

# Weiterentwicklung der Laser-Ellipsometrie für den Aufbau der neuen Krypton-Quelle an der CPS

Melanie Höschele

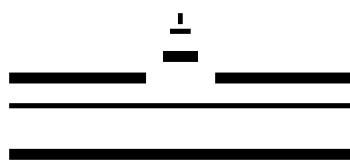
Bachelorarbeit

Referent: Prof. Dr. C. Weinheimer

Koreferent: Prof. Dr. A. Khoukaz

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

Oktober 2016



WESTFÄLISCHE  
WILHELMUS-UNIVERSITÄT  
MÜNSTER



# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Neutrinos . . . . .	1
1.2 Das KATRIN Experiment . . . . .	1
1.2.1 Neutrinomassenbestimmung . . . . .	1
1.2.2 Aufbau des KATRIN Experiments . . . . .	2
1.2.3 Kondensierte Krypton-Quelle . . . . .	3
1.3 Motivation dieser Bachelorarbeit . . . . .	5
<b>2 Theoretische Grundlagen der Ellipsometrie</b>	<b>7</b>
2.1 Polarisation von Licht . . . . .	7
2.1.1 Linear polarisiertes Licht . . . . .	8
2.1.2 Zirkular polarisiertes Licht . . . . .	9
2.2 Jones-Formalismus . . . . .	9
2.2.1 Jones-Vektor . . . . .	9
2.2.2 Jones-Matrizen . . . . .	10
2.3 Licht an Grenzflächen . . . . .	11
2.4 Verhalten von Licht an einem 3-Schicht-System . . . . .	12
2.5 Anisotropie des HOPG-Substrats . . . . .	15
2.6 Nullellipsometrie in PCSA-Anordnung . . . . .	16
2.7 Nullellipsometrie mit festem Analysator . . . . .	18
<b>3 Ellipsometrie-Aufbau</b>	<b>20</b>
3.1 Substratbereich . . . . .	21
3.2 Aufbau der optischen Komponenten . . . . .	21
3.2.1 Planung des Aufbaus . . . . .	22
3.2.2 Spiegelhalter . . . . .	24
3.2.3 Optische Bank . . . . .	25
3.3 Justage des Testaufbaus . . . . .	25
3.3.1 Justage im Testaufbau der Krypton-Quelle . . . . .	26
3.3.2 Einfluss der rotierbaren Komponenten auf den Strahlenverlauf . . . . .	27
3.4 Ellipsometrie-Messungen am HOPG-Substrat bei Raumtemperatur . . . . .	28
3.4.1 Messung und Ergebnisse . . . . .	28
3.4.2 Vergleich mit der Simulation . . . . .	28
3.5 Zusammenfassung der Ergebnisse . . . . .	31

<b>4 Kryosystem</b>	<b>32</b>
4.1 Aufbau und Funktionsweise	32
4.1.1 Kryosystem im Substratbereich	32
4.2 Kalibrierung der Temperatursensoren	33
4.3 Ellipsometrie-Messungen am kalten HOPG-Substrat	38
4.3.1 Messung	38
4.3.2 Veränderung der Position des Minimums	40
4.4 Zusammenfassung der Ergebnisse	44
<b>5 Gassystem</b>	<b>45</b>
5.1 Aufbau und Funktionsweise	45
5.2 CAD-Modellierung	45
5.3 Zusammenfassung der Ergebnisse	47
<b>6 Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>48</b>
<b>7 Anhang</b>	<b>50</b>
<b>8 Literatur</b>	<b>54</b>



# 1 Einleitung

## 1.1 Neutrinos

Neutrinos werden im Standardmodell der Elementarteilchenphysik als masselose Teilchen beschrieben, die keine Ladung tragen und nur der schwachen Wechselwirkung unterliegen. Postuliert wurde das Neutrino 1930 von W. Pauli im Zusammenhang mit dem kontinuierlichen Spektrum des Beta-Zerfalls, welches sich nur durch einen Drei-Teilchen-Zerfall erklären lässt. Aufgrund der geringen Wechselwirkungsrate erweist sich die direkte experimentelle Beobachtung dieser Teilchen als sehr schwierig. So gelang der Nachweis erst 26 Jahre später im "Poltergeist-Projekt" von Reines und Cowan [Cow+56].

Beobachtungen der Neutrino-Oszillationen belegen, dass die Neutrinos im Gegensatz zur Annahme des Standardmodells eine endliche, von Null verschiedene Masse besitzen müssen [GM08]. In Experimenten in Mainz und Troisk wurde für die Masse des Elektron-Neutrinos eine obere Grenze zu  $2,3 \text{ eV}/c^2$  [Kra+05] bzw.  $2,05 \text{ eV}/c^2$  [Lob03] ermittelt. Eine genaue Kenntnis der Neutrinomasse ist insbesondere in den Bereichen der Kosmologie und Teilchenphysik von großem Interesse. Bei der Strukturbildung im Universum hat diese aufgrund der großen Anzahl der Neutrinos einen signifikanten Einfluss. In der Teilchenphysik ist der Mechanismus für die Erzeugung der Neutrinomassen von Bedeutung. Demzufolge wird die Festlegung eines genaueren Wertes angestrebt.

## 1.2 Das KATRIN Experiment

Ziel des **K**Arlsruher **T**RItium **N**eutrino **E**xperimentes ist es, die Masse des Elektroneneutrinos direkt mit einer Signifikanz von  $5\sigma$  bei  $0,35 \text{ eV}/c^2$  zu bestimmen oder eine neue Obergrenze von  $0,2 \text{ eV}/c^2$ , die eine Größenordnung unter den bisherigen Ergebnissen liegt, festzusetzen [Col05].

Im Folgenden sollen kurz die Grundlagen und der Aufbau des KATRIN Experiments beschrieben werden. Dabei wird speziell auf die kondensierte Krypton-Quelle, die in Münster aufgebaut wird, eingegangen.

### 1.2.1 Neutrinomassenbestimmung

Grundlegend für das Experiment ist das Energiespektrum der Elektronen, welche beim  $\beta^-$ -Zerfall von Tritium entstehen. Da die Zerfallsenergie statistisch verteilt auf das Elektron und das Neutrino übertragen wird, handelt es sich um ein kontinuierliches Spektrum.

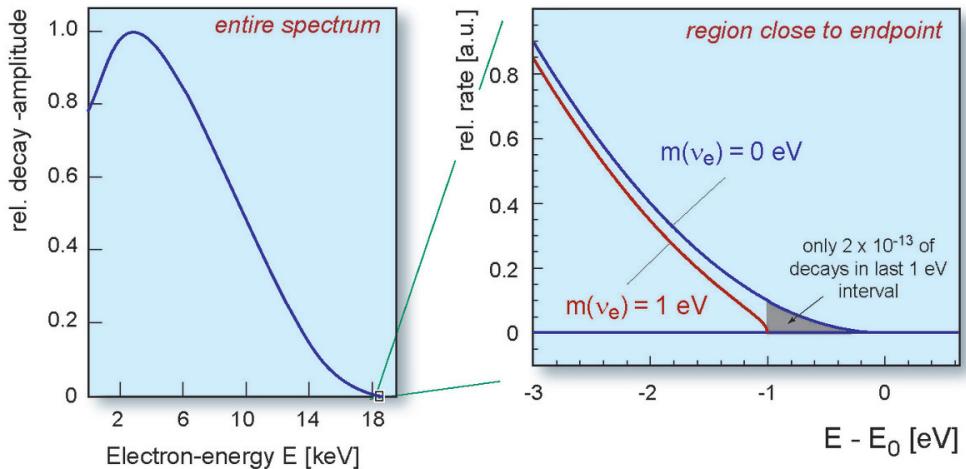


Abbildung 1.1: **Simulierte Energiespektrum der Elektronen beim Tritiumzerfall.** Links: Vollständiges Energiespektrum der  $\beta^-$ -Elektronen. Rechts: Ausschnitt des Spektrums bis 3 eV unterhalb des Endpunktes. Die blaue Kurve zeigt den Verlauf für ein masseloses Neutrino, die rote beschreibt ein Neutrino mit Ruhemasse 1 eV. Abbildung aus [KIT16].

Dieses ist als Simulation in Abbildung 1.1 zu sehen. Links ist das gesamte Spektrum abgebildet, rechts ist der für die Bestimmung der Neutrinomasse relevante Bereich um den Endpunkt des Spektrums zu sehen. Hier wird nahezu die gesamte Zerfallsenergie von 18571,8 eV [OW08] in Form von kinetischer Energie auf das Elektron übertragen. Man erkennt, dass für ein Neutrino mit Ruhemasse 1 eV (rote Kurve) der Endpunkt gegenüber dem eines masselosen Neutrinos (blaue Kurve) nach links verschoben ist und die Kurve eine andere Form besitzt. Bei präziser Vermessung des Endpunktsbereichs kann aus einem Fit der Messdaten mit einer geeigneten Modellfunktion die Neutrinomasse gewonnen werden.

Tritium eignet sich gegenüber anderen radioaktiven Stoffen für das KATRIN Experiment besonders gut, da die Zerfallsenergie vergleichsweise klein ist und bei einer Halbwertszeit von 12,3 a [OW08] die spezifische Aktivität sehr hoch ist. Daher wurde es auch in den zuvor erwähnten Experimenten in Mainz und Troisk verwendet. Mit verbesserten Techniken kann KATRIN allerdings eine deutlich höhere Genauigkeit erreichen.

### 1.2.2 Aufbau des KATRIN Experiments

Der prinzipielle Aufbau des Experiments ist in Abbildung 1.2 dargestellt.

Der  $\beta^-$ -Zerfall der Tritium-Moleküle findet in der fensterlosen, gasförmigen Tritiumquelle (engl. **Windowless, Gaseous Tritium Source**, kurz WGTS) statt. Von dort aus werden die Elektronen über ein von außen angelegtes Magnetfeld der Stärke 3,6 T in die Transportsektion gelenkt. Durch das Magnetfeld gelangen jedoch auch Tritium-Moleküle in diesen Abschnitt.

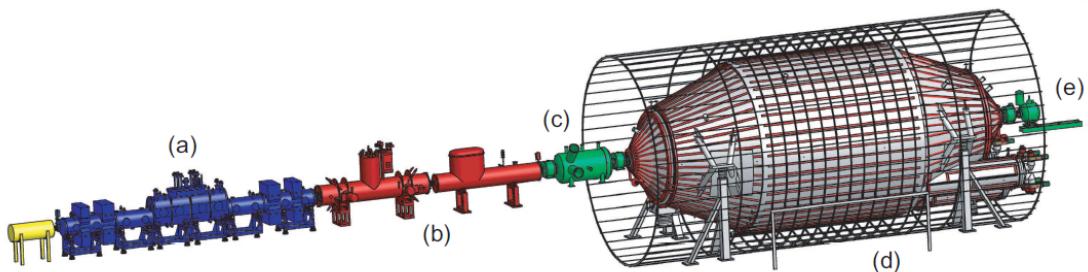


Abbildung 1.2: **Schematischer Überblick über den Aufbau des KATRIN Experiments**

(a) Fensterlose, gasförmige Tritiumquelle (WGTS) in blau sowie Kalibrations- und Überwachungssystem in gelb, (b) Transportsektion sowie differentielle (DPS) und kryogene Pumpstrecke (CPS), (c) Vorspektrometer, (d) Hauptspektrometer, (e) Detektor. Abbildung aus [Ost09].

Die Transportsektion besteht aus zwei Abschnitten, in denen die hohe Rate der Tritium-Moleküle reduziert wird. Auf diese Weise wird eine Kontamination des Spektrometers mit den radioaktiven Atomen vermieden. Zunächst wird in der differentiellen Pumpstrecke (**Differential Pumping Section**, kurz DPS) ein Großteil des Tritiums über Turbopumpen aus dem System entfernt. Anschließend wird in der kryogenen Pumpstrecke (**Cryogenic Pumping Section**, kurz CPS) das verbleibende Tritium ausgefroren. Dazu dienen Gold-oberflächen, die mit 6 K kaltem Argonfrost beschichtet sind. In diesem Abschnitt befindet sich außerdem die kondensierte Krypton-Quelle.

Da für die Bestimmung der Neutrinomasse der Endpunkt des Spektrums relevant ist, werden durch das Vorspektrometer die niederenergetischen Elektronen am Eindringen in das Hauptspektrometer gehindert. Dabei kommt ein sogenannter MAC-E-Filter (**Magnetic Adiabatic Collimation combined with an Electrostatic Filter**) zum Einsatz.

Das Hauptspektrometer dient der Selektion der Elektronen bezüglich ihrer kinetischen Energie. Auch hier wird ein MAC-E-Filter verwendet, der eine sehr hohe Auflösung von 0,93 eV besitzt.

Letztendlich verlassen nur die Elektronen, deren Energie sehr nahe am Endpunkt liegt, das Hauptspektrometer und gelangen zum Detektor. Dieser arbeitet nach dem Prinzip der Silizium-PIN-Dioden (engl. **Positive Intrinsic Negative Diode**, kurz PIN-Diode) und gliedert sich in 148 Segmente, sodass eine Ortsauflösung der detektierten Teilchen möglich wird.

### 1.2.3 Kondensierte Krypton-Quelle

Die kondensierte Krypton-Quelle (engl. **Condensed Krypton Source**, kurz CKrS) ist im Aufbau des KATRIN Experiments an der CPS vorgesehen, wie in Abbildung 1.3 links zu sehen ist. Sie kann bei Bedarf von oben mechanisch in den Bereich des Flussschlauchs gefahren werden und dient als Kalibrationsquelle zur Charakterisierung des elektrischen Feldes im Inneren des Hauptspektrometers.

Zur präzisen Kalibration wird eine Quelle für Elektronen mit einer reproduzierbaren,

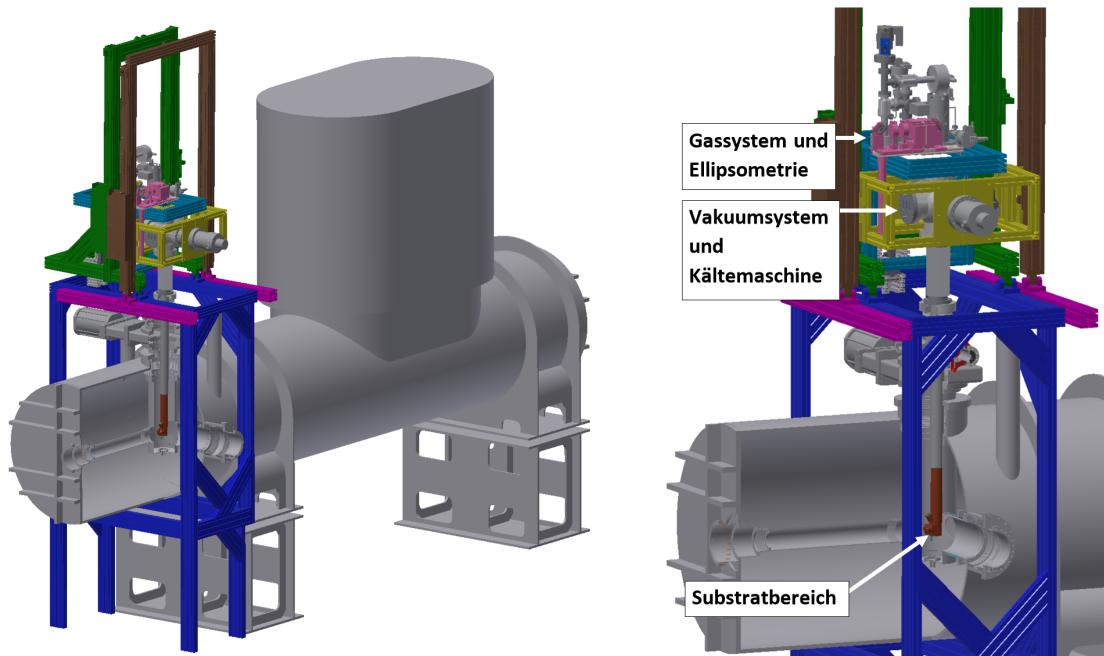


Abbildung 1.3: **Aufbau der vertikalen Krypton-Quelle an der CPS.** Links: Zu sehen ist die Platzierung der Krypton-Quelle innerhalb des Gesamtgestells an der CPS. Das dunkelblaue Gestell ist dabei fest mit dem Boden verbunden, während die Krypton-Quelle über das fahrbare, gelbe Gestell in den Flusschlauch bewegen werden kann. Rechts: Markiert sind die verschiedenen Bereiche der Krypton-Quelle.

möglichst schmalen Energielinie im Endpunktbereich des Tritiumspektrums benötigt. Das radioaktive Gas  $^{83m}\text{Kr}$  eignet sich gut als eine solche Elektronenquelle, da es mit einer Halbwertszeit von 1,83 h Elektronen mit einer Energie von 17,824 keV und einer Linienbreite von 2,7 eV emittiert [Bro16]. Die Elektronen stammen aus dem Prozess der inneren Konversion. Dabei kommt es zu einer elektromagnetischen Wechselwirkung zwischen dem angeregten Kern und den Hüllenelektronen. Infolgedessen wird die Energie an ein solches abgegeben und dieses sogenannte Konversionselektron verlässt das Atom. Somit werden von einem derartigen radioaktiven Stoff freie, monoenergetische Elektronen emittiert.

Als Quelle für das Krypton-Gas dient ein  $^{83}\text{Rb}$ -Präparat, in welchem die Kerne über Elektroneneinfang in den angeregten Zustand  $^{83m}\text{Kr}$  übergehen. Dieser Übergang ist in Abbildung 1.4 zu sehen. Im Aufbau an der CPS sollen die  $^{83m}\text{Kr}$ -Atome auf ein Substrat (in diesem Fall polykristallines Graphit: **H**ighly **O**riented **P**yrolytic **G**raphite, kurz HOPG) aufgefroren werden.

Der Gesamtaufbau der neuen Krypton-Quelle ist in Abbildung 1.3 rechts zu sehen. Es lassen sich grob drei Bereiche erkennen.

Das Substrat befindet sich im unteren Teil, der in den Flusschlauch hineingefahren wird (Substratbereich). Auf diese Weise können die Konversionselektronen in Richtung des KATRIN-Detektors emittiert werden und dort durch die ortsaufgelöste Betrachtung Aufschluss über die Beschaffenheit des elektrischen Feldes im Spektrometer geben.

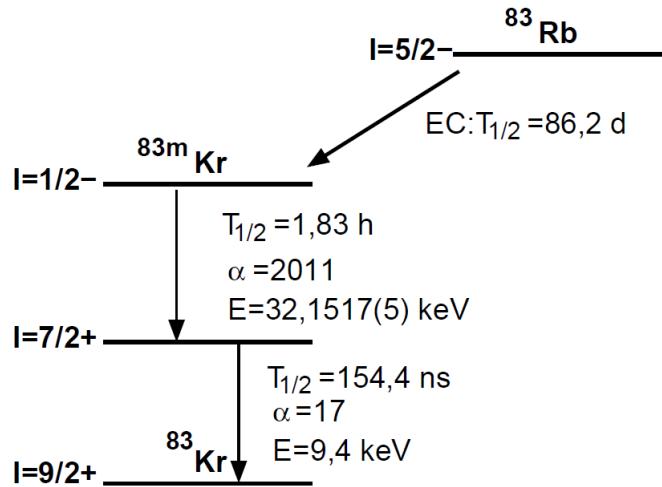


Abbildung 1.4: **Zerfallsschema von  $^{83m}\text{Kr}$ .** Der angeregte Zustand  $^{83m}\text{Kr}$  entsteht beim Elektroneneinfang von  $^{83}\text{Rb}$  und zerfällt anschließend in einem zweistufigen Prozess. Abbildung aus [Ost09].

Im oberen Teil, beim gelb gefärbten, fahrbaren Gestell befinden sich das Vakuum- und das Kryosystem. Über diese kann die Krypton-Quelle mithilfe einer Vorpumpe (Typ ACP 15 adixen, Pfeiffer Vacuum) sowie einer Turbomolekularpumpe (Leybold) evakuiert und mit einer Kältemaschine (Sumitomo) auf kryogene Temperaturen gebracht werden. Eine räumliche Trennung der beiden Bereiche ist vorteilhaft, da auf diese Weise die Vibratoren, die u.a. durch die Vakuumpumpe und die Kältemaschine entstehen, am Substrat verhindert werden können.

Der dritte Bereich befindet sich oberhalb des gelben Gestells. Auf dem hellblauen, ebenfalls fahrbaren Gestell werden das automatisierte Gassystem, welches das radioaktive Krypton-Gas aus der  $^{83}\text{Rb}$ -Quelle bereitstellt, und ein Teil der optischen Komponenten für den Ellipsometrie-Aufbau, der zur Überwachung der Reinheit des aufgefrorenen Krypton-Films dient, platziert. Die  $^{83}\text{Rb}$ -Quelle wird vom Substratbereich getrennt positioniert, um einer möglichen Kontamination des Hauptspektrometers durch die radioaktiven Atome vorzubeugen.

Des Weiteren gehört ein Laser-Ablationssystem zum Aufbau der Krypton-Quelle. Mit diesem kann das Substrat gereinigt, d.h. das aufgefrorene Krypton entfernt werden.

### 1.3 Motivation dieser Bachelorarbeit

Der alte Aufbau der Krypton-Quelle, der unter anderem in [Ost09] getestet wurde, sah eine horizontale Anordnung vor. Da für die Installation an der CPS aufgrund der räumlichen Gegebenheiten eine vertikale Orientierung der Quelle notwendig ist, müssen die einzelnen Bestandteile für diese Anforderungen modifiziert werden. Auch der Aufbau der Laser-Ellipsometrie muss in diesem Zusammenhang angepasst werden. Ziel dieser Bachelorarbeit ist es, einen neuen, für die vertikale Ausrichtung geeigneten Aufbau

vorzustellen und dessen Funktion in Testmessungen zu untersuchen.

Kapitel 2 widmet sich den theoretischen Grundlagen der Ellipsometrie. Es soll ein Einblick gegeben werden, auf welchem Messprinzip die Ellipsometrie basiert und welche Größen in diesem Zusammenhang relevant sind.

In Kapitel 3 wird anschließend der neue Aufbau der optischen Komponenten für die Laser-Ellipsometrie in der vertikal orientierten Krypton-Quelle vorgestellt. Dabei sollen speziell die Überlegungen, die bei der Planung eine Rolle gespielt haben, sowie die neu entworfenen Bauteile beschrieben werden. Weiter werden hier die Justage und die ersten Messungen bei Raumtemperatur, welche zunächst bei horizontal ausgerichteter Krypton-Quelle vorgenommen wurden, erläutert.

Da die Ellipsometrie-Messungen benötigt werden, um die Reinheit des Krypton-Filmes bei kryogenen Temperaturen zu bestimmen, wird in Kapitel 4 der Aufbau des Kryosystems zur Kühlung des Substrats erklärt. Des Weiteren werden die Ergebnisse von Testmessungen beim Kaltfahren der Quelle präsentiert.

In Kapitel 5 soll schließlich der Aufbau des automatisierten Gassystems, das gemeinsam mit der Ellipsometrieanordnung auf einem Gestell platziert wird, erklärt werden.

Im letzten Kapitel 6 folgt eine Zusammenfassung der Ergebnisse und ein Ausblick.

## 2 Theoretische Grundlagen der Ellipsometrie

Das optische Messverfahren der Ellipsometrie dient an der Krypton-Quelle zur Überprüfung der Reinheit des auf das Substrat aufgefrorenen Krypton-Filmes. Dabei werden die Unterschiede in der Polarisation von einfallendem und ausgehendem Strahl nach Auftreffen auf das Substrat untersucht, um daraus mithilfe einer Transformationsvorschrift Rückschlüsse auf die Beschaffenheit der Probe ziehen zu können. Bei der Transformationsvorschrift handelt es sich bei einem nicht depolarisierendem Medium, wie es hier vorliegt, um eine Jones-Matrix [Azz77].

