

V44

Röntgenreflektometrie

Nico Guth

nico.guth@tu-dortmund.de

David Venker

david.venker@tu-dortmund.de

Durchführung: 07.06.2021

Abgabe: 15.07.2021

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1 Zielsetzung	3
2 Theorie	3
2.1 Reflexion und Brechungsindex	3
2.2 Mehrschichtsysteme	4
2.2.1 Rauigkeit	6
2.3 Funktionsweise der Geräte im Versuch	6
3 Durchführung	7
4 Auswertung	9
4.1 Justierung des Detektors	9
4.1.1 Detektorscan	9
4.1.2 Z-Scan	10
4.1.3 Rockingscan	11
4.2 Messung des Reflektivitätsscans und Bestimmung des Dispersionsprofils .	12
5 Diskussion	14
Literatur	15
Anhang	16

1 Zielsetzung

Der Versuch dient dazu ein Verständnis für die Röntgenreflektometrie zu entwickeln. Ziel dieses Experiments ist es mithilfe der Reflektometrie die Dispersion, Rauigkeit und Schichtdicke eines nanometer-dicken Filmes auf einem Siliziumwafer zu bestimmen.

2 Theorie

2.1 Reflexion und Brechungsindex

Trifft Röntgenstrahlung aus dem Vakuum auf ein Medium mit einem Brechungsindex $n \neq 1$ ist der Brechungsindex gegeben als

$$n = 1 - \delta + i \cdot \beta. \quad (1)$$

Dabei ist δ eine kleine Korrektur $\delta = 10^{(-6)}$ und β die Absorption. Für Röntgenstrahlen ist der Brechungsindex in Materie kleiner als 1, sodass Totalreflexion möglich wird. Zunächst betrachten wir allerdings eine allgemeine Reflexion. Eine elektromagnetische Welle trifft unter einem Winkel α_i auf eine homogene, unendlich dicke und glatte Schicht. Dort wird ein Teil der Welle unter dem Winkel $\alpha_f = \alpha_i$ reflektiert. Der andere Teil wird um den Winkel α_t transmittiert und gebrochen. Die Reflexion und Transmission ist in Abbildung 1 dargestellt.

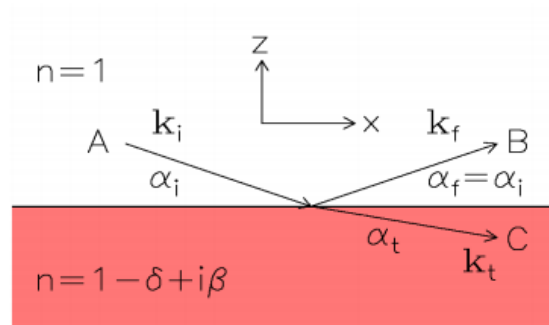


Abbildung 1: Darstellung der Reflexion und Transmission einer Welle. [1]

Wie bereits besprochen ist hier unterhalb eines bestimmten kritischen Winkels α_c Totalreflexion möglich, das bedeutet, dass kein Teil der Welle transmittiert wird. Dieser Winkel ist näherungsweise gegeben durch

$$\alpha_c \approx \sqrt{2 \cdot \delta} = \lambda \cdot \sqrt{\frac{r_e \cdot \rho}{\pi}}. \quad (2)$$

In den Fresnelschen-Gleichungen wird zudem die Polarisation der Wellen betrachtet. Da beide n im Falle von Röntgenstrahlung nahezu gleich sind, ist die Polarisation in den Fresnel-Gleichungen zu vernachlässigen. Dadurch haben beide Polarisationen die Form

$$t = \frac{2 n_1 \sin \alpha_i}{n_1 \sin \alpha_i + n_2 \sin \alpha_t} \quad (3)$$

$$r = \frac{n_1 \sin \alpha_i - n_2 \sin \alpha_t}{n_1 \sin \alpha_i + n_2 \sin \alpha_t}. \quad (4)$$

Dabei sind r und t die Fresnel'schen Reflexions- und Transmissionskoeffizienten. Diese stellen Amplitudenverhältnisse dar, allerdings sind wir eher an Intensitätsverhältnissen bzw. Reflektivitäten $R = I_f/I_i$ interessiert. Daher betrachten wir die Fresnel'sche Reflektivität unter der Annahme, dass $\alpha_i > 3\alpha_c$ als

$$R_F = |r|^2 = \left(\frac{\alpha_c}{2\alpha_i} \right)^4. \quad (5)$$

2.2 Mehrschichtsysteme

In der Realität sind Systeme aber selten homogen und einschichtig, daher wird zunächst die Reflexion an einer Probe mit einer Schicht untersucht. Als Beispiel soll ein Siliziumwafer mit einer 800 Å dicken Polystyrolschicht dienen. Trägt man die Reflektivität gegen den Einfallswinkel auf ergibt sich ein Plot wie in Abbildung 2.

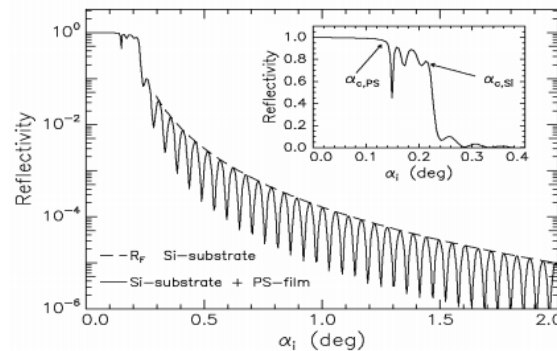


Abbildung 2: Reflektivität in Abhängigkeit vom Einfallswinkel eines Siliziumwafers mit einer 800 Å dicken Polystyrolschicht. [1]

Die gestrichelte Linie stellt die theoretische Fresnelreflektivität dar. Es ist allerdings zu erkennen, dass sie in der Realität oszilliert, dies sind die sogenannten Kiessig-Oszillationen. Sie entstehen durch Interferenz an den Grenzflächen, die je nach Phasendifferenz konstruktiv oder destruktiv ist. Die Minima entstehen, wenn sich zwei Wellen auslöschen, das geschieht bei einem Gangunterschied von $N \cdot \frac{\lambda}{2}$, wobei N eine ungerade Zahl ist. Bei den kritischen Winkeln beider Schichten sind klare Einbrüche im Plot zu erkennen. So

werden die kritischen Winkel α_c aus dem Plot bestimmt. Über die Wellenlänge λ der Oszillation kann die Schichtdicke d als

$$d = \frac{\lambda}{2 \Delta \alpha_i} \quad (6)$$

berechnen werden. Hierbei ist $\Delta \alpha_i$ der Abstand der Minima der Kiessig-Oszillation im Plot.

