

V44 - Röntgenreflektometrie

Tabea Hacheney
tabea.hacheney@tu-dortmund.de

Steffen Kober
steffen.kober@tu-dortmund.de

Durchführung: 18.12.2023

Abgabe: 11.01.2024

Inhaltsverzeichnis

1 Zielsetzung	3
2 Theorie	4
2.1 Röntgenstrahlung	4
2.1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung	4
2.1.2 Röntgenstrahlung an Grenzflächen	5
2.2 Multischichtsysteme	6
2.3 Korrekturen	8
3 Durchführung	9
4 Auswertung	11
4.1 Bestimmung der Halbwertsbreite und der maximalen Intensität	11
4.2 Bestimmung der Strahlbreite	12
4.3 Bestimmung des Geometriewinkels	12
4.4 Bestimmung der Dispersion und Rauigkeit des Siliziumwafers	13
5 Diskussion	16
Literatur	17
Anhang	18
5.1 Implementierung des Parrattalgorithmus für das drei-Schicht System . .	18

1 Zielsetzung

In diesem Experiment soll das 3-Schichten-Sytem Luft-Polysterol-Silizium mittels Röntgenreflektometrie untersucht werden. Das Ziel ist es die Dispersion, den kritischen Winkel, die Schichtdicke und die Rauigkeit zu bestimmen. In diesem Kontext ist eine Auseinandersetzung mit dem Reflexionsverhalten eines Viel-Schichten-Systems notwendig. Explizit soll der Parrattalgorithmus angewendet werden, um die Messdaten an ein Modell zu fitten. Dieses Experiment soll grundlegendes Wissen der Röntgenreflektometrie vermitteln. Dabei steht die Datenanalyse im Fokus.

2 Theorie

In dem folgenden Abschnitt werden die für das Experiment nötigen theoretischen Grundlagen eingeführt, ein Analyseverfahren für Multischichtsysteme präsentiert, sowie notwendige Korrekturen erläutert.

2.1 Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlen sind elektromagnetische Wellen, welche eine Wellenlänge zwischen 5 pm und 10 nm aufweisen. Dies entspricht Energien von

$$E_{\lambda} = \frac{hc}{\lambda} \Rightarrow 120 \text{ eV to } 250\,000 \text{ eV},$$

wobei h das Plancksche Wirkungsquantum, c die Lichtgeschwindigkeit und λ die Wellenlänge ist. Auf dem Wellenlängenspektrum ist Röntgenstrahlung oberhalb des ultravioletten Bereichs einzuordnen. Da es sich bei Röntgenstrahlung um ionisierende Strahlung handelt, ist eine direkte Exposition mit lebenden Organismen möglichst zu vermeiden. Neben nützlichen Anwendungen im medizinischen Sektor, wird Röntgenstrahlung auch vor allem in der Spektroskopie verwendet, um Multischichtsysteme zu untersuchen, bei denen die Schichten nur wenige Nanometer breit sind.

2.1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlung wird in Röntgenröhren erzeugt. Diese evakuierten Röhren bestehen aus einer Kathode und einer Anode, wobei das Anodenmaterial aus einem Metall besteht. Es wird an Kathode und Anode eine Spannung angelegt, woraufhin sich Elektronen aus der Kathode lösen und durch ein Feld zur Anode hin beschleunigt werden. Die beschleunigten Elektronen treffen schließlich auf das Anodenmaterial, wo sie stark abgebremst werden. Hier treten zwei verschiedene Effekte auf, welche beide zum resultierenden Strahlungsspektrum beitragen.

Durch ein Abbremsen an dem Coulombfeld der Anodenatome, entsteht ein kontinuierliches Bremsspektrum. Es entsteht zudem ein diskretes Energiespektrum dadurch, dass Elektronen der Anodenatome durch Stöße mit den beschleunigten Elektronen aus ihrer Schale befreit werden. Hierbei fällt anschließend ein Elektron aus einem höheren Energieniveau in das darunter hinab, wobei die Energiedifferenz durch Photonen davongetragen wird. Diese befinden sich ebenfalls im Röntgenspektrum. Diese charakteristischen Linien im Röntgenspektrum sind abhängig vom Anodenmaterial und können nur Werte annehmen, welche mit den Energiedifferenzen der Energieniveaus übereinstimmen. Ein Beispiel eines Röntgenspektrums ist in Abbildung 2.1 dargestellt.

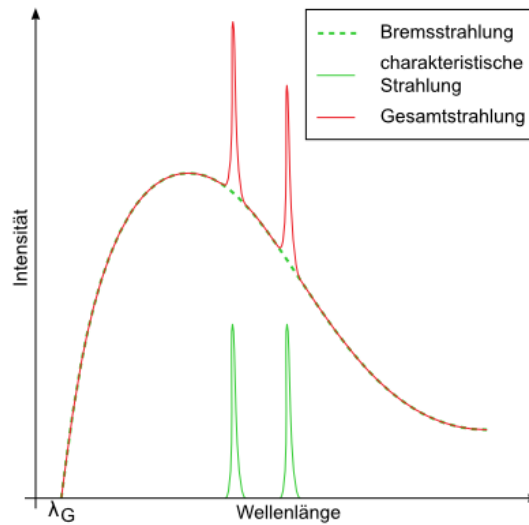


Abbildung 2.1: Ein beispielhaftes Röntgenspektrum [2].