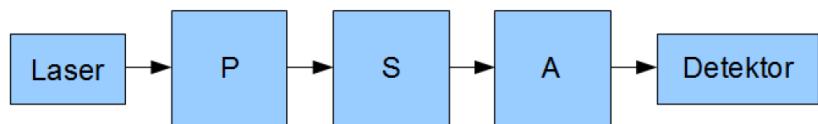


Abbildung 2.1: **Schematische Darstellung eines allgemeinen Ellipsometrieaufbaus.** Der Strahl eines **Lasers** als Lichtquelle durchläuft eine Anordnung von polarisierenden Komponenten **P** und trifft anschließend auf das Substrat oder die Probe **S**. Der im Polarisationszustand veränderte Strahl durchläuft einen Analysator **A** und wird anschließend von einem **Detektor** detektiert. Abbildung aus [Gre13].

Der allgemeine Aufbau für die Ellipsometrie ist in Abbildung 2.1 schematisch dargestellt. Es wird ein monochromatischer, kollimierter Laserstrahl als Lichtquelle verwendet, welcher zunächst durch optische, polarisierende Komponenten (P) in den gewünschten Polarisationszustand gebracht wird. Nach anschließender Interaktion mit der Probe (S) hat sich der Polarisationszustand verändert. Diese Änderung kann mithilfe eines Analysators (A) untersucht und die Intensität des transmittierten Lichts mit einem Photodetektor bestimmt werden.

In diesem Kapitel sollen die theoretischen Grundlagen der Polarisation und Reflexion von kohärenten Lichtwellen erläutert werden, um anhand dessen das Messprinzip der Ellipsometrie zu verdeutlichen.

### 2.1 Polarisation von Licht

Licht lässt sich für die Ausbreitung in einem optisch isotropen Medium als transversale, elektromagnetische Welle beschreiben. Dabei stehen die Vektoren des elektrischen Feldes  $\vec{E}$  und des magnetischen Feldes  $\vec{B}$  sowie der Wellenvektor  $\vec{k}$  senkrecht zueinander. Die

Polarisation einer elektromagnetischen Welle wird über den elektrischen Feldvektor  $\vec{E}$  definiert. Eine ebene Welle kann als Überlagerung zweier orthogonaler Teilwellen mit definierter Polarisation dargestellt werden [Jac06]. Liegt dabei die Ausbreitungsrichtung der Welle in  $z$ -Richtung, kann eine polarisierte Welle allgemein beschrieben werden durch einen zwei komponentigen Vektor:

$$\vec{E}(z, t) = (\tilde{E}_x \vec{e}_x + \tilde{E}_y \vec{e}_y) e^{i(kz - \omega t)}. \quad (2.1)$$

- $\tilde{E}_x, \tilde{E}_y$  komplexe Amplituden der Welle,  
 $\vec{e}_x, \vec{e}_y$  Einheitsvektoren eines rechtshändigen Orthonormalsystems,  
 $\omega = 2\pi f$  Kreisfrequenz,  
 $k = \frac{2\pi}{\lambda}$  Wellenvektor.

Zwischen zwei Wellen verschiedener Polarisation kann eine Phasendifferenz bestehen, sodass die Amplituden  $\tilde{E}_x$  und  $\tilde{E}_y$  im Allgemeinen komplex sind [Jac06]. Diese lassen sich ausdrücken durch

$$\tilde{E}_x = \mathcal{E}_x \cdot e^{i\delta_x}, \quad (2.2)$$

$$\tilde{E}_y = \mathcal{E}_y \cdot e^{i\delta_y}. \quad (2.3)$$

Für die physikalische Beschreibung der Polarisation ist die relative Phasendifferenz  $\delta = \delta_y - \delta_x$  sowie das relative Amplitudenverhältnis relevant. Zudem kann nur die Intensität  $I = E(z, t) \cdot E^*(z, t)$  detektiert werden, weshalb nur der Realteil des elektrischen Feldes betrachtet wird:

$$\vec{\mathcal{E}}(z, t) = \mathcal{E}_x \vec{e}_x \cos(kz - \omega t) + \mathcal{E}_y \vec{e}_y \cos(kz - \omega t + \delta). \quad (2.4)$$

Im allgemeinen sind die Amplituden und Phasen der beiden Komponenten unterschiedlich, sodass der Endpunkt des Vektors  $\vec{\mathcal{E}}$  eine Ellipse beschreibt. Man spricht daher von **elliptisch polarisiertem Licht**. Zusätzlich werden zwei wichtige Spezialfälle unterschieden.

### 2.1.1 Linear polarisiertes Licht

Falls die Phasendifferenz  $\delta$  ein ganzzahliges Vielfaches von  $\pi$  beträgt, schwingt der Vektor  $\vec{\mathcal{E}}$  entlang einer Gerade in der  $xy$ -Ebene. Das Licht ist damit **linear polarisiert**.

Bei der Reflexion einer Welle an einer Grenzfläche, die in Kapitel 2.3 näher untersucht wird, kann zusätzlich zwischen parallel und senkrecht polarisiertem Licht unterschieden werden. Betrachtet werden soll ein Lichtstrahl, der in der  $xz$ -Ebene einfällt und auf eine Grenzfläche in der  $xy$ -Ebene trifft (siehe hierzu Abbildung 2.2 auf Seite 12).

Für den Fall  $\mathcal{E}_x = 0$ , schwingt der Vektor  $\vec{\mathcal{E}}$  senkrecht zur Einfallsebene und wird daher **s-polarisiert** genannt:

$$\vec{\mathcal{E}}(z, t) = \mathcal{E}_y \vec{e}_y \cos(kz - \omega t). \quad (2.5)$$

Ist umgekehrt  $\mathcal{E}_y = 0$ , liegt  $\vec{\mathcal{E}}$  parallel zur Einfallsebene und das Licht wird als **p-polarisiert** bezeichnet:

$$\vec{\mathcal{E}}(z, t) = \mathcal{E}_x \vec{e}_x \cos(kz - \omega t). \quad (2.6)$$

### 2.1.2 Zirkular polarisiertes Licht

Der zweite wichtige Spezialfall tritt ein, falls die Amplituden der Teilwellen den gleichen Betrag  $\mathcal{E}_0 = \mathcal{E}_x = \mathcal{E}_y$  besitzen und die Phasendifferenz ein ungeradzahliges Vielfaches von  $\frac{\pi}{2}$  beträgt. In diesem Fall ergibt sich:

$$\vec{\mathcal{E}}(z, t) = \mathcal{E}_0 (\vec{e}_x \cos(kz - \omega t) \pm \vec{e}_y \sin(kz - \omega t)). \quad (2.7)$$

Somit beschreibt der Endpunkt des Vektors  $\vec{\mathcal{E}}$  beim Fortschreiten der Welle um eine Wellenlänge einen vollständigen Kreis und das Licht wird als **zirkular polarisiert** bezeichnet. Hierbei wird je nach Vorzeichen unterschieden in **rechtszirkular** (+) für eine positive Phasendifferenz  $\delta$  und **linkszirkular polarisiertes Licht** (−) für eine negative Phasendifferenz  $\delta$ .

## 2.2 Jones-Formalismus

Die Beschreibung von polarisiertem Licht kann über den von R. Clark Jones eingeführten, sehr kompakten Formalismus durch sogenannte Jones-Vektoren und Jones-Matrizen geschehen [Hec14].

### 2.2.1 Jones-Vektor

Der Jones-Vektor ist dabei gegeben als

$$\vec{J} = \begin{bmatrix} \tilde{E}_x \\ \tilde{E}_y \end{bmatrix} \quad (2.8)$$

mit den komplexen Amplituden aus 2.2 und 2.3. Häufig ist eine genaue Kenntnis der Amplituden und Phasen wenig relevant, sodass die Intensitäten normiert werden können und deutlich einfachere Ausdrücke entstehen. Auf diese Weise lassen sich die oben beschriebenen Spezialfälle von linear und zirkular polarisiertem Licht wie folgt darstellen.

Für **linear polarisiertes** Licht ergibt sich für einen allgemeinen Winkel der Polarisation zur Einfallsebene  $\varphi$  der normierte Jones-Vektor [Rei12]:

$$\vec{J}_{\text{lin}} = \begin{bmatrix} \cos \varphi \\ \sin \varphi \end{bmatrix} \quad (2.9)$$

Im Fall von **zirkular polarisiertem** Licht sind die Amplituden gleich groß  $\mathcal{E}_x = \mathcal{E}_y = \mathcal{E}_0$  und die Phasen unterscheiden sich für rechts- bzw. linkszirkular polarisiertes Licht um

$+\frac{\pi}{2}$  bzw.  $-\frac{\pi}{2}$ , sodass sich für die normierten Jones-Vektoren ergibt:

$$\vec{J}_{\text{rechts}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{bmatrix} 1 \\ e^{-i\pi/2} \end{bmatrix} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{bmatrix} 1 \\ -i \end{bmatrix} \quad (2.10)$$

$$\vec{J}_{\text{links}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{bmatrix} 1 \\ e^{i\pi/2} \end{bmatrix} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{bmatrix} 1 \\ i \end{bmatrix} \quad (2.11)$$

Für den allgemeinen Fall von elliptisch polarisiertem Licht ist der Jones-Vektor gegeben als [Rei12]:

$$\vec{J}_{\text{ell}} = \begin{bmatrix} \cos \alpha \\ \sin \alpha \cdot e^{i\delta} \end{bmatrix} \quad (2.12)$$

mit  $\alpha = \arctan(\mathcal{E}_y/\mathcal{E}_x)$ .

### 2.2.2 Jones-Matrizen

Durchläuft ein Lichtstrahl eine optische Komponente, wird dabei sein Polarisationszustand verändert. D.h. der einfallende Strahl mit dem Jones-Vektor  $\vec{J}_{\text{ein}}$  wird transformiert und tritt als  $\vec{J}_{\text{aus}}$  aus dem Bauteil heraus. Diese Transformation lässt sich mithilfe einer  $2 \times 2$ -Matrix  $\mathcal{M}$ , die als Jones-Matrix bezeichnet wird, beschreiben:

$$\vec{J}_{\text{aus}} = \mathcal{M} \vec{J}_{\text{ein}}. \quad (2.13)$$

Beispielhaft sollen nun die Jones-Matrizen für einen Linearpolarisator und für Verzögerungsplatten (speziell die eines  $\lambda/4$ -Plättchens), welche auch im Ellipsometrieaufbau zum Einsatz kommen, betrachtet werden.

Bei einem **horizontalen Linearpolarisator** wird für einen einfallenden, beliebig polarisierten Strahl  $\vec{J}_{\text{ein}} = \begin{bmatrix} \tilde{E}_x \\ \tilde{E}_y \end{bmatrix}$  nur der Anteil, der in  $x$ -Richtung polarisiert ist, durchgelassen,

d.h.  $\vec{J}_{\text{aus}} = \begin{bmatrix} \tilde{E}_x \\ 0 \end{bmatrix}$ . Dies ist gerade für folgende Jones-Matrix gegeben:

$$\mathcal{M}_{\text{LP}} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix}. \quad (2.14)$$

Eine beliebige **Verzögerungsplatte** kann die Polarisation und Phase von Licht beim Durchlaufen ändern. Dieser Effekt beruht darauf, dass das Medium einer Verzögerungsplatte zwei zueinander orthogonale Polarisations-Eigenzustände mit verschiedenen Brechungssindizes besitzt. Man unterscheidet zwischen der schnellen und langsamen Achse. Fällt eine Welle ein, die Anteile in beide Richtungen besitzt, entwickelt sich eine Phasendifferenz  $\Delta\phi$ , da die Achsen mit unterschiedlicher Geschwindigkeit durchlaufen werden. Für eine solche Verzögerungsplatte mit vertikal ausgerichteter schnellen Achse ergibt sich

folgende Jones-Matrix [Rei12]:

$$\mathcal{M}_V = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{-i\Delta\phi} \end{bmatrix}. \quad (2.15)$$

Ein  **$\lambda/4$ -Plättchen** ist ein spezielles Beispiel für eine Verzögerungsplatte, bei der die Phasendifferenz  $\Delta\phi = \pi/2$  beträgt. Damit kann linear polarisiert einfallendes Licht in zirkular polarisiertes umgewandelt werden und umgekehrt. Ist dabei die schnelle Achse vertikal ausgerichtet, lautet die Jones-Matrix:

$$\mathcal{M}_{\lambda/4} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -i \end{bmatrix}. \quad (2.16)$$

Wird eine Reihe von  $n$  optischen Komponenten durchlaufen, ergibt sich der Jones-Vektor des ausgehenden Strahls zu:

$$\vec{J}_{\text{aus}} = \mathcal{M}_n \dots \mathcal{M}_2 \mathcal{M}_1 \vec{J}_{\text{ein}}. \quad (2.17)$$

Dabei ist die Reihenfolge, in der die Matrizen angewandt werden, zu beachten, da diese im Allgemeinen nicht kommutativ sind [Rei12].

## 2.3 Licht an Grenzflächen

Bei dem verwendeten Ellipsometrie-Verfahren wird die Reflexion des Lichts an der Probe ausgenutzt. Daher soll im Folgenden erläutert werden, was beim Auftreffen eines Lichtstrahls auf eine Grenzfläche geschieht.

In Abbildung 2.2 wird das Verhalten einer ebenen, monochromatischen Lichtwelle beliebiger Polarisation an einer planaren Grenzfläche dargestellt. Die beiden Medien sollen dabei dielektrisch isotrop, nicht verlustbehaftet und nicht magnetisch sein. Hierbei wird der einfallende Strahl (Index 1) in einen gebrochenen (Index 2) und einen reflektierten Teil (Index 3) aufgespalten. An der Grenzfläche fallen die Wellen genau dann zusammen, wenn Einfalls- und Ausfallswinkel gleich sind, d.h.  $\theta_1 = \theta_3$ , und für den gebrochenen Anteil das **Snelliussche Brechungsgesetz** gilt:

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2. \quad (2.18)$$

Die drei Strahlen können durch Jones-Vektoren  $\vec{J}_1$ ,  $\vec{J}_2$  und  $\vec{J}_3$  gemäß 2.8 dargestellt werden. Die Beziehungen des einfallenden zum reflektierten bzw. transmittierten Strahl lassen sich durch  $2 \times 2$ -Jones-Matrizen  $\mathbf{r}$  und  $\mathbf{t}$  ausdrücken:

$$\vec{J}_2 = \mathbf{t} \cdot \vec{J}_1, \quad (2.19)$$

$$\vec{J}_3 = \mathbf{r} \cdot \vec{J}_1. \quad (2.20)$$

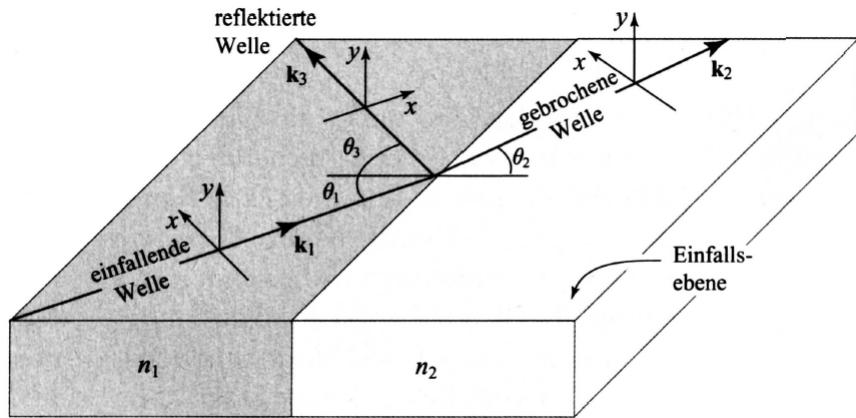


Abbildung 2.2: **Reflexion und Transmission von Licht an einer Grenzfläche.** Beim Auftreffen einer ebenen Welle (Index 1) auf eine Grenzfläche, wird diese teilweise reflektiert (Index 3) und teilweise gebrochen (Index 2). Dabei spannen die einfallende und die reflektierte Welle die sogenannte EinfallsEbene auf und der Einfallsinkel  $\theta_1$  ist gleich dem Ausfallswinkel  $\theta_3$ . Der gebrochene (transmittierte) Strahl tritt unter dem Brechungswinkel  $\theta_2$ , der durch das **Snelliussche Brechungsgesetz** bestimmt ist, in das zweite Medium ein. Abbildung aus [Sal08].

Diese Jones-Matrizen ergeben sich unter Berücksichtigung der Stetigkeitsbedingungen an Grenzflächen, welche für s- bzw. p-polarisiertes Licht separat erfüllt sind, als Diagonalmatrizen [Sal08]:

$$\mathbf{r} = \begin{bmatrix} r_p & 0 \\ 0 & r_s \end{bmatrix}, \quad \mathbf{t} = \begin{bmatrix} t_p & 0 \\ 0 & t_s \end{bmatrix} \quad (2.21)$$

Dabei werden  $t_p$  und  $t_s$  als Transmissions- und  $r_p$  und  $r_s$  als Reflexionskoeffizienten bezeichnet. Diese sind im Allgemeinen komplex. Im Fall eines nicht verlustbehafteten und nicht magnetischen, dielektrischen Mediums ergeben sie sich aus folgenden Gleichungen, die als **Fresnelgleichungen** bekannt sind [Azz77]:

$$r_p = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2}, \quad t_p = (1 + r_p) \frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2}; \quad (2.22)$$

$$r_s = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2}, \quad t_s = 1 + r_s. \quad (2.23)$$

## 2.4 Verhalten von Licht an einem 3-Schicht-System

Bei der Ellipsometriemessung an der kondensierten Krypton-Quelle liegt ein 3-Schicht-System bestehend aus Vakuum, einem dünnen, kondensierten Film aus Krypton und dem HOPG als Substrat vor. In diesem Abschnitt soll gezeigt werden, wie sich die Polarisation des Lichts bei der Reflexion an einem solchen verändert und welche Größen für das Verfahren der Ellipsometrie relevant sind.

In Abbildung 2.3 ist schematisch die Reflexion und Transmission eines Lichtstrahls an einem 3-Schichten-System, das sich aus Vakuum (Index 0), dem dünnen Film (Index 1)

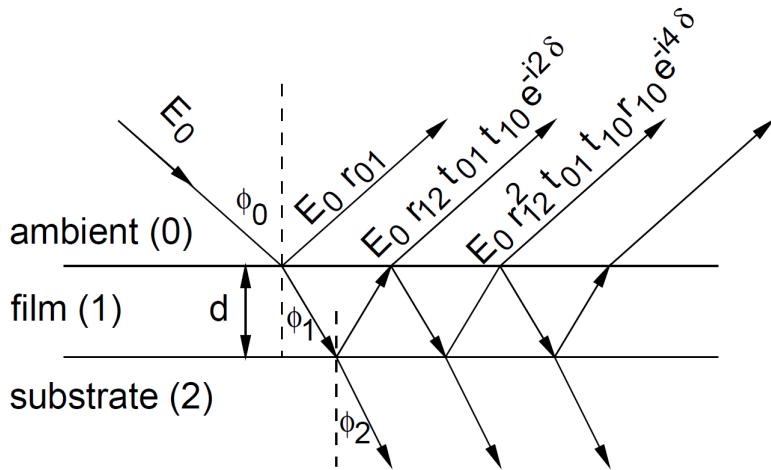


Abbildung 2.3: **Reflexion und Transmission einer ebenen Welle an einem 3-Schicht-System.** Das 3-Schicht-System besteht aus Vakuum (0), Film (1) der Schichtdicke  $d$  und Substrat (2), deren Grenzflächen eben und parallel zueinander angenommen werden. Der Einfallswinkel des Lichts mit der Intensität  $E_0$  wird mit  $\phi_0$  bezeichnet. Bei  $\phi_1$  und  $\phi_2$  handelt es sich um die Brechungswinkel an der jeweiligen Grenzfläche. Die Intensität der austretenden Strahlen ergibt sich mit den Fresnelkoeffizienten  $r_{01}$ ,  $r_{10}$ ,  $r_{12}$ ,  $t_{01}$  und  $t_{10}$  sowie der Phase  $\delta$ . Abbildung aus [Ost09].

und dem Substrat (Index 2) zusammensetzt, gezeigt. Man erkennt, dass es durch vielfache Reflexionen innerhalb des 3-Schicht-Systems zu einer Überlagerung von mehreren Wellen mit unterschiedlichen Phasendifferenzen kommt. Durch diese Vielstrahlinterferenz besitzt der ausfallende Strahl eine andere Polarisation als der einfallende. Die drei Medien besitzen die komplexen Brechungssindizes  $N_0$ ,  $N_1$  sowie  $N_2$  und werden als homogen und isotrop angenommen. Das für die Krypton-Quelle verwendete HOPG-Substrat weist allerdings eine Anisotropie auf. Dies soll in Abschnitt 2.5 näher beschrieben werden.

Bei dem einfallenden Strahl soll es sich um s- oder p-polarisiertes Licht<sup>1</sup> der Intensität  $E_0$  handeln. Dieses trifft unter dem Winkel  $\phi_0$  auf die Grenzfläche zwischen Vakuum und Film (im Folgenden Grenzfläche **01** genannt) und wird dort zum einen Teil reflektiert (Reflexionskoeffizient  $r_{01}$ ) und zum anderen unter dem Brechungswinkel  $\phi_1$  transmittiert (Transmissionskoeffizient  $t_{01}$ ).

Der gebrochene Anteil der einfallenden Welle trifft auf die Grenzfläche **12** von Film und Substrat. Die an dieser Stelle unter dem Winkel  $\phi_2$  transmittierte Teilwelle wird vom Substrat absorbiert. Die reflektierte Teilwelle besitzt die Intensität  $E_0 t_{01} r_{12}$  und wird an der Grenzfläche **10** erneut aufgeteilt. Der transmittierte Anteil überlagert sich mit der ersten reflektierten Teilwelle. Diese beiden Wellen besitzen einen Gangunterschied, welcher sich in einem Phasenwinkel  $\delta$  der Form

$$\delta = \frac{2\pi}{\lambda} d N_1 \cos \phi_1 = \frac{2\pi}{\lambda} d \sqrt{N_1^2 - N_0^2 \sin^2 \phi_0} \quad (2.24)$$

<sup>1</sup>Die folgende Herleitung gilt für beide Fälle gleichermaßen, sodass auf die Indizes p oder s verzichtet wird.

ausdrücken lässt [Azz77], sodass ein Phasenfaktor  $e^{-i2\delta}$  folgt und die transmittierte Welle eine Intensität von  $E_0 t_{01} r_{12} t_{10} e^{-i2\delta}$  besitzt. Analog kann die Intensität der weiteren ins Vakuum transmittierten Wellen bestimmt werden. Anhand des Phasenwinkels erkennt man, dass die Polarisationsänderung in Zusammenhang mit der Schichtdicke  $d$  steht.

Nun soll der totale, komplexe Amplitudenreflexionskoeffizient  $R$  des vom Substrat ausgehenden Strahls bestimmt werden. Dieser ergibt sich aus Addition aller reflektierten Teilwellen:

$$R = r_{01} + t_{01} t_{10} r_{12} e^{-i2\delta} + t_{01} t_{10} r_{10} r_{12}^2 e^{-i4\delta} + t_{01} t_{10} r_{10}^2 r_{12}^3 e^{-i6\delta} + \dots . \quad (2.25)$$

Fasst man dies als unendliche geometrische Reihe auf und betrachtet deren Grenzwert mit den Beziehungen [Azz77]

$$r_{10} = r_{01} \quad t_{01} t_{10} = 1 - r_{01}^2, \quad (2.26)$$

resultiert folgender Amplitudenreflexionskoeffizient:

$$R = \frac{r_{01} + r_{12} e^{-2i\delta}}{1 + r_{10} r_{12} e^{-2i\delta}}. \quad (2.27)$$

Diese Gleichung gilt sowohl für p- als auch s-polarisiertes Licht separat. Es ergeben sich für  $R_p$  und  $R_s$  unterschiedliche Werte, da sich die Reflexionskoeffizienten für p- bzw. s-polarisiertes Licht  $r_{01p}$  und  $r_{01s}$  bzw.  $r_{12p}$  und  $r_{12s}$  gemäß Gleichungen 2.22 und 2.23 unterscheiden.