Sollte es noch weitere Schichten geben, werden die Oszillationen überlagert und es ist kompliziert etwas über die einzelnen Schichten auszusagen. Dafür gibt es den sogenannten Parratt-Algorithmus, dieser basiert auf einem rekursiven Durchlaufen durch alle Schichten. Angefangen wird dabei mit der untersten Schicht. Es werden dabei die Amplitudenverhältnisse der jeweils j -ten Schicht untersucht. Ein Schema eines Mehrschichtsystems, für das der Parratt-Algorithmus benötigt wird, ist in Abbildung 3 zu sehen.

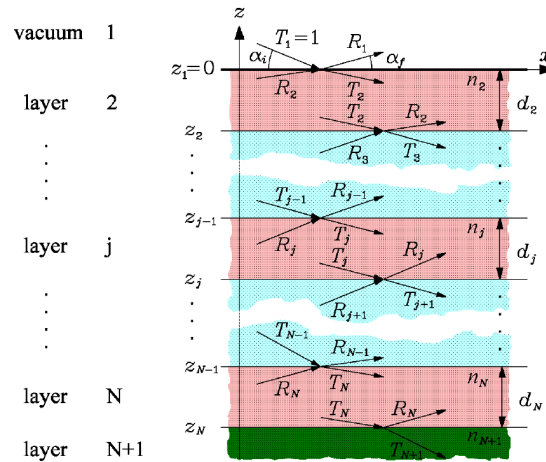


Abbildung 3: Mehrschichtsystem mit $N + 1$ Schichten verschiedener Brechungsindizes und N Grenzflächen, wobei „Schicht“ 1 das Vakuum und „Schicht“ $N + 1$ das Substrat sind. Für jede Schicht sind die Amplituden der transmittierten und reflektierten Wellen, T_j und R_j an den Grenzflächen eingezeichnet.[1]

Der Parratt-Algorithmus wird durch

$$X_j = \exp(-2ik_{z,j}z_j) \cdot \frac{r_{j,j+1} + X_j \exp(-2ik_{z,j+1}z_j)}{1 + r_{j,j+1}X_j \exp(-2ik_{z,j+1}z_j)} \quad (7)$$

beschrieben. Hierbei ist

$$k_{z,j} = k \cdot \sqrt{n_j^2 - \cos^2 \alpha_i} \quad (8)$$

die z -Komponente des j -ten Wellenvektors wobei der Betrag des Wellenvektors $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ ist. Die verwendeten Fresnelkoeffizienten werden über

$$r_{j,j+1} = \frac{k_{z,j} - k_{z,j+1}}{k_{z,j} + k_{z,j+1}} \quad (9)$$

berechnet.

2.2.1 Rauigkeit

Eine weitere Korrektur ist noch nötig, die Rauigkeitskorrektur. Glatte Oberflächen treten in der Natur nicht wirklich auf, daher wird eine "root-mean-square" (rms) – Rauigkeit der j -ten Grenzfläche eingeführt. Diese Rauigkeit ist gegeben als

$$\sigma_j^2 = \int (z - z_j) \cdot P_j(z) dz. \quad (10)$$

Dabei ist $P_j(z)$ die Wahrscheinlichkeit, dass die j -te Grenzfläche im Intervall $(z_j + z, z_j + z + dz)$ liegt. Mit Hilfe der "root-mean-square" (rms) – Rauigkeit werden die Fresnelkoeffizienten zu

$$\bar{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} \cdot \exp(-2 k_{z,j} k_{z,j+1} \sigma_j^2) \quad (11)$$

$$\bar{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} \cdot \exp\left((k_{z,j} - k_{z,j+1})^2 \frac{\sigma_j^2}{2}\right) \quad (12)$$

modifiziert. Diese können dann im Parratt-Algorithmus verwendet werden, ansonsten bleibt die Rechnung die gleiche.

2.3 Funktionsweise der Geräte im Versuch

Die Röntgenstrahlung erhalten wir aus einer Kupfer-Röntgenröhre. Dort werden Elektronen aus einer Glühkathode gelöst und dann zu einer Kupferanode beschleunigt, dort geben sie Bremsstrahlung ab. Durch Stöße mit den Hüllenelektronen entsteht außerdem die charakteristische Strahlung. Für diesen Versuch wird die charakteristische K_α -Linie von Kupfer für die Reflektometrie verwendet. Damit auch nur diese für die Reflektometrie benutzt wird, trifft die Strahlung auf einen Göbelspiegel. Dort wird die Strahlung monochromatisiert und gebündelt, sodass die Strahlen nun parallel verlaufen. Das von dort kommende Licht besitzt nun eine Wellenlänge von $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$, was der K_α -Linie von Kupfer entspricht. Nach einer Abschwächung der Intensität durchläuft der Strahl eine Blende, diese definiert den Einfallswinkel α_i . Idealerweise trifft die Röntgenstrahlung auf die Probe und wird zum Detektor hin reflektiert. Vor dem Detektor befindet sich ebenfalls eine Blende, die den Ausfallswinkel α_f definiert.

Allerdings gibt es eine zusätzliche Bedingung für den Einfallswinkel. Erst ab einem genügend großen Winkel α_g wird der gesamte Strahl tatsächlich reflektiert. Dieser Geometriewinkel lässt sich über

$$\alpha_g = \arcsin\left(\frac{d_0}{D}\right) \quad (13)$$

berechnen und führt zu einem Geometriefaktor G der zu

$$G = \begin{cases} \frac{D \cdot \sin \alpha_i}{d_0} & \text{für } \alpha_i < \alpha_g \\ 1 & \text{für } \alpha_i \geq \alpha_g \end{cases} \quad (14)$$

definiert wird. Dabei ist d_0 die Gesamtstrahlbreite, D die Probenlänge und $D \cdot \sin \alpha_i$ die Strahlbreite, die tatsächlich auf die Probe trifft.

