



Fakultät Physik

FP-2024 - Versuch V44

Röntgenreflektometrie

Martin Boussard
Jan Oppoli

Versuch durchgeführt am 22. April 2024
Abgabe erstellt am 27. Mai 2024

Inhaltsverzeichnis

1 Zielsetzung	2
2 Theorie	2
2.1 Röntgenstrahlung	2
2.1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung	2
2.1.2 Eigenschaften von Röntgenstrahlung	3
2.1.3 Röntgenstrahlung an Grenzflächen	3
2.2 Fresnelsche Formeln	4
2.3 Interferenz an dünnen Schichten	4
2.4 Reflexion und Transmission an Mehrschichtsystemen	5
2.5 Rauigkeit	6
2.6 Geometriefaktor	6
3 Aufbau	7
3.1 Röntgenquelle	7
3.2 Probentisch	8
3.3 Detektor	8
4 Durchführung	8
4.1 Justierung des Diffraktometers	8
4.1.1 Detektorscan	8
4.1.2 X-Scan	8
4.1.3 Z-Scan	8
4.1.4 Rockingscan	9
4.2 Messvorgang des Polymerfilms	9
5 Auswertung	9
5.1 Fehler und Messunsicherheiten	9
5.2 Bestimmung der Halbwertsbreite und der maximalen Intensität	10
5.3 Probenscan und Ideale Fresnelreflektivität	11
5.4 Vergleich des Geometriewinkels	13
5.5 Abschätzung der Schichtdicke	14
5.6 Parratt-Algorithmus und Dispersionsbestimmung	14
5.7 Kritischer Winkel	16
6 Diskussion	16
7 Literaturverzeichnis	17
8 Anhang	18

1 Zielsetzung

Ziel dieses Versuchs ist es, verschiedene physikalische bzw. geometrische Eigenschaften wie Elektronendichte, Schichtdicke oder Rauigkeit eines Polyesterfilms auf einem Siliziumwafer mittels der Röntgenreflektometrie zu bestimmen. Die Untersuchung/ Kontrolle solcher Schichten im Nanometerbereich ist insbesondere innerhalb der Halbleiterelektronik von Bedeutung und besitzt eine hohe Relevanz für die Industrie. Durch Analyse des resultierenden Streubildes unter Verwendung problemangepasster Algorithmen können charakteristische Strukturinformationen der Probe gewonnen werden.

2 Theorie

Als Grundlage für eine effiziente Auswertung der Daten müssen zunächst einige wichtige physikalische Phänomene bzw. Modelle erläutert werden.

2.1 Röntgenstrahlung

Aufgrund ihrer relativ zum sichtbaren Licht vergleichsweise kleinen Wellenlänge

$$\lambda_{\text{Röntgen}} < 10 \text{ nm} < 400 \text{ nm} < \lambda_{\text{Sichtbar}}$$

eignet sich Röntgenstrahlung ideal zur Untersuchung von Strukturen der selben Größenordnung.

2.1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung

Nachdem mithilfe des Glühelektrischen Effekts aus der Kathode herausgelöste Elektronen innerhalb der Röntgenröhre in Richtung der Anode beschleunigt werden, wird bei dem Auftreffen Röntgenstrahlung erzeugt. Hierbei ist zwischen Bremsstrahlung und dem charakteristischen Röntgenspektrum zu unterscheiden, wie in Abbildung 1 veranschaulicht ist.

- **Bremsstrahlung:**

Die durch Coulombwechselwirkung zwischen Elektron und Atomrumpf des Targets verkleinerte kinetische Energie des Elektrons wird teilweise in Röntgenstrahlung mit kontinuierlichem Spektrum umgewandelt und emittiert.

- **Charakteristische Röntgenstrahlung:**

Treffen die beschleunigten Elektronen auf das Target und lösen dort Elektronen aus inneren Schalen des Atoms heraus, werden diese Leerstellen durch nachrückende Elektronen aus höheren Schalen gefüllt und die resultierende Energiedifferenz spiegelt sich in der Emission von Röntgenstrahlung diskreter Frequenzen wieder, da die Übergangsenergien im Atom quantisiert sind.