Bei der experimentellen Durchführung wird aus den Messergebnissen das Verhältnis der gesamten, komplexen Reflexionskoeffizienten für die zueinander orthogonalen Polarisationszustände (p- und s-polarisiertes Licht) bestimmt:

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = \frac{r_{01p} + r_{12p} e^{-2i\delta}}{1 + r_{10p} r_{12p} e^{-2i\delta}} \cdot \frac{1 + r_{10s} r_{12s} e^{-2i\delta}}{r_{01s} + r_{12s} e^{-2i\delta}}. \quad (2.28)$$

Indem die Reflexionskoeffizienten  $R_p$  und  $R_s$  als Funktion ihrer Absolutwerte und Phasen

$$R_p = |R_p| e^{i\delta_{R_p}}, \quad R_s = |R_s| e^{i\delta_{R_s}} \quad (2.29)$$

beschrieben werden, kann  $\rho$  als komplexe Zahl parametrisiert werden:

$$\rho = \tan \Psi e^{i\Delta}. \quad (2.30)$$

$$\begin{aligned} \Psi &= \arctan \left( \frac{|R_p|}{|R_s|} \right) && \text{unterschiedliche Veränderung der Amplituden,} \\ \Delta &= \delta_{R_p} - \delta_{R_s} && \text{unterschiedliche Phasenverschiebung.} \end{aligned}$$

## 2.5 Anisotropie des HOPG-Substrats

Als Substrat dient im Ellipsometrie-Aufbau das sogenannte **Highly Oriented Pyrolytic Graphite** (HOPG). Natürlich vorkommendes Graphit weist zu kleine Kristalle auf, sodass auf dieses polykristalline Material zurückgegriffen wird. Wie in 2.4 zu sehen, besteht HOPG aus übereinander gelagerten Schichten in Sechseck-Struktur. Da diese nur durch schwache Van-der-Waals-Kräfte gebunden sind, lässt sich das Material entlang der Ebenen leicht spalten.

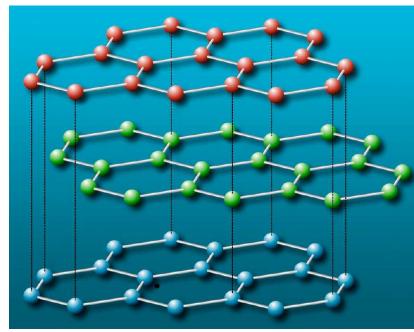


Abbildung 2.4: **Kristallstruktur von HOPG**. Abbildung aus [Ost09].

Bei HOPG handelt es sich um einen uniaxialen, d.h. anisotropen Kristall, bei dem es zur **Doppelbrechung** kommt. Dabei besitzt der Kristall für Licht unterschiedlicher Polarisation zwei Brechungsindizes  $N_o = n_o + ik_o$  und  $N_e = n_e + ik_e$ , sodass ein ordentlicher (**ordinary**) und ein außerordentlicher (**extraordinary**) Strahl entstehen. Diese beiden Strahlen besitzen voneinander verschiedene Polarisationen. Der anisotrope Kristall lässt sich durch ein sogenanntes Indexellipsoid beschreiben, das für eine unter dem Winkel  $\theta$  zur optischen Achse einfallenden Welle folgende Form annimmt [Weg10]:

$$\frac{1}{n(\theta)} = \frac{\cos^2 \theta}{n_o^2} + \frac{\sin^2 \theta}{n_e^2}. \quad (2.31)$$

Dies muss in Gleichung 2.28 für die Reflexionskoeffizienten an der Grenzfläche **12** berücksichtigt werden. Liegt dabei die optische Achse senkrecht zur Grenzfläche, muss der Reflexionskoeffizient  $r_{12p}$ , der durch Gleichung 2.22 beschrieben wird, angepasst werden. Hierzu wird  $n_2$  durch  $n(\theta_e)$  aus Gleichung 2.31 ersetzt mit dem Brechungswinkel

$$\theta_e = \arcsin \left( \frac{n_e \sin \theta_o}{\sin^2 \theta_o (n_e^2 - n_o^2) + n_e^2} \right). \quad (2.32)$$

Insgesamt lautet somit die Gleichung für den Reflexionskoeffizienten im Falle von p-polarisiertem Licht am Substrat:

$$r_{12p} = \frac{n(\theta_e) \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n(\theta_e) \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2}. \quad (2.33)$$

Diese Korrektur muss für Berechnungen zur Ellipsometrie berücksichtigt werden.

## 2.6 Nullellipsometrie in PCSA-Anordnung

Die experimentelle Bestimmung des Verhältnisses der Reflexionskoeffizienten  $\rho$  kann über einen Nullellipsometrie-Aufbau in PCSA-Anordnung, wie er in Abbildung 2.5 zu sehen ist, geschehen. Das grundlegende Prinzip des Aufbaus ist, Polarisator, Kompensator und Analysator so einzustellen, dass das Licht nach der Reflexion am Substrat auf den Analysator treffen und von diesem ausgelöscht werden kann. Dadurch ist am Photodetektor keine Intensität messbar.

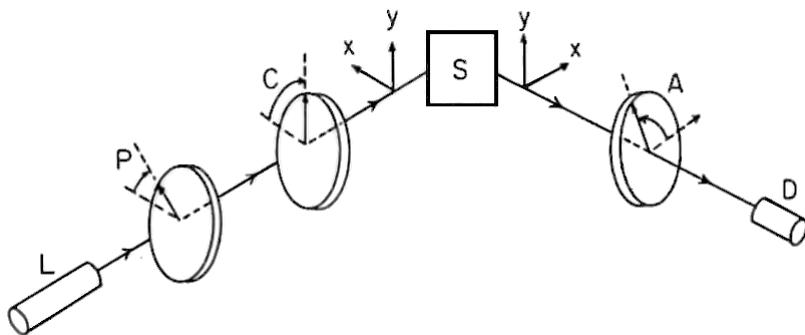


Abbildung 2.5: **Schematische Darstellung einer PCSA-Ellipsometrieanordnung.** Der Aufbau besteht aus einer Lichtquelle **L** (für die Krypton-Quelle ist dies ein grüner He-Ne-Laser mit  $\lambda = 543,5 \text{ nm}$ ), einem Linearpolarisator **P**, einem  $\lambda/4$ -Plättchen **C**, das als Kompensator dient, dem optischen Substrat **S**, einem Analysator **A** und einem Photodetektor **D**. Das optische System besitzt die eingeziehenen Eigenzustände  $x$  und  $y$ . Die azimutalen Winkel **P**, **C** und **A** werden ausgehend von der Richtung der  $x$ -Eigenpolarisation gegen den Uhrzeigersinn positiv gezählt. Abbildung aus [Azz77].

Nun soll die Änderung der Polarisation beim Durchgang eines Laserstrahls aus der Lichtquelle durch die optischen Komponenten der PCSA-Anordnung betrachtet werden. Dazu ist eine Beschreibung des Strahls und der optischen Komponenten mit dem Jones-Formalismus, der in Abschnitt 2.2 eingeführt wurde, zweckmäßig.

Die Jones-Matrizen der einzelnen Elemente lauten [Azz77]:

$$\begin{aligned}
 \text{Linearpolarisator:} \quad \mathcal{M}_{\text{LP}}^{te} &= K_{\text{LP}} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \\
 \text{Kompensator:} \quad \mathcal{M}_{\text{C}}^{fs} &= K_{\text{C}} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -i \end{bmatrix} \\
 \text{Substrat:} \quad \mathcal{M}_{\text{S}}^{xy} &= \begin{bmatrix} V_{ex} & 0 \\ 0 & V_{ey} \end{bmatrix} \\
 \text{Analysator:} \quad \mathcal{M}_{\text{A}}^{te} &= K_{\text{A}} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix}
 \end{aligned}$$

Der obere Index gibt hierbei die Eigenzustände des jeweiligen optischen Elements an, die als Basen dienen. Für Linearpolarisator und Analysator sind dies die Transmissions- und Extinktions-Achse, beim Kompensator ( $\lambda/4$ -Plättchen) handelt es sich um die schnelle

(fast) und langsame (slow) Achse und bei der Probe um die Eigenpolarisationen der Reflexion in **x**- und **y**-Richtung. Die Konstanten  $K_{LP}$ ,  $K_C$  und  $K_A$  berücksichtigen, dass bei der Transmission durch das optische Element die Amplituden abgeschwächt und die Phasen verschoben werden. Für das Substrat sind  $V_{ex}$  und  $V_{ey}$  die Eigenwerte der beiden Eigenpolarisationsrichtungen, deren Verhältnis  $\rho_S = \frac{V_{ex}}{V_{ey}}$  nun bestimmt werden soll.

Das komplette System dieser PCSA-Anordnung kann gemäß 2.17 durch eine resultierende Jones-Matrix beschrieben werden. Dazu müssen die einzelnen Matrizen miteinander in der korrekten Reihenfolge multipliziert werden. Da die Komponenten unterschiedliche Eigenpolarisations-Koordinatensysteme besitzen, müssen die Matrizen vor der jeweiligen Multiplikation durch eine passende Rotationsmatrix in das Koordinatensystem des nächsten Elements überführt werden. Daraus erhält man für das austretende Licht folgende Gleichung [Azz77]:

$$L = K_{LP} K_C K_A \left\{ V_{ex} \cos A [\cos C \cos(P - C) + i \sin C \sin(P - C)] + V_{ey} \sin A [\sin C \cos(P - C) - i \cos C \sin(P - C)] \right\}. \quad (2.34)$$

Durch den Detektor wird die Lichtintensität gemessen, d.h das Signal ist gegeben als:

$$\mathcal{L}_D = \text{const.} \cdot |L|^2. \quad (2.35)$$

Idealerweise sollen  $P$ ,  $C$  und  $A$  so eingestellt werden, dass es zur Auslöschung des Lichtes nach dem Analysator kommt und somit die gemessene Intensität am Detektor Null wird:

$$\mathcal{L}_D = 0 \Leftrightarrow L = 0 \quad (2.36)$$

Mit dieser Bedingung erhält man durch Umstellen der Gleichung 2.34 das Verhältnis der Eigenwerte des optischen Substrates  $\rho_S$ :

$$\rho_S = \frac{V_{ex}}{V_{ey}} = -\tan A \frac{\tan C - i \tan(P - C)}{1 + i \tan C \tan(P - C)} \quad (2.37)$$

Standardmäßig wird der Winkel, den der Kompensator einnimmt, fixiert und durch Einstellen des Polarisators und Analysators das Minimum gesucht. Wählt man die schnelle Achse unter einem Winkel von  $C = \pm\pi/4$ , vereinfacht sich der Ausdruck in 2.37 zu:

$$\rho_S = \mp \tan A e^{\mp 2i(P \mp \pi/4)}. \quad (2.38)$$

Gleichung 2.38 wird von zwei Wertpaaren gelöst, welche die Lichtintensität am Detektor im Idealfall zum Auslöschen bringen:

$$(P, A) \quad \text{und} \quad (P', A') = \left( P + \frac{\pi}{2}, \pi - A \right). \quad (2.39)$$

## 2.7 Nullellipsometrie mit festem Analysator

An der CPS lässt sich der Aufbau mit einem festen Kompensator so nicht realisieren. Grund hierfür ist zum Einen, dass der Strahl nach der Reflexion am Substrat nicht aus der CPS herausgeführt werden kann, ohne dass er zu stark aufgeweitet wird. Zum anderen ist es nur sehr schwer möglich, den Analysator im Vakuum und Magnetfeld zu drehen. Daher wird die bei der Krypton-Quelle eingesetzte Ellipsometrie mit einem festen Analysator und rotierbaren Kompensator betrieben (PC-Ellipsometrie). In [Gre13] konnte gezeigt werden, dass ein solcher Aufbau vergleichbare Ergebnisse zur zuvor beschriebenen PA-Ellipsometrie liefert.

Die im vorigen Abschnitt hergeleitete Gleichung 2.37 gilt auch für diesen Fall. Nun wird jedoch  $A$  auf einen festen Wert gesetzt und  $P$  sowie  $C$  variiert.

In Abbildung 2.6 ist ein simuliertes Intensitätsprofil einer vollständigen Ellipsometriemessung auf dem HOPG-Substrat zu sehen. Für die Berechnung der Intensitäten wird Gleichung 2.35 ausgenutzt. In Abschnitt 3.4 soll ein solches Intensitätsprofil für das HOPG-Substrat bei Raumtemperatur aufgenommen und mit der Simulation verglichen werden.

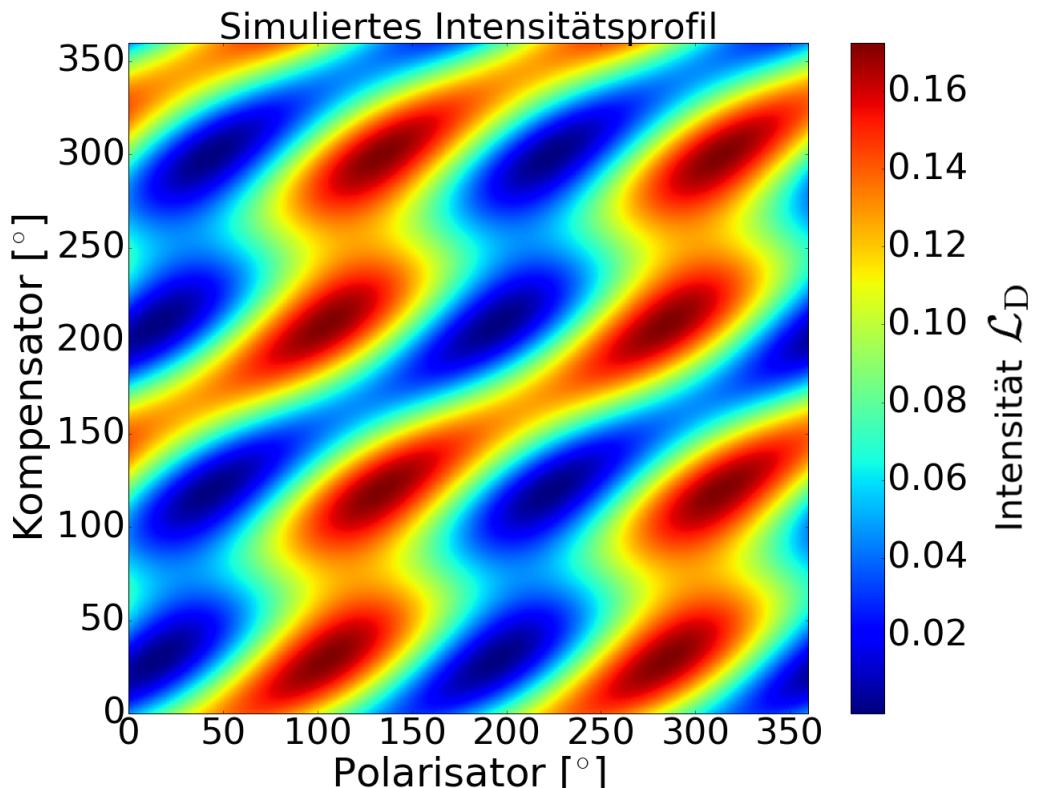


Abbildung 2.6: **Simulation einer vollständigen Ellipsometrie-Messung am HOPG-Substrat.** Zu sehen ist das Intensitätsprofil für Polarisator- und Kompensatorwinkel im Bereich von  $0^\circ$  bis  $360^\circ$  für eine Messung auf dem HOPG-Substrat ohne aufgefrorenes Krypton. Dabei wurde ein Analysatorwinkel von  $A = 27,99^\circ$  zur Einfallsebene angenommen. Die Laserwellenlänge beträgt  $\lambda = 543,5\text{ nm}$  und der Einfallsinkel  $\phi_0 = 60^\circ$ . Abbildung aus [Sac16].

Wird nun auf das HOPG-Substrat ein Film aufgefroren, kommt es zu einer Verschiebung der im Intensitätsprofil sichtbaren Minima, da die Lichtintensität aus Gleichung 2.35 über die Reflexionskoeffizienten  $V_{ex}$  und  $V_{ey}$  die Größe  $\rho$  enthält. Diese wiederum ist gemäß Gleichung 2.28 durch den Phasenfaktor  $\delta$  mit der Schichtdicke  $d$  verknüpft. Der Verlauf bei zunehmender Schichtdicke entspricht im Polarisator-Kompensator-Diagramm dem einer Ellipse, wie in Abbildung 2.7 zu sehen ist. Es handelt sich um die Auswertung einer Reihe von Ellipsometrie-Messungen, wobei in mehreren Schritten die Dicke des Krypton-Filmes auf dem Substrat erhöht und die Position eines ausgewählten Minimums bestimmt wurde. Für weitere Details sei auf [Bau13] verwiesen. Die Ellipse, auf der die Verschiebung stattfindet, ist deutlich zu erkennen. Diese wird gegen den Uhrzeigersinn durchlaufen, wie der Pfeil in der Abbildung andeutet. Auch für die Kondensation von anderen Restgasen auf dem Substrat ergibt sich ein solcher ellipsenförmiger Verlauf. Die Kondensation von Restgas auf dem Substrat soll in Abschnitt 4.3 untersucht werden.

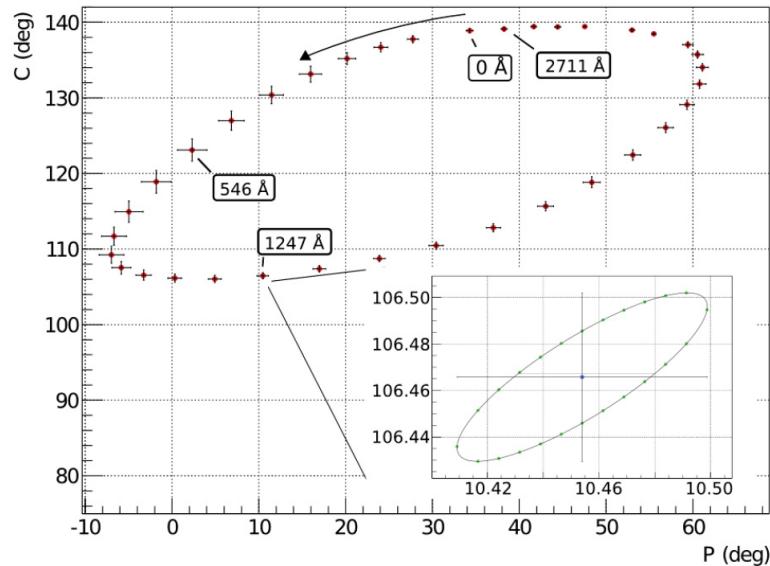


Abbildung 2.7: **Verschiebung des Minimums einer Ellipsometrie-Messung beim Auffrieren eines Krypton-Filmes.** Abbildung aus [Bau13].

### 3 Ellipsometrie-Aufbau

Das für den Aufbau der alten, horizontal ausgerichteten Krypton-Quelle geplante Ellipsometrieverfahren mit festem Analysator und rotierbarem Polarisator und Kompensator ist in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt. Für den neuen vertikalen Aufbau muss dieses entsprechend angepasst werden.

Dabei sollen sich im vertikalen Aufbau die optischen Komponenten (a) bis (c) auf dem fahrbaren Gestell (in Abbildung 1.3 hellblau markiert) und somit etwa 2 m oberhalb des Substrates befinden. Aus diesem Grund muss der Laserstrahl mithilfe einer geeigneten Konstruktion über diese Strecke zum Substrat geführt werden. Zudem muss ein Aufbau der optischen Komponenten gefunden werden, der auf der begrenzten Fläche des Gestells genügend Platz findet. In diesem Kapitel soll daher zunächst die Konstruktion des Substratbereichs im unteren Teil der Krypton-Quelle beschrieben werden und anschließend eine Anordnung der optischen Komponenten im oberen Bereich präsentiert werden, die den Anforderungen entspricht. Schließlich werden die Justage des Aufbaus und die Ergebnisse erster Testmessungen dargestellt.

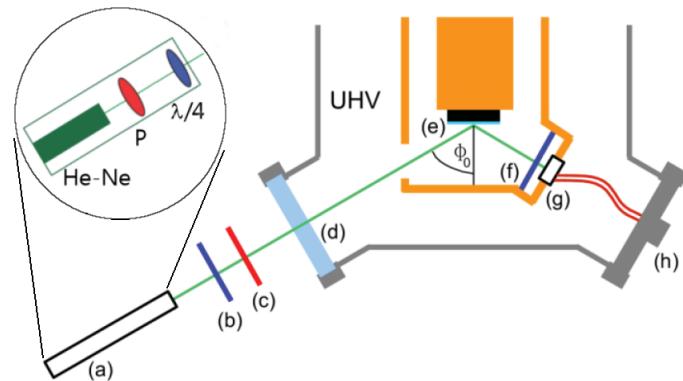


Abbildung 3.1: **Schematische Darstellung des Ellipsometrie-Aufbaus an der alten Krypton-Quelle.** Als Lichtquelle (a) wird ein He-Ne-Laser verwendet, dessen Lichtstrahl einen Linearpolarisator (P) sowie ein  $\lambda/4$ -Plättchen durchläuft, so dass eine zirkulare Polarisation bewirkt wird. Es folgen die beiden rotierbaren Komponenten: Der Linearpolarisator (b) und das  $\lambda/4$ -Plättchen (c), das als Kompensator dient. Über ein optisches Fenster mit Antireflexions-Beschichtung (d) gelangt der Laserstrahl in die Vakuum-Kammer, wo sich das HOPG-Substrat mit aufgefrorenem Kryptongas-Film (e) befindet. Nach der Reflexion an diesem kann der in der Polarisation veränderte Strahl mit dem Analysator (f) untersucht und die Intensität mit einem Photodetektor (g) innerhalb der Vakuumkammer gemessen werden. Schließlich kann das Signal über eine elektrische Leitung (h) abgegriffen werden. Abbildung aus [Bau13].

### 3.1 Substratbereich

Das Substrat, der Analysator und der Photodetektor des Ellipsometrie-Aufbaus befinden sich in einem **Ultra-Hoch-Vakuum** (UHV). Dabei muss das Substrat so eingebaut werden, dass die Ebene, auf die das Kryptongas aufgefroren wird, vertikal und in Richtung des KATRIN Detektors orientiert ist. Beim vertikalen Aufbau der Krypton-Quelle befindet sich das Substrat unterhalb des Ellipsometrie-Lasers in knapp 2 m Entfernung, sodass, wie in Abbildung 3.2 zu sehen ist, der von oben kommende Laserstrahl (a) parallel zum Substrat (c) verläuft. Damit die Reflexionsellipsometrie durchgeführt werden kann, muss der Laserstrahl über einen dielektrischen Spiegel (b), der polarisationserhaltend ist<sup>1</sup>, auf das Substrat gelenkt werden. Der vom Substrat reflektierte Strahl kann mit dem Analysator (d) untersucht und von einer Photodiode (e) detektiert werden.

Der dielektrische Spiegel bei (b) muss vom Laserstrahl präzise getroffen werden und es soll möglichst kein Streulicht, welches durch fehlerhafte Justage entstehen könnte, die Ellipsometriemessung beeinflussen. Dies muss beim Aufbau der optischen Komponenten außerhalb des Vakuums berücksichtigt werden.