3 Durchführung

Der Großteil dieses Versuches wird mit dem Programm XRD-Commander des Diffraktometers durchgeführt. Zunächst wird dort der maximale Absorber eingeschaltet, damit die Intensität nicht zu hoch ist und Messgeräte eventuell beschädigt werden. Die Probe wird an die entsprechende Messposition gefahren. Alle Scan-Ergebnisse dieses Experiments werden in .raw Dateien gespeichert, die in .UXD Dateien umgewandelt werden können damit die Plots für die Auswertung zur Verfügung stehen.

Nun ist es möglich zur Justage drei verschiedene Scans laufen zu lassen, einen Detektorscan, einen Z-Scan und einen Rockingscan. Alle diese Scans werden mit einer Messdauer pro Position von 1 s durchgeführt.

Zuerst wird ein Detektorscan durchgeführt, um den Detektor in die Mitte des Strahls der Röntgenröhre zu fahren. Die Probe wird in Z-Richtung aus dem Strahl gefahren und die Röhre wird auf 0° gestellt. Der Detektor fährt nun einen kleinen Bereich, etwa $-0,5^\circ$ bis $0,5^\circ$, ab. Die neue Nulllage des Detektors wird auf das Maximum der aufgenommenen Messung gesetzt.

Die Probe wird wieder in den Strahl gefahren. Nun wird die optimale Höhe der Probe bestimmt, diese ist bei halber Abschattung des Strahls erreicht. Dafür wird ein Z-Scan verwendet. Die Probe wird in Z-Richtung verschoben. Aus den Messdaten wird die Position bei der halben maximalen Intensität entnommen und die Probe wird dorthin gefahren.

Danach folgt ein Rockingscan. Dabei wird die Röhre zusammen mit dem Detektor um die Probe gedreht, die Ausrichtung der beiden bleibt dabei gleich, also ist $2\theta = 0^\circ$. Die Funktionsweise dieses Rockingscans ist in Abbildung 4 dargestellt. Das Ergebnis sollte ein etwa symmetrisches Dreieck sein, falls das nicht der Fall ist muss in Y-Richtung nachjustiert werden. Hier werden nun Röhre und Detektor zum Maximum der Verteilung bewegt.

Die Justierung wird nun noch verfeinert, indem zuerst ein weiterer Z-Scan in einem halb so kleinen Bereich wie zuvor durchgeführt wird. Dann wird ebenfalls ein weiterer Rockingscan durchgeführt, allerdings stehen sich Röhre und Detektor hier nicht mehr direkt gegenüber, sondern es wird $2\theta = 0,3^\circ$ eingestellt. Zuletzt wird wieder ein Z-Scan durchgeführt, bei dem aber Einfallswinkel und Ausfallswinkel auf $0,15^\circ$ gestellt werden, also

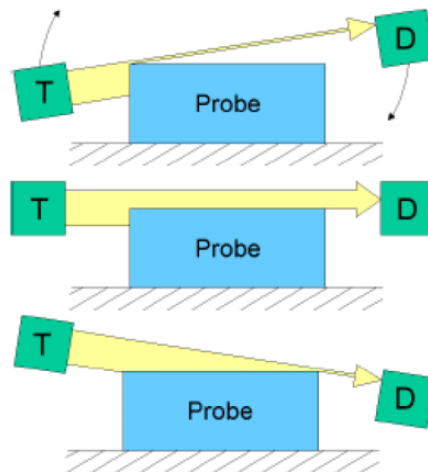


Abbildung 4: Funktionsweise eines Rockingscans mit $2\theta = 0^\circ$. [2]

wird auch hier $2\theta = 0,3^\circ$ eingestellt. Hier soll wieder die Position der halben Abschattung bestimmt werden, diese ist bei der maximalen Intensität gegeben. Das Prinzip dieses Scans ist in Abbildung 5 gezeigt.

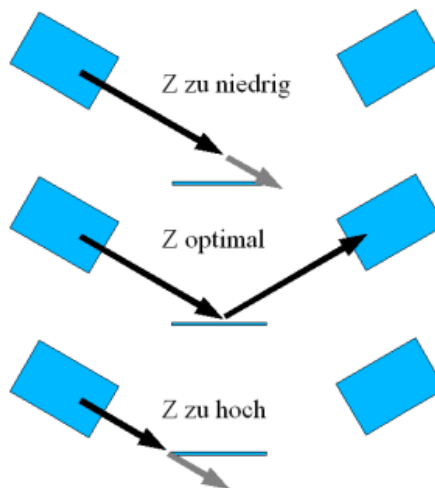


Abbildung 5: Funktionsweise eines Z-Scans unter einem Winkel von $2\theta = 0,30^\circ$. [2]

Abschließend findet die eigentliche Messung der Reflektivität der Probe statt. Der Scantype wird auf $\Omega/2\Theta$ gestellt und ein Scanbereich von 0° bis $2,5^\circ$ eingestellt. Die Schrittweite soll $0,005^\circ$ betragen bei einer Scanzeit von 5 s. Anschließend wird die Messung erneut durchgeführt, allerdings wird der Detektor um $0,1^\circ$ gegenüber der Röntgenröhre verschoben. Dies ist der sogenannte diffuse Scan.

4 Auswertung

4.1 Justierung des Detektors

Zunächst werden sowohl der Detektor als auch die Probe im Detektor durch verschiedene Scans justiert. Hieraus ergeben sich Konstanten, die zur Auswertung der eigentlichen Röntgenreflektometrie benötigt werden.

4.1.1 Detektorscan

Wie in der Durchführung beschrieben, wird zuerst ein Detektorscan durchgeführt, also ein winkelabhängiger Scan ohne die Probe. Das Ergebnis dieses Scans ist in Abbildung 6 zu sehen.