2.1.2 Röntgenstrahlung an Grenzflächen

Trifft elektromagnetische Strahlung auf Grenzflächen, wird ein Teil der Intensität reflektiert, während der andere gebrochen wird. Die Ausbreitungsrichtung der Brechung, sowie der Reflexion lassen sich aus dem Snelliusschen Brechungsgesetz Gleichung 2.1 (für den gebrochenen Strahl), beziehungsweise dem Reflexionsgesetz Gleichung 2.2 (für den reflektierten Strahl) berechnet werden:

$$\eta_1 \sin \theta_1 = \eta_2 \sin \theta_2 \quad (2.1)$$

$$\theta_1 = \theta'_1. \quad (2.2)$$

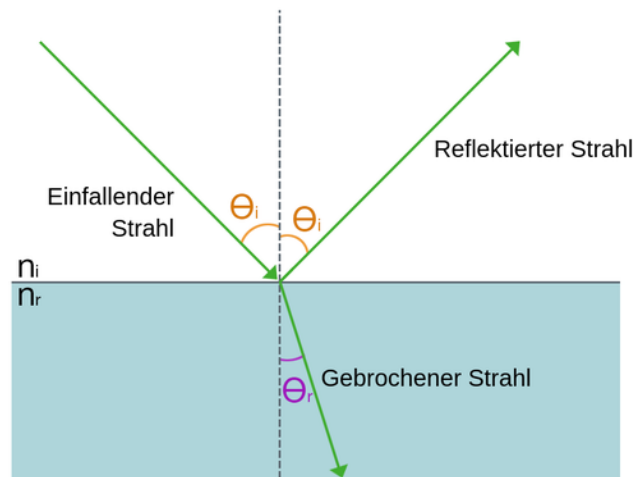


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Brechung und der Reflexion einer E-M-Welle an einer Grenzfläche [4]. n_i , n_r entsprechen den Brechungsindizes η_1 , η_2 . θ_i entspricht dem Winkel des einlaufenden/ reflektierten Strahls θ_1 und θ_r dem gebrochenen Strahl θ_2 .

θ_1 ist der Winkel des einfallenden, θ'_1 des reflektierten und θ_2 des ausfallenden Strahls zu dem Einfallslot, welches senkrecht auf dem Material steht. η_1 ist der komplexe Brechungsindex des Materials aus dem der Strahl kam und η_2 der komplexe Brechungsindex des Materials in das der Strahl reingebrochen wird. Der Prozess der Brechung und Beugung ist schematisch in Abbildung 2.2 dargestellt.

Der komplexe Brechungsindex ist materialspezifisch und kann für sehr kurzwellige Wellen wie die Röntgenstrahlung über

$$\eta = 1 - \delta + iK \quad (2.3)$$

bestimmt werden. δ ist die Dispersion des Materials und stark abhängig von der Wellenlänge des Strahls, sowie Ordnungszahl und Dichte des Materials. Allgemein liegt er für das Röntgenspektrum zwischen $10 \cdot 10^{-9}$ und $10 \cdot 10^{-5}$. K ist die Absorption des Mediums und ebenfalls materialabhängig. Die Größen lassen sich durch

$$\delta = \frac{\lambda^2}{2\pi} r_e \rho \quad (2.4)$$

$$K = \frac{\lambda}{4\pi} \mu(r) \quad (2.5)$$

berechnen. Hier steht λ erneut für die Wellenlänge des Strahls, ρ für die Dichte des Materials, r_e für den Elektronenradius und $\mu(r)$ ist der lineare Absorptionskoeffizient. Die Intensitätsanteile des reflektierten und transmittierten Strahlteile lassen sich durch die Fresnelformeln bestimmen. Diese sind gegeben durch:

$$r = \frac{\eta_1 \sin \theta_1 - \eta_2 \sin \theta_2}{\eta_1 \sin \theta_1 + \eta_2 \sin \theta_2}, \quad (2.6)$$

$$t = \frac{2\eta_1 \sin \theta_1}{\eta_1 \sin \theta_1 + \eta_2 \sin \theta_2}. \quad (2.7)$$

Wenn ein Röntgenstrahl von Luft ($\eta = 1$) in ein optisch dünneres Medium tritt ($\eta_2 < \eta_1$), dann tritt unter einem Winkel der Totalreflexion keine Brechung des Strahls mehr auf. Dieser kritische Winkel lässt sich als

$$\theta_c \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho}{\pi}} \quad (2.8)$$

nähern. Die Reflektivität (beziehungsweise Transmittivität) lässt sich durch das Betragsquadrat $R = |r|^2$ ($T = |t|^2$) bestimmen. Falls $\theta_1 > 3\theta_c$, lässt sich die Reflektivität nähern mit:

$$R = \left(\frac{\theta_c}{2\theta_1} \right)^4. \quad (2.9)$$

Anhand der Gleichung ist abzulesen, dass die Reflektivität mit wachsenden einfallenden Winkel θ_1 und $\theta_1 > \theta_c$ die Reflektivität stark abnimmt. Für den Fall $\theta_1 < \theta_c$ tritt keine Brechung des Strahls mehr auf und die gesamte Intensität wird reflektiert.