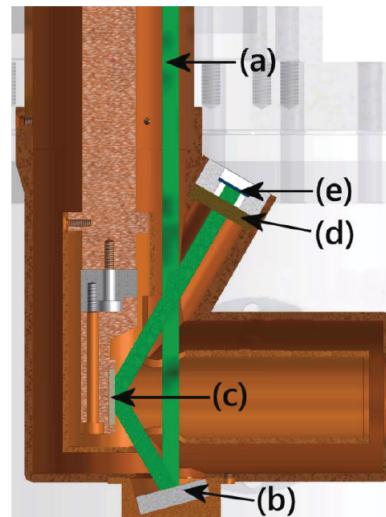


Abbildung 3.2: **Strahlverlauf im Substratbereich.** Der Laserstrahl (a) trifft von oben kommend auf einen dielektrischen Spiegel (b) und wird von dort auf das Substrat (c) gelenkt. Nach Reflexion an diesem wird es mit dem Analysator (d) untersucht und die Intensität von einem Photodetektor (e) gemessen. Abbildung aus [Bau13].

### 3.2 Aufbau der optischen Komponenten

Die in Abbildung 3.1 mit (a) bis (c) bezeichneten Komponenten werden oberhalb des Substrates auf einem fahrbaren Teil des Gestells platziert. Ein Ausschnitt von diesem ist in Abbildung 3.3 mit dem bereits platzierten Aufbau der Ellipsometrie-Anordnung und des Gassystems zu sehen. Im Folgenden sollen die Überlegungen, welche zur Wahl dieses

<sup>1</sup>Dass Ellipsometrie über Spiegel möglich, ist konnten in [Spi11] gezeigt werden.

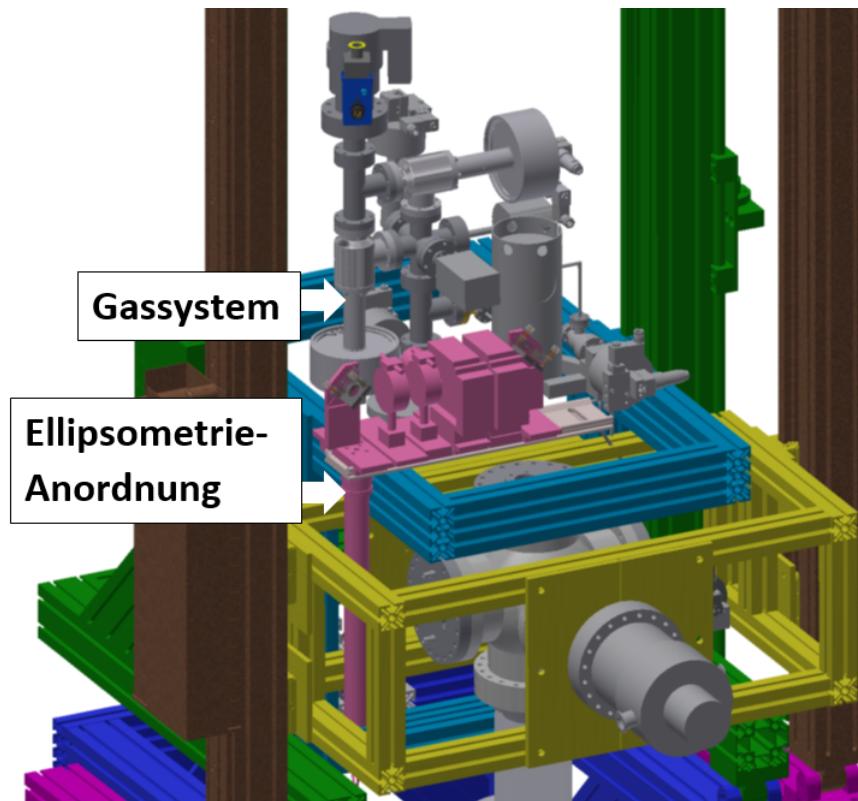


Abbildung 3.3: Ausschnitt des Gestells für die Ellipsometrie-Komponenten und das Gassystem. Die optischen Bauteile der Ellipsometrie-Anordnung sind pink markiert. Ebenfalls auf dem Gestell befindet sich dahinter das grau gefärbte Gassystem.

Aufbaus geführt haben, erläutert werden. Dabei soll speziell auf die optische Bank und die Laserhalter als neue Komponenten der Anordnung eingegangen werden.

### 3.2.1 Planung des Aufbaus

Der Aufbau der Ellipsometrie-Komponenten ist für die in der Abbildung vordere Hälfte des Gestells vorgesehen, sodass eine Fläche von etwa 60 cm mal 50 cm zur Verfügung steht. Die Öffnung, durch die der Laserstrahl nach unten in Richtung Substrat geleitet werden soll befindet sich mittig in dieser Fläche, sodass in jedem Fall ein Spiegel, der den Strahl um 90° ablenkt, benötigt wird.

Die erste Überlegung war, die Komponenten so aufzubauen, dass der Laserstrahl durchgängig in der Horizontalen verläuft, bevor er auf den Spiegel trifft, im einfachsten Fall entlang einer Linie. Problematisch hierbei ist jedoch die Länge des Lasers, die bei einer waagerechten Ausrichtung 42 cm beträgt. Dadurch könnten die Bauteile nicht nacheinander in Reihe platziert werden und ein Aufbau mit mehreren Umlenkspiegeln wäre nötig. Dies erschwert die genaue Justage, sodass eine waagerechte Ausrichtung des Lasers ungünstig für den Aufbau ist.

Da, wie in Abbildung 3.3 zu sehen ist, unterhalb des blauen, im Bereich des gelben Gestells Platz zur Verfügung steht, kam die Idee auf, den Laser vertikal aufzuhängen und

den Strahl somit von unten einfallen zu lassen. Über einen Spiegel kann dieser dann um 90° in die Horizontale abgelenkt werden, die Ellipsometrieanordnung durchlaufen und schließlich über den zweiten Spiegel nach unten Richtung Substrat gelangen. Wird der Laser dabei außerhalb des blauen Rahmens platziert, ist zwischen dem ersten und zweiten Spiegel genügend Platz um die restlichen Komponenten in einer Reihe zu platzieren. Daher kann der Aufbau dieser entlang einer einzelnen optischen Bank erfolgen.

Der vollständige Aufbau der Ellipsometrie-Anordnung ist in Abbildung 3.4 zu sehen. Er besteht aus der optischen Bank (dunkelgrau), dem vertikal mit einer Halterung (pink) montierten Laser (grün), den zwei entlang der vertikalen Achse spiegelsymmetrischen Spiegelhaltern (blau) am Anfang und Ende der Schiene, zwei Linearpolarisatoren (gelb und rot) und zwei  $\lambda/4$ -Plättchen (orange und violett). Dabei sind der zweite Linearpolarisator und das zweite  $\lambda/4$ -Plättchen auf hochpräzisen Drehtischen justiert, die eine automatisierte Rotation der optischen Achsen dieser Komponenten ermöglichen.

Vom alten, bereits vorhandenen Aufbau übernommen wurden dabei der Laser sowie die Polarisatoren und  $\lambda/4$ -Plättchen. Für den Einbau in das Gestell wurden die Spiegelhalter und eine Laserhalterung neu konstruiert und eine optische Bank modifiziert.

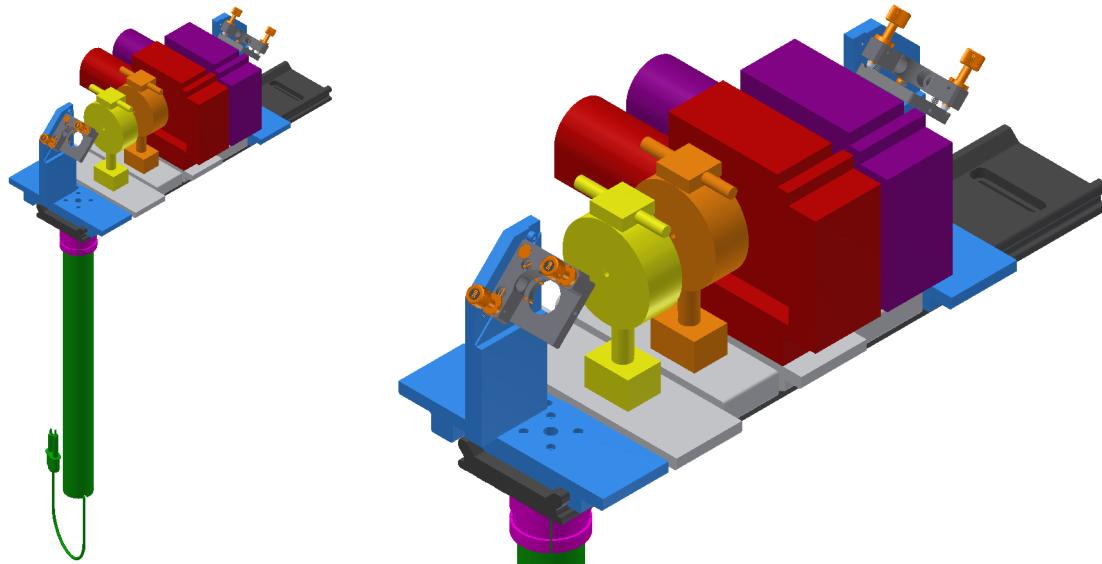


Abbildung 3.4: **CAD-Zeichnung des Ellipsometrie-Aufbaus außerhalb der Vakuumkammer.** Auf der optischen Schiene (dunkelgrau) befinden sich die Komponenten (a) bis (c) aus Abbildung 3.1. Der He-Ne-Laser (grün) ist von unten durch einen kreisförmigen Ausschnitt in der Schiene über eine Halterung (pink) fest mit dem ersten Reiter, auf dem ebenfalls der Spiegelhalter montiert ist, (blau) verbunden. Der nach oben austretende Strahl wird über den im 45°-Winkel montierten Spiegel in die horizontale gelenkt und durchläuft nacheinander den ersten Linearpolarisator (gelb), das erste  $\lambda/4$ -Plättchen (orange), den zweiten Linearpolarisator (rot) und das zweite  $\lambda/4$ -Plättchen (violett). An den beiden zuletzt genannten Komponenten sind fein steuerbare Motoren angebracht, die für die Rotation der Polarisationsachsen sorgen. Über einen zweiten Spiegel, der an einem zum ersten spiegelsymmetrischen Halter (blau) befestigt ist, wird der Strahl anschließend nach unten gelenkt.

### 3.2.2 Spiegelhalter

Die Abbildung 3.5 zeigt die beiden für den Ellipsometrie-Aufbau konstruierten Spiegelhalter mit Reitern. Diese sind, wie man in der Abbildung erkennen kann, spiegelsymmetrisch bezüglich der vertikalen Achse. Sie sind so konstruiert, dass der Spiegel mit einer Schraube an der Seite in einer schrägen Einkerbung befestigt werden kann. Dadurch wird der Spiegel sicher im gewünschten  $45^\circ$ -Winkel gehalten.

Der erste Reiter beinhaltet vier Bohrungen, mit denen der Laser über eine Halterung fest mit dem Reiter verbunden werden kann. In der Mitte befindet sich eine weitere Öffnung genau unterhalb des Spiegels, durch welche der Laserstrahl einfallen kann.

Der zweite Reiter enthält nur eine Bohrung genau unterhalb des Spiegels, durch die der Strahl in Richtung Substrat austreten kann. Diese Öffnung ist etwas größer im Durchmesser als die des anderen Reiters, da einerseits keine weiteren Bohrungen in der Umgebung von Nöten sind und andererseits auf diese Weise ein größerer Spielraum bei der Justage gegeben ist.

Der Vorteil dieser Konstruktion liegt darin, dass falls die Anordnung einmal abgebaut werden muss, der erste Reiter gemeinsam mit dem Laser und Spiegelhalter entfernt und später wieder eingesetzt werden kann. Die Justage geschieht vollständig über die Schrauben an den Spiegeln, während der Laser in einer festen Position bleibt und für einen geradlinigen Strahlengang nicht mehr ausgerichtet werden muss. Da sich die Anordnung im späteren Gesamtgestell in einer Höhe von knapp 5 m befindet, ist eine nachträgliche Justage nur in eingeschränktem Maße möglich, sodass es von Nachteil wäre, den Laser ausrichten zu müssen.

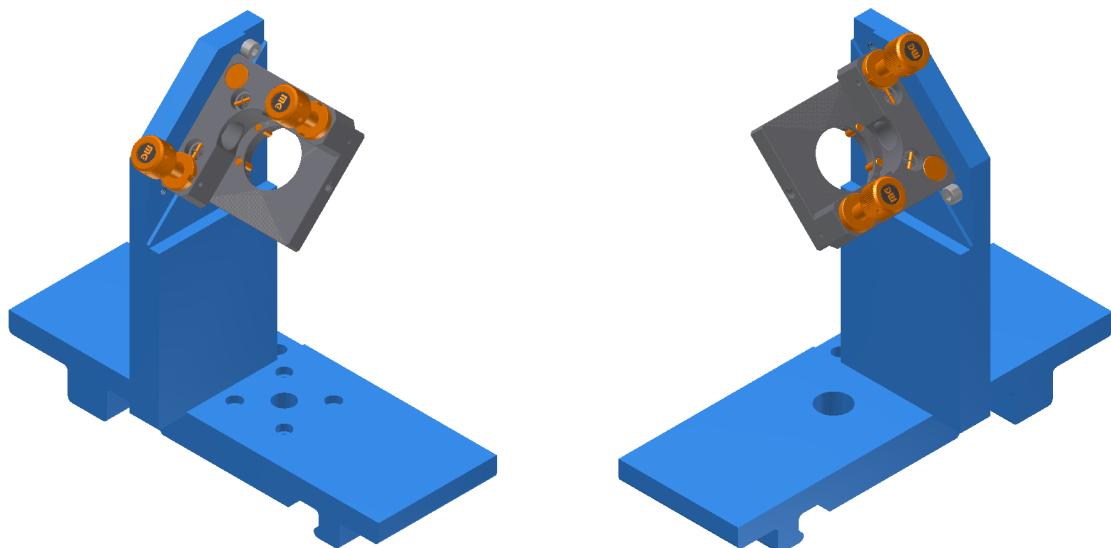


Abbildung 3.5: **Spiegelhalter mit Reitern.** Links: Am Reiter dieses ersten Spiegelhalters wird die Halterung für den Laser über die vier kleinen Bohrungen befestigt. Der Strahl kann durch die mittlere Öffnung auf den Spiegel treffen. Rechts: Am zweiten Spiegel wird der Strahl durch eine runde Einbohrung nach unten zum Substrat gelenkt.

### 3.2.3 Optische Bank

Die optische Bank für den Aufbau ist in Abbildung 3.6 zu sehen. Der Reiter des ersten Spiegelhalters wird so platziert, dass der Laser mittig durch die große, runde Bohrung geschoben wird. Der Durchmesser dieser Öffnung ist groß genug, dass der Reiter mit angeschraubtem Laser von oben entfernt werden kann, d.h. sie ermöglicht eine leichte Verkippung des Reiters, ohne dass der Laser an die Kante stößt. Für den vom zweiten Spiegel nach unten reflektierten Strahl ist eine längliche Öffnung in der optischen Bank vorgesehen, da so der Reiter in die benötigte Position, von der aus der dielektrische Spiegel im Substratbereich getroffen wird, verschoben werden kann. Zwischen den beiden Spiegeln werden die restlichen Komponenten platziert. Die optische Bank kann über Schrauben, die in den drei weiteren Einschnitten platziert werden, am Untergrund befestigt werden.

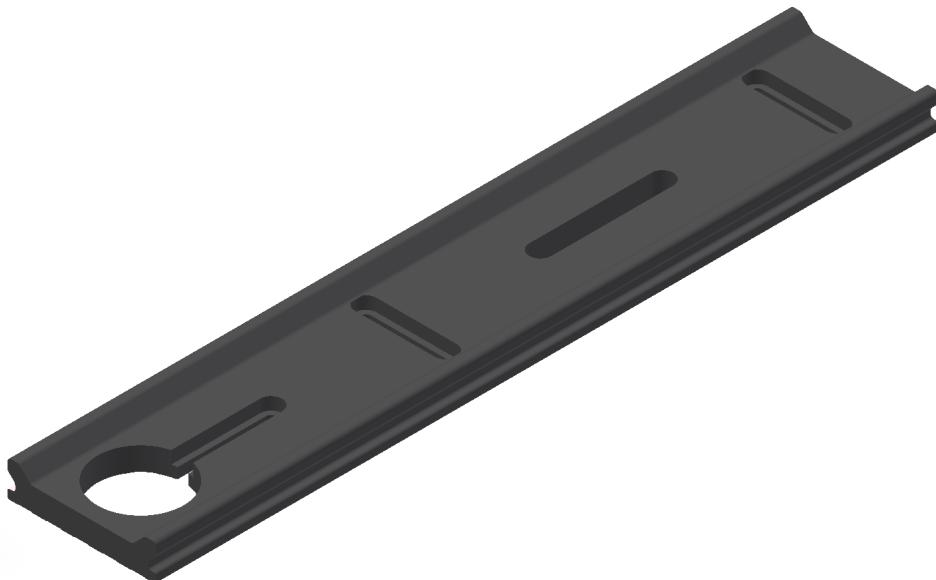


Abbildung 3.6: **Schiene für den Ellipsometrie-Aufbau.** Es handelt sich um eine 500 mm lange Aluminiumschiene der Breite 95 mm. Zu sehen sind ein runder Ausschnitt mit 52 mm Durchmesser an der linken Seite, in dem der Laser platziert wird, eine parallel sowie zwei senkrecht zur langen Achse der Schiene orientierte Einschnitte, mit denen die Schiene auf dem Untergrund fixiert werden kann, sowie ein verbreiterter Einschnitt, durch den der Laserstrahl austreten kann.

## 3.3 Justage des Testaufbaus

Um den Aufbau der optischen Komponenten auf die Funktionsfähigkeit zu überprüfen und erste Ellipsometrie-Messungen durchzuführen, wird die Justage der Ellipsometrie-Anordnung in einem Testaufbau vorgenommen.

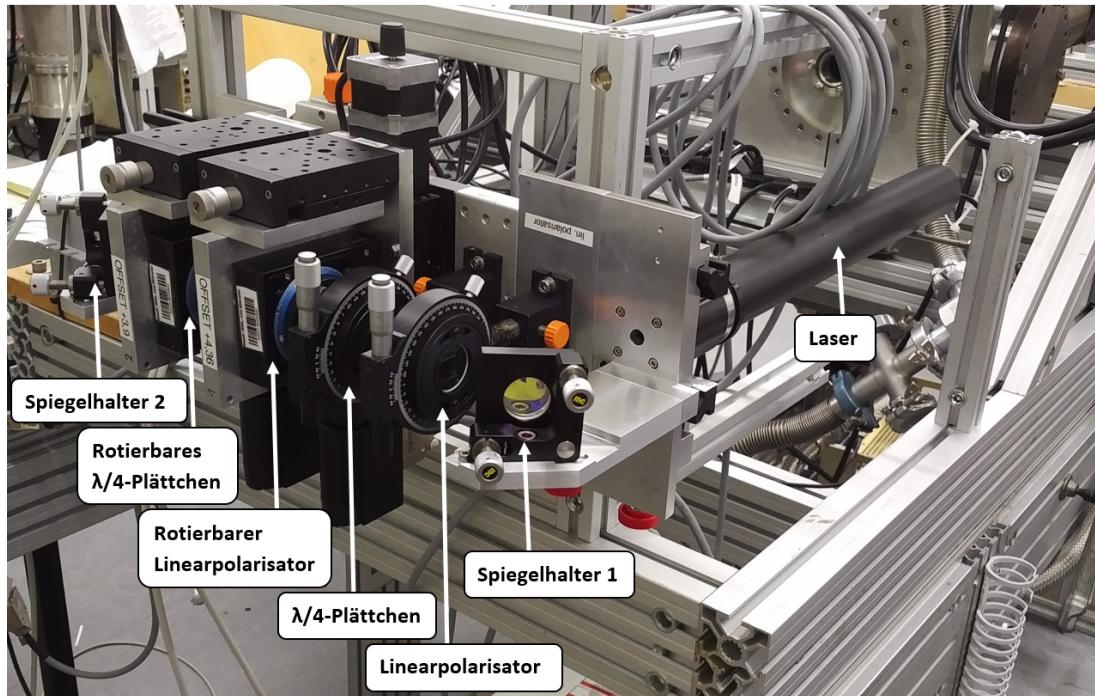


Abbildung 3.7: **Testaufbau der Ellipsometrie.** Zu sehen ist ein Foto der Ellipsometrie-Anordnung in der horizontal aufgebauten Krypton-Quelle.

### 3.3.1 Justage im Testaufbau der Krypton-Quelle

Zum Test der neuen Komponenten der Ellipsometrie-Anordnung werden diese zunächst in einen horizontalen Aufbau der Quelle eingefügt. Daher wird der Ellipsometrie-Aufbau, wie in Abbildung 3.7 zu sehen, waagerecht montiert. Über ein Konstrukt aus Kanya-Bauteilen, an welchem die Schiene befestigt wird, ist die Anordnung auf dem Gestell der alten Krypton-Quelle (siehe Dissertation B. Ostrick [Ost09]) positioniert. Der Laser wird dabei durch eine zusätzliche Halterung gestützt.

Damit der Laserstrahl das Substrat richtig treffen kann, ist eine genaue Justage des Aufbaus notwendig. In den beiden Fotos der Abbildung 3.8 ist eine Innenansicht des Substratbereichs mit dem dielektrischen Spiegel und dem HOPG-Substrat dargestellt. Der Analysator und die Photodiode befinden sich rechts vom Substrat in der markierten Kupferkammer. Für die eigentlichen Messungen wird der Substratbereich ins Innere der rechts zu sehenden Vakuum Kammer gefahren.

Gut zu erkennen ist auch der grüne, noch nicht justierte Laserstrahl. Wie man auf dem rechten Foto sieht, trifft der Laserstrahl den dielektrischen Spiegel bereits gut mittig. Allerdings streift der Strahl nach der Reflexion den Rahmen des Kupfers, sodass am Detektor nicht die gesamte Lichtmenge erfasst wird. Ziel der Justage ist daher, dass der Strahl beim Auftreffen auf den dielektrischen Spiegel möglichst punktförmig, d.h. wenig aufgeweitet oder verzerrt ist und danach ohne Reflexion an den Kanten der Kupferbauteile am Substrat reflektiert wird, sodass der gesamte Strahl vom Analysator und Detektor erfasst wird.

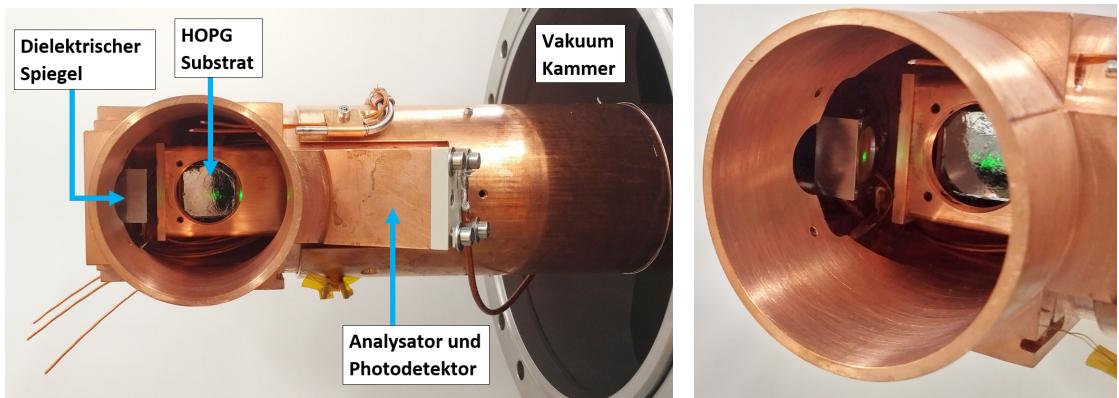


Abbildung 3.8: **Blick auf den Substratbereich.** Links: Beim Blick von vorne erkennt man gut das metallisch glänzende HOPG-Substrat in der Mitte der Öffnung sowie einen grünen Punkt des Laserstrahls, der vom Spiegel auf das Substrat gelenkt wird. Ebenfalls zu sehen ist eine Reflexion an der Kupferkante, da der Aufbau noch nicht korrekt justiert ist. Der Analysator und Photodetektor befinden sich innerhalb der markierten Kupferkammer. Rechts: In der schrägen Ansicht ist neben dem HOPG-Substrat der leicht gekippte dielektrische Spiegel zu erkennen, durch den der Laserstrahl auf das Substrat gelenkt wird.