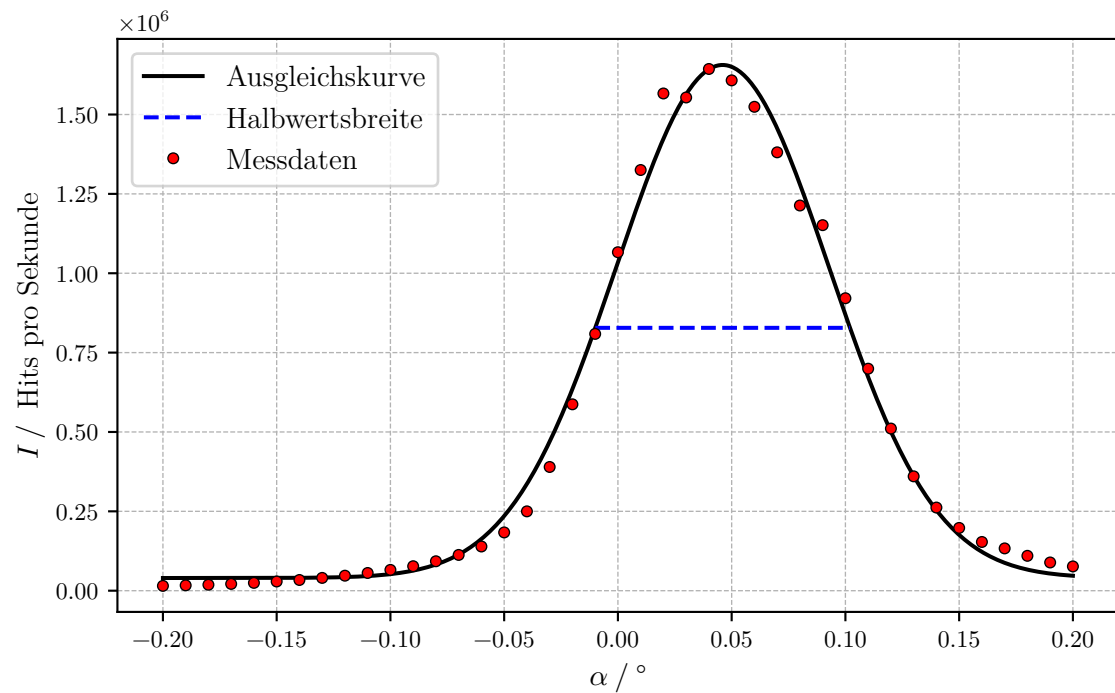


Abbildung 6: Detektorscan mit entsprechender Gaußfunktion als Ausgleichskurve

An diesen Scan wird eine Gaußfunktion der Form

$$I(\alpha) = \frac{a}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot \sigma^2}} \cdot \exp\left(-\frac{(x - \mu)^2}{2 \cdot \sigma^2}\right) + b \quad (15)$$

mithilfe der Funktion `curve_fit` aus der Python Bibliothek SciPy angepasst.[3] Damit ergeben sich die Parameter

$$\begin{aligned} a &= (1,892 \pm 0,038) \cdot 10^5 \\ b &= (4,0 \pm 1,2) \cdot 10^4 \\ \sigma &= (0,046\,71 \pm 0,000\,83)^\circ \\ \mu &= (0,046\,03 \pm 0,000\,68)^\circ. \end{aligned}$$

Es wird sowohl die Halbwertsbreite $FWHM$ als auch die maximale Intensität I_{\max} dieser Gaußfunktion abgelesen. So ergeben sich

$$\begin{aligned} FWHM &= 0,112^\circ \\ I_{\max} &= 1,656 \cdot 10^6. \end{aligned}$$

4.1.2 Z-Scan

Aus dem ersten durchgeführten Z-Scan, der in Abbildung 7 zu sehen ist, wird die Strahlbreite d_0 als der Abstand von maximaler zu minimaler Intensität bestimmt.

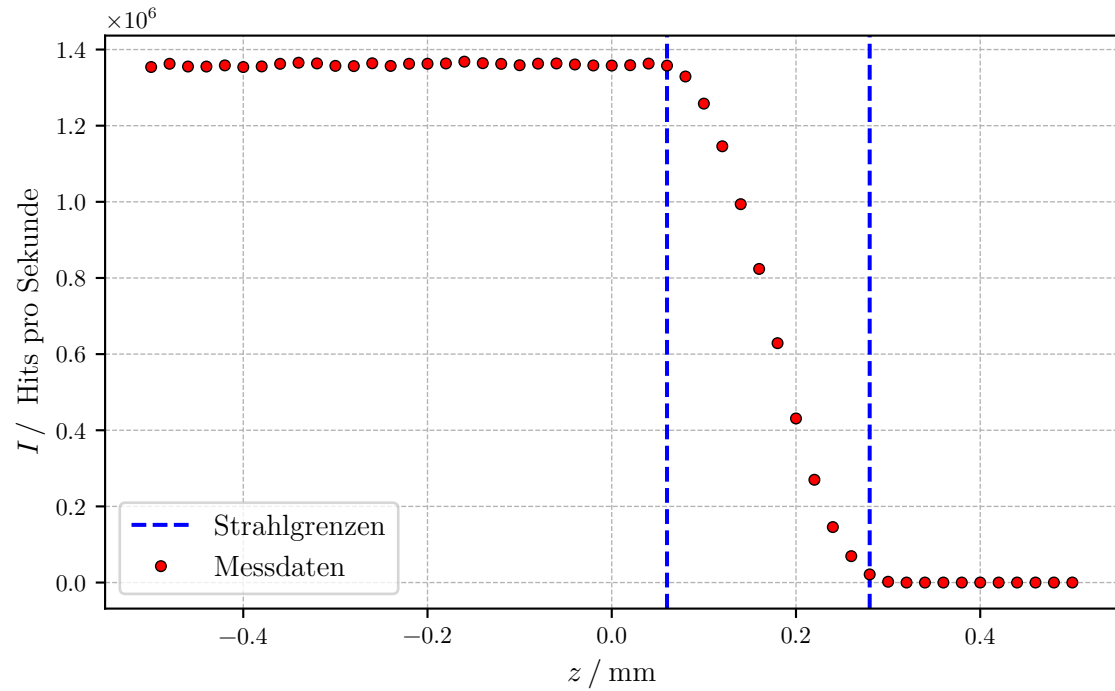


Abbildung 7: Erster durchgeführter Z-Scan mit eingezeichneter Strahlbreite

Hier ergibt sich eine Strahlbreite von

$$d_0 = 0,22 \text{ mm}.$$

4.1.3 Rockingscan

Aus dem ersten durchgeführten Rockingscan, der in Abbildung 8 zu sehen ist, wird der Geometriewinkel α_g bestimmt.