2.2 Multischichtsysteme

Wenn elektromagnetische Strahlung auf ein System trifft, das aus vielen verschiedenen geschichteten Materialien besteht, dann wird dieser Strahl an jeder Grenzschicht transmittierten und reflektiert. Bei jedem Grenzübergang wird der Anteil der transmittierten

Strahlung geringer. Zudem interferieren die reflektierten Strahlen mit den transmittierten der vorherigen Schichten. Resultierend bilden sich abhängig von Einfallswinkel Oszillationen im Intensitätsspektrum der reflektierten Strahlung. Diese Oszillationen werden als Kiessig Oszillationen bezeichnet und sind in Abbildung 2.3 dargestellt. Da

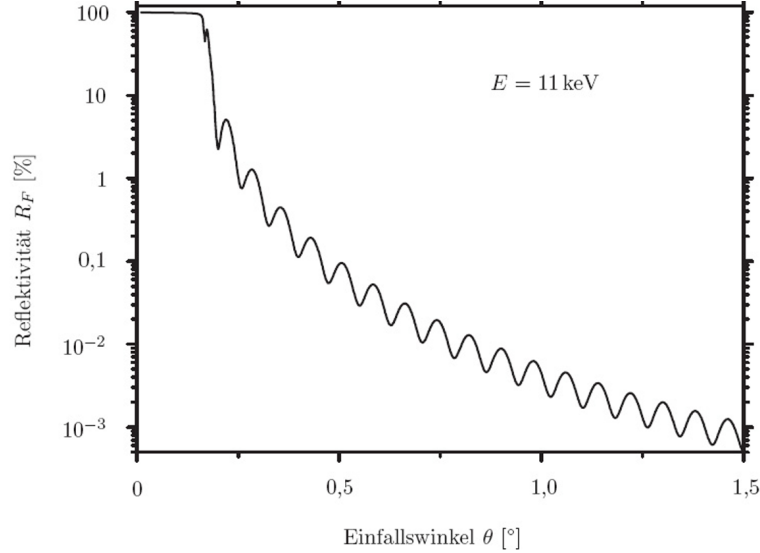


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Kiessig Oszillationen [1].

diese Interferenzen und somit Oszillationen stark von der in den Schichten zurückgelegten Strecke abhängen, lassen sich die Schichtdicken anhand der lokalen Maxima der Oszillation berechnen:

$$d = \frac{\lambda}{2\Delta\theta}. \quad (2.10)$$

Hierbei ist λ die Wellenlänge des Röntgenstrahls und $\Delta\theta$ der Abstand zweier Extrema. Unter der Annahme, dass die letzte Schicht eines Multischichtsystems unendlich dick ist, hiernach also keine Reflexion mehr auftritt, kann der Parratt-Algorithmus verwendet werden um die Gesamtreflektivität zu bestimmen. Dieser Algorithmus verwendet eine Rekursionsformel:

$$X_j = \frac{R_j}{T_j} = \exp(-2ik_z z_j) \frac{r_{j,j+1} + X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1} z_j)}{1 + r_{j,j+1} X_{j+1} \exp(2ik_{z,j+1} z_j)}. \quad (2.11)$$

Hierbei ist z_j die jeweilige Grenzschicht, $r_{j,j+1}$ der Reflektionskoeffizient nach Fresnel und $k_{z,j}$ die z -Komponente der jeweiligen Schicht mit $k_{z,j} = \sqrt{\eta_j^2 - \cos^2 \theta_1}$. Durch die Annahme, dass die letzte Schicht unendlich dick sein soll, ergibt sich $X_{N+1} = 0$ als Startwert für den Parratt-Algorithmus.

Der Parratt-Algorithmus nimmt an, dass alle Oberfläche perfekt glatt und gerade ist, sodass die Schichtdicke ein konstanter Wert ist. In einem reellen System ist dies durch Verbiegungen und Schäden am Material allerdings nicht der Fall, daher muss der Parratt-Algorithmus um eine gewisse Rauigkeit korrigiert werden. Für die Rauigkeit wird angenommen, dass die Schichtdicken größer sind als die Unebenheiten, wodurch sie mit einer root-mean-square-Funktion angenähert werden kann:

$$\sigma_j^2 = \int (z - z_j)^2 P_j(z) dz \quad (2.12)$$

$P_j(z)$ bezeichnet hier die Wahrscheinlichkeit, dass die j -te Grenzschicht im Intervall $[z_j + z, z_j + z + dz]$ befindet, wobei z_j die exakte theoretische Position dieser Grenzschicht ist. Als Wahrscheinlichkeitsverteilung wird eine Normalverteilung mit der Breite σ_j gewählt. Die Fresnel-koeffizienten werden dementsprechend um die eingeführte Rauigkeit ergänzt:

$$\tilde{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} \exp(-2k_{z,j}k_{z,j+1}\sigma^2), \quad (2.13)$$

$$\tilde{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} \exp\left(\frac{1}{2}(k_{z,j} - k_{z,j+1})^2\sigma^2\right). \quad (2.14)$$

Diese korrigierten Koeffizienten werden im Parratt-Algorithmus verwendet. Falls die Rauigkeit größer als die Schichtdicke ist, kann dieses Modell nicht mehr verwendet werden. Hier muss auf das effektive Dichtemodell zurückgegriffen werden.

2.3 Korrekturen

Ab einem gewissen Grenzwinkel θ_g ist die Strahlbreite größer, als die Projektion der Materialoberfläche auf die Wellenfront des Strahls, wodurch ein Teil des Strahls nicht mehr auf das Material trifft. Hier treten systematische Intensitätsverluste auf, die ausgeglichen werden müssen. Dies wird durch die Korrektur um einen Geometriefaktor vorgenommen. Der Winkel, ab dem eine Korrektur stattfinden muss, ist gegeben durch

$$\theta_g = \arcsin\left(\frac{d_0}{D}\right), \quad (2.15)$$

wobei d_0 die Strahlbreite ist und D die Länge der Materialoberfläche. Der Geometriefaktor, um den korrigiert werden soll, ergibt sich schließlich als

$$G = \begin{cases} \frac{D \sin \theta_1}{d_0} & \text{für } \theta_1 < \theta_g \\ 1 & \text{für } \theta_1 \geq \theta_g. \end{cases}$$

$D \sin \theta_1$ ist die Projektion der Materialoberfläche auf den Strahl.