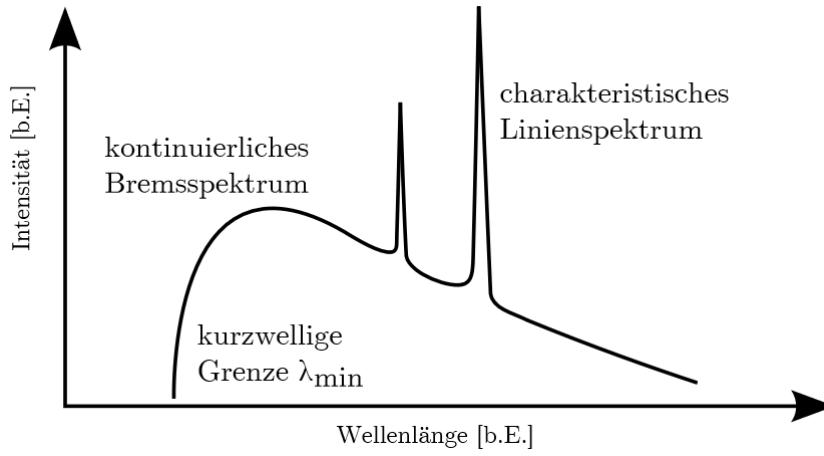


Abbildung 1: Schematisches Emissionsspektrum einer Kupferanode, wie auch in diesem Versuch verwendet[2].

2.1.2 Eigenschaften von Röntgenstrahlung

Die in diesem Versuch relevanteste Frequenz ist die sog. K_{α} -Linie, welche einem Übergang eines Elektrons von der zweiten(M) in die erste(K) Schale und der Wellenlänge $\lambda_{K_{\alpha}} = 0,1514 \text{ nm}$ entspricht[8]. Die zugehörige Frequenz ω liegt weit über jeglichen Resonanzfrequenzen ω_1 der betrachteten Materialien, was für weitere theoretische Betrachtungen von Bedeutung ist.

2.1.3 Röntgenstrahlung an Grenzflächen

Das Verhalten von Röntgenstrahlung an Grenzflächen von Medien unterschiedlichem Brechungsindexes wird gemäß des Snellius'schen Brechungsgesetzes

$$n_1 \cos(\alpha) = n_2 \cos(\alpha_t) \quad (1)$$

entsprechend der Winkel in Abbildung 2 dargestellt, wobei nach dem Reflexionsgesetz Einfallswinkel = Ausfallswinkel gilt.

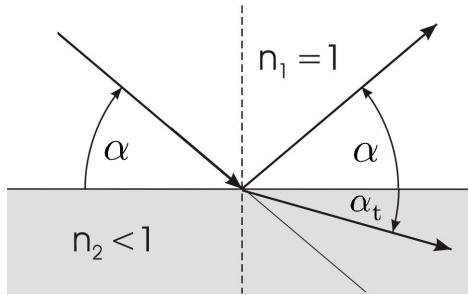


Abbildung 2: Skizze der Winkel des einfallenden, ausfallenden und gebrochenen Strahls an einer Grenzfläche.

[4]

Der komplexe Brechungsindex n von verschiedenen Medien, welcher die varierte Lichtgeschwindigkeit im jeweiligen Material beschreibt, röhrt von Lorentz-Oszillator-Modell für Fest-körper

her, bei welchem sich im hochfrequenten Näherungsfall der Röntgenstrahlung die folgende Formel für nicht-ferromagnetische Materialien

$$n = \sqrt{\epsilon_r} = 1 - \frac{\rho r_0}{2\pi} \lambda^2 + i \frac{\gamma}{4\pi} \lambda := 1 - \delta + i\beta \quad (2)$$

mit Elektronenradius r_0 , Elektronendichte ρ , Wellenlänge λ und linearem Absorptionskoeffizient γ zusammengefasst in Kenngrößen der Dispersion δ und der Absorption β , ergibt.

Besonderheit der Röntgenstrahlung ist, dass für sie jedes Medium geringfügig optisch dünner als das Vakuum erscheint, womit im Gegensatz zu sichtbarem Licht Totalreflexion im Übergang von Vakuum zu Medium auftreten kann. Dies tritt gemäß Gleichung 1, 2 für Winkel kleiner als

$$\alpha_{\text{Krit}} = \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{\rho r_0}{\pi}} \quad (3)$$

auf, da der Cosinus für derart kleine betrachtete Winkel mithilfe seiner Taylorreihe angenähert werden kann. Somit gilt die Formel

$$\alpha_t = \sqrt{\alpha^2 - 2\delta}. \quad (4)$$

2.2 Fresnelsche Formeln

Hergeleitet mithilfe der Maxwell-Gleichungen an Grenzschichten ergeben sich für das Amplitudenverhältnis von reflektierter und einfallender Welle die Formeln