Zur Justage werden zunächst alle Komponenten des Ellipsometrie-Aufbaus bis auf Laser und Spiegel von der Schiene entfernt. Durch Verkippen der Spiegel mithilfe der Schrauben kann der Laserstrahl durch das optische Fenster zum Substratbereich gelenkt werden. Befindet sich dort der Laserpunkt mittig auf dem dielektrischen Spiegel und trifft das HOPG-Substrat gut, werden nach und nach die einzelnen Komponenten des Aufbaus hinzugenommen und die Feineinstellungen durchgeführt. Dies ist notwendig, da jedes optische Element den Strahlengang beeinflusst und den Auftreffpunkt des Lasers verschieben kann.

### 3.3.2 Einfluss der rotierbaren Komponenten auf den Strahlenverlauf

Vor allem durch die rotierbaren Komponenten wird der Strahlengang beeinflusst. Zu diesem Zweck wurden vor dem Einbau der Anordnung diese beiden Elemente einzeln in den Strahlengang gebracht und der ausgehende Strahl in ca. 5 m Entfernung auf einem Schirm beobachtet. Untersucht wurde, wie sehr sich der Punkt auf dem Schirm bei einer vollständigen 360°-Drehung verschiebt. Dabei konnte festgestellt werden, dass der Punkt eine kreisförmige Verschiebung auf dem Schirm durchläuft. Der Radius dieser ist umso größer, je weiter der Strahl neben dem Mittelpunkt des Bauteils durch dieses hindurchtritt. Außerdem ist die Bewegung des Laserpunktes beim  $\lambda/4$ -Plättchen stärker ausgeprägt als beim Linearpolarisator. Bei einer guten Justage im Mittelpunkt der beiden Komponenten beschränkte sich diese Bewegung im Abstand von 5 m auf eine Verschiebung von ca. 2 mm, sodass diese den Auftreffpunkt auf dem Substrat in der Krypton-Quelle, bei welcher der Strahl eine Strecke von knapp 2 m bis zum Spiegel zurücklegt, nicht signifikant beeinflussen sollte.

### 3.4 Ellipsometrie-Messungen am HOPG-Substrat bei Raumtemperatur

Zur Überprüfung, ob die Justage erfolgreich war, werden bei Raumtemperatur und Vakuum in der UHV-Kammer Testmessungen der Ellipsometrie vorgenommen. Dabei herrschte im Inneren der Kammer vor Beginn der Messung ein Druck von  $2,6 \cdot 10^{-5}$  mbar, nach Abschluss der Messung  $2,5 \cdot 10^{-6}$  mbar. Zu erwarten ist bei der Messung ein der Simulation ähnliches Bild wie in Abbildung 2.6. Für die Ellipsometrie-Messungen besonders interessant sind dabei die auftretenden Minima, da mithilfe dieser Informationen über die Probe gewonnen werden können.

#### 3.4.1 Messung und Ergebnisse

Bei den Testmessungen wird über ein LabView-Programm ein Intensitätsprofil in Abhängigkeit vom Winkel des Polarisators und Kompensators erstellt. Dazu wird der zu untersuchende Winkelbereich ausgewählt und die Schrittweite eingestellt. Anschließend werden die in diesem Bereich möglichen Kombinationen von Polarisator- und Kompensatorwinkel abgerastert und für jede Einstellung wird die Intensität an der Photodiode detektiert. Dabei wird der Photostrom der Diode mithilfe eines Stromverstärkers (Typ DLPCA-200 der Firma Femto) in einen Spannungswert umgewandelt, der vom Computer eingelesen wird.

In Abbildung 3.9 ist das Ergebnis einer solchen Ellipsometrie-Messung zu sehen. In dieser wurde in ca. 60 Stunden ein Bereich von  $-10^\circ$  bis  $370^\circ$  für den Kompensator und  $-10^\circ$  bis  $322^\circ$  für den Polarisator in  $1^\circ$ -Schritten abgerastert. Ursprünglich sollte auch der Polarisatorwinkel bis  $370^\circ$  laufen. Doch da dies die Messdauer um einige weitere Stunden erhöht hätte und in diesem Winkelbereich die Intensitätsmaxima auftreten, welche von untergeordnetem Interesse sind, wurde die Messung vorzeitig beendet.

Im Intensitätsprofil sind deutlich die erwarteten Minima und Maxima zu erkennen. Vergleicht man die vier, durch die schwarzen Linien abgeteilten  $180^\circ \times 180^\circ$ -Quadranten lässt sich auch die erwartete  $90^\circ$ -Symmetrie gut erkennen. Dies gilt vor allem für die Winkelpositionen, unter denen die Extrema auftreten. Beziiglich der Intensität ist die Symmetrie entlang der Kompensator-Achse in höherem Maße gegeben, da sich auf der Polarisator-Achse vor allen für die Maxima deutliche Unterschiede in der Intensität ergeben. Weiter erscheinen in den rechten Quadranten die Minima etwas breiter. Diese Unterschiede könnten durch eine geringfügige Verschiebung des Laserspots auf dem Substrat, die durch die Rotation von Polarisator und Kompensator bedingt sein könnte, verursacht werden.

#### 3.4.2 Vergleich mit der Simulation

In Abbildung 3.10 sind die Messung und Simulation in einem gleich großen Ausschnitt gegenübergestellt. Im Vergleich der Bilder kann eine deutliche Ähnlichkeit zwischen

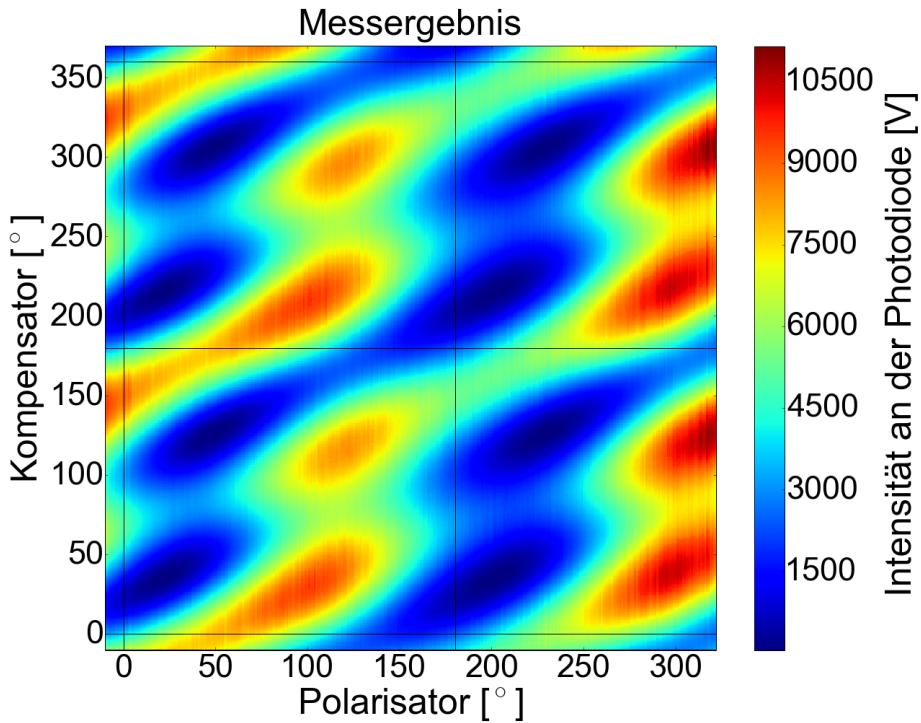


Abbildung 3.9: **Ellipsometrie-Messung am HOPG-Substrat bei Raumtemperatur.** Zu sehen ist das Intensitätsprofil in einem Bereich von  $-10^\circ$  bis  $370^\circ$  für den Kompensator und  $-10^\circ$  bis  $322^\circ$  für den Polarisator in  $1^\circ$ -Schritten. Durch die schwarzen Linien in der Abbildung sind die vier  $180^\circ \times 180^\circ$  großen Quadranten markiert.

den beiden Intensitätsverteilungen erkannt werden. Dies gilt vor allem für die Lage der gemessenen Minima und Maxima, die eine sehr gute Übereinstimmung zeigen. Abweichungen sind lediglich in den Intensitäten zu erkennen, da diese für die Messung nicht so symmetrisch in den Maxima verteilt sind.

Zum genaueren Vergleich wurde die Lage der Minima aus einem Fit ermittelt. Die Messdaten wurden mit einem Least-Squares-Fit in Python angepasst. Dabei wurde eine bivariate Normalverteilung als Fitfunktion verwendet. Um die Lage des Minimums präzise zu bestimmen, wurden die Daten in einem Bereich von  $\pm 10^\circ$  um das Minimum gefittet, da für diesen Winkelbereich der Wert für  $\chi^2$  am kleinsten wird. Die Unsicherheiten der Datenwerte wurden anschließend skaliert, so dass das reduzierte  $\chi^2 = 1$  wird. Die Konturlinien der Fitdaten sind in der Abbildung 7.1 im Anhang rot eingezeichnet.

In Tabelle 3.1 sind die Polarisator- und Kompensatorwinkel, unter denen die Minima auftreten, für die Simulation und Messung gegenübergestellt. Dabei wurden die Offsets von Polarisator ( $+4,36^\circ$ ) und Kompensator ( $+3,9^\circ$ ) von den gemessenen Werten abgezogen. Auch in den diesen Daten spiegelt sich die Symmetrie der vier  $180^\circ \times 180^\circ$ -Quadranten untereinander gut wider, da die Minima sowohl entlang der Polarisator- als auch der Kompensator-Achse entsprechend um  $90^\circ$  versetzt auftauchen. Die Abweichungen hier betragen weniger als  $0,2^\circ$ .

Verglichen mit der Simulation ergeben sich zwar Ähnlichkeiten, jedoch stimmen die Werte

im Rahmen des Fehlers nicht überein. Die Abweichungen zur Simulation liegen für die Kompensator-Achse zwischen  $0,06^\circ$  und  $0,5^\circ$ . Für den Polarisator sind die Abweichungen mit  $0,6^\circ$  bis  $1,7^\circ$  etwas größer. Die beobachteten Differenzen zwischen Simulation und Messung können zustande kommen, da der tatsächliche Messaufbau von der in der Simulation angenommenen Idealsituation abweicht. Beispielsweise besitzt der Laserspot auf dem HOPG-Substrat eine Ausdehnung von ca. 3 bis 4 mm, innerhalb derer das Substrat nicht 100% plan ist.

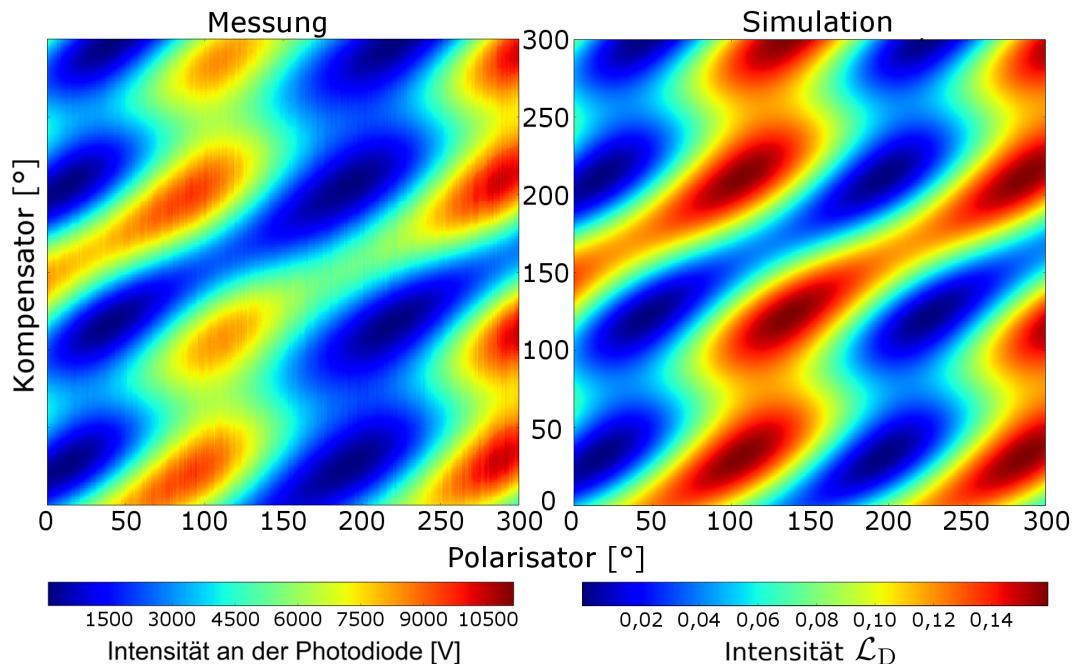


Abbildung 3.10: **Vergleich der Messergebnisse mit der Simulation.** Dargestellt sind die Intensitätsprofile von Messung und Simulation in einem Ausschnitt von  $0^\circ$  bis  $300^\circ$  für Polarisator- und Kompensatorwinkel. Die starke Ähnlichkeit ist deutlich zu erkennen.

Simulation		Messung	
Polarisator [°]	Kompensator [°]	Polarisator [°]	Kompensator [°]
46,1	301,5	$44,55 \pm 0,02$	$301,94 \pm 0,02$
226,1	301,5	$224,43 \pm 0,02$	$301,81 \pm 0,02$
17,0	211,6	$17,71 \pm 0,02$	$211,51 \pm 0,02$
197,0	211,5	$197,58 \pm 0,02$	$211,44 \pm 0,02$
46,1	121,5	$44,41 \pm 0,02$	$121,85 \pm 0,02$
226,1	121,5	$224,39 \pm 0,03$	$121,75 \pm 0,02$
17,0	31,5	$17,90 \pm 0,02$	$31,72 \pm 0,02$
197,0	31,5	$197,78 \pm 0,03$	$31,65 \pm 0,02$

Tabelle 3.1: **Vergleich der Lage der Minima in Simulation und Messung.** In den Messwerten ist bereits der Offset von Polarisator ( $+4,36^\circ$ ) und Kompensator ( $+3,9^\circ$ ) berücksichtigt.

### 3.5 Zusammenfassung der Ergebnisse

Insgesamt zeigt sich anhand der Testmessung, dass der Laserstrahl gut auf das HOPG-Substrat justiert werden kann und dass das gemessene Intensitätsprofil Ähnlichkeiten zur Simulation zeigt. Die erwartete  $90^\circ$ -Symmetrie innerhalb der vier  $180^\circ \times 180^\circ$ -Quadranten ist deutlich erkennbar. Verglichen mit der Simulation ergeben sich bei der Messung im Bezug auf die Lage der Minima mit weniger als  $1,7^\circ$  zwar nur sehr geringe Abweichungen, jedoch stimmen die gefitteten Werte im Rahmen des Fehlers nicht mit den theoretisch erwarteten überein. Da in der Simulation eine Idealsituation angenommen wird und so zum Beispiel die Ausdehnung des Laserspots auf dem Substrat vernachlässigt wird, lässt sich der Aufbau, der in diesem Kapitel vorgestellt wurde, dennoch als geeignet bezeichnen, um den Laserstrahl passend auf das Substrat zu justieren und die reflektierte Intensität mit dem Detektor zu messen.

Als nächster Schritt soll nun der Ellipsometrie-Aufbau anhand von Testmessungen beim Kalfahren der Quelle untersucht werden, um zu überprüfen, ob Restgas auf die Substrat-Oberfläche auffriert.

# 4 Kryosystem

Zum Auffrieren des Kryptongases wird das HOPG-Substrat über ein zweistufiges Kryosystem gekühlt. Dabei werden für den neuen Aufbau der Krypton-Quelle Temperaturen von unter 30 K am Substrat angestrebt. Im vorigen Kapitel konnte gezeigt werden, dass Ellipsometrie-Messungen am warmen HOPG-Substrat mit der Theorie verträgliche Ergebnisse liefern. Das Ziel ist es nun, mithilfe von Testmessungen zu untersuchen, wie sich das Abkühlen der Quelle auf die Position der Ellipsometrie-Minima auswirkt.

In diesem Kapitel soll zunächst das Kryosystem, das zur Kühlung des Substrates verwendet wird, kurz vorgestellt werden. Zur Überwachung der Temperaturen an den relevanten Stellen des kryogenen Bereichs dienen acht Temperatursensoren, die zuvor kalibriert wurden. Anschließend konnten weitere Testmessungen beim Kaltfahren des Aufbaus vorgenommen werden. Anhand dessen soll gezeigt werden, dass die Ellipsometrie-Messungen auch im kryogenen Temperaturbereich erfolgreich durchgeführt werden können.

## 4.1 Aufbau und Funktionsweise

Das Kryosystem erstreckt sich über die gesamte Länge der Krypton-Quelle. Im oberen Teil, der in Abbildung 1.3 innerhalb des gelben Gestells zu sehen ist, befindet sich der sogenannte Kaltkopf. Von diesem führt der knapp 2 m lange Kaltfinger, der durch den äußeren Kaltschild aus Kupfer umgeben ist, nach unten zum Substratbereich und ist dort mit dem inneren Kaltschild und dem Substrat verbunden.

Die Kühlung des Substrates geschieht über einen zweistufigen Kaltkopf mit einer Gifford-McMahon-Kältemaschine der Firma Sumitomo. Über die erste Stufe, die eine Leistung von 34 W bei 40 K aufweist, wird der äußere Kaltschild gekühlt. Die zweite Stufe sorgt für die Kühlung von Kaltfinger, innerem Kaltschild und Substrat. Sie besitzt bei 4 K eine Kühlleistung von 1 W. Dabei dient der äußere Kaltschild als Abschirmung für den innenliegenden Kaltfinger, damit eine möglichst tiefe Temperatur erreicht werden kann.

### 4.1.1 Kryosystem im Substratbereich

In Abbildung 4.1 ist der Substratbereich mit Beschriftung der für das Kryosystem relevanten Komponenten zu sehen. Der äußere Kaltschild umschließt den gesamten Substratbereich. Das HOPG-Substrat ist auf einem Substrathalter aus Kupfer befestigt, der vom inneren Kaltschild umgeben ist. Über die zweite Stufe der Kühlung und den Kaltfinger wird das Substrat gekühlt. In der Abbildung ist außerdem eine Kapillare zu

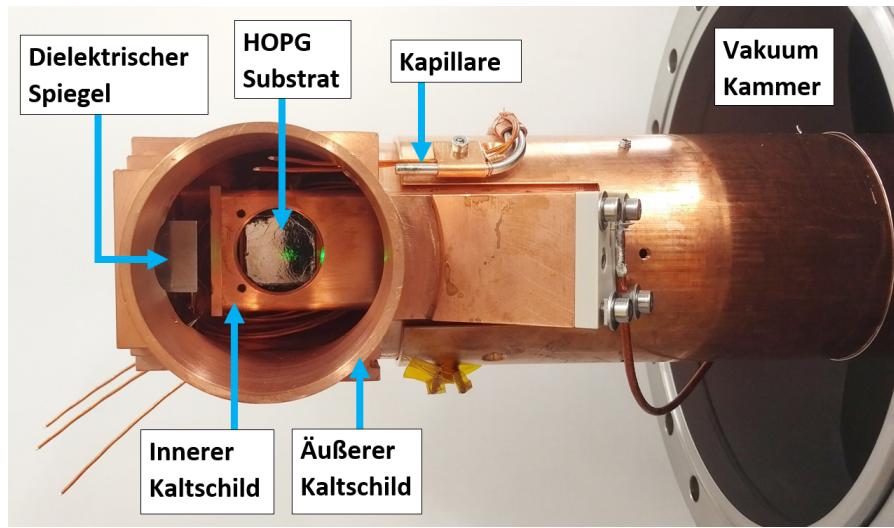


Abbildung 4.1: Substratbereich mit Beschriftung der für das Kryosystem relevanten Komponenten.

sehen. Diese verläuft ausgehend vom Gassystem zum Substratbereich und transportiert das radioaktive  $^{83m}\text{Kr}$ -Gas. Am Ende der Kapillare wird die Düse montiert, mit der das Gas auf das Substrat aufgebracht wird. Da noch keine Tests mit angeschlossenem Gassystem durchgeführt wurden, ist die Düse noch nicht im Aufbau platziert. Der gesamte Substratbereich wird zum Kalfahren in die rechts auf dem Foto zu sehende Vakuum-Kammer hineingefahren.

An Substrat und Spiegel befinden sich des Weiteren zusätzliche Heizer. Diese dienen dazu, die beiden Bauteile auf geringfügig höhere Temperaturen zu heizen und so die Kondensation von Restgas zu vermeiden. Für das Substrat dient der Heizer zusätzlich als Unterstützung bei der Reinigung durch das Ablationssystem. Zur thermischen Isolierung während des Heizens befindet sich zwischen dem Substrathalter und dem Kaltfinger Edelstahl. Dieses besitzt eine geringe Wärmeleitfähigkeit, sodass die Temperatur des Substrates genau reguliert werden kann.

## 4.2 Kalibrierung der Temperatursensoren

Zur Überwachung der Temperaturen innerhalb des Aufbaus werden insgesamt acht Temperatursensoren verwendet. Diese befinden sich größtenteils an den in Abbildung 4.1 beschrifteten Komponenten, d.h. konkret je einer an Spiegel, Substrat, Kapillare, innerem und äußerem Kaltschild. Jeweils ein weiterer Sensor befindet sich am Substrathalter und an der Düse, die das Kryptongas auf das Substrat aufbringt. Der letzte Sensor ist im oberen Teil der Krypton-Quelle in der Kapillare nahe dem Kaltkopf montiert.

Die Temperaturauslese geschieht über ein System der Firma Lake Shore Cryotronics. Bei den Sensoren, die kalibriert wurden, handelt es sich um vier Dioden (DT-670 Silicon), acht Widerstände (Cernox) und einen bereits kalibrierten TVO-Widerstand, der als Referenz



Abbildung 4.2: **Monitor zur Temperaturauslese.** Der Lake Shore 218 Temperature Monitor besitzt insgesamt acht Anschlüsse für die Temperaturauslese.

dient. Gemessen werden die Widerstände bzw. im Fall der Dioden die Spannungen. Der zugehörige Monitor (Nr. 218) ist in 4.2 zu sehen. Dieser besitzt zwei mal vier Anschlüsse für Temperatursensoren. Dabei müssen jeweils vier gleichartige Sensoren verwendet werden, sodass für den Einbau in das Kryosystem die acht Widerstände und keine der Dioden gewählt wurden. Im Folgenden wird daher die Kalibrierung für die Widerstände beschrieben. Die entsprechenden Graphen zu den Dioden befinden sich im Anhang.

Die Kalibrierung wurde mit den in Abbildung 4.3 dargestellten Bauteilen vorgenommen. Die Sensoren wurden in der Kupferscheibe platziert, sodass für jeden Sensor die gleiche Temperatur vorausgesetzt werden kann. Die Kupferscheibe wurde anschließend am Kaltkopf eingebaut und abgekühlt. Dabei geschieht die Auslese über den rechts von der Kupferscheibe gezeigten Anschluss.

