die aus den Messwerten berechneten Startparameter angezeigt und rechts daneben die, bei dem Parabelfit bestimmten, Fitparameter. In dem Signalgraphen werden sowohl die Messwerte als auch der Fit angezeigt.

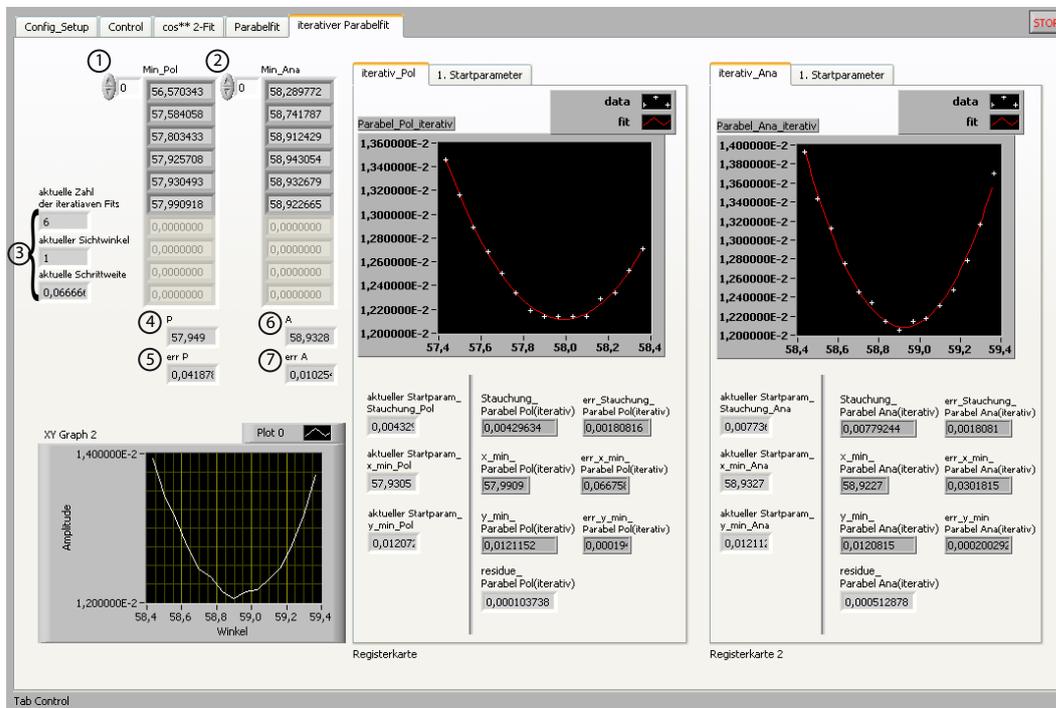


Abbildung 4.8: Darstellung des Reiters „iterativer Parabelfit“ von Elli.vi. Es sind zwei kleinere Registerkarten – einen für den Polarisator und einen für den Analysator – erstellt worden. Auf beiden ist jeweils die Messkurve mit dem dazugehörigen Fit geplottet und die Parameter angezeigt. Die Anzeigeelemente links der Trennlinie zeigen die aktuellen Startparameter für den Fit, die bei der 1. Iteration entweder aus dem vorhergehenden groben Fit übergeben wurden oder aus den Messwerten berechnet wurden und bei allen nachfolgenden Iterationen den gefundenen Parametern aus der letzten Iteration entsprechen.

Außerhalb der Registerkarten gibt es eine Anzeige für die iterativ gefundenen Minima – Anzeigeelement 1 und 2. Links daneben kann man sehen, die wievielte Iteration erreicht ist und welcher Sichtwinkel mit welcher Schrittweite abgefahren wird (siehe Abb. 4.8 Anzeigeelemente 3). Unterhalb der iterativ gefundenen Minima wird angezeigt, welche absoluten Minima aus der ganzen Messung bestimmt wurden (siehe Abb. 4.8 Anzeigeelemente 4 und 6) und welche maximale Abweichung es zwischen den, als konvergiert angesehenen, Minima gegeben hat (siehe Abb. 4.8 Anzeigeelemente 5 und 7). In dem Signalgraphen unten links werden online die genommenen Messwerte angezeigt.

5 Die Analyse der Ellipsometriedaten

Für die Analyse ist es essentiell zu wissen, auf welcher Stellung der Kompensator, $C = \pm\pi/4$, eingebaut ist. Dies kann zum einem an dem Bauteil selbst abgelesen werden – die schnelle Achse ist im Normalfall durch eine Einkerbung gekennzeichnet –, zum anderen sieht man es auch eindeutig an den mit zunehmender Schichtdicke bestimmten (P,A) -Paaren.

In Abb. 5.1 ist die Form und Position in Abhängigkeit der Kompensatorstellung dargestellt. Für $C = +\pi/4$ (blaue Kurve) wird die Kurve ausgehend von der Nullposition $(0,0)$ für ein unbelegtes Substrat mit zunehmender Schichtdicke im Uhrzeigersinn abgerastert. Man erkennt, dass die Polarisatorstellung bei dünnen Schichten zu- und die Analysatorstellung abnimmt. Für $C = -\pi/4$ (rote Kurve) wird die Kurve ebenfalls im Uhrzeigersinn abgefahren, jedoch ist die Kurve um den Punkt $(0,0)$ gespiegelt. Die Polarisatorstellung nimmt bei dünnen Schichten ab und die Analysatorstellung zu.

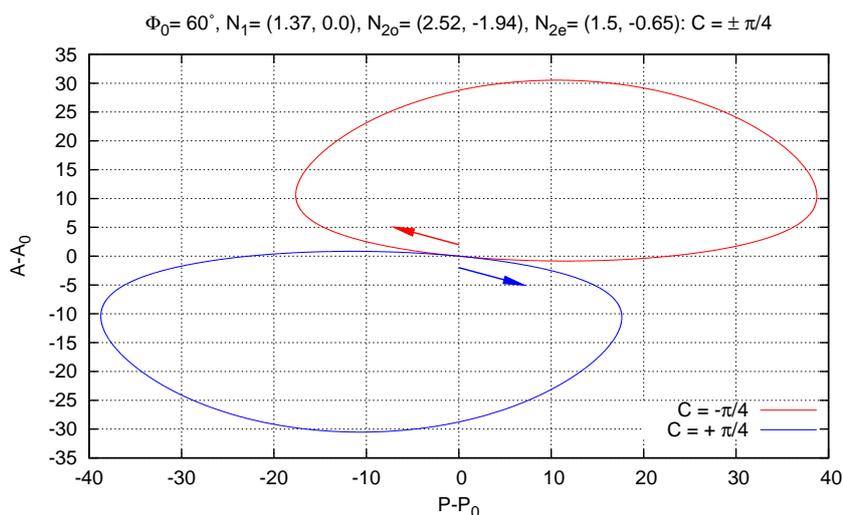


Abbildung 5.1: Eine Gegenüberstellung der Kompensatorstellung $C = \pm\pi/4$. Dargestellt ist die theoretische Kurve abhängig von der Kompensatorstellung. Die Kurven wurden mit den Theoriewerten des anisotropen Graphitsubstrats nach [Jel07] erstellt. Beide Kurven werden mit zunehmender Schichtdicke ausgehend von der Nullposition $(0,0)$ für ein unbelegtes Substrat im Uhrzeigersinn abgefahren. Die Kurve schließt sich, wenn eine Schichtdicke $d = \frac{\lambda}{2}(N_1^2 - N_0^2 \sin^2 \Phi_0)^{-1/2} = 2559,92 \text{ \AA}$ erreicht ist (siehe Gl. (3.32)). Die blaue Kurve zeigt die theoretische Kurve für $C = +\pi/4$. Man erkennt, dass die Polarisatorstellung bei dünnen Schichten ab- und die Analysatorstellung zunimmt. Die rote Kurve zeigt den Verlauf für $C = -\pi/4$. Sie ist im Vergleich zu der blauen um den Punkt $(0,0)$ gespiegelt. Die Polarisatorstellung nimmt bei dünnen Schichten zu und die Analysatorstellung ab.

5.1 Der Brechungsindex von festem Krypton

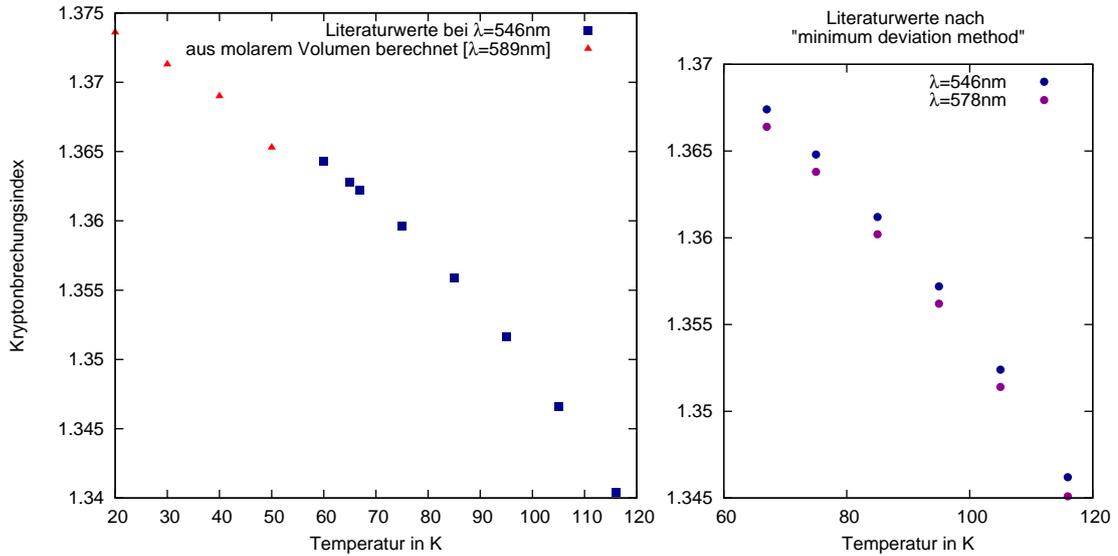


Abbildung 5.2: Dargestellt ist der Brechungsindex von festem Krypton in Abhängigkeit der Temperatur und für verschiedene Wellenlängen. Links: Die blauen Punkte zeigen die Literaturwerte nach [Sin80] für eine Wellenlänge von $\lambda = 546 \text{ nm}$ und die roten Punkte zeigen Brechungsindizes, die über die Clausius-Mosotti-Beziehung (siehe Gl. [5.1]) aus den molaren Volumina nach [Gug60] für eine Wellenlänge von 589 nm berechnet wurden. Rechts: Gezeigt sind Ergebnisse für zwei verschiedene Wellenlängen ($\lambda = 546 \text{ nm}$ bzw. 578 nm) aus [Sin69], die mit einer anderen Methode bestimmt wurden als die links gezeigten. Man erkennt, dass die Unterschiede im Brechungsindex für diese beiden Wellenlängen ungefähr $0,001$ betragen.

Ein wesentlicher Parameter, der in die Analyse einer Krypton-Referenzkurve eingeht, ist der Brechungsindex des adsorbierten Kryptions. Das Krypton kann als transparent betrachtet werden. Dies bedeutet, dass der Kryptonfilm keine Absorption zeigt und der Brechungsindex reell anzunehmen ist.

An der kondensierten Kryptonquelle in Münster erfolgt die Adsorption auf einem Substrat, das auf einer Temperatur von ungefähr 30 K gehalten wird. In der Literatur findet man Brechungsindizes für festes Krypton, die bis hinunter zu einer Temperatur von 60 K gemessen wurden [Sin69], [Sin80]. In Abb. 5.2 (links) sind die Messwerte aus [Sin80] für eine Wellenlänge von 546 nm dargestellt (blaue Punkte). Insgesamt liegen diese Messwerte niedriger als die älteren Werte aus [Sin69] (siehe Abb. 5.2 (rechts)). Die angegebenen Brechungsindizes von festem Krypton bei einer Wellenlänge von 546 nm können auch im Rahmen ihrer Unsicherheiten nicht als konsistent angesehen werden. Jedoch scheint nicht abschließend geklärt zu sein, wie es zu diesen Abweichungen kommt [Sin80].

Bei tieferen Temperaturen wurden Messungen zum molaren Volumen des festen Kryptions gemacht [Gug60]. Über die Clausius-Mosotti-Beziehung [Kit05]

$$\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} = \frac{4\pi}{3} \alpha \frac{N_A}{V_{mol}} \quad (5.1)$$

mit

n der Brechungsindex des festen Kryptons,
 α die Polarisierbarkeit des Kryptons,
 N_A die Avogadro-Zahl und
 V_{mol} das molare Volumen

kann hieraus der Brechungsindex des festen Kryptons bestimmt werden. Die Polarisierbarkeit ist jedoch wellenlängenabhängig. Für $\lambda = 589$ nm wird sie zu

$$\alpha = 2,46 \cdot 10^{-24} \text{ cm}^3 \quad (5.2)$$

angegeben [Kit05]. Die berechneten Werte für den Brechungsindex des Kryptons sind

Temperatur in K	molares Volumen in $\text{cm}^3\text{mol}^{-1}$	Brechungsindex
20	27,20	1,3736
30	27,35	1,3713
40	27,50	1,3690
50	27,75	1,3653

Tabelle 5.1: Der Brechungsindex von festem Krypton für $\lambda = 589$ nm (über das molare Volumen berechnet).

in Abb. 5.2 (links, rote Punkte) gezeigt. Man sieht einen kleinen Sprung in der Kurve. Dieser kann jedoch der Tatsache zugeordnet werden, dass die berechneten Werte für eine Wellenlänge von 589 nm gelten. Um diese Aussage zu stützen, sind in Abb. 5.2 (rechts) die Literaturwerte aus [Sin69] sowohl für eine Wellenlänge von $\lambda = 546$ nm als auch für $\lambda = 578$ nm gezeigt. Man erkennt, dass die Brechungsindizes für eine Wellenlänge von 546 nm konstant um ungefähr 0,001 höher liegen als die für eine Wellenlänge von 578 nm. Dies entspricht dem Sprung, den man in Abb. 5.2 (links) erkennt.

Im Folgenden wird für den Brechungsindex des kondensierten Kryptons ein Wert von

$$n_{Kr} = 1,373 \quad (5.3)$$

bei einer Wellenlänge von 546 nm angenommen.

5.2 Vergleich der Literaturwerte mit der gemessenen Krypton-Referenzkurve

Bislang war nicht geklärt, welche der widersprüchlichen Literaturwerte der Brechungsindizes des Graphitsubstrats unser 3-Schicht-System korrekt beschreiben. In Abb. 5.3 ist die im Rahmen dieser Arbeit gemessene Krypton-Referenzkurve zusammen mit den theoretischen Kurven, die ausgehend von den Literaturwerten nach [Gre69] (blaue Kurve) und [Jel07] (grüne Kurve) erstellt wurden, dargestellt. Zudem wird eine theoretische Kurve gezeigt, bei der man davon ausgeht, dass sich das anisotrope Graphitsubstrat durch ein isotropes Äquivalent mit den ordentlichen Brechungsindizes der anisotropen Darstellung beschreiben lässt (orangefarbene Kurve) [Vol89], [Ost09].

Im Folgenden wird als Qualitätsmerkmal für die Anpassung der theoretischen Kurve an die gemessene Kurve das reduzierte χ^2 angegeben. Dieses gibt die Summe der Abweichungen zwischen theoretischer und gemessener Kurve bezogen auf die Anzahl der

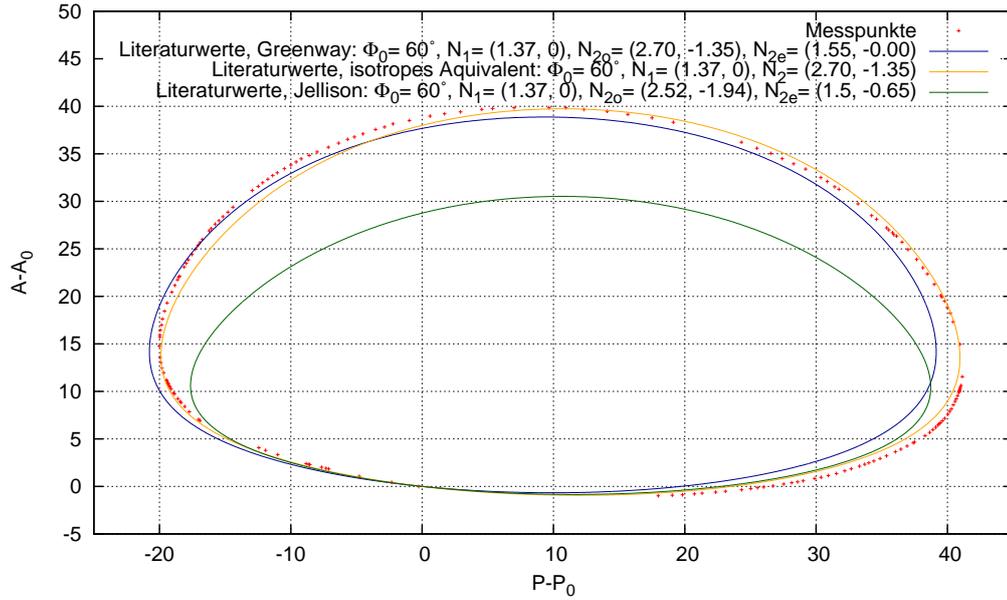


Abbildung 5.3: Dargestellt sind die theoretischen Kurven mit den Literaturparametern nach [Jel07] und [Gre69] und die gemessene Krypton-Referenzkurve. Die blaue Kurve ist mit den Literaturwerten nach [Gre69] erstellt worden. Sie beschreibt die Größe der (P,A) -Kurve in ΔA relativ gut, scheint jedoch in ΔP zu klein und leicht zu kleineren Werten von ΔP verschoben zu sein. Die orangefarbene Kurve zeigt die theoretische Kurve für den Fall, dass sich das anisotrope Substrat durch ein isotropes Äquivalent mit den ordentlichen Brechungsindizes der anisotropen Darstellung beschreiben lässt (Literaturwerte nach [Gre69]). Die grüne Kurve liegt vollständig innerhalb der gemessenen Krypton-Referenzkurve und zeigt die theoretische Kurve für die Literaturwerte nach [Jel07].