$$r_s = \frac{k_{i,z} - k_{t,z}}{k_{i,z} + k_{t,z}} \quad (5)$$

$$r_p = \frac{n^2 k_{i,z} - k_{t,z}}{n^2 k_{i,z} + k_{t,z}}, \quad (6)$$

mit den z-Komponenten des einfallenden sowie transmittierten Wellenvektors $k_z = 2k \sin \alpha$, wobei zwischen parallel und senkrecht zur Einfallsebene polarisierter Strahlung unterschieden wird. Die verwendeten Winkel sind die selben wie oben in Gleichung 1. Im konkreten Fall der hochfrequenten Röntgenstrahlung mit streifendem Einfall vereinfachen sich die Formeln enorm zu

$$r = r_{s,p} = \frac{\alpha - \alpha_t}{\alpha + \alpha_t}, \quad (7)$$

wobei auffällt, dass nicht mehr zwischen parallel und senkrecht polarisierter Strahlung unterschieden werden muss. Zur Bestimmung der Reflexivität $R = \frac{I_R}{I_0} = |r|^2$, des Intensitätsverhältnisses der zwei Strahlen, muss lediglich der zuvor bestimmte Reflexionskoeffizient quadriert werden.

2.3 Interferenz an dünnen Schichten

Im Falle, dass der Anteil der transmittierten Welle anschließend an der Grenze zum Substrat reflektiert wird und somit aus der Schicht wieder austreten kann, ist es möglich Interferenz zwischen ursprünglich reflektierter und eingedrungener, am Substrat reflektierter Strahlung zu beobachten. Dies ist in Abbildung 3 zu sehen.

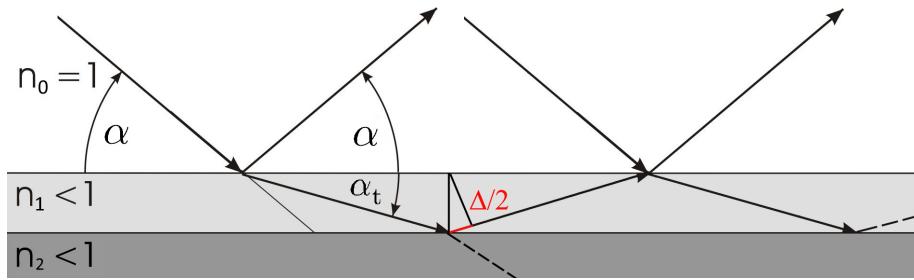


Abbildung 3: Querschnitt des Modells einer dünnen Schicht auf einem Substrat, welches an der Grenzfläche ebenfalls reflektiv ist. Der halbe Gangunterschied ist rot hervorgehoben.

Konstruktive Interferenz kann in diesem Fall auftreten, falls der effektive Gangunterschied des eingedrungenen Strahls ein mehrfaches der Wellenlänge der betrachteten Strahlung ist. Je nachdem, wie oft der Strahl in der dünnen Schicht zwischen der Grenze von Vakuum und Substrat hin und herläuft, modifiziert sich seine resultierende Intensität mit den verschiedenen Reflexions- und Transmissionskoeffizienten r, t der Grenzübergänge. Durch Nutzung von Relationen, welche aus den Fresnelschen Formeln folgen, ergibt sich die Formel

$$r_{\text{ges}} = \frac{r_{0 \rightarrow 1} + r_{1 \rightarrow 2} p^2}{1 + r_{0 \rightarrow 1} r_{1 \rightarrow 2} p^2}. \quad (8)$$

Die Indizes der Reflexionskoeffizienten geben an, zwischen welchen unterschiedlichen Medien der Übergang stattfindet und im Faktor $p^2 = e^{ik\Delta_{\text{eff}}} \approx e^{ik_{z,0}d} \approx e^{2ik}$ mit dem transmittierten Wellenvektor senkrecht zur Grenzfläche $k_{z,0}$ und der Schichtdicke d wird der Gangunterschied der Wellenbündel berücksichtigt. Wie bereits aus der Formel ersichtlich, treten für die Reflexivität $R_{\text{ges}} = |r_{\text{ges}}|^2$ Oszillationen auf. Diese werden Kiessig-Oszillationen genannt und weisen die Periode, den Abstand zwischen zwei Maxima

$$\Delta q_z = \frac{4\pi \sin(\Delta\theta)}{\lambda} \quad (9)$$

auf, worüber die Schichtdicke indirekt bestimmt werden kann[3]:

$$d = \frac{2\pi}{\Delta q_z}. \quad (10)$$

2.4 Reflexion und Transmission an Mehrschichtsystemen

Die oben genannten physikalischen Prozesse bei Brechung von Röntgenstrahlung an einer Schicht treten, wenn auch weitaus schwieriger zu charakterisieren, ebenfalls bei Mehrschichtigen System wie etwa in Abbildung 4 abgebildet auf. An jeder Grenzfläche wird der Lichtstrahl sowohl gebrochen und transmittiert als auch reflektiert, beschrieben durch die Intensitätskoeffizienten R_j und T_j , wobei j der Index des jeweiligen Grenzübergangs ist. Ausgehend von R_{n+1} , der Annahme, dass ins Substrat eingedrungene Licht aufgrund von vollständiger Absorption nicht wieder am Boden reflektiert wird, können die Transmissions- und Reflexionskoeffizienten rekursiv mittels des Parratt-Algorithmus berechnet werden.[6] Dies erfolgt mittels

der Gleichung

$$X_j = \frac{e^{-2ik_{z,j}z_j} r_{j,j+1} + X_{j+1} e^{2ik_{z,j+1}z_j}}{1 + r_{j,j+1} X_{j+1} e^{2ik_{z,j+1}z_j}} \quad (11)$$

inklusive der Reflexionskoeffizienten

$$r_{j,j+1} = \frac{k_{z,j} - k_{z,j+1}}{k_{z,j} + k_{z,j+1}} \quad (12)$$

und den Wellenvektorkomponenten

$$k_{z,j} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin \alpha \quad (13)$$

$$k_{z,j+1} = \frac{2\pi}{\lambda} \sqrt{n_{j+1}^2 - \cos^2 \alpha}. \quad (14)$$

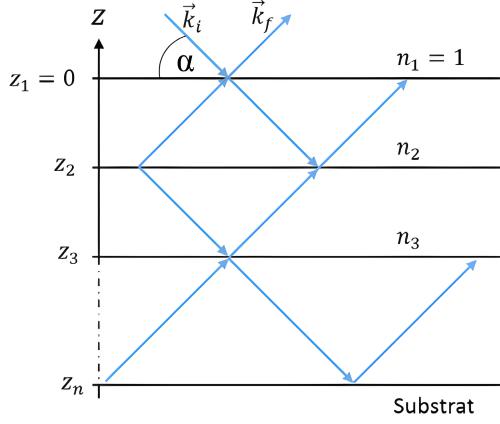


Abbildung 4: Skizzierung eines n-schichtigen Systems, mit n individuellen Grenzflächen und Brechungsindizes[1].

2.5 Rauigkeit

Um die Unebenheit der untersuchten Probe zu berücksichtigen, müssen einige Korrekturen eingeführt werden. Mit der Annahme, dass die mittlere Abweichung von der durchschnittlichen Schichthöhe \$\sigma\$ weitaus kleiner als die Schichtdicke ist, kann die Unebenheit der Oberfläche annähernd Gaußverteilt beschrieben werden. Der transformierte Reflexionskoeffizient

$$r'_{j,j+1} = r_{j,j+1} \cdot e^{-2k_{z,j}k_{z,j+1}\sigma^2} \quad (15)$$

reicht im gegebenen Kontext als Approximation aus.

2.6 Geometriefaktor

Der Geometriefaktor \$G\$ spielt eine Rolle bei der Berücksichtigung des Einfallswinkels, ab dem der gesamte Strahl die Probenoberfläche erreicht und reflektiert wird. Dieser kritische Einfallswinkel wird als Geometriewinkel \$\alpha_g\$ bezeichnet. Wenn der Einfallswinkel \$\alpha_i\$ kleiner als der Geometriewinkel ist, wird der Geometriefaktor \$G\$ durch die folgende Beziehung definiert:

$$G = \frac{D \sin(\alpha_i)}{d_0} \quad (16)$$

Hierbei ist D der Durchmesser der Probenoberfläche und d_0 die Höhe des Strahls. Wenn α_i größer als α_g ist, wird G als 1 angenommen. Wenn α_i sehr klein ist, überstreicht der Strahl eine größere Fläche als die Probenoberfläche, sodass nicht die gesamte eingestrahlte Intensität von der Probenoberfläche reflektiert wird, die in den Detektor gelangen kann. Dies führt zu einem Rückgang der Reflektivität im Bereich sehr kleiner Winkel $\alpha_i < \alpha_g$. Der Geometriefaktor G berücksichtigt diesen Effekt und wird als Verhältnis der Strahlbreite $D \sin(\alpha_i)$, die die Probenoberfläche erreicht, zur Gesamtstrahlbreite d_0 definiert.

3 Aufbau

Das Diffraktometer besteht aus drei Komponenten: der Röntgenquelle (links), dem Probentisch (mittig) und dem Detektor (rechts).