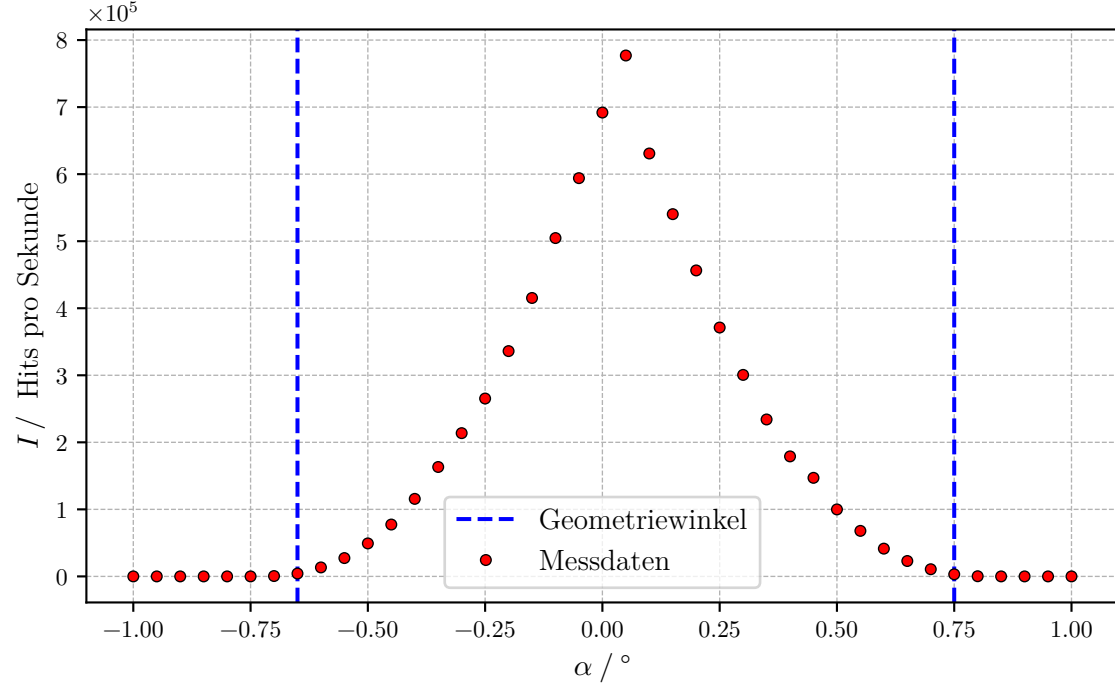


Abbildung 8: Erster durchgeführter Rockingscan mit eingezeichneten Geometriewinkeln

Es können zwei Geometriewinkel abgelesen werden und diese werden zu einem Wert gemittelt. So ergeben sich

$$\begin{aligned}\alpha_{g,\text{links}} &= 0,65^\circ \\ \alpha_{g,\text{rechts}} &= 0,75^\circ \\ \overline{\alpha_g} &= 0,70^\circ.\end{aligned}$$

Außerdem kann aus der Strahlbreite $d_0 = 0,22 \text{ mm}$ und der Probenlänge $D = 20 \text{ mm}$ der Geometriewinkel über Gleichung 13 zu

$$\alpha_{g,\text{Theorie}} = 0,63^\circ$$

berechnet werden.

4.2 Messung des Reflektivitätsscans und Bestimmung des Dispersionsprofils

Anhand des aufgenommenen Reflektivitätsscans wird nun das Dispersionsprofil der untersuchten Probe bestimmt. Die Messdaten und die Ergebnisse der hier durchgeführten Berechnungen sind in Abbildung 9 zu sehen.

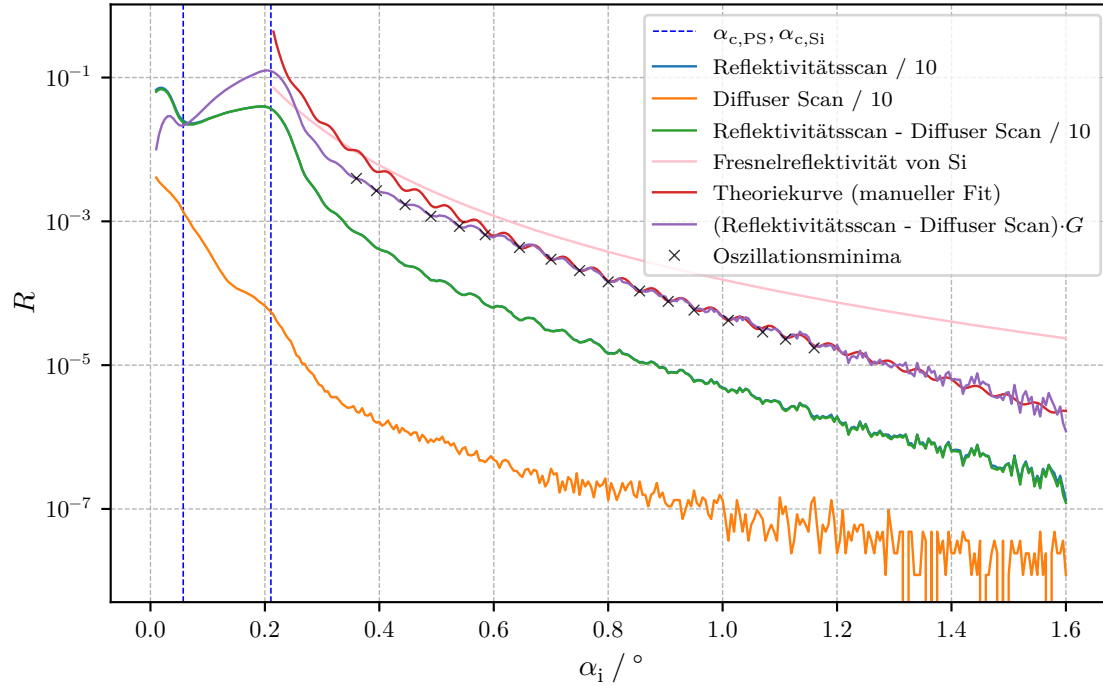


Abbildung 9: Messdaten des Reflektivitätsscans und Ergebnisse der Bestimmung des Dispersionsprofils. Die Messdaten sind durch 10 geteilt, damit nicht so viele Linien übereinander liegen.