3 Durchführung

Die Messapparatur zur Oberflächenuntersuchungen mittels Röntgenreflektometrie ist in Abbildung 3.1 dargestellt. In dieser Abbildung befindet sich die Röntgenröhre bei Position (a). Gegenüber befindet sich der Detektor an Position (c). Sowohl der Detektor als auch die Röntgenröhre sind drehbar durch die Vorrichtung mittig im Hintergrund. Die zu vermessende Probe befindet sich an Position (b). Die Probe kann durch eine Stage in alle Richtungen verfahren werden, welche sich an Position (d) befindet. Der ganze Aufbau befindet sich hinter Sicherheitsglas, welches verhindert, dass ein Mensch in den Strahlengang kommen kann. Die Apparatur wird über einen Computer gesteuert.

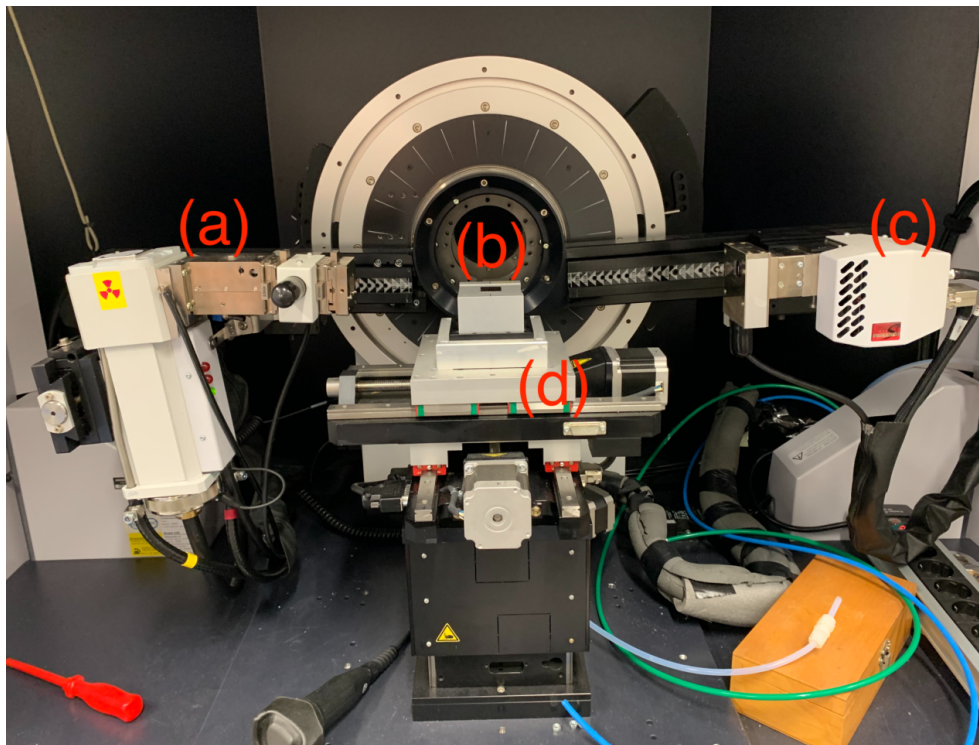


Abbildung 3.1: Bild des verwendeten Diffraktometers. (a) Röntgenröhre, (b) Probe, (c) Detektor, (d) xyz-Messtisch.

Bevor mittels Röntgenreflektometrie die Dichte, Rauigkeit und die Dicke eines Polyesterfilms auf einem Siliziumwafer gemessen werden kann, muss die Messapparatur justiert werden. Dafür werde eine Reihe an Scans durchgeführt um die Probe vernünftig zu positionieren und Störfaktoren zu berechnen. Zuerst muss ein Detektorscan durchgeführt werden. Für diesen wird die Probe vollständig aus dem Strahlengang gefahren. Dann wird der Detektor relativ zur Röntgenröhre gedreht und dabei die Intensität vermessen. Dies ist notwendig, damit das Signal im Detektor möglichst hoch ist. Daher

speichert der Detektor nach dem Scan die Position mit der höchsten Intensität als Standardwert ab.

Danach wird ein Z-Scan durchgeführt. Bei diesem wird die Probe langsam in den Strahlengang gefahren und es wird erneut die Intensität gemessen. Dieser Scan ist notwendig, um die z-Position der Probe so zu wählen, dass diese gerade so beschienen wird.

Daraufhin wird ein X-Scan durchgeführt. Dieser gewährleistet, dass die Probe in der korrekten x-Position liegt und eine maximale Beleuchtung verwendet wird.

Weiter wird ein Rocking-Scan für den Winkel $2\theta = 0^\circ$ durchgeführt. Dieser passt nun die y-Position der Probe an, indem der Winkel auf das Maximum geeicht wird. Hierdurch werden mögliche Verkippungen der Probe ausgeglichen.

Für eine qualitative Justage ist es notwendig noch einen weiteren Z-Scan, Rocking-Scan mit $2\theta = 0,3^\circ$, noch einen Z-Scan und einen letzten Rocking-Scan mit $2\theta = 0,5^\circ$ durchzuführen. Die Messbereiche der verwendeten Scans sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

Tabelle 3.1: Darstellung der zu verwendenden Messbereiche der einzelnen Justagescans.