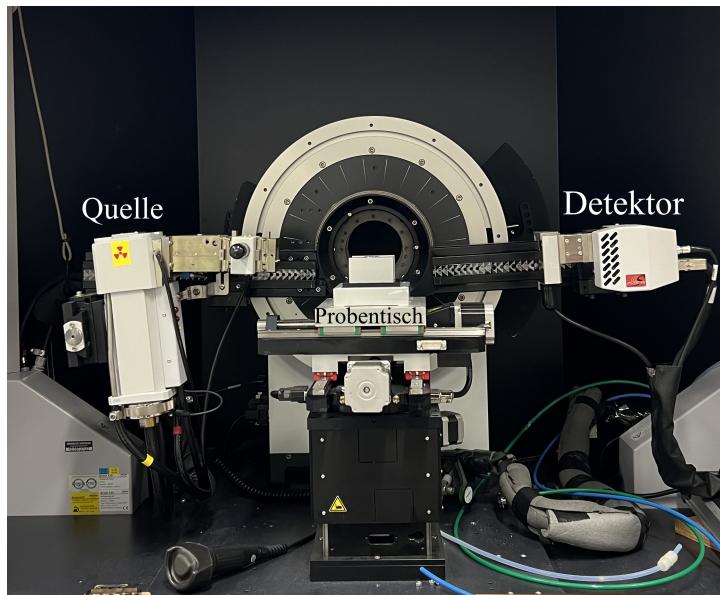


Abbildung 5: Beschrifteter Versuchsaufbau

3.1 Röntgenquelle

In der Röntgenquelle wird ein Elektronenstrahl von 35 mA mit einer Spannung von 40 kV auf eine schräge Kupferanode beschleunigt. Im Kupfer verlieren die Elektronen ihre kinetische Energie durch zufällige Stöße in beliebigen Portionen, was zum kontinuierlichen Spektrum der Bremsstrahlung führt (beschleunigte Ladungen emittieren Photonen). Zusätzlich entstehen materialspezifische Peaks spezieller Energien, die charakteristische Röntgenstrahlung, die durch Ionisation der Kupferatome aus bestimmten Energieniveaus heraus entsteht, wenn die Elektronen von höheren Niveaus nachrutschen. Die charakteristische Röntgenstrahlung K_{α_1} von 8,905 keV wird für diesen Versuch verwendet. Die in der Röntgenröhre erzeugte Röntgenstrahlung wird durch Blenden im Raumwinkel eingeschränkt und dann über einen Göbelspiegel frequenz- und winkelabhängig in die gewünschte Richtung parallelisiert. Durch eine weitere Blendenanordnung wird der Strahl weiter eingeschränkt. Der Göbelspiegel besteht aus mehreren dünnen Schichten mit abwechselnden Brechungsindizes, deren Dicke so gewählt wird, dass es für die gewünschte Frequenz nach dem Prinzip der Braggreflexion zu konstruktiver Interferenz kommt.

Die parabolische Geometrie unterstützt die Parallelisierung des Strahls. Die in diesem Versuch diskutierten Kiessig-Oszillationen an dünnen Schichten treten auch hier auf, spielen jedoch im Vergleich zur Braggreflexion eine untergeordnete Rolle.

3.2 Probentisch

Der Probentisch kann mittels Elektromotoren so eingestellt werden, dass die Probe optimal in der Drehachse von Röntgenstrahl und Detektor liegt, wobei dieselbe Stelle der Probe möglichst mittig im Strahl bleibt. Auf dem Probentisch liegt ein quadratisches Stück eines mit einem dünnen Polymerfilm beschichteten Siliziumwafers.

3.3 Detektor

Der Detektor ermittelt über die Ionisierungswirkung von Röntgenstrahlen die Intensität des einfallenden Röntgenstrahls. In diesem Versuch wird die, ausgehend vom Glanzwinkel (größter Winkel mit Totalreflexion), mit steigendem Winkel abnehmende Intensität des reflektierten Strahls gemessen. Hierbei zeigen sich periodische, positive Abweichungen vom grundsätzlich exponentiellen Abfall. Diese Abweichungen sind die sogenannten Kiessig-Oszillationen, die Rückschlüsse auf Rauigkeit und Schichtdicke liefern.

4 Durchführung

Die Versuchsdurchführung kann grob in zwei Teile gespalten werden, den Justagevorgang sowie den letztendlichen Messvorgang, welcher mit weitaus höherer Präzision durchgeführt wird.

4.1 Justierung des Diffraktometers

4.1.1 Detektorscan

Mit einem sogenannten Detektorscan wird sichergestellt, dass Röhre und Detektor tatsächlich auf einer Ebene stehen. Die hierbei ermittelte Intensitätsverteilung entspricht grob einer Gaußkurve, deren Maximum die Mitte des Strahls definiert. Bei uns zeigte sich auf der linken Flanke ein Buckel, der sich durch eine Änderung der Blendenapparatur an der Röntgenquelle deutlich verkleinern ließ. Die Auswertung der gefitteten Gaußkurve und entsprechende Justierung des Diffraktometers erfolgt innerhalb der Software ohne menschliche Interpretation.