Die Auswertung des Reflektivitätsscans wird auf einen Bereich von $\alpha_i \in [0,01^\circ, 1,6^\circ]$ beschränkt, da die Werte außerhalb dieses Bereichs unbrauchbar für die Auswertung sind.

Anstatt der gemessenen Intensität I (Hits pro 5 Sekunden) wird mit der Reflektivität R gerechnet.

$$R = \frac{I}{5 \cdot I_{\max}} \quad (16)$$

ist also die Intensität normiert auf das fünffache der maximalen Intensität des Detektor-scans während der Justierung.

Um Rückstreuungseffekte zu eliminieren wird der diffuse Scan vom Reflektivitätsscan abgezogen. Hierbei ist anzumerken, dass der von uns gemessene diffuse Scan sehr niedrige Intensitäten hatte, somit ist in Abbildung 9 kaum ein Unterschied in den korrigierten Reflektivitäten zu sehen.

Mithilfe des während der Justierung bestimmten Geometriewinkels α_g , der Strahlbreite d_0 sowie der Probenlänge D wird nun nach Gleichung 14 der Geometriefaktor für jeden Winkel α_i bestimmt. Die Reflektivität wird mit diesen Geometriefaktoren korrigiert.

Zum Vergleich mit der Theorie wird außerdem in Abbildung 9 die Fresnelreflektivität einer ideal glatten Siliziumoberfläche gezeichnet. Diese wird über Gleichung 5 und dem Literaturwert $\alpha_{c, \text{Si}} = 0,223^\circ$ berechnet.[1]

Um aus dem korrigierten Reflektivitätsscan die Schichtdicke der Polystyrolschicht der Probe zu bestimmen, werden die Abstände $\Delta\alpha_i$ der Minima der Kiessig-Oszillation gemessen. Dies wird mithilfe der Funktion *find_peaks* aus der Python Bibliothek SciPy getan und die Minima werden auch in Abbildung 9 eingezeichnet.[3] Anschließend wird der Mittelwert dieser Abstände zu

$$\overline{\Delta\alpha_i} = (8,73 \pm 0,31) \cdot 10^{-4} \text{ }^\circ$$

berechnet. Über Gleichung 6 wird die Schichtdicke zu

$$d_{\text{PS}} = (8,82 \pm 0,31) \cdot 10^{-8} \text{ m}$$

berechnet.

Eine andere Möglichkeit die Schichtdicke der Polystyrolschicht zu ermitteln ist der Parratt-Algorithmus. Hiermit lässt sich das Dispersionsprofil der Probe bestimmen. Dieser wird genutzt indem über Gleichung 7,8 und 11 für jeden Einfallswinkel α_i die Reflektivität berechnet wird. Wobei hier zwei Schichten betrachtet werden, Polystyrol (PS) als Schicht 2 und Silizium (Si) als Substrat bzw. Schicht 3. Diese berechnete Reflektivität wird in einem Plot mit der korrigierten gemessenen Reflektivität verglichen. Die Parameter $\delta_2, \delta_3, \sigma_1, \sigma_2$ und z_2 werden manuell so angepasst, dass die berechnete Reflektivität möglichst gut mit der gemessenen Reflektivität übereinstimmt.

Als bereits bekannte Parameter werden

$$\begin{aligned}\delta_{1, \text{Luft}} &= 0 \\ z_1 &= 0 \\ \lambda &= 1,54 \cdot 10^{-10} \text{ m}\end{aligned}$$

angenommen. Die in Abbildung 9 gezeigte Theoriekurve entsteht mit den Parametern

$$\begin{aligned}\delta_{2, \text{PS}} &= 0,5 \cdot 10^{-6} \\ \delta_{3, \text{Si}} &= 6,75 \cdot 10^{-6} \\ \sigma_1 &= 8,0 \cdot 10^{-10} \text{ m} \\ \sigma_2 &= 6,3 \cdot 10^{-10} \text{ m} \\ z_2 &= 8,55 \cdot 10^{-8} \text{ m}.\end{aligned}$$

Allerdings muss angemerkt werden, dass σ_1 nur wenig Einfluss auf die Gestalt der berechneten Reflektivitätskurve hat. Außerdem sind diese Parameter aus subjektiver Wahrnehmung entstanden.

Mithilfe der zuvor bestimmten Dispersionen δ_{PS} und δ_{Si} lassen sich nun die kritischen Winkel α_c über Gleichung 2 zu

$$\begin{aligned}\alpha_{c,\text{PS}} &= 0,057^\circ \\ \alpha_{c,\text{Si}} &= 0,211^\circ\end{aligned}$$

bestimmen. Auch diese Winkel sind in Abbildung 9 eingezeichnet.

5 Diskussion

Alle durchgeführten Scans zur Justierung entsprechen unseren Erwartungen. Auffällig ist jedoch, dass sich die Geometriewinkel

$$\begin{aligned}\alpha_{g,\text{gemessen}} &= 0,70^\circ \\ \alpha_{g,\text{Theorie}} &= 0,63^\circ\end{aligned}$$

so stark voneinander unterscheiden. Eine mögliche Erklärung ist, dass die Probe eventuell nicht perfekt in der X-/Y-Ebene ausgerichtet war. Eine andere Erklärung ist, dass die Strahlbreite d_0 und die Probenlänge D nicht exakt genug gemessen wurden.

In der Messung der Reflektivität (Abbildung 9) sind die Kiessig-Oszillationen klar zu erkennen. Die Kurve der idealen Fresnelreflektivität von Si stimmt aber nur in der Größenordnung mit der Messung überein. Der Parratt-Algorithmus lies sich ab einem bestimmten Winkel gut für die Messung verwenden, aber die Parameter ließen sich nicht so anpassen, dass die ganze Kurve mit den Messdaten übereinstimmt.

Die ermittelten Schichtdicken der Polystyrolschicht

$$\begin{aligned}d_{\text{PS,Minima}} &= (8,82 \pm 0,31) \cdot 10^{-8} \text{ m} \\ d_{\text{PS,Parratt}} &= 8,55 \cdot 10^{-8} \text{ m}\end{aligned}$$

stimmen miteinander überein und die wahre Schichtdicke scheint in diesem Bereich zu liegen.