Typ	Messbereich
Detektorscan	−0,5 to 0,5
Z-Scan	−1 to 1
X-Scan	−20 to 20
Rockingscan $2\theta = 0$	−1 to 1
Z-Scan	−0,5 to 0,5
Rockingscan $2\theta = 0,3$	0 to 0,3
Z-Scan	−0,5 to 0,5
Rockingscan $2\theta = 0,3$	0,2 to 0,5

Nach einer erfolgreichen Justage kann die Reflektivitätsmessung begonnen werden. Der Messbereich lautet 0° bis $2,5^\circ$. Für eine ausreichende Datenmenge sollte eine Schrittweite von $0,005^\circ$ mit jeweiliger Messdauer von 5 s gewählt werden. Um Streueinflüsse zu verhindern muss außerdem ein Difuse-Scan durchgeführt werden. Dafür werden die Einstellungen bei behalten, allerdings wird der Detektor um $0,1^\circ$ verfahren, damit dieser nur gestreute Signale misst. Mit dem Difuse-Scan wird in der Auswertung die Reflektivität korrigiert.

4 Auswertung

Als Erstes muss das Setup justiert werden. Dies ist notwendig, um die genaue Position der Probe zu finden, sowie um den Geometriefaktor zu bestimmen mit Hilfe dessen die Messdaten später korrigiert werden müssen.

4.1 Bestimmung der Halbwertsbreite und der maximalen Intensität

Das Intensitätsprofil der Röntgenstrahlen wird ohne Probe im Strahlengang vermessen. Dazu wird der Detektor relativ zum Emittor um kleine Winkel gedreht. Die damit aufgenommenen Messdaten folgen einer Gaußverteilung. Die in Abbildung 4.1 dargestellten Messdaten werden an die Gaußfunktion

$$I(\theta) = \frac{I_0}{\sqrt{2\pi}\sigma^2} \cdot \exp\left(-\frac{(\theta - \theta_0)^2}{2\sigma^2}\right) + C$$

mittels Scipy [3] gefittet.

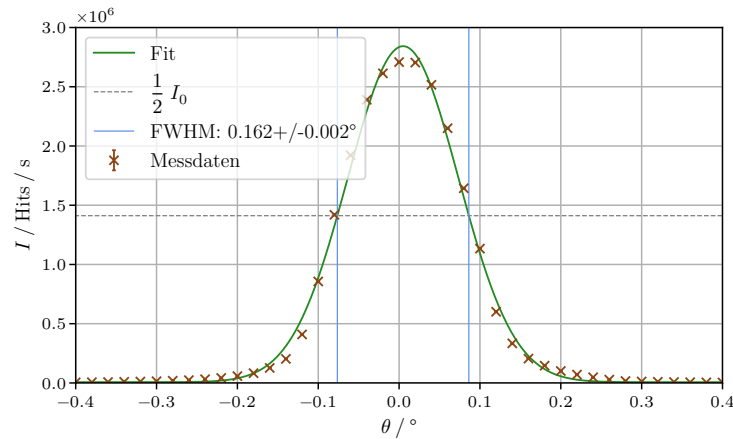


Abbildung 4.1: Messdaten des Detektorscans, sowie ein Gaußfit und die Bestimmung der Halbwertsbreite sind in diesem Graphen dargestellt.

Die Parameter des Fits lauten

$$\theta_0 = (4,95 \pm 0,72) \cdot 10^{-3^\circ}$$

$$\sigma = (6,86 \pm 0,08) \cdot 10^{-2^\circ}$$

$$I_0 = (4,88 \pm 0,06) \cdot 10^5$$

$$C = (6,40 \pm 9,07) \cdot 10^3.$$

Die Halbwertsbreite (FWHM) gibt die Breite der Verteilung auf halber Intensität an. Für eine Gaußverteilung gilt $\text{FWHM} = 2\sqrt{2\ln(2)}\sigma$. Durch die Fitparameter ergibt sich

$$\text{FWHM} = (0,1616 \pm 0,0018)^\circ$$

4.2 Bestimmung der Strahlbreite

Zur Bestimmung der Strahlenbreite wird ein Z-Scan durchgeführt. Bevor die Probe im Strahlengang liegt, sollte die volle Intensität vorhanden sein. Bewegt sich der Strahl dann aber in die Probe wird er stetig abgeschwächt bis er vollkommen geblockt wird. Die Breite dieses Abfalls bestimmt daher die Strahlenbreite. Die Messdaten des Z-Scans sind in Abbildung 4.2 dargestellt.

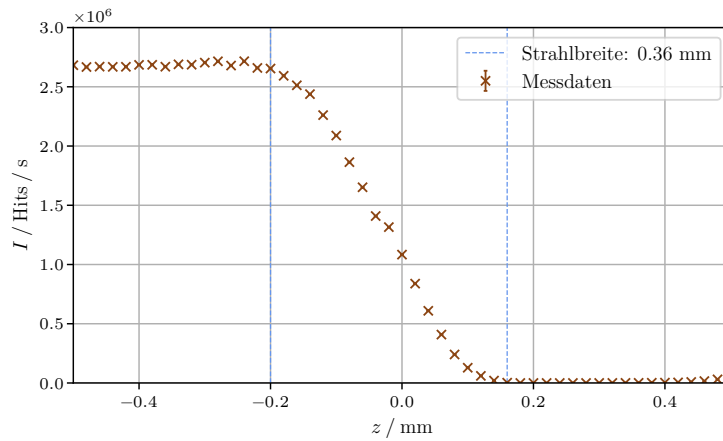


Abbildung 4.2: Messdaten des Z-Scans, welcher ein Abfallintervall aufweist. Dieses Intervall entspricht der Strahlenbreite.