Messpunkte N und unter Berücksichtigung der einzelnen Messfehler σ_i eines Wertepaares (P, A) an:

$$\chi_r^2 = \frac{1}{N_{D.O.F.}} \sum_{i=1}^N \frac{(P_{exp} - P_{theo})^2 + (A_{exp} - A_{theo})^2}{\sigma_i^2} \quad (5.4)$$

mit

$$N_{D.O.F.} = N - \text{Anzahl der freien Fitparameter} \quad (5.5)$$

Die gemessenen Punkte (P_{exp}, A_{exp}) werden dabei jeweils dem nächstliegenden Punkt der theoretischen Kurve zugeordnet.

Für die vorgestellte, aktuelle Krypton-Referenzkurve wird ein, für alle bestimmten Messpunkte konstanter, Fehler von $0,05^\circ$ angenommen. Dies entspricht der Abbruchbedingung, die bei der Bestimmung der (P, A) -Wertepaare eingestellt gewesen ist, und ist somit nur eine obere Abschätzung. $N_{D.O.F.}$ beträgt für einen Fit, wo das Substrat durch ein isotropes Äquivalent beschrieben wird, 178 und unter Berücksichtigung der Anisotropie 175.

- **Theoretische Kurve mit Literaturwerten nach [Gre69], blau:**

Die blaue Kurve beschreibt die Größe der gemessenen Referenzkurve näherungs-

weise und besitzt ein χ_r^2 von 706,18. Man erkennt, dass die blaue, theoretische Kurve in ΔA um ungefähr $1,5^\circ$ zu klein ist, während ΔP_{min} ungefähr 1° und ΔP_{max} ungefähr $2,5^\circ$ zu klein sind. Man kann zwei Schnittpunkte zwischen der blauen Kurve und der Messkurve erkennen ($(\Delta P = 0, \Delta A = 0)$ und $(\Delta P \approx -17, \Delta A \approx 26)$).

- **Theoretische Kurve für eine isotrope Betrachtung des Graphitsubstrats mit den Literaturwerten des ordentlichen Brechungsindex nach [Gre69], orange:**

Die orangefarbene, theoretische Kurve beschreibt die Größe der Krypton-Referenzkurve sowohl in ΔP als auch in ΔA richtig. Sie hat ein χ^2-r von 160,94. Jedoch sind zwischen den beiden (P,A) -Kurven systematische Abweichungen von bis zu 2° erkennbar. Es gibt vier Schnittpunkte zwischen den beiden Kurven: ($(\Delta P = 0, \Delta A = 0)$, $(\Delta P \approx -20, \Delta A \approx 12,5)$, $(\Delta P \approx -11, \Delta A \approx 40)$ und $(\Delta P \approx -41, \Delta A \approx 15)$).

- **Theoretische Kurve mit den Literaturwerten nach [Jel07], grün:**

Die theoretische, grüne Kurve liegt vollständig innerhalb der gemessenen Referenzkurve und ist in ΔA ungefähr 9° zu klein. Das reduzierte χ_r^2 beträgt 11309,89. ΔP_{min} und ΔP_{max} liegen jeweils ungefähr $2,5^\circ$ zu weit in der gemessenen Kurve. Man erkennt nur zwei Schnittpunkte: ($(\Delta P = 0, \Delta A = 0)$ und $(\Delta P \approx -15, \Delta A \approx 5)$).

Nachfolgend soll untersucht werden, ob die Messkurve durch Variation eines oder mehrerer, der in die Berechnung der theoretischen Kurve eingehenden, Parameter besser beschrieben werden kann.

5.2.1 Variation einzelner Analyseparameter

Eine Variation der einzelnen Parameter, die unser 3-Schicht-System aus Graphit-Substrat, Kryptonfilm und Vakuum beschreiben, verändert die Kurvenform und -größe auf unterschiedliche Art und Weise.

In den Abb. 5.4 - 5.10 sind diese Veränderungen für die Fitparameter Φ_0 , n_1 , k_1 , n_{2o} , k_{2o} , n_{2e} , k_{2e} dargestellt. Die Einflüsse seien an dieser Stelle kurz beschrieben:

- **Variation des Einfallswinkels Φ_0 :**
Die Variation des Einfallswinkels hin zu größeren Winkeln bewirkt eine asymmetrische Vergrößerung der relativ zu den Startwerten bestimmten Kurve (siehe Abb. 5.4).
- **Variation des Brechungsindex n_1 des Films:**
Eine Variation von n_1 hin zu kleineren Werten verkleinert die Größe der (P,A) -Kurve und dreht diese wird leicht gegen den Uhrzeigersinn um den Nullpunkt (siehe Abb. 5.5).
- **Variation des Imaginärteils k_1 des Brechungsindex des Films:**
Eine Variation von k_1 öffnet die Kurve. Für negative k_1 wird sie nach außen geöffnet und für positive k_1 nach innen (siehe Abb. 5.5).

- Variation des Brechungsindex n_{2o} des Graphitsubstrats:**
 Verkleinert man den ordentlichen realen Brechungsindex n_{2o} des Substrats, so bleibt die Größe der Kurve in P und A erhalten. Die Kurve wird aber im Uhrzeigersinn um den Nullpunkt gedreht (siehe Abb. 5.7).
- Variation des Imaginärteils k_{2o} des Brechungsindex des Graphitsubstrats:**
 Verkleinert man $|k_{2o}|$, so wird die ganze (P,A) -Kurve größer. Zusätzlich wird die Kurve leicht um den Nullpunkt gedreht (siehe Abb. 5.8).
- Variation des Brechungsindex n_{2e} des Graphitsubstrats:**
 Eine Variation des außerordentlichen realen Brechungsindex n_{2e} hat nur minimale Auswirkungen auf die Form der Kurve (siehe Abb. 5.9). Jedoch kann man anhand der beiden theoretischen Kurven mit den Literaturparametern nach [Gre69] für die anisotrope Beschreibung bzw. die äquivalente, isotrope Beschreibung erkennen, dass eine Variation der außerordentlichen Brechungsindizes n_{2e} und k_{2e} signifikante Unterschiede erzeugt (siehe Abb. 5.3).
- Variation des Imaginärteils k_{2e} des Brechungsindex des Graphitsubstrats:**
 Auch bei der Variation von k_{2e} sind die Veränderungen sehr viel kleiner als bei der Variation des ordentlichen Indexes k_{2o} . Es ist allerdings eine Verdrehung der Kurve im Uhrzeigersinn um $(0,0)$ bei abnehmendem $|k_{2e}|$ zu beobachten (siehe Abb. 5.10).

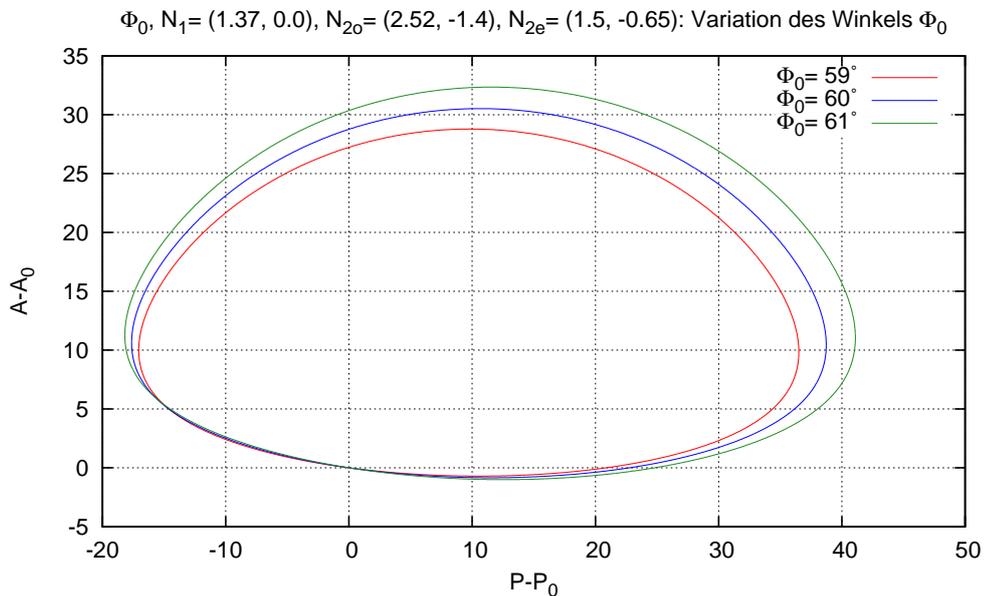


Abbildung 5.4: *Variation des Einfallswinkels Φ_0 . Eine Variation des Einfallswinkels von kleineren zu größeren Einfallswinkeln bewirkt eine asymmetrische Vergrößerung der Kurve.*

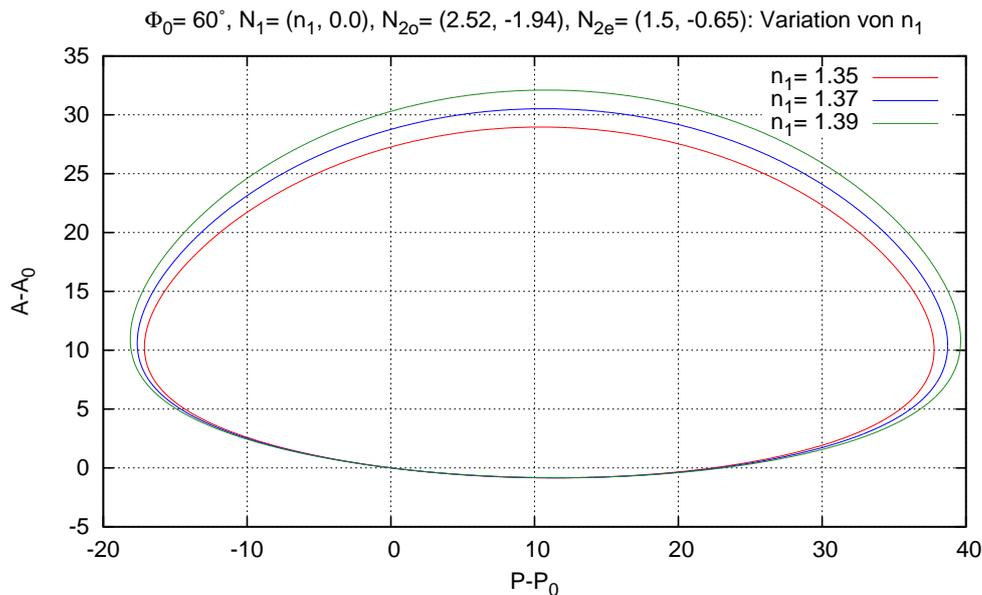


Abbildung 5.5: Variation des Brechungsindex n_1 des Films. Wird der reelle Brechungsindex n_1 zu kleineren Werten variiert, so verkleinern sich die Größe der (P,A) -Kurve.

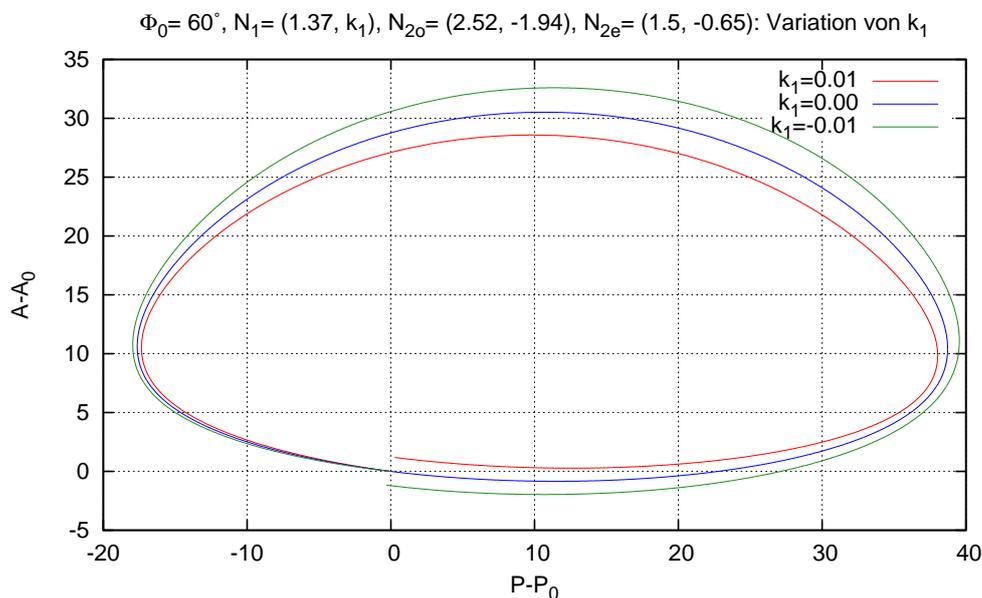


Abbildung 5.6: Variation des Imaginärteils k_1 des Brechungsindex des Films. Die Kurve ist geschlossen, wenn $k_1 = 0$. Für negative k_1 öffnet sich die Kurve nach außen und für positive k_1 nach innen.

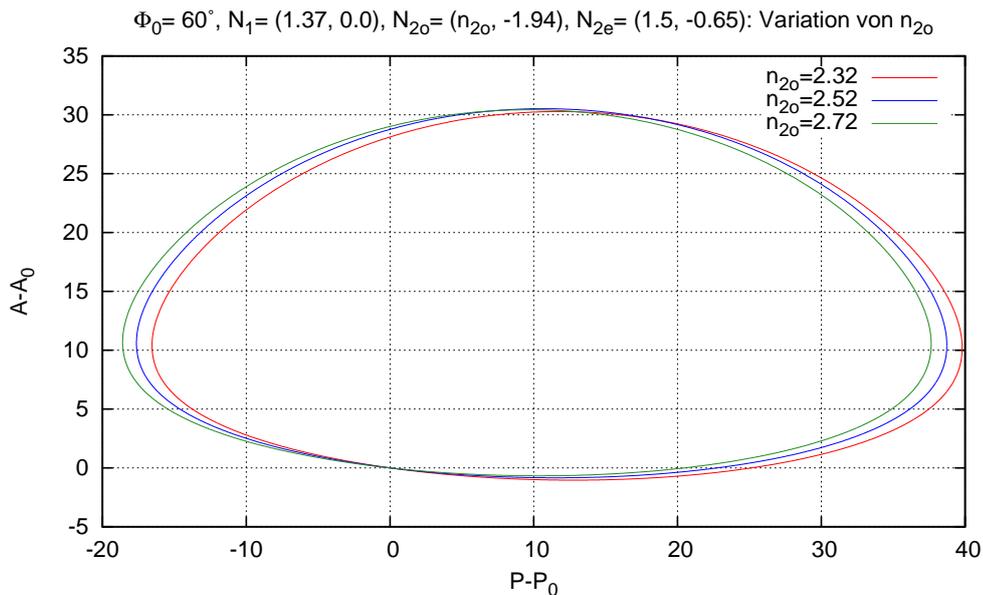


Abbildung 5.7: *Variation des Brechungsindex n_{2o} des Graphitsubstrats.* Variiert man den ordentlichen, reellen Brechungsindex des Substrats zu kleineren Werten, so bleibt zwar die Größe der (P,A) -Kurve erhalten, sie wird aber im Uhrzeigersinn um den Nullpunkt gedreht.

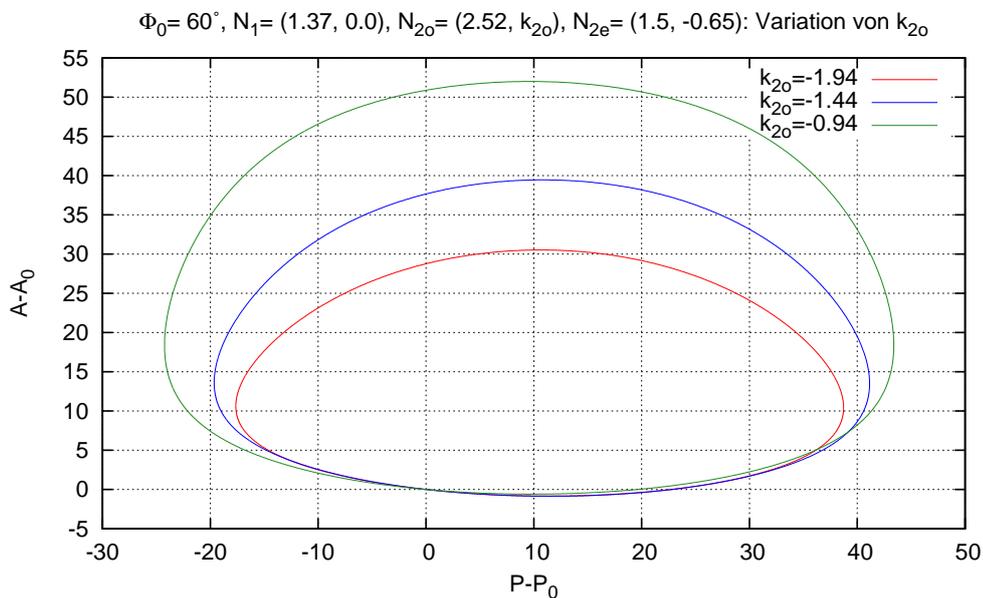


Abbildung 5.8: *Variation des Brechungsindex k_{2o} des Graphitsubstrats.* Wird der ordentliche Brechungsindex k_{2o} verkleinert, so wird die (P,A) -Kurve größer. Zusätzlich wird sie leicht in der (P,A) -Ebene gedreht.