Die ermittelten Dispersionen und die Literaturwerte sind

$$\begin{aligned}\delta_{\text{PS,gemessen}} &= 0,5 \cdot 10^{-6} \\ \delta_{\text{PS,Literatur}} &= 3,5 \cdot 10^{-6} \\ \delta_{\text{Si,gemessen}} &= 6,75 \cdot 10^{-6} \\ \delta_{\text{Si,Literatur}} &= 7,6 \cdot 10^{-6}\end{aligned}$$

und sie stimmen in der Größenordnung überein, aber zeigen deutliche Abweichungen.[1] Die Dispersion von Silizium konnte dabei genauer gemessen werden. Die geringe gemessene Dispersion von Polystyrol ist darauf zurückzuführen, dass die Kiessig-Oszillationen eine sehr geringe Amplitude gezeigt haben. Woher diese Amplitudenabschwächung kommt, bleibt aber unklar.

Die berechneten kritischen Winkel und deren Literaturwerte sind

$$\alpha_{c,PS,gemessen} = 0,057^\circ$$

$$\alpha_{c,PS,Literatur} = 0,153^\circ$$

$$\alpha_{c,Si,gemessen} = 0,211^\circ$$

$$\alpha_{c,Si,Literatur} = 0,223^\circ$$

und zeigen leichte Abweichungen. Die gemessenen kritischen Winkel zeigen in Abbildung 9 eine gute Übereinstimmung mit den Einbrüchen in der Intensität. Besonders der kritische Winkel von Polystyrol ist nicht gut bestimmt worden. Da α_c aber aus δ berechnet wurde, ist dies nicht verwunderlich.

Die ermittelten Rauigkeiten

$$\sigma_{Luft,PS} = 8,0 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

$$\sigma_{PS,Si} = 6,3 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

können mit keinem Wert verglichen werden. Allerdings ist anzunehmen, dass $\sigma_{PS,Si}$ recht genau sein sollte, da dieser Parameter einen großen Einfluss auf die Kurve des Parratt-Algorithmus hatte und die sonstigen Parameter von Silizium gut mit den Vergleichswerten übereinstimmen. Der Parameter $\sigma_{Luft,PS}$ hatte hingegen keinen großen Einfluss auf die Kurve und konnte nicht genau bestimmt werden.

Allgemein war die Anpassung des Parratt-Algorithmus eher ungenau und es ist möglich, dass eine andere Zusammenstellung von Parametern eine bessere Anpassung der Theoriekurve an die Messdaten hätte. Dass der diffuse Scan so geringe Intensitäten hatte und die Amplituden der Kiessig-Oszillationen so gering sind, weist auf einen systematischen Fehler während der Messung hin. Die Ursache dieses Fehlers kann allerdings nicht näher bestimmt werden.

Literatur

- [1] TU Dortmund. *Alte Versuchsanleitung. V44 Röntgenreflektometrie*. URL: https://www.el.physik.tu-dortmund.de/cms/Medienpool/Downloads/Roentgenreflektometrie_Versuch.pdf.
- [2] TU Dortmund. *Versuchsanleitung. V44 Röntgenreflektometrie*. 2021.
- [3] Eric Jones, Travis E. Oliphant, Pearu Peterson u. a. *SciPy: Open source scientific tools for Python*. Version 1.6.2. URL: <http://www.scipy.org/>.

Anhang: Python Code der Auswertung der Messung

```
1  # wechsle die Working Directory zum Versuchsordner, damit das  
   ↪ Python-Script von überall ausgeführt werden kann  
2  import os, pathlib  
3  project_path = pathlib.Path(__file__).absolute().parent.parent  
4  os.chdir(project_path)  
5  # benutze die matplotlibrc und header-matplotlib.tex Dateien aus dem  
   ↪ default Ordner  
6  os.environ['MATPLOTLIBRC'] =  
   ↪ str(project_path.parent/'default'/'python'/'matplotlibrc')  
7  os.environ['TEXINPUTS'] =  
   ↪ str(project_path.parent/'default'/'python')+':'  
8  
9  # Imports  
10 import json  
11 import numpy as np  
12 import matplotlib.pyplot as plt  
13 import matplotlib as mpl  
14 from scipy.optimize import curve_fit, root  
15 from scipy.signal import find_peaks  
16 from scipy.stats import sem  
17 from uncertainties import ufloat  
18  
19 #####  
20 ## Daten Einlesen  
21 #####  
22 # Ergebnisse JSON Datei einlesen (am Anfang)  
23 json_file_path = 'data/Ergebnisse.json'  
24 try:  
25     with open(json_file_path, 'r') as json_file:  
26         Ergebnisse = json.load(json_file)  
27 except FileNotFoundError as err:  
28     Ergebnisse = {}  
29  
30 if not 'Messung' in Ergebnisse:  
31     Ergebnisse['Messung'] = dict()  
32  
33 # Reflektivitätsscan:  
34 a_refl, I_refl = np.genfromtxt('data/Omega2ThetaScan1.UXD', unpack=True)  
35 # Diffuser Scan  
36 a_diff, I_diff = np.genfromtxt('data/Omega2ThetaScan2.UXD', unpack=True)  
37
```



```

38 if (a_refl!=a_diff).any():
39     print('Der Diffuse Scan und der Reflektivitätsscan passen nicht
        ↪ zueinander!')
40
41 # Winkel sollten gleich sein
42 a = a_refl
43
44 # Anfang und Ende abschneiden
45 a_min = 0.01
46 a_max = 1.6
47 mask = (a >= a_min) & (a <= a_max)
48 a = a[mask]
49 I_refl = I_refl[mask]
50 I_diff = I_diff[mask]
51
52 #####
53 ## Berechnungen
54 #####
55 # Eingehende Intensität als das Maximum vom Detektorscan
56 # aber mit 5 multipliziert weil nun statt 1s 5s pro Winkel gemessen
    ↪ wurden
57 I_0 = float(Ergebnisse['Detektorscan']['I_max_gauss']) * 5
58
59 # Reflektivität:  $R=I_r/I_0$ 
60 R_refl = I_refl / I_0
61 R_diff = I_diff / I_0
62
63 # diffusen Scan abziehen
64 R = R_refl - R_diff
65
66 # Geometriewinkel
67 a_g = float(Ergebnisse['Rockingscan']['alpha_g[degree]'])
68
69 # Strahlbreite
70 d_0 = float(Ergebnisse['Z-Scan']['d_0[mm]'])
71 D = 20 # mm
72
73 # Geometriefaktor
74 G = np.ones_like(R)
75 G[a < a_g] = D/d_0 * np.sin( np.deg2rad(a[a < a_g]) )
76
77 # um Geometriefaktor korrigieren
78 R_G = R * G
79