Aus dem Plot ergibt sich eine Strahlbreite von $d_0 \approx 0,36$ mm.

4.3 Bestimmung des Geometriewinkels

Die soeben bestimmte Strahlbreite muss in der Analyse berücksichtigt werden. Trifft der Röntgenstrahl unter einem Winkel auf die Probe, so ist die gesamte Breite des Strahls größer als die Probe selbst. Somit kann nicht der gesamte Strahl reflektiert werden und es resultiert eine verminderte gemessene Intensität. Um dieses Problem zu lösen wird ein Geometriewinkel bestimmt, bis zu welchem dieses Problem besteht. Dieser Geometriewinkel wird durch einen Rocking-Scan bestimmt.

Die aufgenommene Intensitätsverteilung ist in Abbildung 4.3 dargestellt. Der Geometriewinkel entspricht dann der Winkelbreite in welcher die Intensität vom Maximum bis auf Null abfällt. Daher lautet der Geometriewinkel für diese Justage $\theta_g = 0,96^\circ$. Aus der Strahlbreite lässt sich gemäß Gleichung 2.15 der theoretische Geometriewinkel zu $\theta_{g, \text{Theorie}} = 1,03^\circ$ bestimmen.

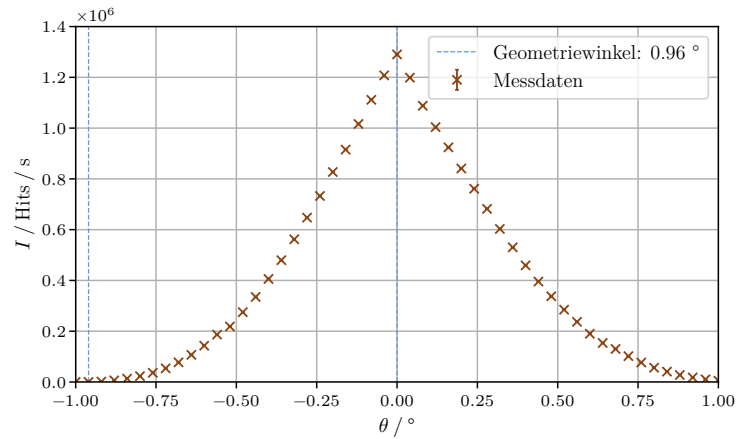


Abbildung 4.3: Rocking-Scan zur Bestimmung des Geometriewinkels.

4.4 Bestimmung der Dispersion und Rauigkeit des Siliziumwafers

Als nächstes wird die Dispersion und Rauigkeit des Siliziumwafers bestimmt. Dazu wird eine Messung der Reflektivität, sowie eine Referenzmessung zur Bestimmung der gestreuten Intensität durchgeführt. Die Messung der Reflektivität wird um die Referenzmessung korrigiert. Die Messdaten, sowie die korrigierten Daten sind in Abbildung 4.4 dargestellt.

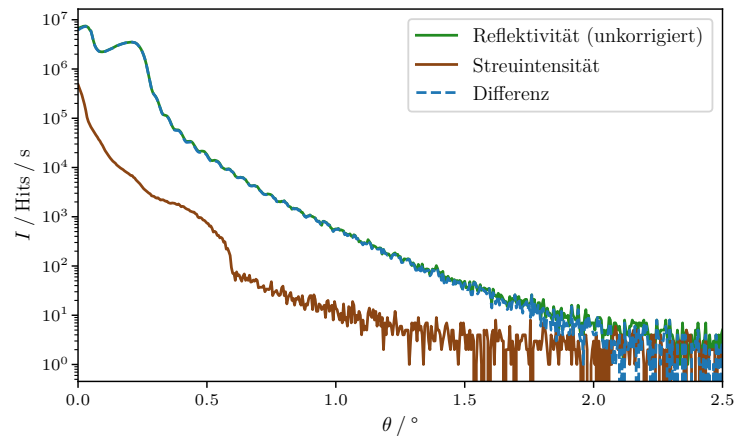


Abbildung 4.4: Reflectivity-Scan und Diffuse-Scan, sowie der korrigierte Reflectivity-Scan.

Für einen adäquaten Vergleich zu theoretischen Vorhersagen wird die Intensität des Reflektivitäts-Scans in eine richtige Reflektivität umgerechnet. Dies erfolgt durch ein Messintervall von 5 s mit

$$R = \frac{I}{5I_0}.$$

Nun wird die Korrektur um den Geometriefaktor einbezogen, welche sich nach Gleichung ?? richtet. Das einfachste Modell zur Beschreibung der Reflektivität ist durch die Fresnelreflektivität 2.13 gegeben. Dieses Modell berücksichtigt noch keine Rauigkeit. Der kritische Winkel, ab welchem ein Teil des Strahls transmittiert wird ist durch Gleichung 2.8 gegeben. Die Dichte multipliziert mit dem klassischen Elektronenradius $r_e \rho = 20 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ [5] und der Wellenlänge der K_α -Linie ergibt sich $\theta_c = 0,223^\circ$. Die korrigierte Reflektivität, sowie die Fresnelreflektivität sind in Abbildung 4.5 dargestellt.