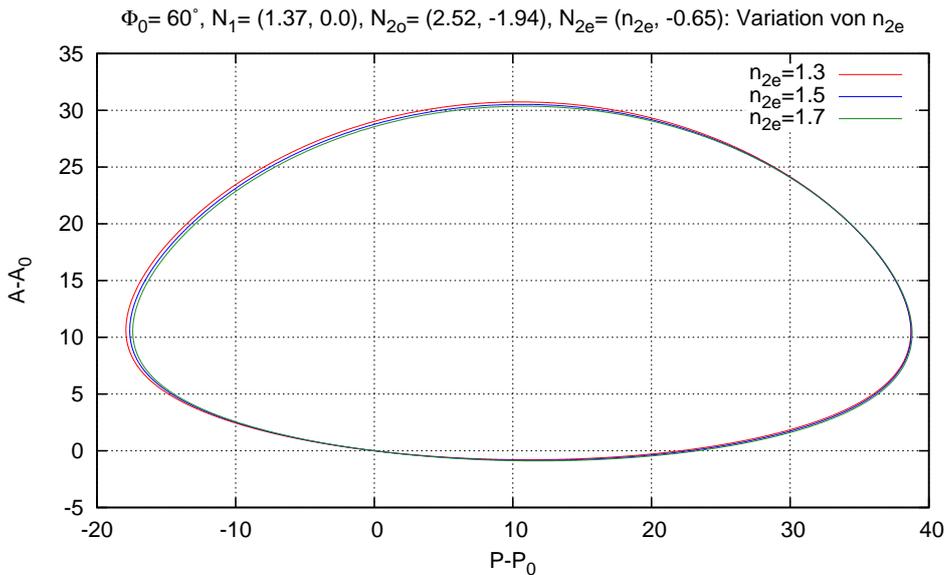


Abbildung 5.9: Variation des Brechungsindex n_{2e} des Graphitsubstrats. Man kann erkennen, dass die Kurven ziemlich gut übereinanderliegen. Eine Variation von n_{2e} hat also kaum Auswirkungen auf die Form der (P,A) -Kurve.

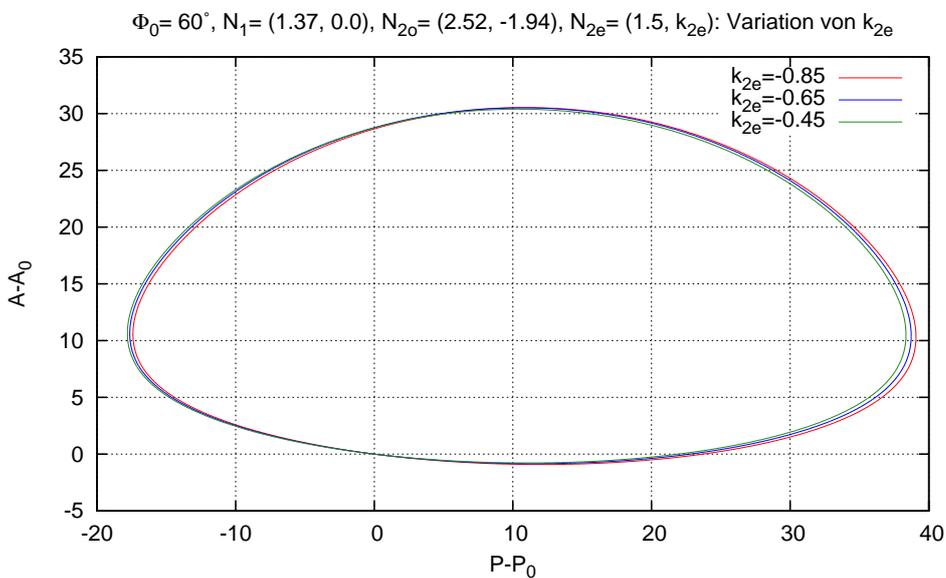


Abbildung 5.10: Variation des Brechungsindex k_{2e} des Graphitsubstrats. Man kann erkennen, dass die (P,A) -Kurve leicht im Uhrzeigersinn gedreht wird, wenn $|k_{2e}|$ zu kleineren Werten variiert wird. Auch in diesem Fall sind die Veränderungen kleiner als bei einer Variation des ordentlichen Brechungsindex.

5.3 Die Krypton-Referenzkurve

Ziel dieses Abschnittes wird es sein, eine Anpassung der Analyseparameter zu finden, so dass die theoretische Kurve die Messkurve gut beschreibt und eine Zuordnung von einem (P, A)-Paar zu einer Schichtdicke d möglich ist.

Als Beispiel sei die Krypton-Referenzkurve aus der Dissertation von B. Ostrick [Ost09] gezeigt (Abb. 5.11). Diese wurde im Gegensatz zu den heutigen Messungen mit einem roten He-Ne-Laser der Wellenlänge $\lambda = 632,8\text{ nm}$ aufgenommen. Für die angepasste theoretische Kurve ergaben sich bei einem nichtreduziertem χ^2 von 273 und 29 (P, A)-Paaren folgende Werte für die Analyseparameter [Ost09]:

$$\begin{aligned}
 \Phi_0 &= 60,12^\circ \pm 0,02^\circ \\
 n_1 &= 1,2707 \pm 0,0003 \\
 k_1 &= 0,0370 \pm 0,0004 \\
 n_2 &= 2,647 \pm 0,004 \\
 k_2 &= -0,938 \pm 0,003
 \end{aligned}
 \tag{5.6}$$

Die Referenzkurve wurde in der (A, P)-Darstellung gezeigt. Um diese im Folgenden mit unserer Referenzkurve vergleichen zu können, werden diese alten Ergebnisse in Abb. 5.12 (blaue Kurve) noch in einer gedrehten Form gezeigt.

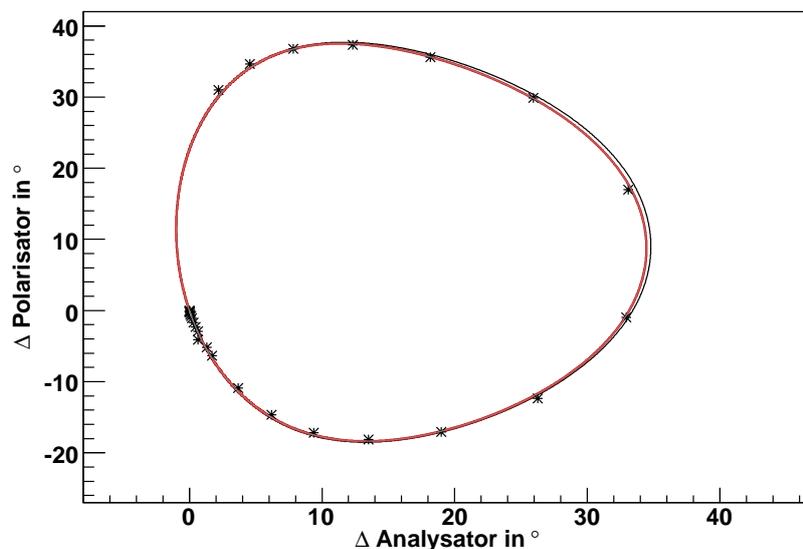


Abbildung 5.11: Dargestellt ist die Krypton-Referenzkurve aus 2006-09 [Ost09]. Die Kurve wurde im Gegensatz zu den heutigen Messungen mit einem roten He-Ne-Laser der Wellenlänge $\lambda = 632,8\text{ nm}$ aufgenommen. Es sind die relativen Polarisatorstellungen gegen die relativen Analysatorstellungen ausgehend von den Startwerten des sauberen Substrats aufgetragen. Die schwarze Kurve zeigt die Parameter vor der letzten Iteration des Fits und die rote zeigt die theoretische Kurve für die angepassten Fitparameter.

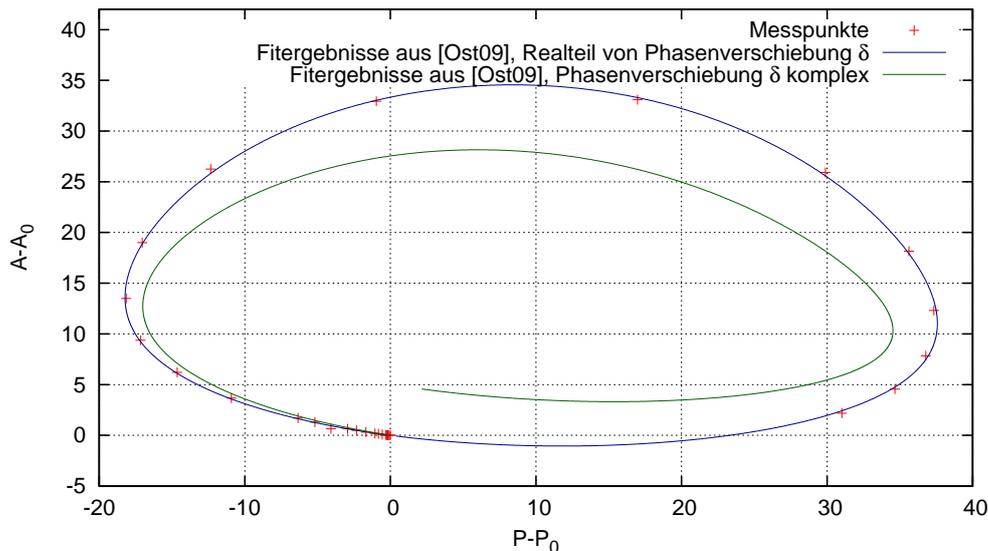


Abbildung 5.12: Vergleich der Ellipsometriprogramme: Dargestellt sind die theoretischen Kurven, die zum einen mit dem alten Ellipsometriprogramm aus [Ost09] (blau) und zum anderen mit dem neuen Programm dieser Arbeit (grün), jeweils für dieselben Fitparameter (siehe [Ost09]), erstellt wurden. Der auffallendste Unterschied zwischen den beiden Kurven ist, dass die blaue geschlossen ist und die gemessene Kurve gut beschreibt und die grüne Kurve nach innen geöffnet ist. Dies ist auf die Tatsache zurückzuführen, dass der Imaginärteil des Filmindexes ungleich Null ist (siehe hierzu auch Abb. 5.6). Die blaue Kurve ist geschlossen, da in dem alten Programm lediglich mit dem Realteil der Phase δ (siehe Gl. 3.32) gerechnet wurde. In dem, im Rahmen dieser Arbeit verwendeten, Programm wird jedoch auch der komplexe Anteil der Phase korrekt mitberechnet. Anschaulich bedeutet das, dass die eventuell im Film vorhandene Absorption berücksichtigt wird.

In Abb. 5.12 sind die theoretischen Kurven gezeigt, die zum einen mit dem alten Ellipsometriprogramm aus [Ost09] (blau) und zum anderen mit dem neuen Programm dieser Arbeit (grün), jeweils für dieselben Fitparameter (siehe [Ost09]), erstellt wurden. Der auffallendste Unterschied zwischen den beiden Kurven ist, dass die blaue geschlossen ist und die gemessene Kurve gut beschreibt und die grüne Kurve nach innen geöffnet ist. Dies ist auf die Tatsache zurückzuführen, dass der Imaginärteil des Filmindexes ungleich Null ist (siehe hierzu auch Abb. 5.6). Die blaue Kurve ist geschlossen, da in dem alten Programm lediglich mit dem Realteil der Phase δ (siehe Gl. 3.32) gerechnet wurde.

Das für die folgenden Fits verwendete Ellipsometriprogramm – `elli.cpp` – wurde im Laufe dieser Diplomarbeit in Zusammenarbeit mit T. Schäfer entwickelt. Es berechnet standardmäßig für das betrachtete Parameterset die (P, A) -Wertepaare der theoretischen Kurve in einem Abstand von 1 \AA , ordnet die Messpunkte jeweils dem nächstliegenden Punkt der theoretischen Kurve und damit einer Schichtdicke d zu und bildet dann die Summe der Abweichungen zwischen den Messpunkten und der theoretischen Kurve. Die Analyseparameter $\Phi_0, N_1, N_{2o}, N_{2e}$ bzw. Φ_0, N_1, N_2 werden mit einer für

jeden Parameter einzeln anzugebenden Variationsbreite und Schrittweite um den vorgegebenen Startwert variiert. Das Programm bestimmt das Parameterset als das beste, für das die Summe der quadratischen Abweichungen minimal ist.

5.3.1 Die Krypton-Referenzkurve aus 2006

Aufgrund der vorgestellten Unterschiede in dem Ellipsometrie-Fitprogramm wurde noch einmal eine Anpassung der theoretischen Kurve – sowohl für ein anisotropes Graphitsubstrat als auch für ein isotropes Äquivalent – an die alten Daten aus 2006 unternommen. Die angepassten Kurven sind in Abb. 5.13 und 5.14 gezeigt. In beiden Fällen sieht man systematische Abweichungen zwischen der theoretischen Kurve und den Messpunkten.

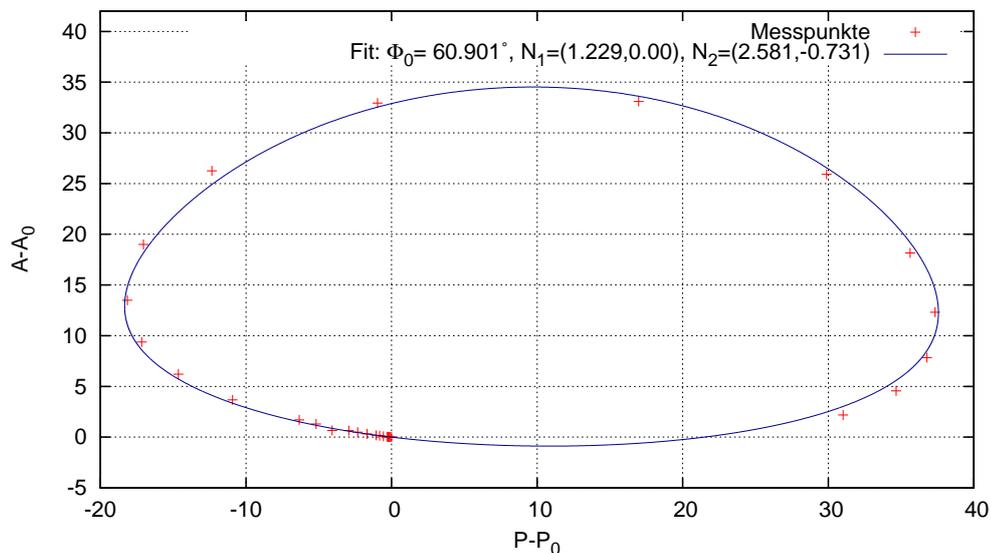


Abbildung 5.13: Dargestellt ist die *Krypton-Referenzkurve aus 2006-09 [Ost09]* zusammen mit einem neuen Fit (blaue Kurve) unter Annahme eines isotropen Graphitsubstrats. Es sind deutliche systematische Abweichungen zwischen der Theoriekurve und der gemessenen Kurve erkennbar.

Die Anpassung der theoretischen Kurve an die Messkurve ergab für die Beschreibung des HOPG-Substrats durch sein isotropes Äquivalent folgende angepasste Analyseparameter:

$$\begin{aligned}
 \Phi_0 &= (60,901^\circ \pm 0,001^\circ) \\
 N_1 &= (1,229 \pm 0,001; 0,00) \\
 N_2 &= (2,581 \pm 0,005; -0,731 \pm 0,001)
 \end{aligned}
 \tag{5.7}$$

mit einem minimierten χ_r^2 von 57,72.

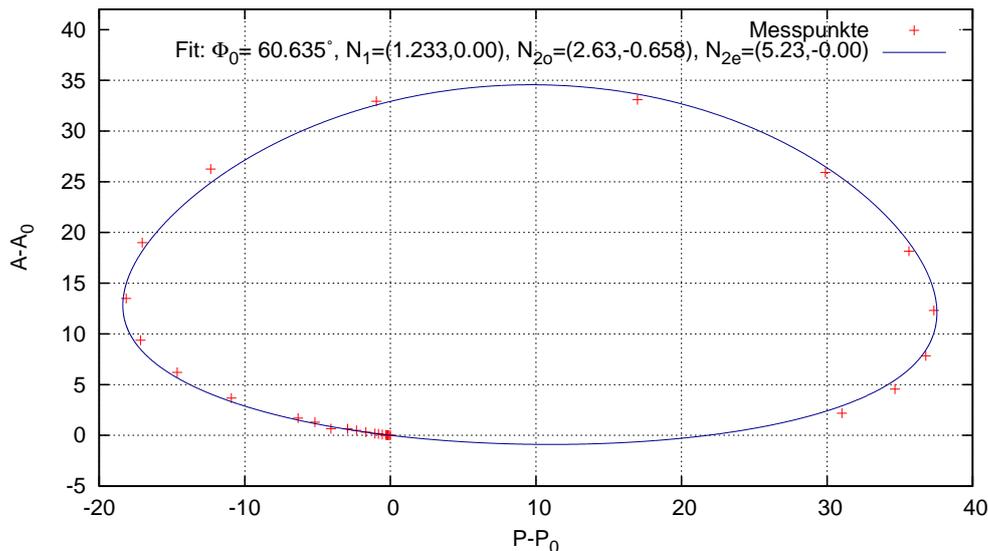


Abbildung 5.14: Dargestellt ist die *Krypton-Referenzkurve aus 2006-09* [Ost09] zusammen mit einem neuen Fit (blaue Kurve) unter Berücksichtigung der Anisotropie des Graphitsubstrats. Auch für diese Beschreibung sind deutliche systematische Abweichungen zwischen der Theoriekurve und der gemessenen Kurve erkennbar.