```

```

80  # Ideale Fresnelreflektivität
81  a_c_Si = 0.223
82  R_ideal = (a_c_Si / (2 * a))**4
83
84  ## Peaks finden
85  # Curve Fit für find_peaks
86  peaks_mask = (a>=0.3) & (a<=1.19)
87  def f(x,b,c):
88      return b*x+c
89
90  params, pcov = curve_fit(f,a[peaks_mask],np.log(R_G[peaks_mask]))
91  R_fit = np.exp(f(a[peaks_mask],*params))
92
93  # Minima der Kissig-Oszillation finden
94  i_peaks, peak_props = find_peaks(-(R_G[peaks_mask]-R_fit), distance=7)
95  i_peaks += np.where(peaks_mask)[0][0]
96
97  # Schichtdicke bestimmen
98  lambda_ = 1.54*10**(-10) # m
99
100 delta_a = np.diff(np.deg2rad(a[i_peaks]))
101 delta_a_mean = ufloat(np.mean(delta_a),sem(delta_a))
102
103 d = lambda_ / (2*delta_a_mean)
104
105 Ergebnisse['Messung']['delta_a_mean[degree]'] = f'{delta_a_mean:.2u}'
106 Ergebnisse['Messung']['d[m]'] = f'{d:.2u}'
107
108 ## Parrat Algorithmus
109
110 # Speichere R_G und a_i für den interaktiven Plot
111 np.savetxt('build/R_G.csv', list(zip(a, R_G)), header='a_i,R_G',
112           ↪ fmt='%.4f,%.10e')
113
114 # a_i Einfallswinkel
115 # n sind Brechungsindizes
116 # n1 Luft, n2 Schicht, n3 Substrat
117 # sigma sind Raugigkeiten
118 # sigma1 Schicht, sigma2 Substrat
119 # z1=0, z2 Schichtdicke
120 # k=2pi/lambda Betrag des Wellenvektors
121 # Konstanten:
122 n1 = 1.
    z1 = 0.

```

```

123 k = 2*np.pi/lambda_
124
125 # Werte durch Anpassung, sodass R_G und R_parr gut passen
126 delta2 = 0.5*10**(-6)
127 delta3 = 6.75*10**(-6)
128 sigma1 = 8.0*10**(-10) # m
129 sigma2 = 6.3*10**(-10) # m
130 z2 = 8.55*10**(-8) # m
131
132 def parrat_rau(a_i,delta2,delta3,sigma1,sigma2,z2):
133     n2 = 1. - delta2
134     n3 = 1. - delta3
135
136     a_i = np.deg2rad(a_i)
137
138     kz1 = k * np.sqrt(np.abs(n1**2 - np.cos(a_i)**2))
139     kz2 = k * np.sqrt(np.abs(n2**2 - np.cos(a_i)**2))
140     kz3 = k * np.sqrt(np.abs(n3**2 - np.cos(a_i)**2))
141
142     r12 = (kz1 - kz2) / (kz1 + kz2) * np.exp(-2 * kz1 * kz2 * sigma1**2)
143     r23 = (kz2 - kz3) / (kz2 + kz3) * np.exp(-2 * kz2 * kz3 * sigma2**2)
144
145     x2 = np.exp(-2j * kz2 * z2) * r23
146     x1 = (r12 + x2) / (1 + r12 * x2)
147     R_parr = np.abs(x1)**2
148
149     return R_parr
150
151 params = [delta2,delta3,sigma1,sigma2,z2]
152
153 R_parr = parrat_rau(a, *params)
154
155
156 # Kritischer Winkel
157 a_c2 = np.rad2deg(np.sqrt(2*delta2))
158 a_c3 = np.rad2deg(np.sqrt(2*delta3))
159
160 Ergebnisse['Messung']['a_c2[degree]'] = a_c2
161 Ergebnisse['Messung']['a_c3[degree]'] = a_c3
162
163 R_ideal[a <= a_c3] = np.nan
164 R_parr[a <= a_c3] = np.nan
165
166 #####

```

```

167  ## Plotten
168  #####
169  # Reflektivitäts Scan Plotten
170  print('Plot: Mess-Scan...')
171  mpl.rcParams['lines.linewidth'] = 0.9
172  mpl.rcParams['axes.grid.which'] = 'major'
173  plt.axvline(a_c2, linewidth=0.6, linestyle='dashed', color='blue',
    ↪   label=r'$\alpha_{\text{c,PS}}, \alpha_{\text{c,Si}}$')
174  plt.axvline(a_c3, linewidth=0.6, linestyle='dashed', color='blue')
175  plt.plot(a, R_refl/10, '-', label='Reflektivitätsscan / 10')
176  plt.plot(a, R_diff/10, '-', label='Diffuser Scan / 10')
177  plt.plot(a, R/10, '-', label='Reflektivitätsscan - Diffuser Scan / 10')
178  plt.plot(a, R_ideal, '-', color='pink', label='Fresnelreflektivität von
    ↪   Si')
179  plt.plot(a, R_parr, '-', label='Theoriekurve (manueller Fit)')
180  plt.plot(a, R_G, '-', label=r'(Reflektivitätsscan - Diffuser Scan)$\cdot
    ↪   G$')
181  plt.plot(a[i_peaks], R_G[i_peaks], 'kx',
    ↪   label='Oszillationsminima', alpha=0.8)
182  # plt.plot(a[peaks_mask], R_fit, '--', label='Peaks Curve Fit')
183  plt.xlabel(r'$\alpha_{\text{i}} \backslash : / \backslash : \text{si} \backslash \text{degree} \backslash $')
184  plt.ylabel(r'$R$')
185  plt.yscale('log')
186  plt.legend(loc='upper right', prop={'size': 8})
187  plt.tight_layout(pad=0.15, h_pad=1.08, w_pad=1.08)
188  plt.savefig('build/plot_messung.pdf')
189  #plt.show()
190  plt.clf()
191
192  #####
193  # Ergebnisse als JSON Datei speichern (am Ende)
194  with open(json_file_path, 'w') as json_file:
195      json.dump(Ergebnisse, json_file, indent=4)

```