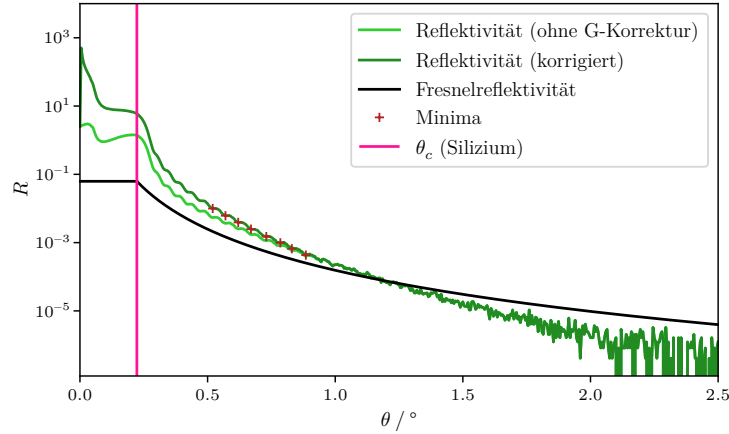


Abbildung 4.5: Die korrigierten Messdaten des Reflektivitäts-Scans sowie die Fresnelreflektivität einer ideal glatten Polyesterol Oberfläche sind in dieser Abbildung dargestellt. Ebenso ist der kritische Winkel und die Kiessing-Oszillationen eingezeichnet.

Die Schichtdicke des Polyesterfilms kann anhand der auftretenden Kiessing-Oszillationen bestimmt werden. Dazu werden die Minima der Oszillationen in Abbildung 4.5 markiert. Aus dem mittleren Abstand der Minima $\Delta\theta = (5,21 \pm 0,45) \cdot 10^{-2}^\circ$ kann gemäß Gleichung 2.10 die Schichtdicke zu $d = (8,46 \pm 0,73) \cdot 10^{-8} \text{ m}$ bestimmt werden.

Durch den Parrattalgorithmus kann die Reflektivität eines Vielschichtensystems bestimmt werden. Für noch bessere Ergebnisse wird der Fresnelkoeffizient noch durch eine Rauigkeit gemäß Gleichung 2.12 korrigiert. Der verwendete Parrattalgorithmus findet sich im Anhang 5.1. Dieses Modell wird dann an die korrigierten Messdaten mittels Scipy [3] gefittet.

Aufgrund der vielen Variablen wurden Start- und Grenzwerte gewählt um eine Konvergenz des Fits zu erreichen. Die gefittete Funktion, sowie die Messdaten werden in Abbildung 4.6 dargestellt. Aus dem Fit folgen die Parameter zur Dispersion δ , der Rauigkeit σ , der Absorption K und der Schichtdicke d zu

$$\begin{aligned} \delta_{\text{Poly}} &= 0,61 \cdot 10^{-6} & \delta_{\text{Si}} &= 7,32 \cdot 10^{-6} \\ K_{\text{Poly}} &= 2,81 \cdot 10^{-8} & K_{\text{Si}} &= 9,54 \cdot 10^{-7} \\ \sigma_{\text{Luft, Poly}} &= 7,90 \cdot 10^{-10} & \sigma_{\text{Poly, Si}} &= 7,30 \cdot 10^{-10} \end{aligned}$$

Aus Gleichung 2.8 können die kritischen Winkel der beiden Schichten berechnet werden. Diese lauten $\theta_{c, \text{Poly}} = 0,0633^\circ$ und $\theta_{c, \text{Si}} = 0,2192^\circ$.

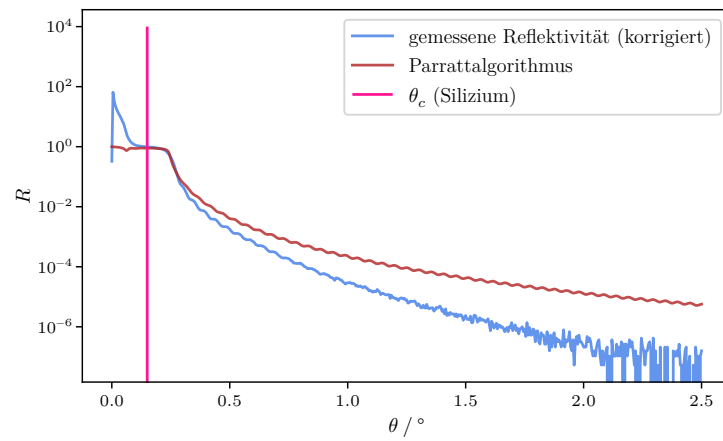


Abbildung 4.6: Messdaten der Reflektivität und der ermittelte Fit durch den Parrattalgorithmus unter Berücksichtigung der Rauigkeit.

5 Diskussion

Zu Beginn wurde die Intensitätsverteilung des Röntgenstrahls untersucht. Die Intensitätsverteilung stimmt ausreichend gut mit einer Gaußverteilung überein. Dies war zu erwarten und ist ein Indiz für eine qualitative Detektorposition. Unterstützt wird dies durch die sehr geringe Konstante im Fit.

Als nächstes wurde die Strahlbreite untersucht. Der Z-Scan lieferte eine Strahlbreite von $d_0 \approx 0,36 \text{ mm}$. Allerdings ist in den Messdaten die Abrundung bei dem Abfall der Intensität nahe Null sehr gering. Daher ist die Strahlbreite mit einer gewissen Unsicherheit behaftet. Aus der Strahlbreite konnte ein Geometriewinkel von $\theta_{g, \text{Theorie}} = 1,03^\circ$ bestimmen.