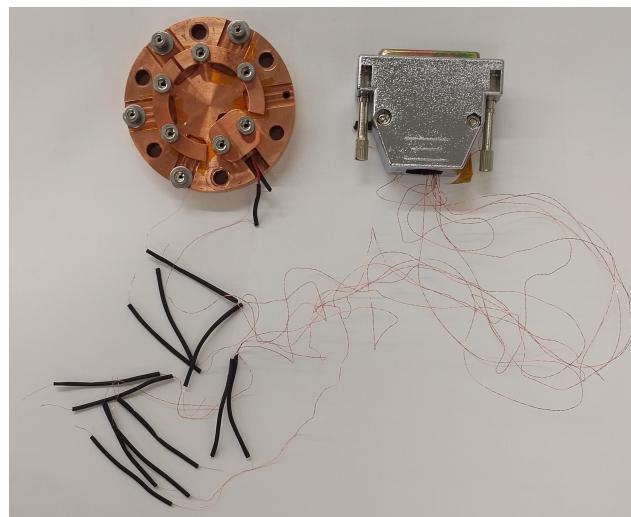


Abbildung 4.3: **Bauteile zur Durchführung der Temperaturkalibrierung.** Die Sensoren wurden in der Kupferscheibe platziert, welche an den Kaltkopf montiert und anschließend abgekühlt wurde. Über den rechts neben der Kupferscheibe befindlichen Anschluss wurden die Messwerte an den Lake Shore Monitor übertragen.

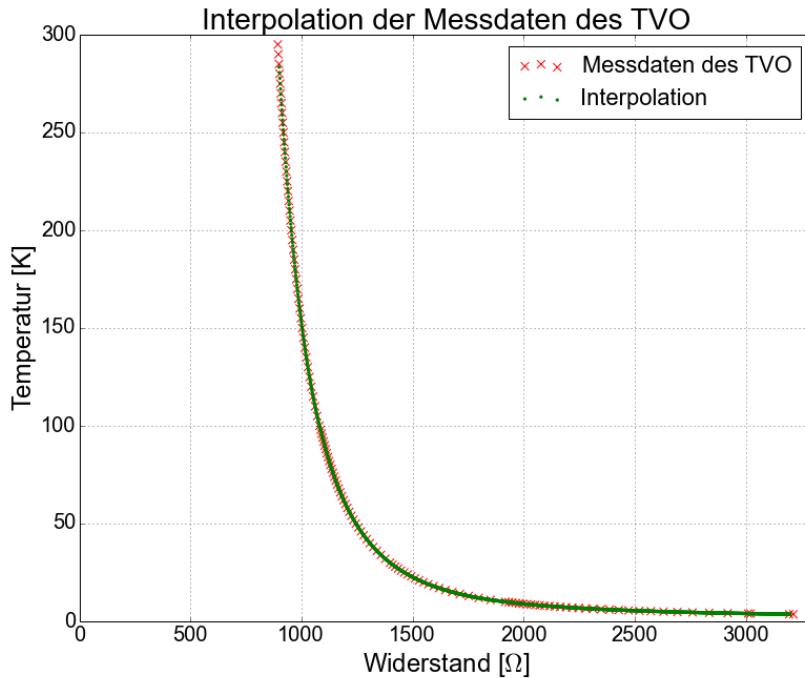


Abbildung 4.4: **Messdaten des TVO und Interpolation.** Der dargestellte, bekannte Zusammenhang dient als Referenz zur Kalibrierung der anderen Sensoren.

Der TVO dient zur Kalibrierung der anderen Sensoren, da der Zusammenhang von Widerstand und Temperatur von diesem Sensor aus einer früheren Messung bekannt ist. Die Messdaten hierzu sind in 4.4 dargestellt (rot). Um eine feinere Skalierung zu erhalten wurden eine Interpolation zwischen den Messpunkten vorgenommen (grün).

Es wurden mehrere Messungen mit den verschiedenen zur Verfügung stehenden Sensoren durchgeführt und anschließend für die Kalibrierung verwendet. Die Daten zweier solcher Messungen sind in 4.5 und 4.6 zu sehen. In der ersten Messung wurden der TVO und sieben Sensoren verwendet, in der zweiten Messung drei Sensoren und vier Dioden. Im Allgemeinen steht ein höherer Widerstandswert für eine tiefere Temperatur. Für die erste Messung in Abbildung 4.5 wurden Daten sowohl für das Abkühlen bis ca. 50 K als auch für das Aufwärmen aufgezeichnet. In der zweiten Messung in Abbildung 4.6 wurde nur das Abkühlen bis zu einer Temperatur von etwa 12 K untersucht. Man erkennt gut, dass der Verlauf für die Sensoren untereinander eine sehr ähnliche Form aufweist und sich nur in der Höhe der Absolutwerte unterscheidet. Vergleicht man nun die Werte des TVO-Widerstandes mit den aufgenommenen Daten, lässt sich ein Zusammenhang zwischen Widerstand und Temperatur für die einzelnen Sensoren herstellen. Die Kalibrierung ist in den Abbildungen 4.7 und 4.8 zu sehen.

Mithilfe der in diesem Abschnitt dargestellten Kalibrierung lässt sich die Temperatur an den relevanten Punkten der Krypton-Quelle durch Temperatursensoren überwachen. Deren Position im Aufbau ist in den Abbildungen in der Legende vermerkt.

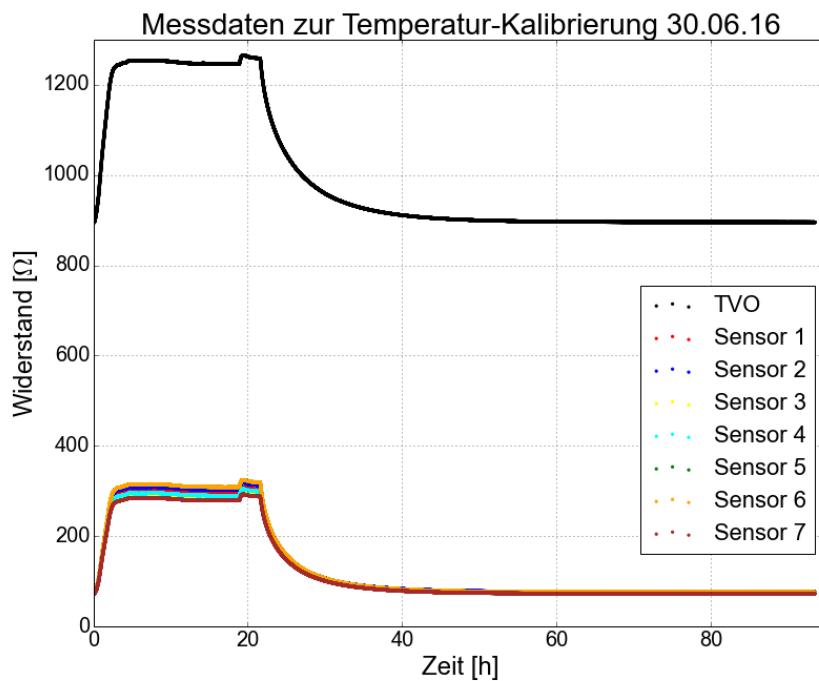


Abbildung 4.5: Verlauf der gemessenen Widerstände an den Sensoren 1 bis 7.

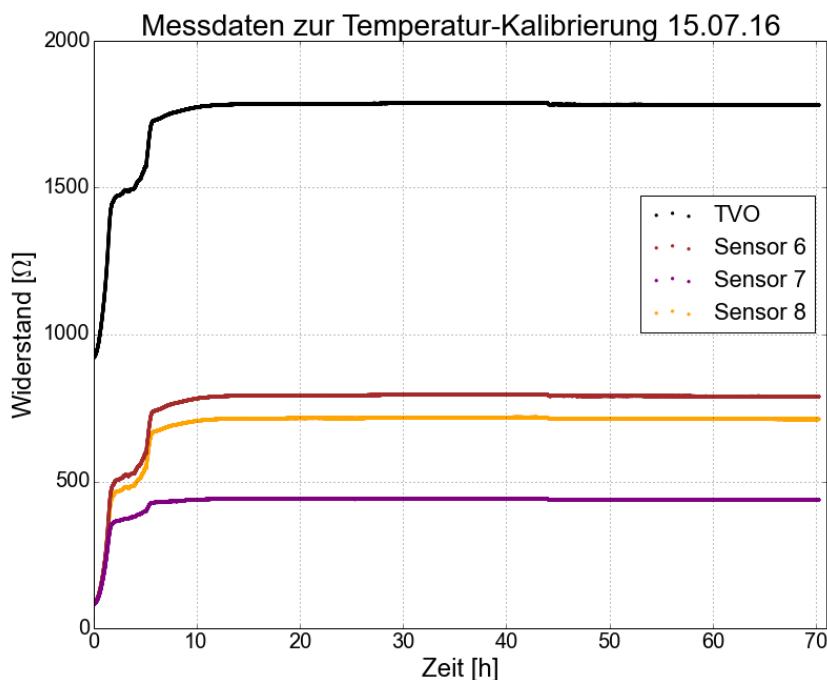


Abbildung 4.6: Verlauf der gemessenen Widerstände an den Sensoren 6 bis 8.

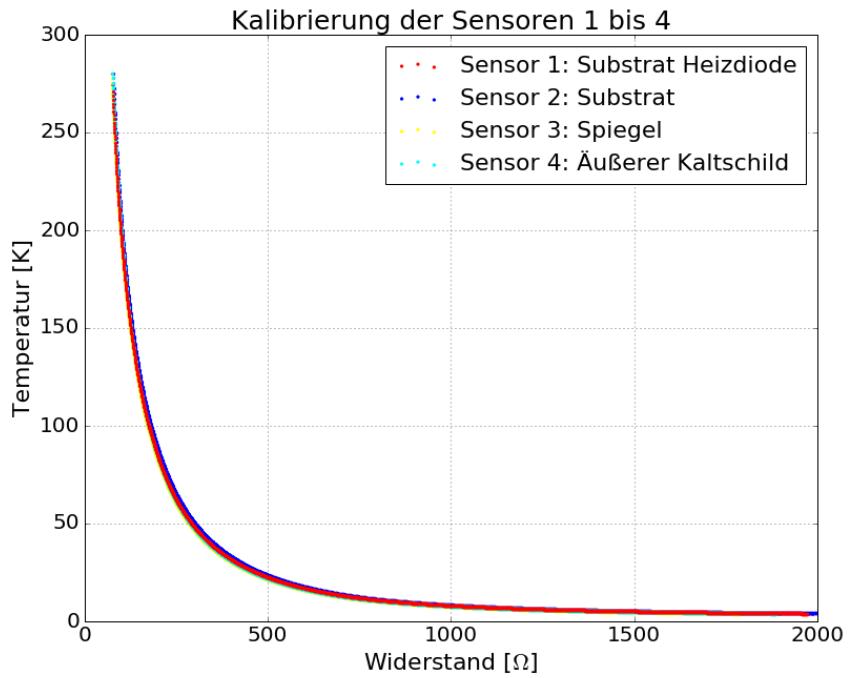


Abbildung 4.7: Temperatur-Kalibrierung der Sensoren 1 bis 4

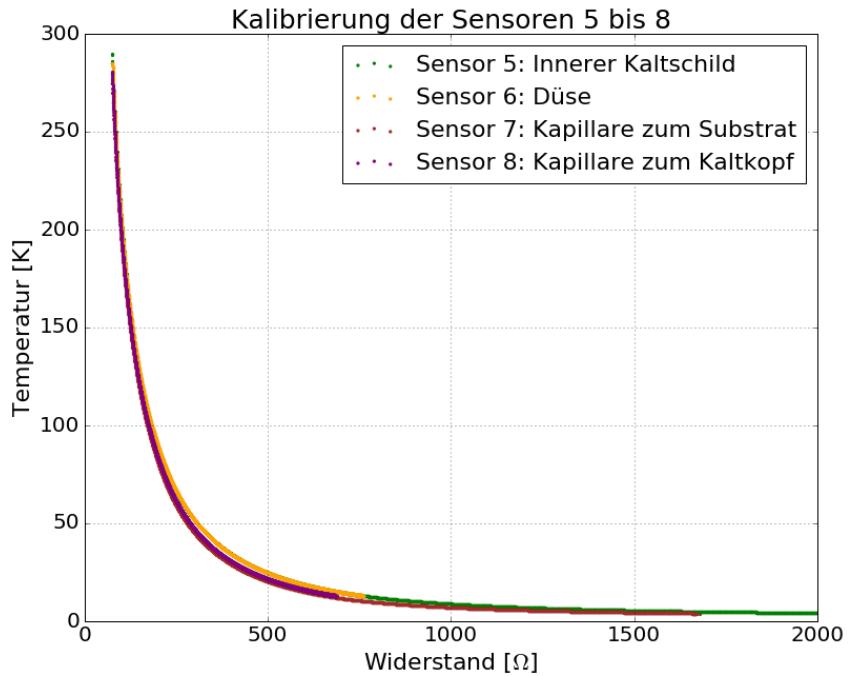


Abbildung 4.8: Temperatur-Kalibrierung der Sensoren 5 bis 8

## 4.3 Ellipsometrie-Messungen am kalten HOPG-Substrat

In diesem Abschnitt soll untersucht werden, ob das Kalfahren der Krypton-Quelle die Ellipsometrie-Messungen am HOPG-Substrat beeinflusst. Hierzu wird ein kleiner Bereich um ein ausgewähltes Minimum während des Kalfahrens wiederholt vermessen und auf Veränderungen untersucht. Zu erwarten ist, dass bei tiefen Temperaturen Restgas auf das Substrates auffriert und sich eine geringfügige Änderung der Lage des Minimums ergibt. Das Ziel dieser ersten, hier vorgestellten Messreihe während des Kalfahrens war zu testen, ob neben dieser minimalen Verschiebung auch eine größere Veränderung bei der Ellipsometrie-Messung stattfindet. Daher wurden sowohl der Bereich um das Minimum als auch die Schrittweite recht groß gewählt. Für eine genaue Analyse zum Auffrieren des Restgases müssten diese Parameter deutlich kleiner gewählt werden.

### 4.3.1 Messung

Die Messung wird während des Kalfahrens über einen Zeitraum von etwa 24 Stunden alle 10 Minuten durchgeführt. Die zugehörigen Temperatur- und Druckwerte, die im 10 Sekunden-Takt aufgenommen wurden, sind in den Abbildungen 4.9 und 4.10 zu sehen. Zur Temperaturmessung kommen die im vorigen Kapitel beschriebenen Temperatursensoren zum Einsatz. Dabei war der Sensor Nr. 6 nicht angeschlossen, sodass dieser Sensor auf einem konstanten Wert bleibt. Am Substrat konnte ein tiefster Temperaturwert von 65 K erreicht werden. Zur Druckmessung werden ein Ionivac der Firma Oerlikon Leybold Vacuum und ein Granville-Philipps der Firma MKS Instruments verwendet. Der tiefste Wert des Druckes liegt bei etwa  $2 \cdot 10^{-8}$  mbar (Ionivac). Am finalen Aufbau der Krypton-Quelle werden niedrigere Temperatur- und Druckwerte angestrebt.

Die Zusammensetzung des Restgases vor und am Ende der Messung ist in Abbildung 7.2 im Anhang dargestellt. Diese wurde mit einem Restgasanalysator (Typ Transpector 2 der Firma Inficon) untersucht. In Abbildung 4.10 ist am Ende der Messung ein starker Druckanstieg zu erkennen. Dieser wird durch eine Messung des Restgasanalysators verursacht.

Bei den vorhandenen Restgasen handelt es sich hauptsächlich um Wasserstoff<sup>1</sup>, Wasser und Stickstoff. Weiter sind auch Sauerstoff, Argon und Kohlenstoff vorhanden. Man sieht in den Diagrammen deutlich, dass durch kontinuierliche Pumpen und Abkühlen die Konzentration des Restgases verringert wird. Nach dem Kalfahren dominiert der Wasserstoff in der Kammer.

Die Intensität im zu untersuchenden Minimum wird in einem Bereich von 187° bis 217° für den Polarisator und 201° bis 231° für den Kompensator in 2°-Schritten aufgezeichnet. In Abbildung 4.11 sind exemplarisch sechs dieser Messungen zu Beginn, nach 5, 10, 15 und 20 Stunden sowie am Ende der Messung nach knapp 24 Stunden dargestellt. Um zu untersuchen, ob sich für die Lage des Minimums ein Trend in eine bestimmte

<sup>1</sup>Für Wasserstoff sind in den vorliegenden Messungen keine Absolutwerte notiert.

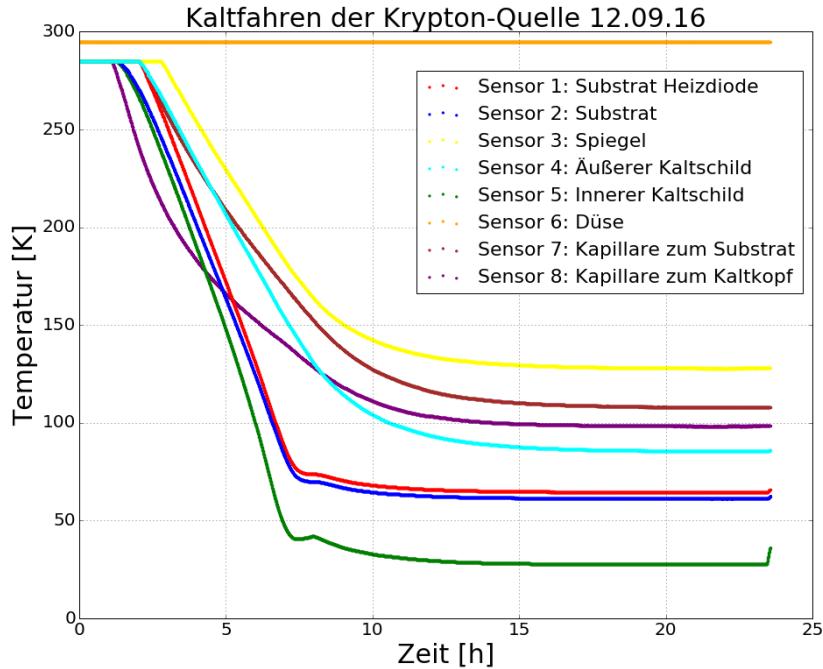


Abbildung 4.9: **Temperaturverlauf während des Kalfahrens der Krypton-Quelle.** Zu sehen ist die Temperatur an verschiedenen Positionen im Kryosystem in Abhängigkeit von der Zeit. Dabei war der Sensor Nr. 6 nicht angeschlossen, da die Düse im Aufbau noch nicht montiert ist.

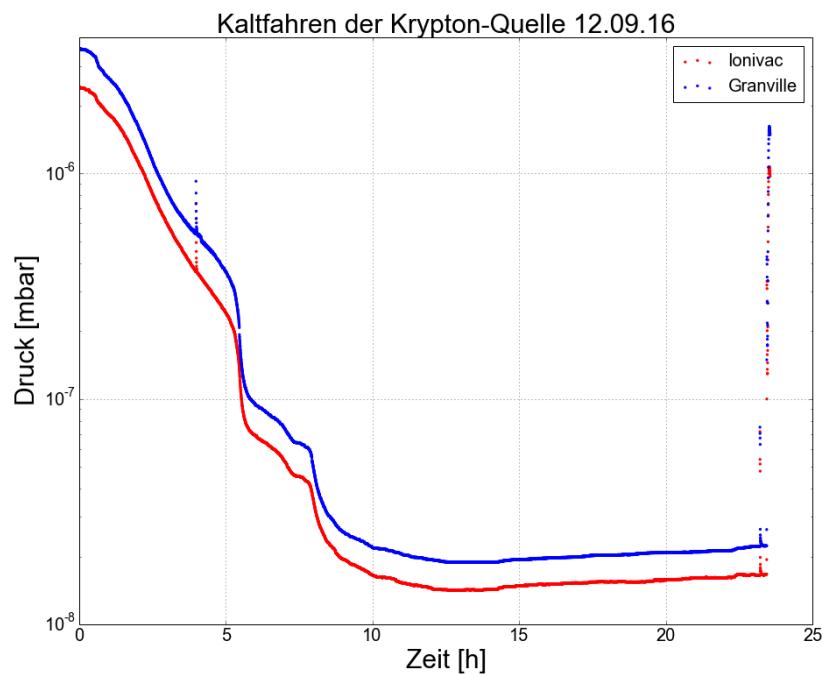


Abbildung 4.10: **Druckverlauf während des Kalfahrens der Krypton-Quelle.**

Verschiebungsrichtung ergibt, wurden alle vermessenen Minima analog zu Kapitel 3.4 mit einem Least-Squares-Fit und einer bivariaten Normalverteilung gefittet. Die Konturlinien sind in der Abbildung rot eingezeichnet. Zusätzlich wird die gefittete Lage des Minimums über die roten, gestrichelten Linien markiert.

#### 4.3.2 Veränderung der Position des Minimums

In den Abbildungen 4.12 und 4.13 ist die Winkelposition, unter der das Minimum beim Polarisator bzw. Kompensator auftritt, in Abhängigkeit von der Temperatur des Substrates eingezeichnet. Zusätzlich ist auf der zweiten  $y$ -Achse der Verlauf des Druckes, der am Ionivac gemessen wurde, eingetragen. Man sieht in den Graphen, dass während Druck und Temperatur sinken die Position des Polarisators und des Kompensators in einem kleinen Winkelbereich schwanken. Ab Erreichen der tiefsten Temperatur von 65 K nehmen diese Schwankungen stark zu. Dieser Effekt ist besonders für den Polarisator gut zu erkennen. Für den Kompensator sind die Schwankungen nicht so stark ausgeprägt, aber dennoch erkennbar. Beim Polarisator ist des Weiteren zu sehen, dass beim letzten Druckabfall auch die Position des Minimums auf der Polarisator-Achse leicht nach unten verschoben wird, bevor die starken Schwankungen hinzukommen. Diese Änderungen deutet darauf hin, dass hier Restgas auf das Substrat auffriert und so die Position des Minimums verändert. Daher soll dieser Bereich im Folgenden genauer untersucht werden.

Nach ca. 10 Stunden Messdauer ist am Substrat eine konstante Temperatur von 65 K erreicht. In den Abbildungen 4.14 und 4.15 ist ein Ausschnitt der Positionen von Polarisator und Kompensator im zeitlichen Verlauf bei dieser konstanten Temperatur zu sehen. Die Position des Polarisators verschiebt sich auf einem Bogen, der einer Sinuskurve ähnelt. Da jedoch der Bereich, in dem das Minimum vermessen wurde, und die Schrittweite sehr groß gewählt wurden, unterliegen die Messwerte so großen Schwankungen, dass sich der sinusförmige Verlauf nur erahnen lässt.

Trägt man die Position des Minimums für die konstante Temperatur von 65 K in einem Polarisator-Kompensator-Diagramm auf, ergibt sich der Graph, der in Abbildung 4.16 zu sehen ist. Dabei lassen sich zwei, in der Abbildung farblich unterschiedlich dargestellte Linien erkennen, entlang derer sich das Minimum verschiebt. Die erste (grün) tritt in den Stunden 11,5 bis 18 der Messung auf, die zweite (rot) von 18 bis 24 Stunden. Die Pfeile deuten die Richtung an, in welcher der zeitliche Verlauf geschieht.

Diese Linien könnten zu einer Ellipse, wie sie in Abbildung 2.7 zu sehen ist, gehören. Eine solche Ellipse nimmt, wie in der Abbildung zu sehen ist, einen großen Winkelbereich ein. Da die Verschiebungen in Abbildung 4.16 in einem sehr kleinen Bereich von weniger als 1° stattfinden, könnten diese durch das Auffrieren von einer nur wenigen Å dicken Schicht verursacht werden. Für eine genauere Interpretation, welche Restgasdicke auf das Substrat auffriert, müsste eine solche Messung für einen kleineren Winkelbereich mit geringerer Schrittweite durchgeführt werden.