Beschreibt man das anisotrope Graphitsubstrat durch den ordentlichen Brechungsindex N_{2o} und den außerordentlichen Brechungsindex N_{2e} mit dem dazugehörigen modifizierten Reflexionskoeffizienten nach Gl. 4.17 für p-polarisiertes Licht, so ergibt sich für die angepassten Analyseparameter

$$\begin{aligned}
 \Phi_0 &= (60,635^\circ \pm 0,01^\circ) \\
 N_1 &= (1,233 \pm 0,002; 0,00) \\
 N_{2o} &= (2,630 \pm 0,01; -0,658 \pm 0,002) \\
 N_{2e} &= (5,23 \pm 0,02; -0,00 \pm 0,01)
 \end{aligned}
 \tag{5.8}$$

mit einem minimierten χ_r^2 von 57,29.

Für die anisotrope Beschreibung des Graphitsubstrats mit den Parametern aus (5.8) ist die Summe der Abweichungen zwischen der theoretischen Kurve und der Messkurve geringfügig kleiner als für die Anpassung an ein isotropes Substrat mit den Parametern (5.7). Dies lässt sich anhand der angegebenen Werte des χ_r^2 quantifizieren. Jedoch kann man für beide Fits gleichermaßen eine systematische Abweichung zwischen der gemessenen Kurve und den bestimmten theoretischen Kurven vermuten. Die Abweichungen seien hier für den Datenpunkt ($\Delta P = -12,34^\circ$; $\Delta A = 26,26^\circ$) angegeben:

$$\begin{array}{ll}
 \text{anisotroper Fit} & dP = -0,87^\circ; \quad dA = 0,92^\circ \\
 \text{isotroper Fit} & dP = -0,66^\circ; \quad dA = 0,69^\circ
 \end{array}$$

Die Messunsicherheit für einen Ellipsometriewinkel P bzw. A betrug für die Messung aus 2006 [Ost09] $0,04^\circ$. Die Abweichungen lassen sich also nicht durch die Messunsicherheit der Wertepaare erklären. Weiterhin wurde getestet, ob die Abweichungen durch die Variation der Analyseparameter über einen sehr großen Bereich aufgehoben werden können. Dies ist nicht der Fall.

Bei der Analyse der sehr viel feinschrittigeren, aktuellen Kryptonreferenzellipse wird untersucht werden, ob man die hier beobachteten Abweichungen bestätigen und erklären kann (siehe Abschnitt 5.3.2).

5.3.2 Die aktuelle Krypton-Referenzkurve

Betrachtet man die theoretische Kurve (orange) – erzeugt mit den Literaturparametern eines isotropen Graphitsubstrats – in Abb. 5.3, so kann man die gleichen Abweichungen von der gemessenen Kure sehen wie bei den neuen Fits an die Daten aus 2006 (siehe Abb. 5.13 und 5.14). Für den Datenpunkt ($\Delta P = -16,23^\circ$; $\Delta A = 26,89^\circ$) ergeben sich folgende Differenzen zu dem nächstliegenden Punkt auf der theoretischen Kurve:

$$dP = -0,63^\circ; \quad dA = 0,50^\circ$$

Da die neue Referenzkurve aufgrund des mittlerweile vollautomatisierten Gaseinlasses [Sch10] in Kombination mit dem LabVIEW-basierten Ellipsometriprogramm zur (P,A) -Bestimmung (siehe Abschnitt 4.3) sehr viel feinschrittiger gemessen werden konnte, sieht man, dass es einen systematischen Fehler in der Analyse geben muss. Andererseits kann man auch vermuten, dass eventuell einer oder mehrere der Analyseparameter stark von den Literaturwerten abweichen. Schon an den großen Unterschieden in den Literaturwerten (siehe Tab. 4.1) ist erkennbar, dass die Bestimmung der Brechungsindizes von HOPG schwierig ist. Desweiteren sieht man in Abb. 5.3, dass lediglich die (P,A) -Kurve der Literaturparameter nach [Gre69] für eine isotrope Beschreibung des HOPG in Größe und Position mit der gemessenen Kurve übereinstimmt. Aus diesem Grund wurden die Analyseparameter bei den durchgeführten Fits über einen sehr großen Bereich variiert. In Abb. 5.15 ist die gemessene Kurve zusammen mit zwei angepassten theoretischen Kurven gezeigt, die aber jeweils die äquivalente, isotrope Beschreibung des HOPG verwenden. Bei der blauen Kurve wurden die Parameter so angepasst, dass die Summe der Differenzen zwischen allen Messpunkten und der theoretischen Kurve minimal wird. Hierfür ergaben sich folgende Werte:

$$\begin{aligned} \Phi_0 &= (59,32^\circ \pm 0,01^\circ) \\ N_1 &= (1,429 \pm 0,001; 0,00) \\ N_2 &= (2,691 \pm 0,005; -1,582 \pm 0,001) \end{aligned} \tag{5.9}$$

mit einem minimierten χ_r^2 von 115,47.

Man sieht, dass sich diese angepasste Theoriekurve in einer Art gedreht und die Form verändert hat, dass die Summe der Abweichungen zwar minimal ist, aber der Anfang der Kurve sehr schlecht beschrieben wird. Dies ist der Tatsache anzulasten, dass die Messpunkte nicht gleichmäßig über die (P,A) -Kurve verteilt sind und somit Bereiche, in denen die Messpunkte sehr dicht liegen, stärker gewichtet werden. Man sieht vor allem eine Ausdünnung der Messwerte für dünne Schichtdicken d.h. in dem Bereich von

($\Delta P = 0^\circ; \Delta A = 0^\circ$) bis ungefähr ($\Delta P = -17^\circ; \Delta A = 7^\circ$). Außerdem wurde die Messung abgebrochen, bevor die Kurve sich geschlossen hat. Dies hat zur Folge, dass auch der Bereich für sehr große Filmdicken (($\Delta P = 18^\circ; \Delta A = -1^\circ$) - ($\Delta P = 0^\circ; \Delta A = 0^\circ$)) nicht in die Anpassung einfließt.

Da bei der nachfolgenden Restgasanalyse nur der Anfang einer (P, A)-Kurve aufgenommen wurde, ist es wichtig, dass dieser Bereich durch die bestimmten Parameter gut beschrieben wird. Aus diesem Grund wurde zusätzlich noch der Anfang der Kurve bis ($\Delta P = -18,53^\circ; \Delta A = 22,02^\circ$) gefittet. Dieser Punkt entspricht ungefähr einer Schichtdicke von 780 Å. Die Parameter dieser Anpassung wurden zu

$$\begin{aligned}\Phi_0 &= (60,097^\circ \pm 0,001^\circ) \\ N_1 &= (1,399 \pm 0,001; 0,00) \\ N_2 &= (2,606 \pm 0,001; -1,471 \pm 0,001)\end{aligned}\tag{5.10}$$

bestimmt und die angepasste Kurve besitzt – bezogen auf den Bereich, der in den Fit eingeflossen ist – ein χ_r^2 von 0,83.

Diese Kurve ist ebenfalls in Abb. 5.15 gezeigt (grüne Kurve) und der Anfangsbereich der Kurve wird in Abb. 5.16 noch einmal vergrößert dargestellt. Man erkennt, dass der Anfang der (P, A)-Kurve gut beschrieben wird, die Kurve aber für große Schichtdicken stark von der gemessenen Referenzkurve abweicht.

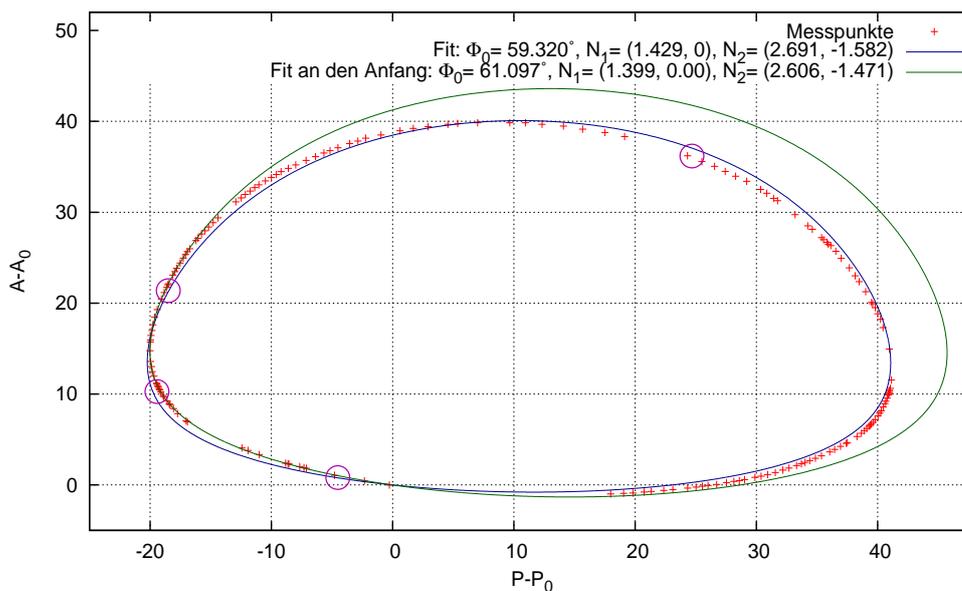


Abbildung 5.15: Dargestellt sind zwei Fits an die aufgenommene Krypton-Referenzkurve, für den Fall, dass man das anisotrope Graphitsubstrat durch ein isotropes Äquivalent beschreibt. Zum einen wurde die theoretische Kurve an alle aufgenommenen Messpunkte angepasst, das Ergebnis zeigt die blaue Kurve. Zum anderen wurde die theoretische Kurve nur an den Anfangsbereich der gemessenen Kurve bis ($\Delta P = -18,53^\circ; \Delta A = 22,02^\circ$) angepasst. Man erkennt für große Schichtdicken starke Abweichungen, der Anfang der Kurve kann jedoch sehr gut beschrieben werden.

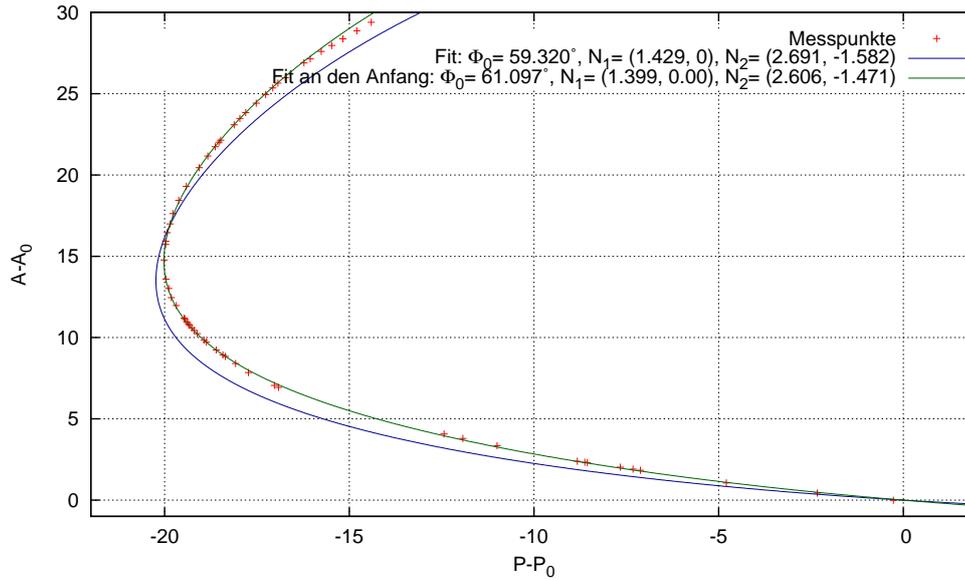


Abbildung 5.16: Dargestellt ist ein Ausschnitt der Fits an die aufgenommene Krypton-Referenzkurve, für den Fall, dass man das anisotrope Graphitsubstrat durch ein isotropes Äquivalent beschreibt. Der Ausschnitt zeigt den Verlauf der (P,A) -Kurve für Schichtdicken bis ungefähr 800 Å. Der Fit an den Anfang der aufgenommenen (P,A) -Kurve (grün) beschreibt diesen gut, während der Fit, der für die ganze aufgenommene Kurve bestimmt wurde (blau), in diesem Bereich große Differenzen aufweist.

Um ein Gefühl für die Sensitivität der Messmethode zu vermitteln, wird für drei bzw. vier charakteristische Messpunkte die Differenz in ΔP oder ΔA in eine Unsicherheit der Schichtdicke d umgerechnet. Dabei wird jeweils die Differenz des Linearpolarisators (P oder A) betrachtet, der auf dem jeweiligen Teil der Kurve am stärksten sensitiv auf eine Schichtdickenänderung ist (in Tabelle 5.2 dick unterlegt). Für den Fit an den Anfang der Kurve wurde die theoretische Kurve mit 0,1 Å-Schritten erstellt, da sonst aufgrund der geringen Differenzen (dP, dA) keine Bestimmung der Unsicherheit der Schichtdicke u_d möglich gewesen wäre.

(P,A)	Fit an die ganze Kurve		Fit an den Anfang der Kurve	
	(dP,dA)	$d \pm u_d$	(dP,dA)	$d \pm u_d$
$(-4,79^\circ; 1,06^\circ)$	$(-0,04^\circ; 0,22^\circ)$	$97 \pm 1 \text{ \AA}$	$(-0,02^\circ; 0,03^\circ)$	$92,1 \pm 0,2 \text{ \AA}$
$(-19,12^\circ; 10,24^\circ)$	$(-0,60^\circ; $ $0,18^\circ$ $)$	$556 \pm 12 \text{ \AA}$	$(0,01^\circ; 0,00^\circ)$	$529,0 \pm 0,7 \text{ \AA}$
$(-18,53^\circ; 22,02^\circ)$	$(-0,30^\circ; $ $0,11^\circ$ $)$	$778 \pm 2 \text{ \AA}$	$(0,01^\circ; 0,00^\circ)$	$781,1 \pm 0,4 \text{ \AA}$
$(24,32^\circ; 36,22^\circ)$	$(-0,39^\circ; 0,82^\circ)$	$1098 \pm 2 \text{ \AA}$	$(-; -)$	–

Tabelle 5.2: Eine Übersicht der Differenzen zwischen Messpunkt und theoretischer Kurve mit einer Rückrechnung auf die Schichtdickenunsicherheit.

Die größten Unsicherheiten findet man für den Fit an die ganze aufgenommene (P,A) -

Kurve und dies vor allem im Anfangsbereich für dünne Schichten bis ungefähr 600 \AA . Wie man in Tabelle 5.2 erkennen kann, beträgt die so ermittelte Unsicherheit in diesem Bereich ungefähr 12 \AA . Dies entspricht näherungsweise vier Monolagen Krypton. Weiterhin soll angemerkt werden, dass gerade in diesem Bereich $d \approx 500 \text{ \AA}$ die Unterschiede in den, anhand der zwei Fits zugeordneten Schichtdicken, größer sind als die vorhergehend ermittelte Unsicherheit und ungefähr 27 \AA betragen. Auch wenn die absoluten Differenzen in (P,A) für Schichtdicken von ungefähr 1100 \AA von der gleichen Größenordnung sind, ist dort die Unsicherheit der zugeordneten Schichtdicke geringer. In diesem Bereich der Kurve bedeutet ein Schichtdickenwachstum von 1 \AA eine wesentlich größere Änderung in (P,A) . Der Fit an den Anfang der Kurve zeigt, dass potenziell eine Auflösung im Submonolagenbereich möglich ist. Man muss an dieser Stelle allerdings einschränkend erwähnen, dass die systematischen Abweichungen noch nicht verstanden sind und eine endgültige Aussage noch nicht möglich ist.

Da sowohl n_1 als auch k_2 stark die Größe der (P,A) -Kurve beeinflussen (siehe Abb. 5.5 und 5.8) und man bei den in 5.9 angegebenen Fitergebnissen eine entgegengesetzte Differenz zwischen Fitergebnis und Literaturwert erkennt, wurde untersucht, inwiefern eine Variation von jeweils zwei Parametern, das χ_r^2 verändert.

Bei den Scans in Abb. 5.17 wurden die Parameter, die nicht variiert werden, jeweils

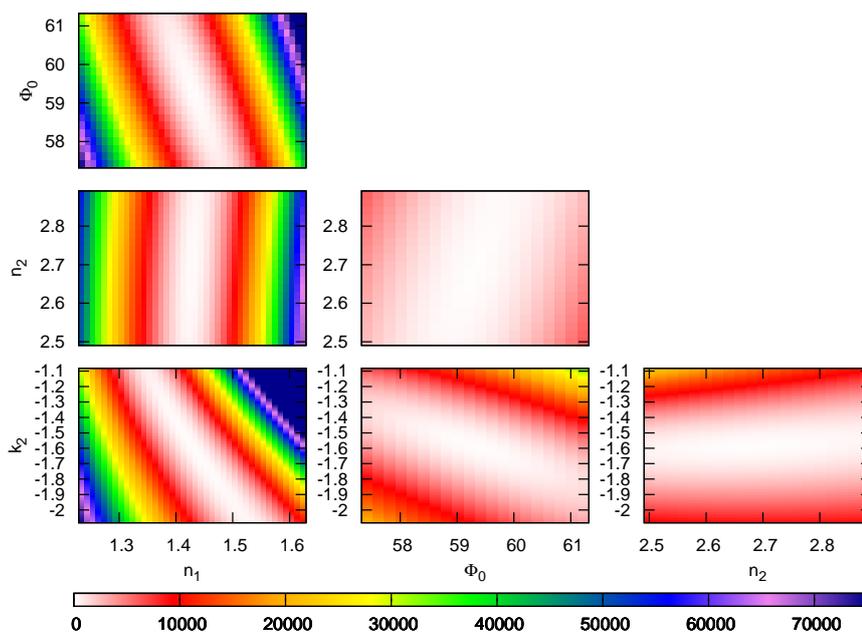


Abbildung 5.17: χ_r^2 als Funktion von je zwei variierten Parametern, wobei die festgehaltenen Parameter jeweils auf dem Wert des Fits der äquivalenten, isotropen Beschreibung des Graphitsubstrats gehalten wurden.

auf dem Wert, der bei dem Fits an die ganze Kurve bestimmt wurde, belassen (siehe (5.9)). Es sind alle möglichen Parametervariationen mit dem dazugehörigen χ_r^2 (farbkodiert) dargestellt. Erkennbar ist in Abbildung 5.17, dass es bei den 2D-Scans, bei denen n_1 variiert wird, die stärksten Veränderungen im χ_r^2 gibt. Man sieht bei allen drei

Kombinationen $(n_1 - \Phi_0, n_1 - n_2, n_1 - k_2)$ ein Band des minimalen χ_r^2 . Gäbe es diese Minimierung für je einen festen Parameterwert, während der zweite Parameter variiert wird, so wären die Parameter unkorreliert, z.B. ist n_1 nicht korreliert zu n_2 . Ist der Wert von n_1 , für den das χ_r^2 minimal wird, jedoch abhängig von dem Wert des betrachteten zweiten Parameters, so sind die Parameter korreliert. Dies ist z.B. für Φ_0 und n_1 der Fall.