4.1.2 X-Scan

Die Probe wird zunächst in ausreichender Höhe durch einen X-Scan in X-Richtung (Vor und Zurück) durch den Strahl bewegt. Dabei zeigt sich ein Bereich mit Abschattung. In diesem Bereich kann die Probe frei positioniert werden.

4.1.3 Z-Scan

Über einen Z-Scan wird die Probe in Z-Richtung (Auf und Ab) in und durch den Röntgenstrahl bewegt. Dabei verbleibt die gemessene Intensität zunächst unverändert auf dem Niveau des Detektorscans. Sobald die Probe einen Teil des Röntgenstrahls abschattet, sinkt die Intensität

rapide ab, bis der Strahl komplett abgeschirmt wird und der Detektor nur noch Streustrahlung aufzeichnet. Per Augenmaß wird die halbe Abschattung markiert und als erste Näherung der idealen Z-Position gesetzt.

4.1.4 Rockingscan

Falls die Probe im Strahl geneigt ist, erfolgt ein Teil der Abschattung beim Z-Scan nicht durch die Seitenfläche der Probe, sondern durch die geneigte Oberfläche. Deshalb erfolgt ein sogenannter Rockingscan. Hierbei werden Röntgenquelle und Detektor so gedreht, als würde die Probe gedreht. Der Detektor zeichnet dabei ein Signal auf, das einem Dreieck ähnelt. Ist das Dreieck nicht symmetrisch, so muss die Y-Position nachgestellt werden, bis der Strahl die Probe immer in der Mitte trifft. Liegt die Spitze des Dreiecks nicht auf der Nullposition, so ist die Probe verkippt und die Nullgrad-Position muss angepasst werden. Entsprechende Korrekturwerte müssen ausprobiert werden. Da die Korrektur der Verkippung die Probe beim Z-Scan parallel ausrichtet, verschwindet die dadurch verursachte Abweichung von der mittleren Höhe. Es folgt eine weitere Runde Z-Scan und Rockingscan, diesmal mit größerer Genauigkeit.

4.2 Messvorgang des Polymerfilms

Der Messvorgang beginnt mit einem Reflektivitätsscan, bei dem der Einfallswinkel α_i und der Detektorwinkel α_f gleich sind. Der Scanbereich reicht von 0° bis $2,5^\circ$, mit Schrittweiten von $0,005^\circ$ und einer Messzeit von mindestens 5 Sekunden pro Messpunkt. Ein „Diffuser Scan“ wird durchgeführt, um den Anteil der gestreuten Intensität zu bestimmen, wobei der Detektorwinkel um $0,1^\circ$ gegenüber dem Einfallswinkel verschoben wird. Die Messergebnisse werden im .raw-Format gespeichert, mit dem Programm „File Exchange“ in .uxd umgewandelt und auf einem USB-Stick gesichert.

5 Auswertung

5.1 Fehler und Messunsicherheiten

Jegliche Fehlerfortpflanzungen und Berechnungen mit Messunsicherheiten finden durch das Python-Package Uncertainties[5] statt. Somit werden einmal alle bekannten Variablen einmal mit einer speziellen Funktion aus Uncertainties festgelegt. Bei allen nachfolgenden Berechnungen erfolgen die benötigten Fortpflanzungen durch Uncertainties automatisch. Die Formel für die Fehlerfortpflanzung ist

$$\Delta y = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\delta f(x_1, \dots, x_n)}{\delta x_i} \right| \Delta x_i \dots \quad (17)$$

und die Formel für den Mittelwert / das arithmetische Mittel ist

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (18)$$

Wie die Ableitungen bestimmt werden ist in der Technischen Dokumentation selbst nachzulesen.

5.2 Bestimmung der Halbwertsbreite und der maximalen Intensität

Zur Analyse des Detektorscans wurde eine Gaußfunktion der Form

$$I(\theta) = I_{\max} \exp\left(-\frac{(\theta - \theta_0)^2}{2\sigma^2}\right),$$

an die experimentellen Daten angepasst wie in Abbildung 6 zu sehen ist, wobei $I(\theta)$ die Intensität bei der Position θ , I_{\max} die maximale Intensität, θ_0 die Position des Intensitätsmaximums und σ die Standardabweichung der Gaußverteilung ist.