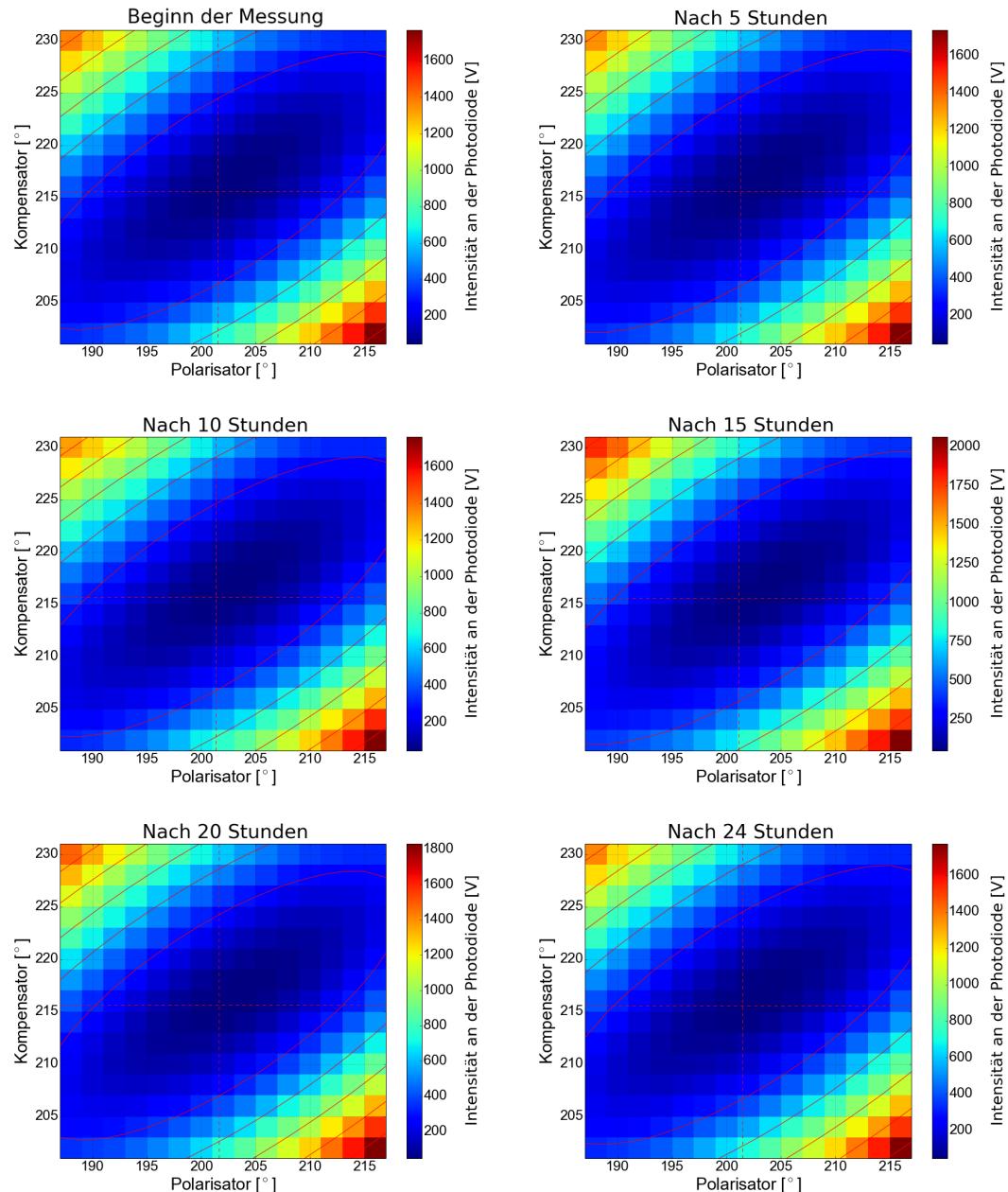


Abbildung 4.11: **Ellipsometrie-Messungen eines Minimums zu verschiedenen Zeitpunkten während des Kalfahrens der Krypton-Quelle.** Zu sehen sind ist das Minimum zu Beginn der Messung sowie nach 5, 10, 15, 20 und 24 Stunden Messdauer. Die aufgenommenen Daten wurden mit einer bivariaten Normalverteilung mit der Least-Squares-Methode gefititet. Die so erhaltenen Werte für die genaue Lage des Minimums sind mit dem rot gestrichelten Kreuz markiert.

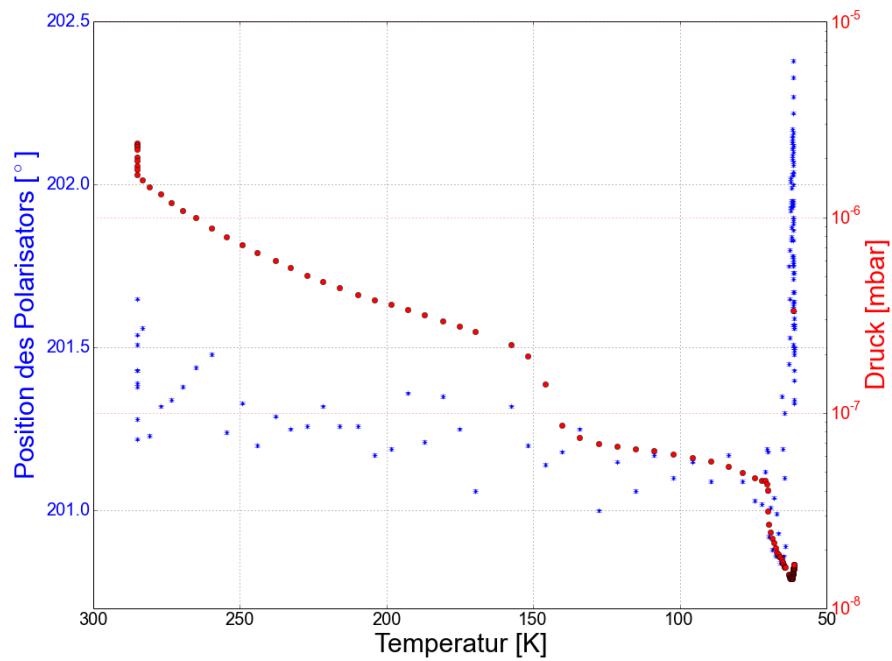


Abbildung 4.12: Verschiebung des Minimums auf der Polarisator-Achse und Druck in der Vakuum-Kammer in Abhangigkeit von der Temperatur.

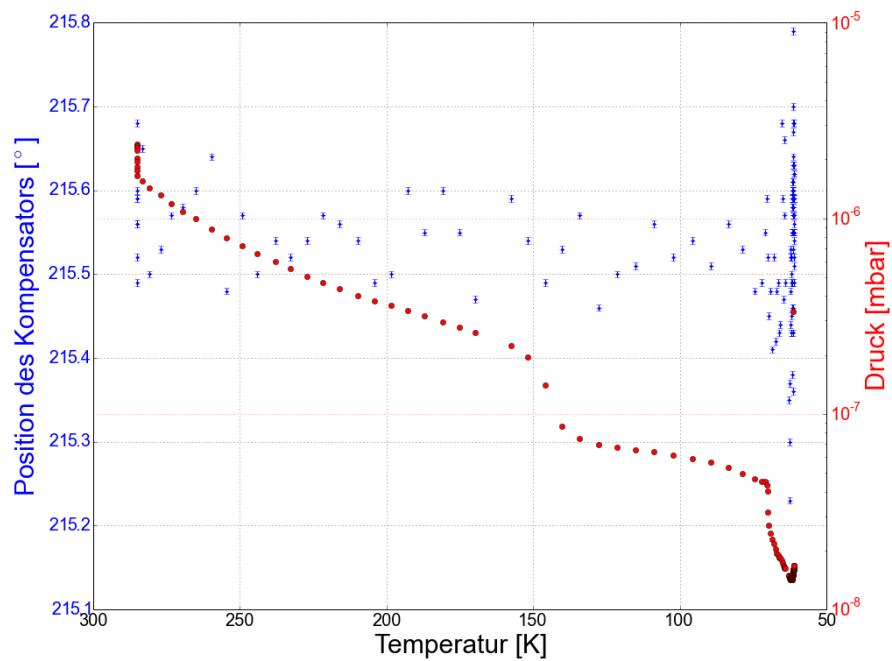


Abbildung 4.13: Verschiebung des Minimums auf der Kompensator-Achse und Druck in der Vakuum-Kammer in Abhangigkeit von der Temperatur.

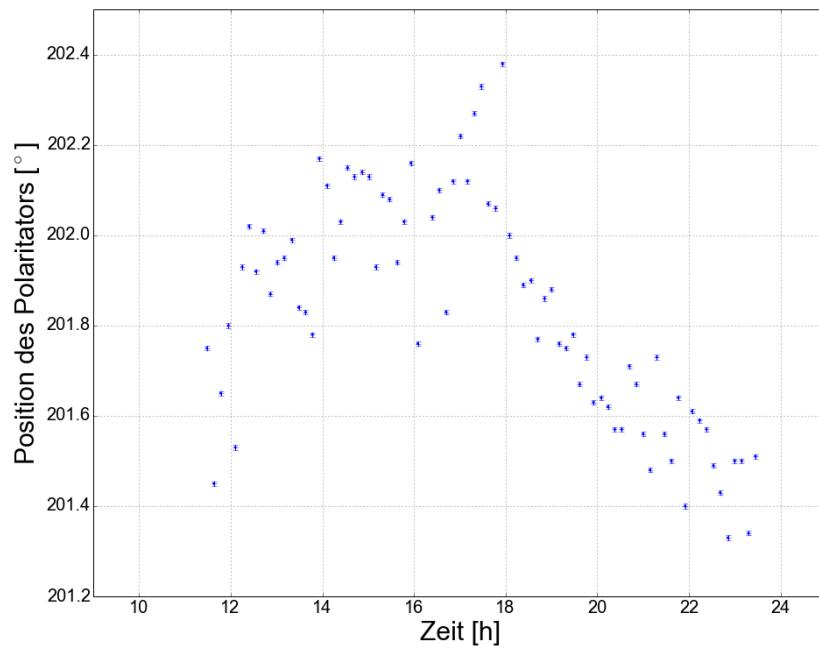


Abbildung 4.14: Zeitliche Entwicklung des Minimums auf der Polarisator-Achse bei einer konstanten Temperatur von 65 K am Substrat.

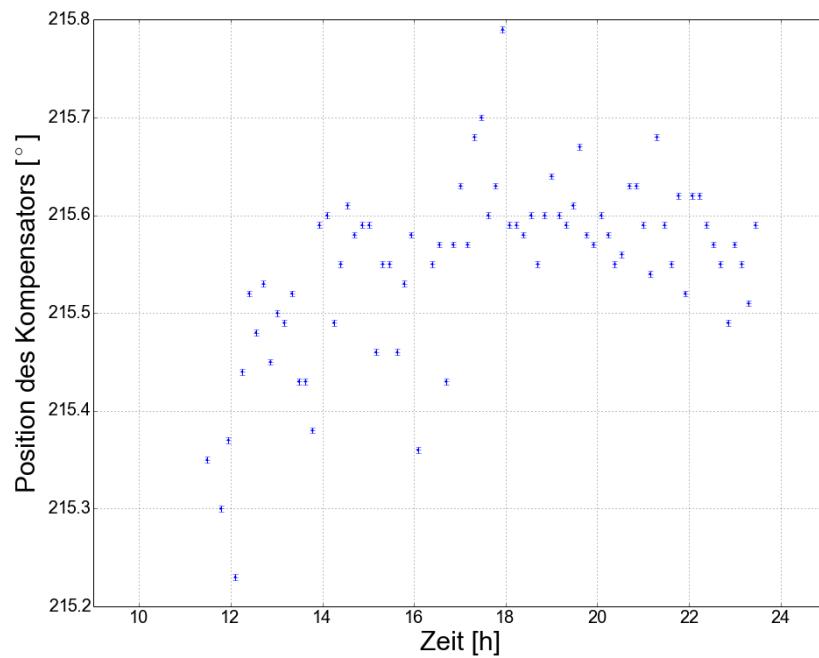


Abbildung 4.15: Zeitliche Entwicklung des Minimums auf der Kompensator-Achse bei einer konstanten Temperatur von 65 K am Substrat.

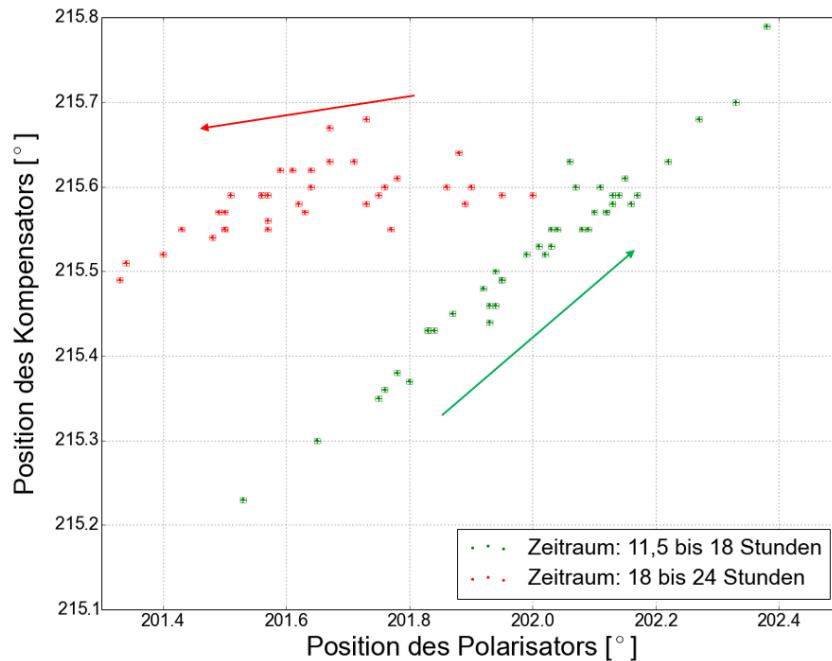


Abbildung 4.16: **Polarisator-Kompensator-Diagramm der Position des Minimums bei einer konstanten Temperatur von 65 K am Substrat.** Die Messwerte lassen sich für den Zeitraum von 11,5 bis 18 Stunden (grün) und den von 18 bis 24 Stunden (rot) in zwei Linien unterteilen, entlang derer sich das Minimum verschiebt. Die Verschiebungsrichtung im Verlauf der Zeit ist mit den Pfeilen angedeutet.

#### 4.4 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die Kalibrierung von acht Sensoren konnte erfolgreich durchgeführt werden, sodass durch diese an den relevanten Positionen im Aufbau die Temperatur überwacht werden kann. In den Testmessungen der Ellipsometrie konnte gezeigt werden, dass die Position des Minimums während des Kaltfahrens minimal durch auffrierendes Restgas beeinflusst wird. Dabei handelt es sich um eine Verschiebung im Bereich von etwa  $1^\circ$ . In der Auswertung der Messdaten ließ sich nach Erreichen der tiefsten Temperatur am Substrat eine Bewegung entlang zweier Linien erkennen. Diese könnten zu einer Ellipse, die beim Auffrieren einer Schicht auf das Substrat entsteht, gehören. Um diese Beobachtung zu verifizieren, müsste eine solche Messung allerdings für einen kleineren Winkelbereich mit geringerer Schrittweite wiederholt werden und könnte so möglicherweise Aufschluss darüber geben, welche Schichtdicke auf das Substrat auffriert.

Im nächsten Schritt soll der Aufbau des Gassystems beschrieben werden, durch welches das radioaktive Krypton-Gas in die Quelle eingelassen wird.

# 5 Gassystem

Zum Einlassen des radioaktiven Kryptongases dient ein automatisiertes Gassystem. Dieses wird im Aufbau der Krypton-Quelle wie die Ellipsometrie-Anordnung ebenfalls auf dem in Abbildung 3.3 blauen, fahrbaren Gestell platziert. Hierfür ist die in der Abbildung linke Seite des Gestells vorgesehen. Das Gassystem wurde in [Sch11] für den Einsatz an der Krypton-Quelle umgebaut und automatisiert. Um planen zu können, wie genau das Gassystem auf dem Gestell positioniert werden soll, wurde eine CAD-Zeichnung anhand des bereits im Labor aufgebauten Systems angefertigt, die in Abbildung 5.1 zu sehen ist. Fotos des Gassystems und der Quelle, die als Vorlage für die Modellierung dienten, sind in Abbildung 5.2 dargestellt.

## 5.1 Aufbau und Funktionsweise

Im Folgenden soll anhand von Abbildung 5.1 ein kurzer Überblick über die Funktionsweise des Gassystems gegeben werden. Detaillierte Informationen sind in [Sch11] zu finden.

Das automatisierte Gassystem dient dazu, eine bestimmte Menge Gas in den Substratbereich der UHV-Kammer einzulassen. Über die Turbomolekularpumpe wird die gesamte Anordnung evakuiert. Die Drucküberwachung in der doppelkreuzförmigen Mischungskammer geschieht dabei über eine Druckmessröhre (ITR 90) sowie eine Piraniröhre (Cervac). Im Gassystem befinden sich zwei Anschlüsse für radioaktives bzw. stabiles Gas, wobei in der CAD-Zeichnung nur die  $^{83m}\text{Rb}$ -Quelle dargestellt ist, aus der das radioaktive Kryptongas stammt. Die Anschlussstelle des stabilen Krypton-Gases ist in der Abbildung in grün eingezzeichnet und diente in der Vergangenheit für Referenzmessungen der Ellipsometrie. Für den finalen Aufbau der Krypton-Quelle an der CPS wird das stabile Kryptongas nicht mehr benötigt. Der Einlass der Gase geschieht über mehrere Ventile. Zum Kryosystem und damit zum HOPG gelangt es schließlich über das Ventil V8 (blauer Pfeil). Die Ansteuerung der einzelnen Elemente geschieht über ein LabView-Programm.

## 5.2 CAD-Modellierung

Anhand des realen Aufbaus wurde das Gassystem als CAD-Zeichnung erstellt und anschließend in die Gesamtkonstruktion eingefügt, um eine geeignete Position zu finden. Beim Aufbau in Abbildung 5.1 sind die Verbindungsrohre zwischen der  $^{83}\text{Rb}$ -Quelle und dem Ventil V8 sowie zwischen Ventil V1 und dem T-Stück nicht fest, sondern können für eine passende Positionierung variiert werden. In Abbildung 5.3 ist das ins Gesamtgestell

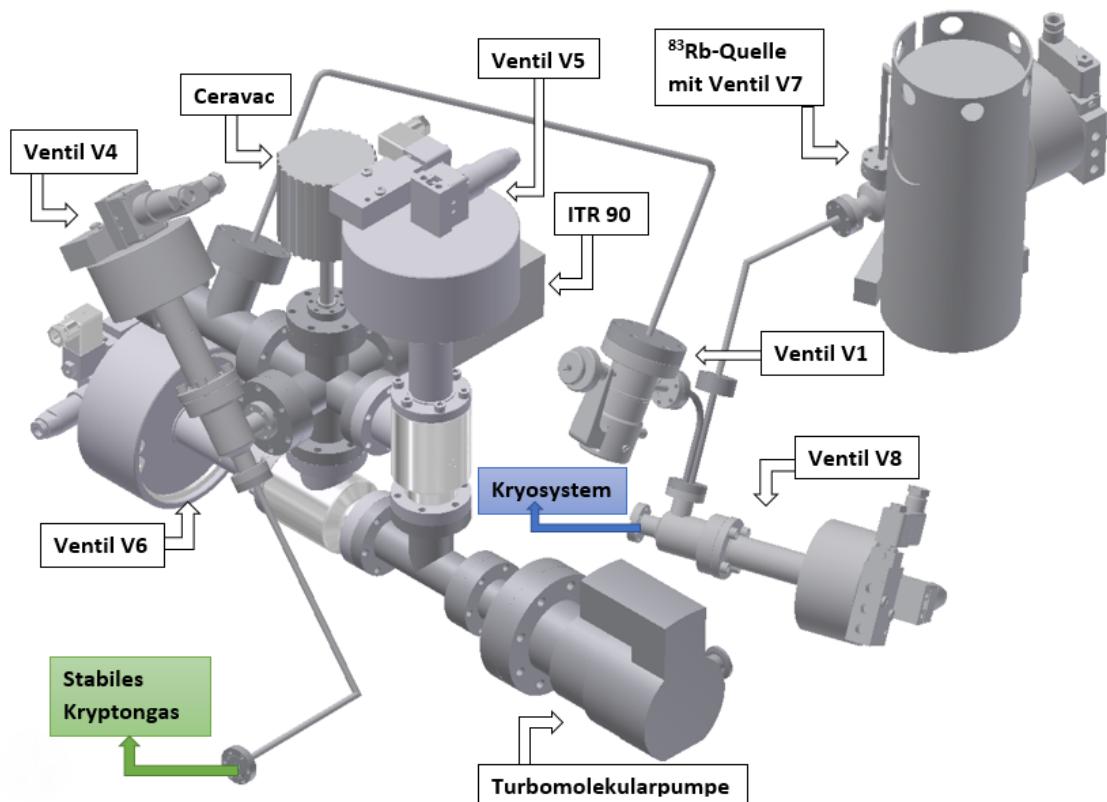


Abbildung 5.1: CAD-Zeichnung des Gassystems. Dargestellt ist das bereits im Labor aufgebaute Gassystem mit Markierung der wichtigsten Komponenten. Mit farbigen Pfeilen sind die Anschlussstellen für das stabile Kryptongas (grün) und das Kryosystem (blau) gekennzeichnet.

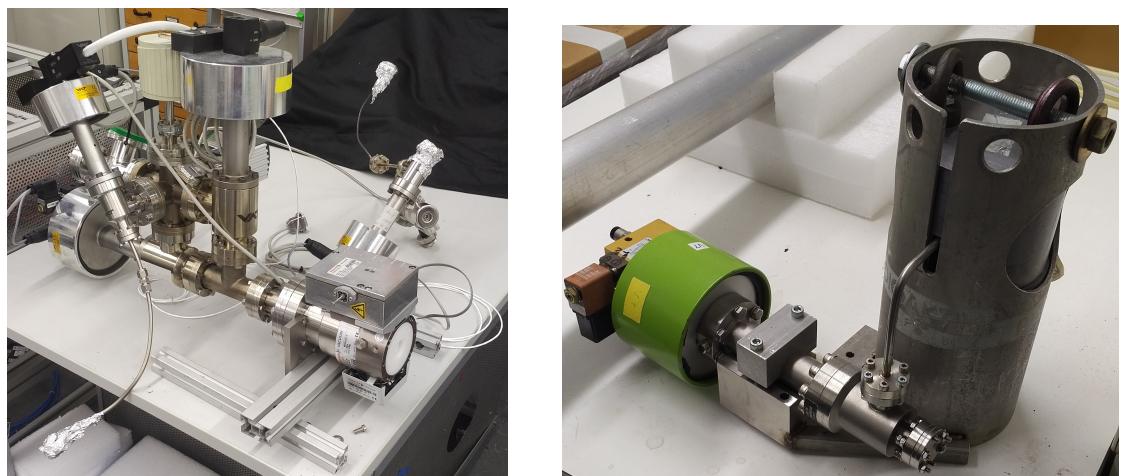


Abbildung 5.2: Gassystem und Quelle. Links: Foto des zusammengesetzten Gassystems. Die mit Aluminiumfolie abgedeckten Anschlussstellen für die  $^{83}\text{Rb}$ -Quelle und das Kryosystem sind oben rechts, die für das stabile Kryptongas unten links zu sehen. Rechts: Foto der  $^{83}\text{Rb}$ -Quelle mit dem Ventil V7.