Lösungsansätze

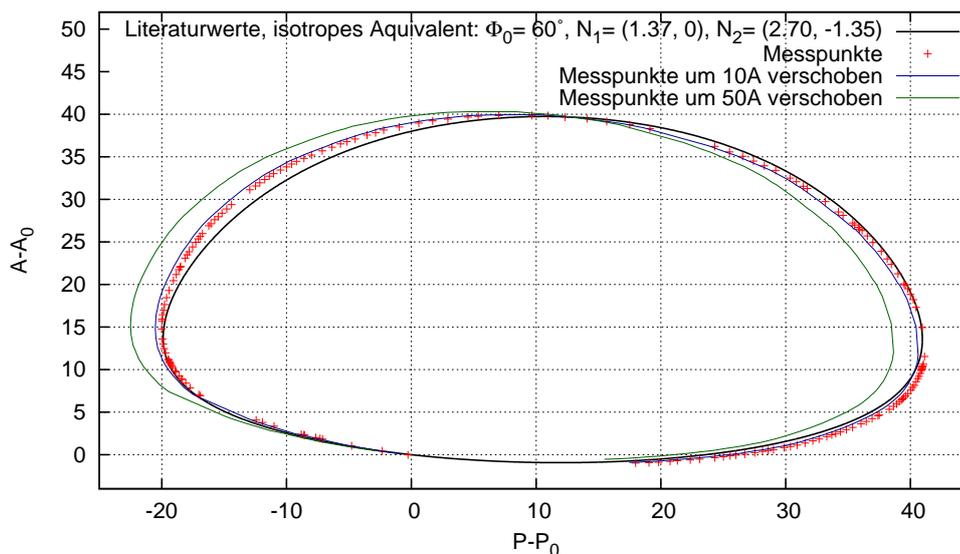


Abbildung 5.18: Test einer Verschmutzung des Substrats. Dargestellt sind die gemessenen Kryptonkurven, für den Fall, dass man den Startpunkt um 0 \AA , 10 \AA oder 50 \AA auf der theoretischen Kurve für die äquivalente, isotrope Beschreibung des Graphitsubstrats verschiebt und das anisotrope Graphitsubstrat durch ein isotropes Äquivalent beschreibt.

In dem vorhergehenden Abschnitt hat man gesehen, dass es offensichtlich einen systematischen Fehler bei der Berechnung der theoretischen Kurve geben muss. Bei der Suche nach der Ursache dieser systematischen Abweichungen wurde zunächst versucht, ob eine Variation der Analyseparameter d.h. eine Variation der Brechungsindizes und des Einfallswinkels Φ_0 auf das Substrat, welcher von der Justage abhängt, die Abweichungen erklären kann. In Abbildung 5.15 ist zu sehen, dass dies nicht möglich war.

Weiterhin ist es möglich, dass die Abweichungen auf die Tatsache zurückzuführen sind, dass das stabile Krypton auf einem, schon mit einigen Monolagen Restgas, belegten Substrat aufgefroren wird. Bei den aktuellen Messungen stand nur die Substratheizung zur Verfügung, um das Graphitsubstrat zu reinigen. Dies ist ein TVO-Widerstandsheizter, der in den Edelstahlteil des Substrathalters eingeklebt ist. In der Arbeit von B. Ostrick [Ost09] wurde gezeigt, dass die Substratreinigung mit dieser Methode schlechtere Ergebnisse liefert als die Reinigung mit dem Ablationslaser. Sie ist allerdings sehr viel einfacher handhabbar. Es wurde versucht, diesen eventuell vorhandenen Restgas-Unterfilm

durch eine Verschiebung der Startwerte (P_0, A_0) zu berücksichtigen. In Abb. 5.18 ist eine Verschiebung der gemessenen Kurve um 10 \AA bzw. 50 \AA auf der theoretischen Kurve der äquivalenten, isotropen Beschreibung aufgetragen. Man sieht, dass die verschobenen Kurven noch schlechter beschrieben werden als die ursprünglich aufgenommene.

Die Annahme, dass eine Verschmutzung durch eine einfache Verschiebung der Kurven realisiert werden kann, ist stark vereinfachend. Das kondensierte Restgas besitzt eine andere Struktur und andere Brechungsindizes als der kondensierte Kryptonfilm. Das System müsste durch ein 4-Schichtsystem beschrieben werden. Hierauf wird im Ausblick kurz eingegangen (siehe Abschnitt 7).

Desweiteren könnten die Abweichungen zwischen theoretischer und gemessener Kurve auf eine Veränderung der Filmstruktur mit zunehmender Schichtdicke zurückzuführen sein. Es ist bekannt, dass Krypton, welches auf einem HOPG-Substrat adsorbiert wird, zunächst einen benetzenden Film bildet und dann bei ungefähr 16 Monolagen eine „bulk“-Kondensation in einer kristallinen fcc Struktur einsetzt [Vol89]. Dies kann ebenfalls zur Folge haben, dass bei der Analyse ein 4-Schichtsystem berücksichtigt werden muss.

Ein Versuch, die Veränderung der Filmstruktur durch eine lineare Modellierung des Filmbrechungsindex zu beschreiben, brachte keine wahrnehmbare Verbesserung. Es sei darauf hingewiesen, dass 16 Monolagen etwa einer Veränderung in der gemessenen Polarisatorstellung von $\Delta P = 2,5^\circ$ entsprechen. Die Kurvenanalyse unter Berücksichtigung einer veränderten Filmstruktur und der damit verbundenen Anpassung des Analyse-Modells, kann nicht mehr im Rahmen dieser Diplomarbeit behandelt werden.

Eine weitere Erklärungsmöglichkeit für die Abweichungen zwischen der theoretischen Kurve und der gemessenen, wäre eine nicht zu vernachlässigende Rauigkeit des Films und eventuell auch schon des Graphitsubstrats. Bei der Analyse in der momentanen Form geht man davon aus, dass die Grenzflächen des 3-Schichtsystems eben und parallel zueinander sind (siehe Kap. 3.3.1).

5.4 Restgas-Analyse

Bevor die Krypton-Referenzkurve gemessen wurde, wurden zwei Messreihen – vor und nach Ausheizen der Apparatur – zur Restgaskondensation auf dem $\approx 30 \text{ K}$ kalten Substrat aufgenommen. Dies geschah zum einen, um die Funktionsweise des neu geschriebenen Ellipsometriprogramms zu überprüfen und zum anderen, um die Restgaskondensation selbst zu untersuchen.

Gemessen wurde die (P, A) -Stellung, die zur Auslöschung des reflektierten Lichtes führt, in Abhängigkeit der Zeit, die ab der ersten Messung vergangen war. Diese (P, A) -Paare können, wenn alle Analyseparameter, d.h. der Einfallswinkel auf das Substrat Φ_0 , der Brechungsindex des aufgefrorenen Films N_1 , der ordentliche N_{2o} und der außerordentliche N_{2e} Brechungsindex des Graphitsubstrats, bekannt sind, in eine Schichtdicke umgerechnet werden. Hieraus kann eine Wachstumsgeschwindigkeit der Kondensatschicht und darüber der Partialdruck des betrachteten Kondensats bestimmt werden.

Die Wachstumsgeschwindigkeit der Kondensatschicht W_K ist gegeben als [Wut06]

$$W_K = \frac{dx}{dt} = 4,38 \cdot 10^{-4} \text{ cm/s} \frac{p(\text{Pa})}{\rho(\text{gcm}^{-3})} \sqrt{\frac{M_r}{T(\text{K})}} \quad (5.11)$$

mit

- p der Partialdruck,
- ρ die Dichte,
- M_r die molare Masse des Kondensats und
- T die Gastemperatur.

Hierbei wurde angenommen, dass die Haftwahrscheinlichkeit $\sigma_k = 1$ ist.

Bei beiden im Anschluss vorgestellten Messungen wird für die Brechungsindizes des Graphitsubstrats, welches durch ein isotropes Äquivalent beschrieben wird, das Ergebnis des Fits aus Abschnitt 5.3.2 benutzt.

$$N_2 = (2.691; -1.582) \quad (5.12)$$

Da die optische Schiene jedoch zwischen den Restgas-Messungen und der aufgenommenen Krypton-Referenzkurve leicht nachjustiert wurde, wird bei dem Fit an die Restgasdaten neben dem Brechungsindex N_1 des Films, auch der Einfallswinkel variiert.

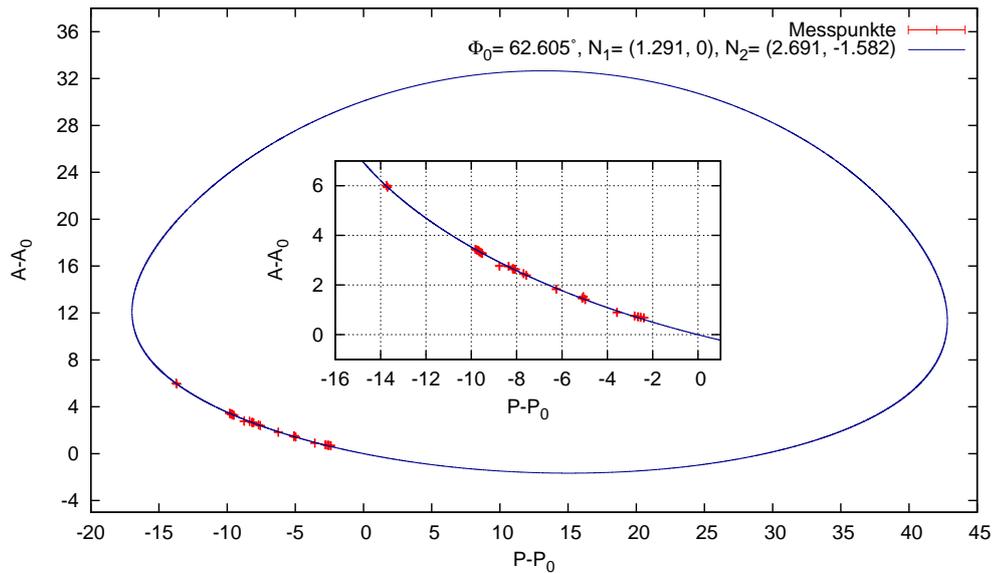


Abbildung 5.19: Restgaskurve vor dem Ausheizen der Apparatur.

Für die, vor dem Ausheizen aufgenommene, Kurve (siehe Abb. 5.19) ergeben sich folgende Fitparameter:

$$\begin{aligned} \Phi_0 &= (62,605^\circ \pm 0,001^\circ) \\ N_1 &= (1,2910 \pm 0,001; 0,00) \\ N_2 &= (2,691; -1,582) \end{aligned} \quad (5.13)$$

Die angepasste Kurve besitzt ein minimiertes χ_r^2 von 0,80. Der aus dem Fit bestimmte Brechungsindex für das Restgas ist mit der Annahme verträglich, dass es sich um kondensiertes Wasser handelt. Für kondensiertes Wasser auf kalten Oberflächen hier z.B. 30 K wird in der Literatur ein Brechungsindex von $1,30 \pm 0,02$ angegeben [Wes97].

Bei dieser Messreihe betrug der abgelesene Gesamtdruck im Kryosystem ungefähr $p_{Kryo} \approx 2 \cdot 10^{-9}$ mbar. Ordnet man den (P,A) -Paaren eine Schichtdicke d zu und trägt diese gegen die verstrichene Zeit auf, so erkennt man eine lineare Zunahme der Schichtdicke mit der Zeit (siehe Abb. 5.20). Unter der Annahme, dass die gefittete Gerade die Messpunkte gut beschreibt, sollte gelten, dass $\chi_r^2 = 1$ ist. Da eine Bestimmung der Unsicherheiten der Analyseparameter angesichts des vorhandenen systematischen Fehlers schwierig ist, werden die Unsicherheiten der Schichtdicke u_d über $\chi_r^2 = 1$ bestimmt. Nimmt man für die Schichtdicke eine Unsicherheit von $u_d = 3,4 \text{ \AA}$, welche zu einem χ_r^2 von 0,98 führt, ergibt sich folgende Geradengleichung:

$$f(t) = \underbrace{(4,53 \pm 0,05) \cdot 10^{-2} \text{ \AA}/\text{min}}_{=W_K} \cdot t + (54,65 \pm 1,35) \text{ \AA} \quad (5.14)$$

Dabei entspricht die Steigung gerade der Wachstumsgeschwindigkeit der Kondensat-

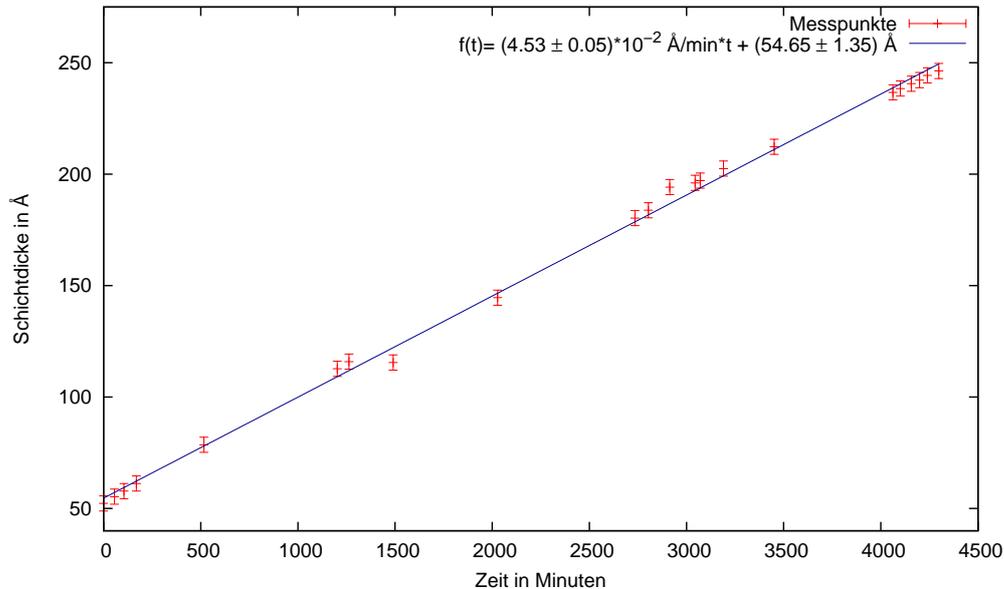


Abbildung 5.20: *Schichtdickenwachstum vor dem Ausheizen der Apparatur.*

schicht. Man kann davon ausgehen, dass es sich bei dem Kondensat um Wasser handelt. Es ist bei einer unausgeheizten Apparatur und bei Drücken im Bereich von 10^{-9} mbar einer der Hauptbestandteile des Restgases. Der ebenfalls noch vorhandene Wasserstoff H_2 friert bei diesen Temperaturen (≈ 30 K) noch nicht aus. Es ergibt sich unter Anwendung von Gleichung 5.11 und unter der Annahme, dass die Gastemperatur ungefähr 20 K beträgt, ein H_2O -Partialdruck von:

$$p_{H_2O} = (2,82 \pm 0,05) \cdot 10^{-10} \text{ mbar} \quad (5.15)$$

mit

$$\begin{aligned} W_K &= (4,53 \pm 0,05) \cdot 10^{-2} \text{ \AA}/\text{min} \\ \rho &= 1 \text{ g cm}^{-3} \\ M_r &= 18,01528 \text{ g mol}^{-1} \\ T &= (20 \pm 1) \text{ K} \end{aligned}$$

Die zweite Messung zur Restgaskondensation wurde aufgenommen, nachdem die Apparatur für vier Tage bei moderaten Temperaturen (maximal 150°C am Balg) ausgeheizt wurde. Der Gesamtdruck im Kryosystem betrug bei dieser Messung $p_{Kryo} \approx 9 \cdot 10^{-10} - 1 \cdot 10^{-9}$ mbar. In Abbildung 5.21 sieht man die aufgenommenen (P,A) -Paare zusammen mit einem Fit an die Daten. Es ergab sich für die angepassten Parameter:

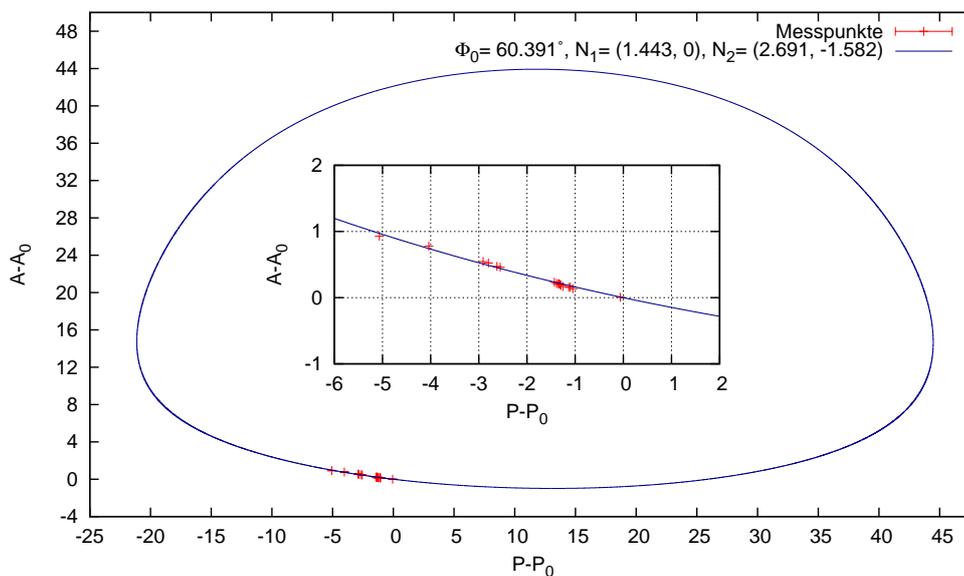


Abbildung 5.21: *Restgaskurve nach dem Ausheizen der Apparatur.*

$$\begin{aligned} \Phi_0 &= (60,391^\circ \pm 0,001^\circ) \\ N_1 &= (1,443 \pm 0,001; 0,00) \\ N_2 &= (2,691; -1,582) \end{aligned} \quad (5.16)$$

mit einem minimierten χ_r^2 von 0,30. Es fällt auf, dass der Brechungsindex stark von dem angenommenen Brechungsindex von Wasser abweicht. Dies wird darauf zurückzuführen sein, dass aufgrund der geringeren Wachstumsgeschwindigkeit ein noch kleinerer Ausschnitt der (P,A) -Kurve vermessen wurde und sich dieser mit sehr vielen Parameterkombinationen beschreiben lässt.