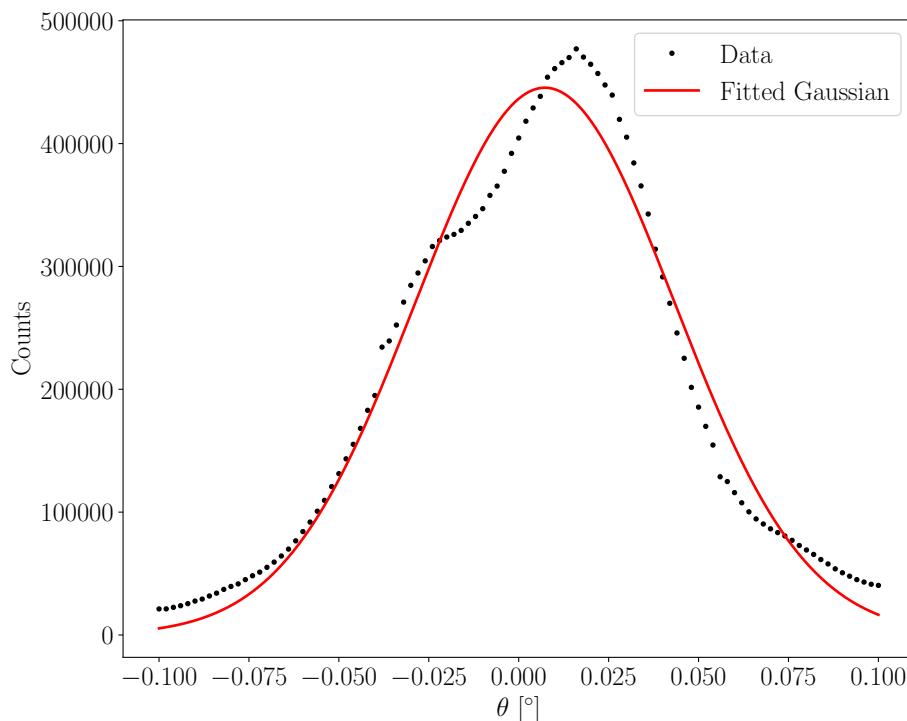


Abbildung 6: Messdaten sowie zugehöriger Gaussfit.

Zunächst wurden die experimentellen Intensitätsdaten gegen die Position θ geplottet. Anschließend wurde die Gaußfunktion mittels der SciPy Funktion `curve_fit` an die Daten angepasst [7]. Dies wurde mit Hilfe der Methode der kleinsten Quadrate durchgeführt, um die Parameter I_{\max} , α_0 und σ zu bestimmen. Die maximale Intensität I_{\max} wurde direkt aus der Anpassung erhalten. Die Halbwertsbreite (Full Width at Half Maximum, FWHM) der Gaußfunktion wurde durch die Beziehung zwischen der Halbwertsbreite und der Standardabweichung σ berechnet. Für eine Gaußfunktion gilt:

$$\text{FWHM} = 2\sqrt{2 \ln 2} \sigma \approx 2,355 \sigma.$$

Infolge des beschriebenen Verfahrens ergibt sich die Maximale Intensität

$$I_{\max} = 445506 \text{ Counts},$$

sowie die Halbwertsbreite

$$\text{FWHM} = (0,086 \pm 0,002)^\circ.$$

5.3 Probenscan und Ideale Fresnelreflektivität

Nach Datenaufnahme des Proben- sowie Diffusen Scans gemäß Abschnitt 4 kann die Hintergrundintensität bereinigt werden, indem die Scans voneinander abgezogen werden. Durch Bestimmung der Strahlbreite $d_0 = (0,16 \pm 0,02)$ mm und der Probenlänge $D = (20,0 \pm 0,5)$ mm mittels X- und Z-Scan kann der Geometriefaktor G und der Geometriewinkel

$$\alpha_{g, \text{berechnet}} = \arcsin\left(\frac{d_0}{D}\right) \cdot \frac{360}{2\pi} = (0,458 \pm 0,062)^\circ$$

entsprechend Gleichung 16 berechnet werden. Die konkreten Plots der X- und Z-Scans sind in den Abbildungen 7 und 8 zu sehen. Ebenso können die kritischen Winkel von Silizium und Polyesterol $\alpha_{c, \text{Si}}$, $\alpha_{c, \text{Po}}$ entsprechend Gleichung 3 und den theoretischen Dispersionen δ , welche der Anleitung entnommen wurden, zu