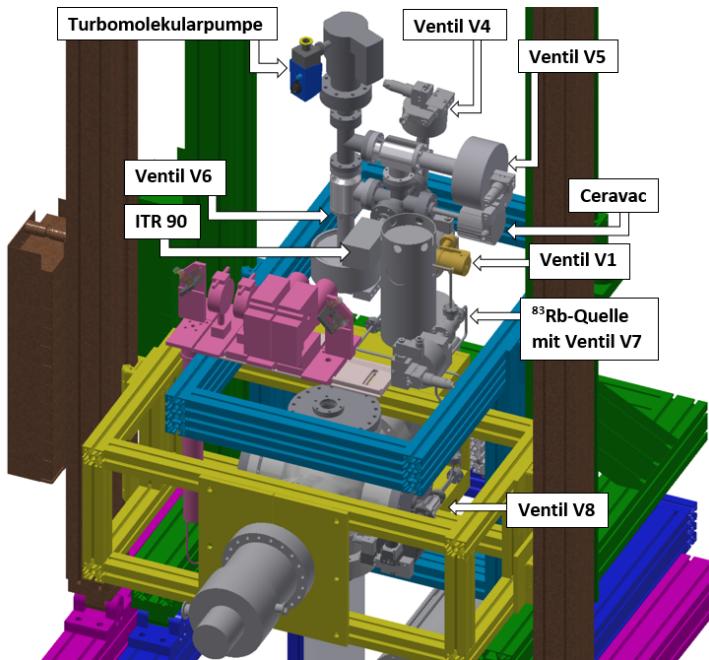


Abbildung 5.3: **CAD-Zeichnung des im Gesamtgestell montierten Gassystems.** Anhand der Abbildung erkennt man, dass das Gassystem in dieser Positionierung eine deutlich zu große Höhe aufweist.

eingefügte Gassystem mit Beschriftung der einzelnen Bauteile zu sehen. Das Ventil V8 befindet sich dabei innerhalb des gelben Gestells direkt an der Öffnung zur Vakuum-Kammer. Der restliche Aufbau soll auf dem hellblauen Gestell platziert werden. Wie man in der Abbildung allerdings erkennen kann, weist der Gesamtaufbau eine große Höhe auf. Im Aufbau an der CPS wird der Platz nach oben jedoch beschränkt sein, sodass ein Einbau, wie er hier zu sehen ist, nicht realisiert werden kann. Daher muss das Gassystem teilweise umgestaltet oder an einer anderen Stelle platziert werden, was im Rahmen der Arbeit jedoch nicht mehr durchgeführt werden konnte.

### 5.3 Zusammenfassung der Ergebnisse

Das Gassystem soll im vertikalen Aufbau der Krypton-Quelle im oberen Bereich beim Ellipsometrie-Aufbau platziert werden. Beim Einbau des Gassystems in das Gesamtgestell zeigte sich, dass eine geeignete Positionierung des bestehenden Aufbaus aufgrund der Höhe nicht möglich ist. Aus diesem Grund muss der hier dargestellte Einbau überarbeitet werden.

Ein nächster Schritt könnte der Anschluss des Gassystems an den Testaufbau sein, sodass die Ellipsometrie-Anordnung auch mit aufgefrorenem Kryptonfilm getestet werden kann. Hierfür könnte wie in früheren Messungen zunächst stabiles Kryptongas verwendet werden.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel dieser Bachelorarbeit war der Aufbau einer an die Anforderungen der neuen, vertikal ausgerichteten Krypton-Quelle angepassten Ellipsometrie-Anordnung.

Im Rahmen der Arbeit konnte ein geeigneter Aufbau auf einer optischen Bank entworfen und getestet werden. Dabei wird der Laser in der Senkrechten an der Schiene aufgehängt und der Strahl kann über zwei dielektrische Spiegel durch die optischen Komponenten und schließlich zum Substrat gelenkt werden. Mit diesem Aufbau ist eine passende Positionierung im Gesamtgestell möglich. Eine Justage im Testaufbau verlief erfolgreich, sodass erste Testmessungen der Ellipsometrie am HOPG-Substrat bei Raumtemperatur realisiert werden konnten. In diesem Zusammenhang wurde ein Intensitätsprofil für die möglichen Polarisator- und Kompensatorwinkel bei einer vollständigen Rotation beider Komponenten aufgenommen und mit einer sich aus der Theorie ergebenden Simulation verglichen. Es konnte gezeigt werden, dass die Messung mit der Theorie konsistente Ergebnisse liefert.

Des Weiteren wurden Ellipsometrie-Messungen am gekühlten HOPG-Substrat ohne aufgefrorenes Krypton-Gas durchgeführt. Dazu wurde ein Minimum im Intensitätsprofil in einem kleinen Winkelbereich wiederholt während des Kalfahrens vermessen und beobachtet, ob Veränderungen auftreten. Anhand der Auswertung dieser Messungen zeigt sich, dass beim Erreichen der tiefen Temperaturen Restgas auf die Oberfläche des HOPG-Substrates auffriert. Für eine genauere Aussage, welche Schichtdicke auffriert, müsste eine Messung in einem kleineren Winkelbereich um das Minimum mit geringerer Schrittweite durchgeführt werden.

Für das Kryosystem wurden außerdem acht Temperatursensoren zur Überwachung der Temperatur an den wichtigen Punkten der Krypton-Quelle erfolgreich kalibriert. Hierdurch kann eine gute Temperaturüberwachung gewährleistet werden.

Insgesamt sind für den Aufbau an der CPS tiefere Temperaturen vor allem am Substrat und ein geringerer Druck als die bisher erreichten Werte erforderlich. Bei einer entsprechenden Optimierung könnte mithilfe einer weiteren Ellipsometrie-Messreihe überprüft werden, ob weiterhin Restgas auf das Substrat auffriert und so die Ellipsometrie-Messungen beeinflussen könnte.

Im Zusammenhang mit der Platzierung der Ellipsometrie-Anordnung im Gesamtgestell der Krypton-Quelle wurde das Gassystem als CAD-Zeichnung modelliert. Bei der Positionierung treten jedoch Schwierigkeiten auf, da das Gassystem eine zu große Höhe aufweist, die nicht mit den räumlichen Gegebenheiten an der CPS verträglich ist. Aus diesem Grund bedarf ein Teil des Systems vor dem Einbau ins Gesamtgestell einer Überarbeitung.

In einem nächsten Schritt könnte das Gassystem im Testaufbau platziert werden und die Ellipsometrie mit einem auf das HOPG-Substrat aufgefrorenen Kryptongas-Film getestet werden. Hierfür besteht wie bereits in vorherigen Tests die Möglichkeit zunächst stabiles Krypton verwendet werden. Auf diesem Wege kann die Laser-Ellipsometrie für den finalen Aufbau der Krypton-Quelle beim KATRIN-Experiment in Karlsruhe fertig gestellt werden und eine präzise Überwachung des aufgefrorenen Krypton-Films an dieser Kalibrationsquelle ermöglichen.

## 7 Anhang

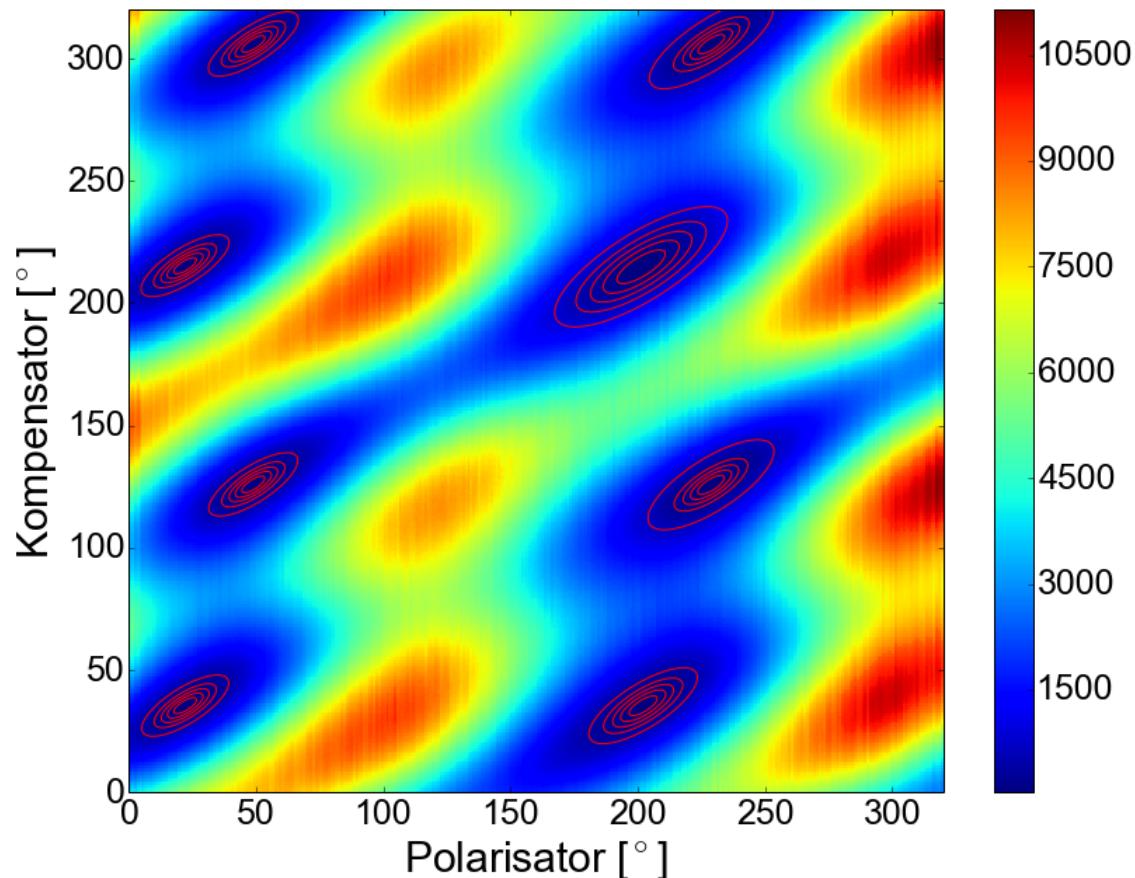


Abbildung 7.1: **Vollständige Ellipsometrie-Messung mit Konturlinien der angefitteten Minima.** Die Minima wurden mit einer bivariaten Normalverteilung in einem Least-Squares-Fit angenähert.

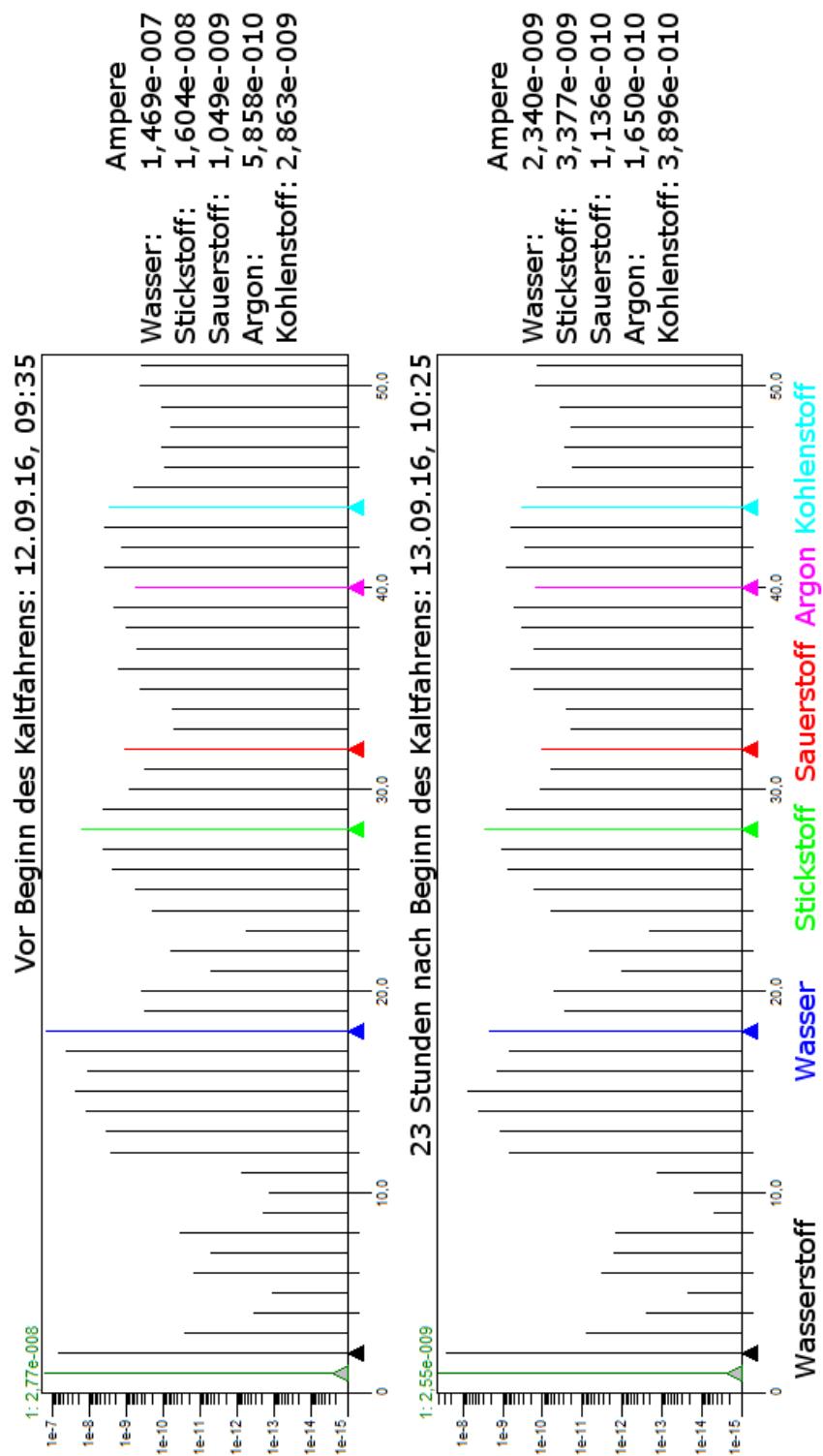


Abbildung 7.2: Spektren der Restgaszusammensetzung im Inneren der UHV-Kammer vor und am Ende der Messung.

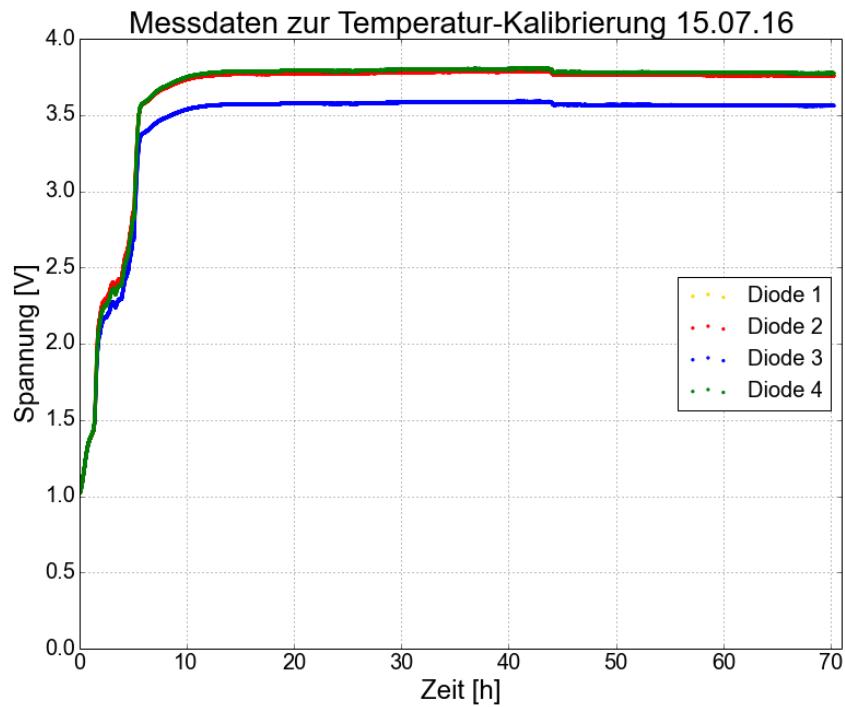


Abbildung 7.3: Messwerte zur Temperaturkalibrierung.

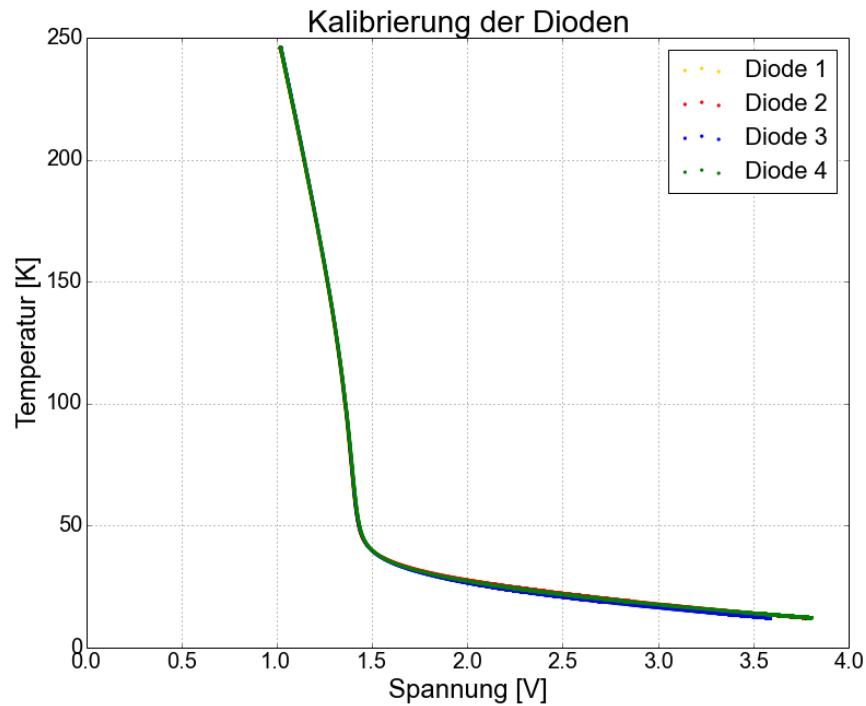


Abbildung 7.4: Temperatur-Kalibrierung der Dioden

# Plagiatserklärung

Hiermit versichere ich, dass die vorliegende Arbeit mit dem Titel "Weiterentwicklung der Laser-Ellipsometrie für den Aufbau der neuen Krypton-Quelle an der CPS" selbstständig verfasst worden ist, dass keine anderen Quellen und Hilfsmittel als die angegebenen benutzt worden sind und dass die Stellen der Arbeit, die anderen Werken – auch elektronischen Medien – dem Wortlaut oder Sinn nach entnommen wurden, auf jeden Fall unter Angabe der Quelle als Entlehnung kenntlich gemacht worden sind.

Ich erkläre mich mit einem Abgleich der Arbeit mit anderen Texten zwecks Auffindung von Übereinstimmungen sowie mit einer zu diesem Zweck vorzunehmenden Speicherung der Arbeit in einer Datenbank einverstanden.

---

Ort,Datum

---

Unterschrift

## 8 Literatur

- [Azz77] R. Azzam. *Ellipsometry and polarized light*. North-Holland Publ., 1977.
- [Bau+13] S. Bauer u. a. “Ellipsometry with polarisation analysis at cryogenic temperatures inside a vacuum chamber”. In: *Review of Scientific Instruments* (2013).
- [Bau13] Dr. Stephan Bauer. “Energy calibration and stability monitoring of the KATRIN experiment”. Dissertation. Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2013.
- [Bot12] Richard Bottesch. “Set-up of the motion control and characterization of the ablation laser for the condensed  $^{83m}\text{Kr}$  conversion electron source of the KATRIN experiment”. Diplomarbeit. Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2012.
- [Bro16] Datenbank National Nuclear Data Center und Brookhaven National Laboratory. <http://www.nndc.bnl.gov/nudat2/>. Zugriff: [25.08.2016].
- [Col05] KATRIN Collaboration. *KATRIN design report 2004*. Forschungsbericht. Forschungszentrum Karlsruhe, 2005.
- [Cow+56] C. L. Cowan u. a. “Detection of the free Neutrino: a Confirmation”. In: *Science* (1956).
- [GM08] M. C. Gonzalez-Garcia und M. Maltoni. “Phenomenology with Massive Neutrinos”. In: *Physics Reports* (2008).
- [Gre13] Benjamin Grees. “Verbesserung der Nullellipsometrie bei festem Analysatorwinkel für das KATRIN-Experiment”. Diplomarbeit. Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2013.
- [Hec14] E. Hecht. *Optik*. De Gruyter, 2014.
- [Jac06] J. D. Jackson. *Klassische Elektrodynamik*. De Gruyter, 2006.
- [KIT16] KIT. <http://www.katrin.kit.edu/>. Zugriff: [25.08.2016].
- [Kra+05] Ch. Kraus u. a. “Final Results from phase II of the Mainz Neutrino Mass Search in Tritium  $\beta$  Decay”. In: *The European Physical Journal C* 40 (2005).
- [Lob03] V.M. Lobashev. “The search for the neutrino mass by direct method in the tritium beta-decay and perspectives of study it in the project KATRIN”. In: *Nuclear Physics A* 719 (2003).

- [Ost09] Dr. Beatrix Ostrick. “Eine kondensierte  $^{83m}\text{Kr}$  Kalibrationsquelle für das KATRIN-Experiment”. Dissertation. Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2009.
- [OW08] E. W. Otten und C. Weinheimer. “Neutrino mass limit from tritium  $\beta$  decay”. In: *Reports on Progress in Physics* 71.8 (2008), S. 086201.
- [Rei12] G. Reider. *Photonik*. Springer-Verlag, 2012.
- [Sac16] R. Sack. *Persönliche Kommunikation*. 2016.
- [Sal08] B. Saleh. *Grundlagen der Photonik*. Wiley-VHC, 2008.
- [Sch11] Tim Schäfer. “Aufbau eines automatisierten Gassystems für die kondensierte  $^{83m}\text{Kr}$ -Kalibrationsquelle des KATRIN-Experiments”. Diplomarbeit. Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2011.
- [Spi11] Daniel Spitzer. “Alternative Ellipsometrie-Varianten bei kryogenen Temperaturen für das KATRIN-Experiment”. Diploimarbeit. Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2011.
- [Weg10] Anne Wegmann. “Laserellipsometrie für die kondensierte  $^{83m}\text{Kr}$ -Konversionselektronenquelle des KATRIN-Experiments”. Diploimarbeit. Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2010.

# Danksagung

Hiermit möchte ich mich bei allen herzlich bedanken, die durch ihre fachliche und persönliche Unterstützung zum Gelingen dieser Bachelorarbeit beigetragen haben.

Prof. Dr. C. Weinheimer möchte ich für die freundliche Aufnahme in die Arbeitsgruppe und die Bereitstellung dieser Bachelorarbeit danken. Auf diese Weise konnte ich einen interessanten Einblick in die Forschungsarbeit der Kernphysik gewinnen.

Ein besonderer Dank gilt Stephan Dyba, der mir bei Fragen jederzeit helfend zur Seite stand. Durch das Korrekturlesen von ihm und Dr. Volker Hannen wurde die Arbeit in die richtige Richtung geführt. Dafür möchte ich mich an dieser Stelle herzlich bedanken. Mein Dank gilt auch Hans-Werner Ortjohann, dessen Unterstützung mir bei der Planung des Aufbaus und der Konstruktion der Bauteile sehr geholfen hat. Des Weiteren möchte ich mich auch bei der Feinmechanischen Werkstatt für die Fertigstellung der Komponenten bedanken.

Insgesamt bedanke ich mich bei der gesamten Arbeitsgruppe für die freundliche Aufnahme, die gute Zusammenarbeit und die Unterstützung bei Fragen und Problemen.

Zum Schluss geht mein besonderer Dank an meine Mutter, die mir durch ihre Unterstützung das Studium ermöglicht.