Anhand der bestimmten Parameter kann wiederum auf die Schichtdicke zurückgerechnet werden. In Abbildung 5.22 ist die Schichtdicke des Kondensats gegen die Zeit aufgetragen. Der Verlauf lässt sich durch eine Gerade

$$f(t) = (1,83 \pm 0,01) \cdot 10^{-2} \text{ \AA}/\text{min} \cdot t + (-0,34 \pm 0,06) \text{ \AA} \quad (5.17)$$

beschreiben. Hierbei wurde die Unsicherheit für die Schichtdicke ebenfalls darüber bestimmt, dass $\chi_r^2 = 1$ gilt. u_d ergibt sich zu $0,12\text{\AA}$. Es folgt für den Partialdruck des Wassers über dem Substrat:

$$p_{H_2O} = (7,35 \pm 0,18) \cdot 10^{-11} \text{ mbar} \quad (5.18)$$

Man kann sowohl an der Wachstumsgeschwindigkeit des Kondensats als auch an dem Partialdruck des Wassers (siehe Gl. 5.15 und 5.18) vor und nach dem Ausheizen der Apparatur erkennen, dass das Ausheizen die beiden Kenngrößen um einen Faktor zwei verbessert hat. Dies entspricht auch der abgelesenen Verbesserung des Restgasdrucks in der Vakuumkammer. Der Vergleich dieses Restgasdrucks mit den hier ermittelten Partialdrücken für Wasser p_{H_2O} deutet auf eine lokale Verbesserung des Drucks durch die Kühlschilde im Substratbereich um ungefähr eine Größenordnung. Dabei muss allerdings bedacht werden, dass die Druckmessröhren auch den Partialdruck des Wasserstoffs berücksichtigen, welcher bei den im Substratbereich herrschenden Temperaturen nicht auf dem Substrat kondensiert. Außerdem muss bedacht werden, dass die angegebenen Werte nur für die aus dem Fit an die Kurve bestimmten Analyseparameter gelten und diese aufgrund des noch unbekanntes systematischen Fehlers mit großen Unsicherheiten behaftet sind. Insgesamt liefert die Analyse jedoch in sich konsistente Ergebnisse, wobei einschränkend erwähnt werden muss, dass zwei vereinfachende Annahmen gemacht wurden. Diese waren, dass für den Haftkoeffizienten $\sigma = 1$ gilt und dass die Gastemperatur ungefähr 20 K beträgt. Dies entspricht der Temperatur der Kühlschilde. Letztere Annahme ist gerechtfertigt, da das Restgas zwar außerhalb der Kühlschilde Raumtemperatur besitzt, aber in den Kühlschilden mehrmals mit den Wänden stößt, bevor es auf dem Substrat haften bleibt.

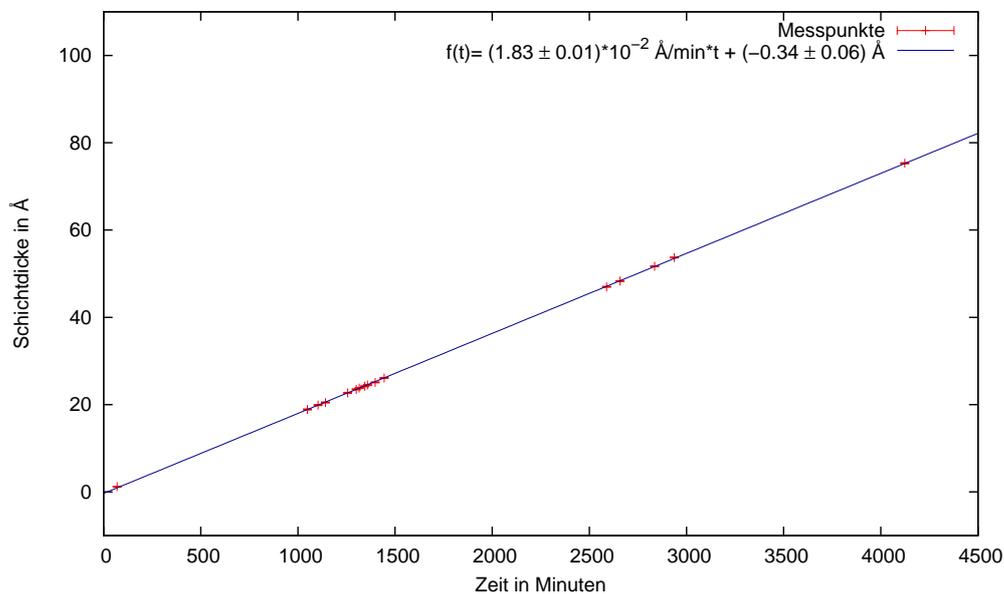


Abbildung 5.22: *Schichtdickenwachstum nach dem Ausheizen der Apparatur.*

6 Ellipsometrie über Spiegel

Bei dem mechanisch veränderten Aufbau der Kryptonquelle an der CPS wird es keinen direkten optischen Zugang zu dem Graphitsubstrat geben. Es wird nötig sein, den Laserstrahl über Spiegel auf das Substrat zu lenken. Im Rahmen dieser Arbeit wurden erste Untersuchungen unternommen, ob und mit welchen Spiegeln es möglich sein wird, diesen Aufbau zu realisieren.

Damit die Schichtdickenanalyse anhand der Laser-Ellipsometrie auch mit diesem veränderten Aufbau gelingt, sollten die Spiegel die Polarisation nicht verändern.

6.1 Betrachtung möglicher Spiegel

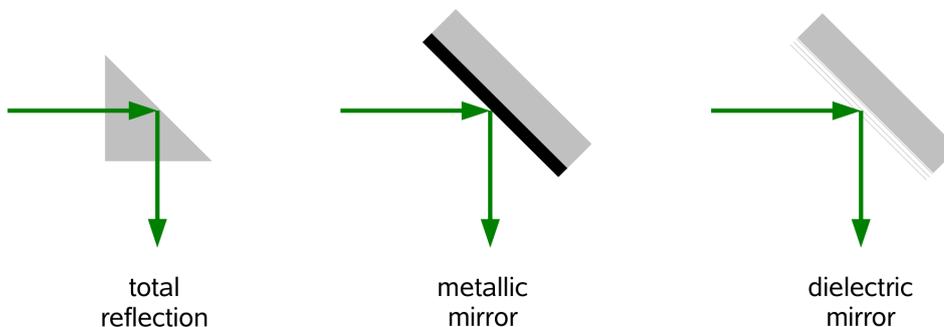


Abbildung 6.1: Eine schematische Darstellung der betrachteten Spiegeltypen.

Bei den Überlegungen wurden drei verschiedene Arten von Spiegeln berücksichtigt. Dies ist zum einen ein Prisma, bei dem das umzulenkende Licht senkrecht in das Prisma eintritt, an dem optisch dünneren Medium (Luft) unter 45° total reflektiert wird und dann an einer Stirnseite senkrecht wieder austritt. Desweiteren wurde überlegt, metallische Spiegel zu nutzen, bei denen das Licht an der metallischen Oberfläche reflektiert wird. Die letzte betrachtete Möglichkeit sind dielektrische Spiegel, bei denen die hohe Reflektivität durch Vielfachinterferenz der in den Spiegel eintretenden Welle, realisiert wird.

Prisma

Die Reflexion an einem 90° -Umlenkprisma nutzt aus, dass bei der Reflexion an einem optisch dünneren Medium oberhalb eines kritischen Winkels θ_k die Reflexionskoeffizienten für p-polarisiertes (r_p) und für s-polarisiertes (r_s) Licht gleich eins sind. Die Prismen sind jedoch nicht geeignet, um den Polarisationszustand des eingestrahlt Lichts zu erhalten, da die s-polarisierte und die p-polarisierte Teilwelle oberhalb des kritischen Winkels unterschiedlichen Phasenverschiebungen unterliegt. In Tabelle 3.1 ist dieser Verlauf für die Reflexion an einer Grenzfläche zwischen Glas und Luft graphisch dargestellt.

Metallspiegel

Auch bei der Reflexion an einem Metallspiegel gelten die Fresnelschen Reflexionskoeffizienten. Jedoch besitzen die Metalle einen komplexen Brechungsindex. Dieser ist anstelle des sonst meist reellen Brechungsindex, z.B. desjenigen von Glas, in die Formel für die Reflexionskoeffizienten (siehe Gl. 3.18) einzusetzen. Das führt dazu, dass die Reflexionskoeffizienten, welche für p- und s-polarisiertes Licht unterschiedlich sind, selbst komplex werden. Dies entspricht einer Phasenverschiebung zwischen der s- und der p-polarisierten Teilwelle und damit einer Polarisationsänderung des reflektierten Lichts. Zudem besitzen die meisten metallischen Spiegel eine Schutzschicht, deren optische Eigenschaften und damit deren Einfluss auf die Polarisation nicht genau bekannt sind. Auf metallische Spiegel soll aus diesem Grund an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden.

6.2 Dielektrische Spiegel

Bei dielektrischen Spiegeln wird das Prinzip der Vielfachinterferenz genutzt, um eine höhere Reflektivität zu erreichen als bei einer einfachen Reflexion an einer Glasoberfläche. Ein dielektrischer Spiegel ist mit 15-20 abwechselnd hoch- und tiefbrechenden dielektrischen Schichten mit den Brechungsindizes n_h und n_t bedampft. Dabei müssen zwei Dinge beachtet werden:

1. Die s-polarisierte Teilwelle erfährt bei der Reflexion an einem dichteren Medium einen Phasensprung um π .
2. Damit die Strahlen sich nach Durchgang durch eine Schicht mit dem Brechungsindex n_t wieder konstruktiv überlagern, muss für die optische Dicke der Schicht $n_t \cdot x_t$ folgende Bedingung erfüllt sein:

$$n_t \cdot x_t = \lambda/4 \quad (6.1)$$

$$x_t = \frac{\lambda}{4n_t} \quad (6.2)$$

Dabei ist x_t die Wegstrecke, die das Licht in der Schicht zurücklegt. Die folgende Gleichung gibt den Zusammenhang zwischen x_t und der Dicke der aufgedampften Schicht und des Brechungswinkels im Substrat an.

$$x_t = d_t \cos \theta_t \quad (6.3)$$

Die Bedingungen, unter denen, dielektrische Spiegel, die für einen Einfallswinkel von 45° -bedampft sind, ideal funktionieren, sind die folgenden:

- Einfallswinkel auf die 1. Schicht: exakt $\theta_L = 45^\circ$
- Einfallsebene steht exakt \perp auf der Spiegelebene
- n_t, n_h seien fest vorgegeben und $d_{t,h}$ seien entsprechend (6.2) ideal dick aufgedampft.

Es wurden mit zwei Arten von dielektrischen Spiegeln unterschiedlicher Anbieter (Spiegeltyp 1: *CVI Melles Griot: Y2-1025-45-P*, Spiegeltyp 2: *Laseroptik 11028J1*), die jeweils für einen Einfallswinkel von 45° hergestellt sind, erste Testmessungen unternommen. Dabei besitzt der Spiegel des Typs **2** laut Hersteller besser definierte Schichtdicken.

6.2.1 Messprinzip der Testmessung

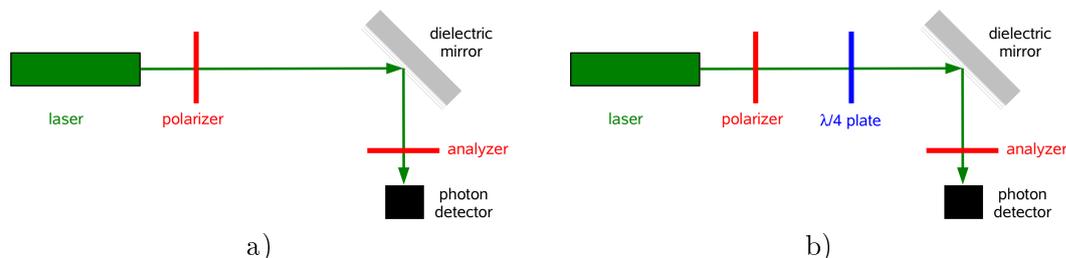


Abbildung 6.2: Eine schematische Darstellung des Messaufbaus für die Testmessungen der dielektrischen Spiegel. In beiden Aufbauten durchquert der Laserstrahl eine Sektion, die den zu vermessenden Polarisationszustand erzeugt. Im Fall a) ist dies linearpolarisiertes Licht mit einstellbarer Polarisationsachse und im Fall b) zirkularpolarisiertes Licht. Dieses Licht wird jeweils an einem dielektrischen Spiegel reflektiert und dann durch einen Analysator analysiert. Die Intensität des transmittierten Lichts wird mit einem Photodetektor gemessen.

In Abbildung 6.2 ist der verwendete Messaufbau für die Testmessungen der dielektrischen Spiegel schematisch dargestellt. Das Laserlicht durchläuft eine Sektion aus polarisierenden Komponenten. Dies ist in Abb. 6.2 a) ein Polarisator und in b) eine Anordnung aus Polarisator und $\lambda/4$ -Plättchen, die zirkularpolarisiertes Licht erzeugt. Das definiert polarisierte Licht fällt unter 45° auf eine Spiegelanordnung der zu testenden Spiegel. Ein Analysator analysiert den Polarisationszustand des Lichts und ein Detektor misst die transmittierte Lichtintensität nach Durchgang durch den Analysator. Der Polarisationszustand wird für jede Polarisation, die untersucht werden soll, auch ohne Spiegel vermessen, um eine Referenz für die Messung mit eingebautem Spiegel zu haben. Fällt perfekt linearpolarisiertes Licht auf den Analysator und dreht man diesen um 360° , so beschreibt die gemessene Lichtintensität einen \cos^2 -Verlauf. Die maximale Intensität wird erreicht, wenn die Transmissionsachse des Analysators in der Polarisationsachse des eingestrahlten Lichtes liegt. Die minimale Intensität (im Idealfall gleich null) wird erreicht, wenn die beiden um 90° zueinander gedreht sind. Dies ist als Gesetz von Malus bekannt [Sal08]:

$$I = I_0 \cdot \cos^2 \alpha \quad (6.4)$$

Dabei ist α die Winkeldifferenz zwischen der Polarisationsachse des eingestrahlten Lichtes und der Transmissionsachse des Analysators. Fällt ideal zirkularpolarisiertes Licht auf einen Analysator, der gedreht wird, so sieht man unabhängig von der Stellung des Analysators die gleiche Lichtintensität. Es gilt:

$$I = \frac{I_0}{2} \quad (6.5)$$

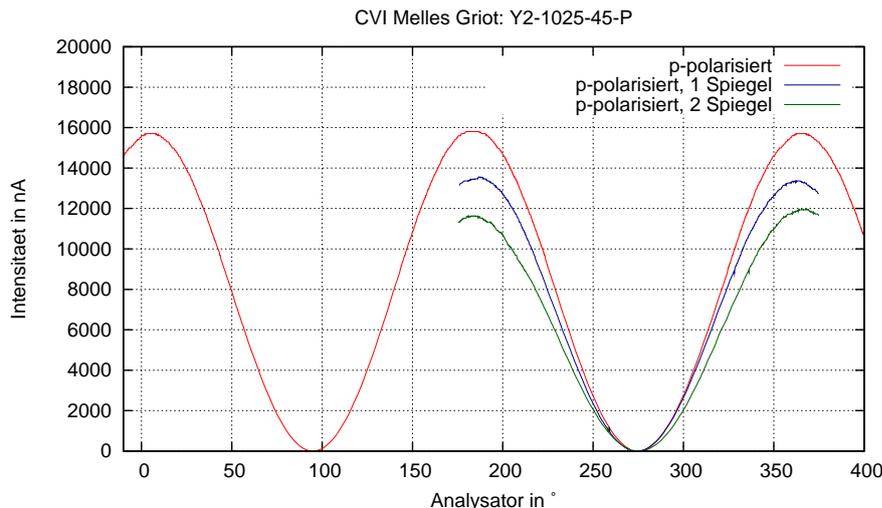


Abbildung 6.3: Intensitätsverläufe des *p*-polarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 1 reflektiert wurde.