Danach wurde der Geometriewinkel zur Korrektur der Reflektivitäten bestimmt. Dieser lautet $\theta_g = 0,96^\circ$. Die relative Abweichung der beiden Winkel aus den unterschiedlichen Methoden liegt bei 6,7 %. Die Abweichung zwischen den beiden Methoden ist relativ gering und liegt im Bereich einer statistischen Unsicherheit.

Weiter wurde die Reflektivität gemessen. Mit einer Korrektur durch einen Diffuse-Scan ergeben sich Messdaten, welche die erwarteten Kiessing-Oszillationen zeigen. Leider sind diese Oszillationen sehr schwach, was zu Ungenauigkeiten in der Bestimmung der Minima führt. Der kritische Winkel ist in den Messwerten gut erkennbar. Die aus den Kiessing-Oszillationen bestimmte Schichtdicke ergibt sich zu $d = (8,46 \pm 0,73) \cdot 10^{-8} \text{ m}$.

Zum Vergleich wurde die Reflektivität durch den Parrattalgorithmus gefittet. Aufgrund der vielen Parameter konnte leider kein guter Fit gefunden werden. Dementsprechend sind die damit bestimmten Werte auch durch große Unsicherheiten behaftet.

Die bestimmten Parameter für die Dispersion sind $\delta_{\text{Poly}} = 0,61 \cdot 10^{-6}$ und $\delta_{\text{Si}} = 7,32 \cdot 10^{-6}$. Die Literaturwerte der Dispersion lauten $\delta_{\text{Poly, lit}} = 3,5 \cdot 10^{-6}$ und $\delta_{\text{Si, lit}} = 7,6 \cdot 10^{-6}$ [5]. Dies sind relative Abweichungen von 82,6 % und 3,7 %.

Aus der Dispersion konnten die kritischen Winkel $\theta_{c, \text{Poly}} = 0,0633^\circ$ und $\theta_{c, \text{Si}} = 0,2192^\circ$ berechnet werden. Die Literaturwerte der kritischen Winkel lauten $\theta_{c, \text{lit}}(\text{Poly}) = 0,153^\circ$ und $\theta_{c, \text{lit}}(\text{Si}) = 0,223^\circ$. Die experimentellen Ergebnisse weisen relative Abweichungen von 58,6 % für Polysterol und 1,7 % für Silizium.

Ebenfalls konnte hieraus die Schichtdicke zu $d = 8,46 \cdot 10^{-8} \text{ m}$ bestimmt werden. Im Rahmen der Messunsicherheit bestätigen die beiden Werte sich. Erst hohe Nachkommastellen weisen Abweichungen auf. Zuletzt wurde die Rauigkeit bestimmt. Dafür ergibt sich $\sigma_{\text{Luft, Poly}} = 7,90 \cdot 10^{-10}$ und $\sigma_{\text{Poly, Si}} = 7,30 \cdot 10^{-10}$.

Aufgrund des ungenauen Fits des Parrattalgorithmus konnten die Parameter nicht mit genügender Sicherheit bestimmt werden.

Zusammengefasst sind die experimentellen Ergebnisse nicht qualitativ. Obgleich das Ziel des Versuches, die Auseinandersetzung mit Oberflächenuntersuchungen und das Verständnis für Vielschichtensysteme, mit Erfolg erlangt wurde.

Literatur

- [1] *Röntgenbeugung und Reflektometrie*. II.Physikalisches Institut B, RWTH Aachen. URL: <https://institut2a.physik.rwth-aachen.de/de/teaching/praktikum/Anleitungen/FK04-Roentgenbeugung.pdf> (besucht am 16.01.2024).
- [2] *Röntgenstrahlung*. Uni Göttingen. URL: <https://lp.uni-goettingen.de/get/text/4385> (besucht am 05.01.2024).
- [3] *Scientific package Python*. URL: <https://docs.scipy.org/doc/scipy/index.html> (besucht am 23.11.2023).
- [4] *Snelliussches Brechungsgesetz*. Labster Theory pages. URL: <https://theory.labster.com/de/snell-law/> (besucht am 16.01.2024).
- [5] *V44 - X-ray reflectometry*. TU Dortmund. URL: https://moodle.tu-dortmund.de/pluginfile.php/2695465/mod_resource/content/8/V44-engl.pdf (besucht am 09.01.2024).

Anhang

5.1 Implementierung des Parrattalgorithmus für das drei-Schicht System

In diesem Abschnitt befindet sich der verwendete Parrattalgorithmus für das Drei-Schicht-System(Luft,Polysterol,Silizium):

```
#Startwerte
lam = 1.54e-10
k=2*np.pi/lam
n1=1
d1=0
#Algorithmus
def Parrattalgorithmus(alpha, delta2, delta3, kappa2, kappa3, sigma1, sigma2,
    alpha = np.deg2rad(aalpha)
    n2 = 1.0 - delta2 - kappa2*1j
    n3 = 1.0 - delta3 - kappa3*1j

    kd1 = k * np.sqrt(n1**2 - np.cos(alpha)**2)
    kd2 = k * np.sqrt(n2**2 - np.cos(alpha)**2)
    kd3 = k * np.sqrt(n3**2 - np.cos(alpha)**2)

    r12 = ((kd1 - kd2)/(kd1 + kd2))*np.exp(-2*kd1*kd2*sigma1**2)
    r23 = ((kd2 - kd3)/(kd2 + kd3))*np.exp(-2*kd2*kd3*sigma2**2)

    x2 = np.exp(-2j* kd2 * d2) * r23
    x1 = (r12 + x2)/(1+ r12*x2)

    return np.abs(x1)**2
```