In den Abb 6.3 und 6.4 sind die Intensitätsverläufe für den Fall gezeigt, dass mit dem Polarisator *p*-polarisiertes Licht erzeugt wird. Die Transmissionsachse des Polarisators liegt in der Einfallsebene des Lichts. Die rote Kurve zeigt jeweils den Intensitätsverlauf für den Fall, dass das Licht an keinem Spiegel reflektiert wurde (Referenz). In Abbildung 6.3 sind zusätzlich die Verläufe für den Fall gezeigt, dass das Licht an einem (blau) bzw. an zwei (grün) Spiegeln des Typs 1 jeweils um 90° reflektiert wurde. Man erkennt, dass die maximale Intensität I_0 nach der Reflexion an den Spiegeln niedriger ist. Hieran kann die Reflektivität der Spiegel für *p*-polarisiertes Licht abgelesen werden.

Die gleichen Messungen wurden auch mit ein bzw. zwei Spiegeln des Typs 2 durchgeführt (siehe Abb. 6.4). Auch hier sieht man ein Absinken der maximalen Intensität, jedoch ist dieses geringer als bei den Spiegeln des Typs 1.

Bei beiden Spiegeln scheint der Polarisationszustand des eingestrahlteten Lichts erhalten zu sein. Man erkennt weder eine Verschiebung der Maxima bzw. Minima noch kann man ein Anheben des Minimums erkennen. Ersteres würde bedeuten, dass das Licht nach der Reflexion am Spiegel zwar noch linearpolarisiert ist, aber einen *s*-polarisierten Anteil enthält, was einer Drehung der Polarisationssebene entspräche. Das Anheben der Minima würde bedeuten, dass das Licht nach der Reflexion am Spiegel doch noch einen Anteil von Zirkularpolarisation erhalten hätte, welcher ein Analysator nicht auslöschen kann.

Man sieht zwar auch bei den Messungen für die beiden Spiegeltypen, bei denen durch den Polarisator *s*-polarisiertes Licht erzeugt wurde, ein Absinken der maximalen Intensität nach der Reflexion an einem bzw. an zwei Spiegeln, jedoch existiert keine merkliche Veränderung des Polarisationszustandes (siehe Abb. 6.5 und 6.6). Die Reflektivität für *s*-polarisiertes Licht ist für die Spiegel des Typs 2 ebenfalls höher. In Abbildung 6.6

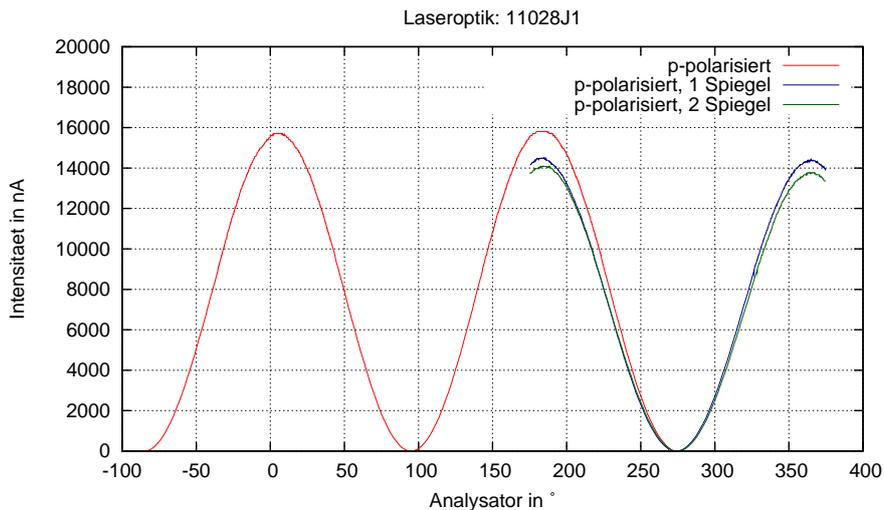


Abbildung 6.4: *Intensitätsverläufe des p-polarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 2 reflektiert wurde.*

sieht man im Intensitätsverlauf für die Reflexion an einem Spiegel (blauer Graph), dass die maximale Intensität bei 90° und bei 270° unterschiedlich ist. Dies kann auf eine unzureichende Justage der Spiegel zurückgeführt werden. Zur Verdeutlichung zeigt Abb. 6.11 zusätzlich einen Intensitätsverlauf (violett), bei dem man mit dem Auge erkennen konnte, dass der zweite Spiegel verkippt ist.

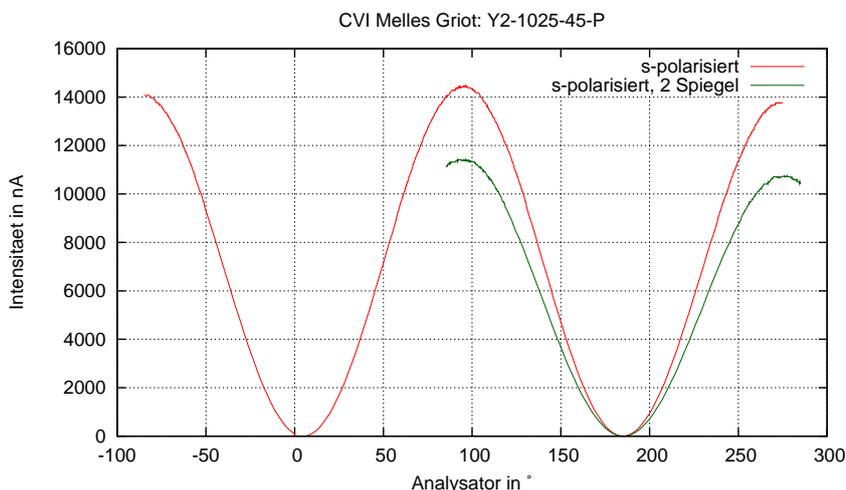


Abbildung 6.5: *Intensitätsverläufe des s-polarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 1 reflektiert wurde.*

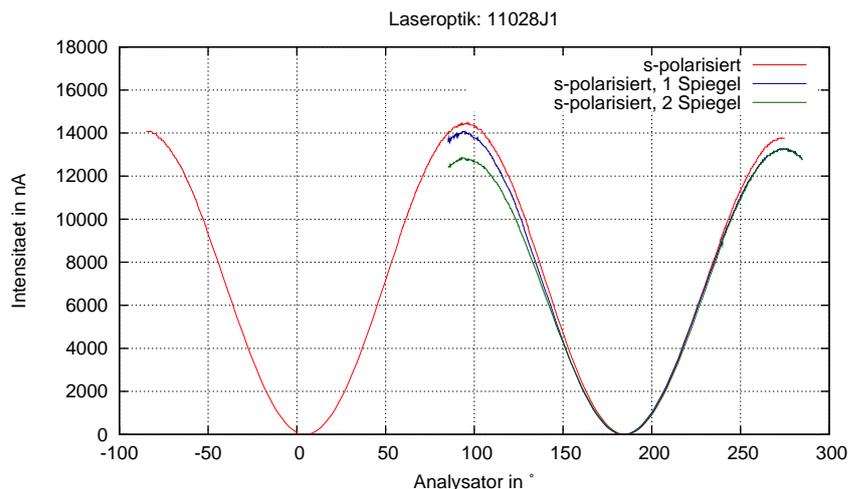


Abbildung 6.6: *Intensitätsverläufe des s-polarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 2 reflektiert wurde.*

Bei den Messungen, bei denen das eingestrahlte Licht unter 45° linearpolarisiert ist, erkennt man zum ersten Mal deutliche Unterschiede bezüglich der polarisationserhaltenden Eigenschaften der beiden Spiegeltypen (siehe Abbildung 6.7 und 6.8). In Abbildung 6.7 sind die Messungen mit den Spiegeln des Typs 1 gezeigt. Man sieht, dass die Intensitätsverläufe, die nach Reflexion an einem oder zwei Spiegeln aufgenommen wurden, nicht mehr auf Null abfallen (blauer bzw. grüner Verlauf). Dies bedeutet, dass es nach der Reflexion einen zirkularpolarisierten Anteil gibt. Weiterhin erkennt man, dass der Intensitätsverlauf nach der Reflexion an einem Spiegel um 90° phasenverschoben ist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass das s-polarisierte Licht bei der Reflexion an einem optisch dichteren Medium einen Phasensprung um π erfährt.

Bei den Messungen mit den Spiegeln des Typs 2 erkennt man diesen Phasensprung ebenfalls (siehe Abb. 6.8, blauer Intensitätsverlauf). Desweiteren sieht man bei diesen Messungen, dass auch das reflektierte Licht noch vollständig ausgelöscht werden kann. Es ist also keine offensichtliche Veränderung des Polarisationszustandes erkennbar.

Zuletzt wurden zwei Messreihen durchgeführt, bei denen die Reflexion von zirkularpolarisiertem Licht an den zwei Spiegeltypen untersucht wurde. Diese sind in den Abbildungen 6.9 und 6.10 dargestellt. Die rote Kurve zeigt jeweils den Intensitätsverlauf des Lichts nach Durchgang durch den Analysator, aber ohne dass der Strahl an einem Spiegel reflektiert wurde. Man erkennt, dass schon das eingestrahlte Licht nicht perfekt zirkularpolarisiert ist, da die gemessene Intensität ansonsten unabhängig von der Stellung des Analysators konstant sein müsste. Bei der Messreihe mit den Spiegeln des Typs 1 sieht man deutlich einen linearpolarisierten Anteil, der mit steigender Spiegelanzahl auch noch zunimmt (siehe Abb. 6.9, grüner und blauer Intensitätsverlauf). Die Messungen mit den Spiegeln des Typs 2 zeigen ebenfalls, dass es nach der Reflexion einen linearpolarisierten Anteil gibt. Jedoch ist dieser geringer als mit den anderen Spiegeln.

Fazit

Die dielektrischen Spiegel stellen die einzige Möglichkeit dar, einen Ellipsometrieaufbau über Spiegel zu realisieren. Die Testmessungen zeigen, dass es bei den Spiegeln des Typs **1** (CVI Melles Griot: Y2-1025-45-P) und denen des Typs **2** (Laseroptik 11028J1) qualitative Unterschiede gibt. Beide erhalten s- und p-Polarisation. Die Spiegel des Typs **1** sind aber für Licht, das aus diesen beiden Polarisationszuständen zusammengesetzt ist, unter anderem da die Reflexionskoeffizienten für die beiden Polarisationszustände nicht identisch sind, nicht polarisationserhaltend (siehe Abb. 6.7 und 6.9).

Um die Qualität der Spiegel des Typs **2** abschließend beurteilen zu können, sind weitere Messungen mit einer besseren Justagemöglichkeit notwendig, die allerdings nicht mehr im Rahmen dieser Diplomarbeit durchgeführt werden konnten. Jedoch zeigen schon diese Messungen, dass die Spiegel des Typs **2** besser geeignet sind, um die Polarisation des einfallenden Lichts zu erhalten.

Ein Aufbau zur Laserellipsometrie mit einer Umlenkung über Spiegel wird in der Diplomarbeit von D. Spitzer getestet werden.

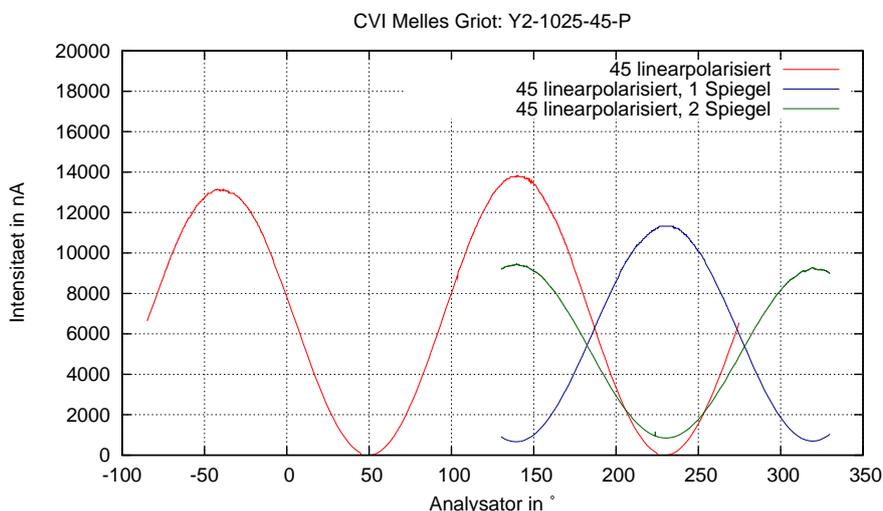


Abbildung 6.7: Intensitätsverläufe des unter 45° -linearpolarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs **1** reflektiert wurde.

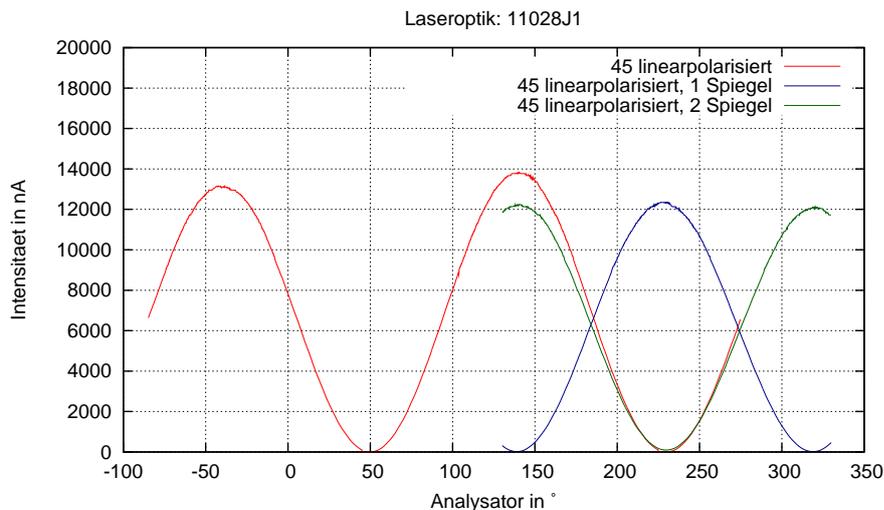


Abbildung 6.8: Intensitätsverläufe des unter 45° -linearpolarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 2 reflektiert wurde.

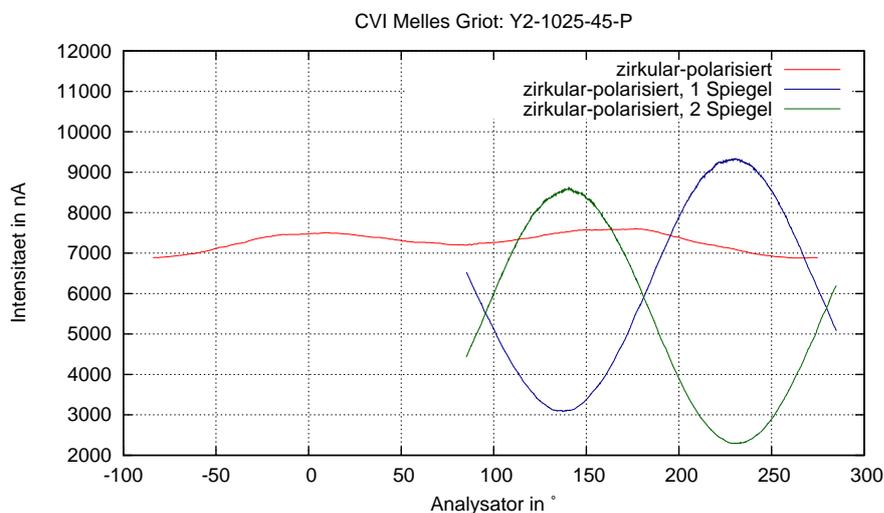


Abbildung 6.9: Intensitätsverläufe des zirkularpolarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 1 reflektiert wurde.

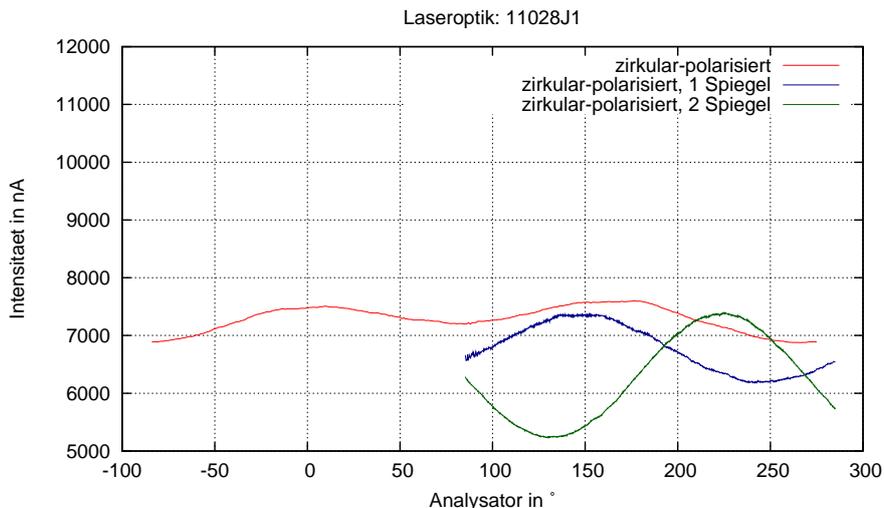


Abbildung 6.10: Intensitätsverläufe des zirkularpolarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 2 reflektiert wurde.

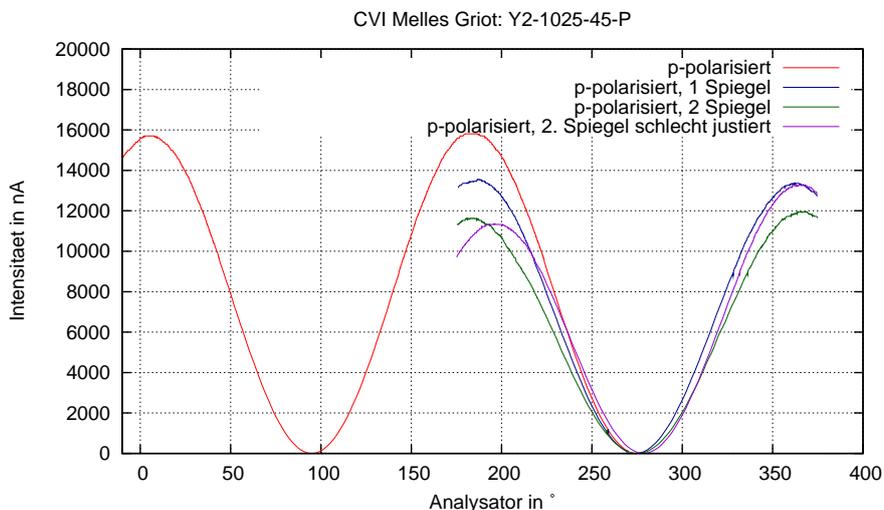


Abbildung 6.11: Intensitätsverläufe des p-polarisierten Lichts nach Durchqueren eines Analysators für den Fall, dass das Licht an keinem (rot), an einem (blau) oder an zwei (grün) Spiegeln des Typs 1 reflektiert wurde. In violett ist der Intensitätsverlauf für den Fall dargestellt, dass der zweite Spiegel sichtbar schlecht justiert war.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Das KATRIN-Experiment strebt eine Sensitivität auf die Masse des Elektronantineutrinos von 0,2 eV an. Hierzu wird der Endpunktsbereich des Tritium- β -Spektrums mit einem MAC-E-Filter vermessen. Um die angestrebte Sensitivität erreichen zu können, muss die angelegte Retardierungsspannung mit einer Präzision von 3 ppm überwacht werden. Dies wird durch den kombinierten Einsatz eines hochpräzisen Spannungsteilers [Thu07] und mehrerer Kalibrationsquellen, die auf einem natürlichen Standard basieren, gewährleistet. Solch eine redundante Bestimmung ist notwendig, da bei elektronischen Bauteilen ein Langzeitdriften nicht ausgeschlossen werden kann. Aus diesem Grund gibt es ein Monitorspektrometer, an das die gleiche Spannung angelegt ist wie an das Hauptspektrometer, und bei dem eine permanente Überwachung der angelegten Spannung mit Hilfe einer, auf einem natürlichen Standard basierenden, Kalibrationsquelle möglich ist. Desweiteren wird es mehrere Kalibrationsquellen in der Hauptstrahlführung geben, die während der Tritiummesspausen eingesetzt werden können.

Die kondensierte ^{83m}Kr -Konversionselektronenquelle (CKrS) ist sowohl für einen Einsatz am Monitorspektrometer als auch für die Nutzung in der Hauptstrahlführung geeignet. Die CKrS nutzt Konversionselektronen aus der K-Schale mit einer Energie von 17,824 eV. In der Dissertation von B. Ostrick wurde gezeigt, dass diese Quelle die nötige Stabilität der Linienlage von 60 meV gewährleisten kann, solange das verwendete HOPG-Substrat rein ist und nicht mit einer Schicht von kondensiertem Restgas belegt ist. Diese Reinheit wird mit Hilfe eines Nullellipsometrie-Aufbaus in PCSA-Anordnung zur Schichtdickenbestimmung realisiert.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Ellipsometrie-Aufbau mit neuen Komponenten, wie z.B. hochpräzisen Rotationsdrehtischen, aufgebaut. Es wurde ein LabVIEW-Programm geschrieben, das iterativ die Polarisator- und Analysatorstellungen (P, A) bestimmt, welche für eine bestimmte Schichtdicke zur Auslöschung des detektierten Lichts führen. Mit Hilfe dieses Programms wurde eine (P, A)-Kurve für die Kondensation von stabilem Krypton auf dem HOPG-Substrat aufgenommen. Solch eine Kurve ermöglicht die Bestimmung der Analyseparameter durch die Anpassung einer theoretischen Kurve an die gemessene Kurve und die anschließende Zuordnung von einem experimentell bestimmten (P, A)-Paar zu einer Schichtdicke d . Die Analyseparameter sind der Einfallswinkel auf das Substrat Φ_0 , der eventuell komplexe Brechungsindex des aufgefrorenen Filmes N_1 , und der komplexe ordentliche N_{2o} und der außerordentliche N_{2e} Brechungsindex des verwendeten Graphitsubstrates. Hierzu wurde in Zusammenarbeit mit T. Schäfer ein Programm entwickelt, welches im Gegensatz zu früheren Programmen auch die Anisotropie des Graphitsubstrates berücksichtigen kann. Weiterhin ist es bei dieser Anpassung möglich geblieben, das Graphitsubstrat durch ein isotropes Äquivalent zu beschreiben. Bei dieser Anpassung wurde ein systematischer Fehler aufgedeckt. Dieser ist erst bei der aktuell aufgenommenen (P, A)-Kurve klar zu sehen, da es aufgrund des mittlerweile

automatisierten Gaseinlasses zusammen mit der (P,A) -Paar Bestimmung möglich war, die Kurve sehr viel kleinschrittiger zu bestimmen als dies in der Vergangenheit der Fall gewesen ist. Es wurde untersucht, ob die Abweichungen durch eine Variation der Analyseparameter zu erklären sind. Dies führte jedoch zu keinem merklich verbesserten Ergebnis. Eine weitere Möglichkeit für die Abweichungen wäre, dass das Substrat, auf dem das Krypton kondensiert, schon mit einer dünnen Schicht Restgas belegt ist. Im einfachsten Fall würde dies eine Verschiebung der Startpunkte (P_0, A_0) auf der theoretischen Kurve bedeuten. Ein dementsprechender Test zeigte, dass dies zu einer Verschiebung in die falsche Richtung führt. Die Annahme, dass eine Verschmutzung durch eine einfache Verschiebung der Kurven realisiert werden kann, ist stark vereinfachend. Das kondensierte Restgas besitzt eine andere Struktur und andere Brechungsindizes als der kondensierte Kryptonfilm. Das System müsste durch ein 4-Schichtsystem beschrieben werden.

Ein weiterer möglicher Grund wäre eine Veränderung der Filmstruktur mit zunehmender Schichtdicke. Krypton, welches auf einem HOPG-Substrat adsorbiert wird, bildet zunächst einen benetzenden Film und bei ungefähr 16 Monolagen setzt eine „bulk“-Kondensation in einer kristallinen fcc Struktur ein. Dies kann ebenfalls zur Folge haben, dass bei der Analyse ein 4-Schichtsystem berücksichtigt werden muss. Im Rahmen dieser Diplomarbeit war eine dahingehende Anpassung des Analysemodells jedoch nicht mehr möglich.

Eine weitere Erklärungsmöglichkeit für die Abweichungen zwischen der theoretischen und der gemessenen Kurve, wäre eine nicht zu vernachlässigende Rauigkeit des Films und eventuell des Graphitsubstrats. Bei der Analyse in der momentanen Form geht man davon aus, dass die Grenzflächen des 3-Schichtsystems eben und parallel zueinander sind (siehe Kap. 3.3.1).

Da die Temperatur Einfluss auf die Struktur der kondensierten Schicht hat, wird T. Schäfer im Rahmen seiner Diplomarbeit untersuchen, inwiefern die Größe und Form der gemessenen (P,A) -Kurve von der Temperatur des Substrates abhängt [Sch10]. Um das Graphitsubstrat und auch die verwendeten optischen Komponenten als Ursache der Abweichungen wirklich sicher auszuschließen, ist es sinnvoll, eine Testmessung mit einem anderen idealeren Substrat, wie z.B. einem polierten Goldsubstrat, durchzuführen, welches auch von anderen Gruppen für Laserellipsometrie üblicherweise eingesetzt wird. Für die Aufgabenstellung beim KATRIN-Experiment, war es aber nicht möglich, ein Goldsubstrat, welches nicht atomarglatt ist und eine große Kernladungszahl besitzt, zu verwenden.

Desweiteren wurde im Rahmen dieser Arbeit untersucht, mit welchen Spiegeln ein Ellipsometrie-Aufbau realisiert werden kann, bei dem ein polarisierter Laserstrahl über Spiegel umgelenkt wird. Hierbei ist die wesentliche Anforderung an die Spiegel, dass diese den Polarisationszustand des einfallenden Lichts nicht verändern. Es hat sich herausgestellt, dass dielektrische Spiegel, die jeweils für den passenden Einfallswinkel und die Wellenlänge des eingestrahlt Lichts, ausgelegt sind, die einzige Möglichkeit darstellen, eine Laserellipsometrie aufzubauen, ohne dass die Polarisationsänderung am Spiegel und die damit verbundenen Komplikationen in der Auswertung explizit mitberücksichtigt werden müsste. Auch bei diesen Spiegeln gibt es qualitative Unterschiede, jedoch zeigen erste Testmessungen mit den Spiegeln des Typs (Laseroptik 11028J1) vielversprechende

Ergebnisse. Im Rahmen der Diplomarbeit von D. Spitzer wird untersucht werden, ob eine Bestimmung der (P,A) -Kurve möglich ist, wenn das Licht über diese Spiegel auf das Substrat geführt wird.

Literaturverzeichnis

- [Aha05] B. Aharmim et al., Phys. Rev. C **72** (2005)
- [Ahm01] Q. R. Ahmad et al. (SNO Collaboration), Phys. Rev. Lett. **87**, 071301 (2001)
- [Ahm02] Q.R. Ahmad, et al. (SNO Collaboration), Phys. Rev. Lett. **89**, 011301 (2002)
- [Alt03] C. Weinheimer, Laboratory Limits on Neutrino Masses,
in: G. Altarelli and K. Winter (Eds.), Neutrino Mass, Springer, 2003
- [Ang04] J. Angrik et al., KATRIN Design Report 2004, FZK Scientific Report 7090,
<http://www-ik.fzk.de/katrin>
- [Ash04] Y. Ashie et al. (Super-Kamiokande Collaboration), hep-ex/0404034
- [Azz77] R. M. A. Azzam, N.M. Bashara, Ellipsometry and Polarized Light, North Holland 1977
- [Bah95] „Solar models with helium and heavy-element diffusion.“, J.N. Bahcall, M.H. Pinsonneault, Reviews of Modern Physics, Vol. **67**, No. 4, 1995
- [Bea80] J. Beamson, et. al., J.Phys. E13 (1980) 64
- [Cha14] J. Chadwick, Verh. d. Deutsch. Phys. Ges. **16** (1914) 383
- [Cha32] J. Chadwick, Nature **129** (1932) 312
- [Dav96] „A Review of Measurements of the Solar Neutrino Flux and their Variation.“,
R. Davis Jr., Nuclear Physics B (Proc. Suppl.) **48**, 284-298 (1996)
- [Don00] Long Baseline News, Juli 2000,
<http://hepunix.rl.ac.uk/minos/longbnews/0007.html>
- [Eic05] <http://www-zeuthen.desy.de/astro-workshop/postersession/eichelhardt.pdf>
- [Fer34] E. Fermi, Z. Phys. **88** (1934) 161 - 177
- [Fuk98] Y. Fukuda et al. (Super-Kamiokande Collaboration), Phys. Rev. Lett **81** (1998),
1562, hep-ex/9807003
- [Gla61] S. L. Glashow: Nucl. Phys. **22** (1961) 579; Rev. Mod. Phys. **52** (1980) 539
- [Gre69] D. L. Greenway, G. Harbeke, Phys. Rev., Volume 178, Number 3, 1969
- [Gug60] „Equilibrium properties of crystalline argon, krypton and xenon“ E. A. Guggenheim, M. L. McGlashan, Molecular Physics, **3**, 6, 563 - 570

- [Hau84] H. A. Haus, *Waves and Fields in Optoelectronics*, Prentice Hall, Englewood Cliffs, NJ 1984
- [Hab06] F. Eichelhardt, F. Habermehl, Seminar des Graduiertenkollegs „Hochenergiephysik“
- [Hil11] B. Hillen, Dissertation
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, voraussichtlich 2011
- [Hug08] K. Hugenberg, Diplomarbeit
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2008
- [Jac02] J. D. Jackson, *Klassische Elektrodynamik*, De Gruyter, 2002
- [Jel07] G. E. Jellison, Jr., J. D. Hunn, H. N. Lee, *Phys. Rev. B* **76**, 085125 (2007)
- [KAT04] The KATRIN collaboration, KATRIN Design Report 2004
FZKA Scientific Report 7090
- [Kit05] Ch. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg, 2005
- [KRA05] Ch. Kraus, B. Bornschein, L. Bornschein, J. Bonn, B. Flatt, A. Kovalik, B. Ostrick, E.W. Otten, J.P. Schall, Th. Tümmeler, Ch. Weinheimer, *Eur. Phys. J. C* **40** (2005) 447
- [Kru83] P. Kruit, F.H. Read, *J. Phys.* E16, 313 (1983)
- [Les06] J. Lesgourgues and S. Pastor, *Massive neutrinos and cosmology*, *Phys. Rep.* **429** (2006) 307
- [Lob03] V.M. Lobashev, *Nucl. Phys. A* **719** 153c - 163c
- [Maz08] M.N. Mazziotta, *Nucl. Instr. Meth.* A584 (2008) 436
- [Nag06] Sz. Nagy et al., On the Q-value of the tritium β -decay, *Europhys. Lett.* **74** (2006) 404
- [Nudat2] <http://www.nndc.bnl.gov/nudat2/>,
Datenbank National Nuclear Data Center und Brookhaven National Laboratory
- [Ost09] B. Ostrick, Dissertation
Inst. f. Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2009
- [Ott08] E.W. Otten, C. Weinheimer, *Rep. Prog. Phys.* **71** (2008) 086201 (36pp) Reports on progress in physics: Neutrino mass limit from tritium β decay
- [Pau30] W. Pauli, *Collected Scientific Papers*
Eds. Kronig & Weisskopf, Vol 2, 1316 - 1317
- [PDG] W. M. Yao et al. (Particle Data Group) 2006 *J. Phys. G.: Nucl Part. Phys.* **33** 1 <http://pdg.lbl.gov>

- [PI] PI, M-060 Series Rotation Stages,
www.physikinstrumente.com/en/pdf/M060_Datasheet.pdf
abgerufen am: 05.07.2010
- [Pic92] A. Picard et al., *Z. Phys.* A342 (1992) 71 - 78
- [Rei59] R. Reines and C. L. Cowan, *Phys. Rev.* 113 (1959) 273
- [Rei96] „The neutrino: from poltergeist to particle“ F. Reines, *Reviews of Modern Physics*, Vol. 68, No. 2, 317 - 327 (1996)
- [Rei06] G. A. Reider, *Photonik*, SpringerWienNewYork, 2006
- [Rob88] „Direct Measurements of Neutrino Mass“, R. G. H. Robertson, D. A. Knapp, *Annual Review of Nuclear and Particle Science*, Vol. 38: 185-215 (1988)
- [Sal68] A. Salam, in: *Elementary Particle Theory*, p. 367, ed. N. Swarthohn, Almquist and Wiksell, Stockholm, 1968; *Rev. Mod. Phys.* **52** (1980) 525; A. Salam, J. C. Ward: *Phys. Lett.* **13** (164) 168
- [Sal08] B. E. A. Saleh, M. C. Teich, *Grundlagen der Photonik*, Wiley-VCH, 2008
- [Sch97] N. Schmitz, *Neutrino-Physik*, Teubner Verlag, 1997
- [Sin69] „Refractive Indices of the Condensed Inert Gases“ A. C. Sinnock, B. L. Smith, *Physical Review*, Vol. 181, No. 3 (1969)
- [Sin80] „Refractive indices of the condensed rare gases, argon, krypton and xenon“ A. C. Sinnock, *J. Phys. C: Solid St. Phys.*, Vol. 13, 2375 - 2391 (1980)
- [Sch10] T. Schäfer, Diplomarbeit
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, voraussichtlich 2010
- [Smo08] J. Smollich, Diplomarbeit
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2008
- [SK04] M. Ishitsuka, for the Super-Kamiokande Collaboration, *Proceedings for the XX-XIXth Rencontres de Moriond on Electroweak Interactions* (2004)
- [SNO02] „Direct Evidence for Neutrino Flavor Transformation from Neutral-Current Interactions in the Sudbury Neutrino Observatory“, SNO Collaboration, *Phys. Rev. Lett.* 89, No. 1, 011301 (2002)
- [Stu07] M. Sturm, Diplomarbeit
Institut für Kernphysik, Uni Karlsruhe, 2007
- [Thu07] T. Thümmeler, Dissertation
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2007
- [Val09] K. Valerius, Dissertation
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2009

- [Vol89] „Ellipsometric study of krypton physisorbed on graphite“, U. G. Volkmann, K. Knorr, Surface Science 221, 379 - 393 (1989)
- [Wei67] S. Weinberg: Phys. Rev. Lett. **19** (1967) 1264; **27** (1971) 1688; Rev. Mod. Phys. **52** (1980) 515
- [Wes97] M. S. Westley, G.A. Baratta, R. A. Baragiola: Journal of chemical physics, Vol. 108, 8 (1997)
- [Wut06] Wutz Handbuch Vakuumtechnik, Vieweg 2006
- [Zac08] M. Zacher, Diplomarbeit
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2008
- [Zbo10] M. Zbořil, Dissertation
Institut für Kernphysik, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, voraussichtlich 2010
- [Zub04] K. Zuber, Neutrino Physics
Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia, 2004

Eigenständigkeitserklärung

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und Zitate kenntlich gemacht habe.