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

$$\alpha_{c, \text{Po}} = 0,151^\circ$$

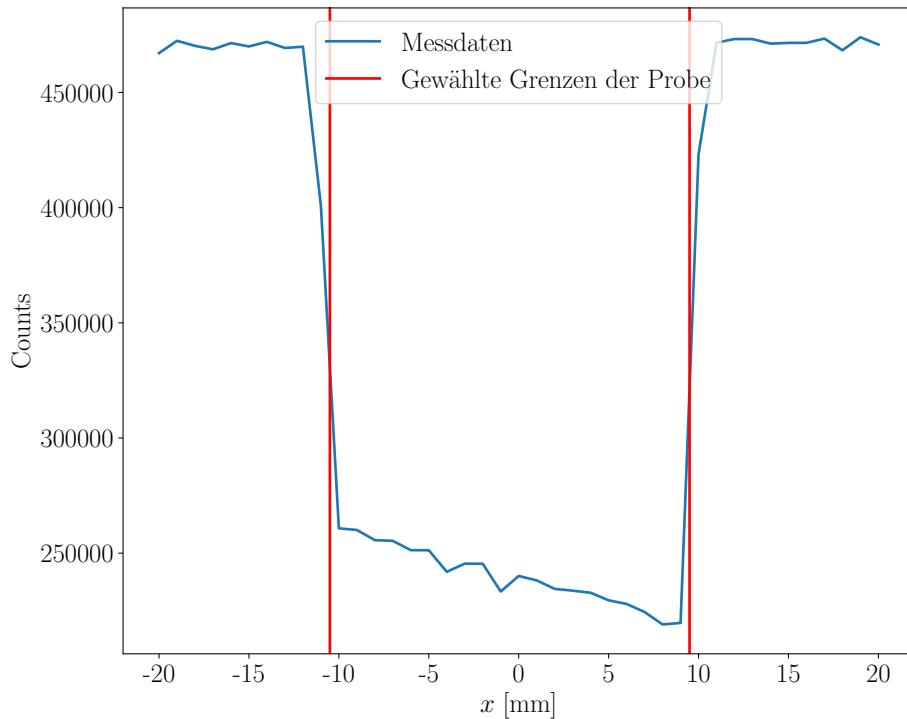


Abbildung 7: X-Scan der Probe, mit eingezeichneten Linien zur Bestimmung der Probengröße.

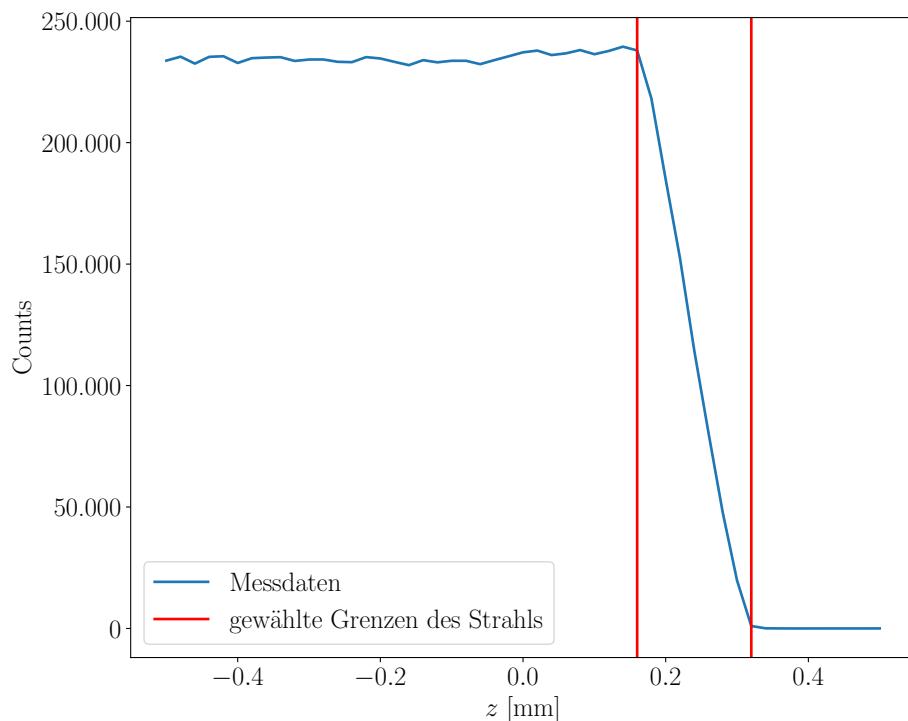


Abbildung 8: X-Scan der Probe, mit eingezeichneten Linien zur Bestimmung der Strahlbreite.

Sind diese Komponenten alle bekannt, können die gemessene Intensität, die hintergrundbereinigte Intensität, die geometrisch korrigierte Intensität und die Ideale Fresnelintensität entsprechend Gleichung 7 grafisch Dargestellt werden. Dies ist in Abbildung 4 zu sehen.

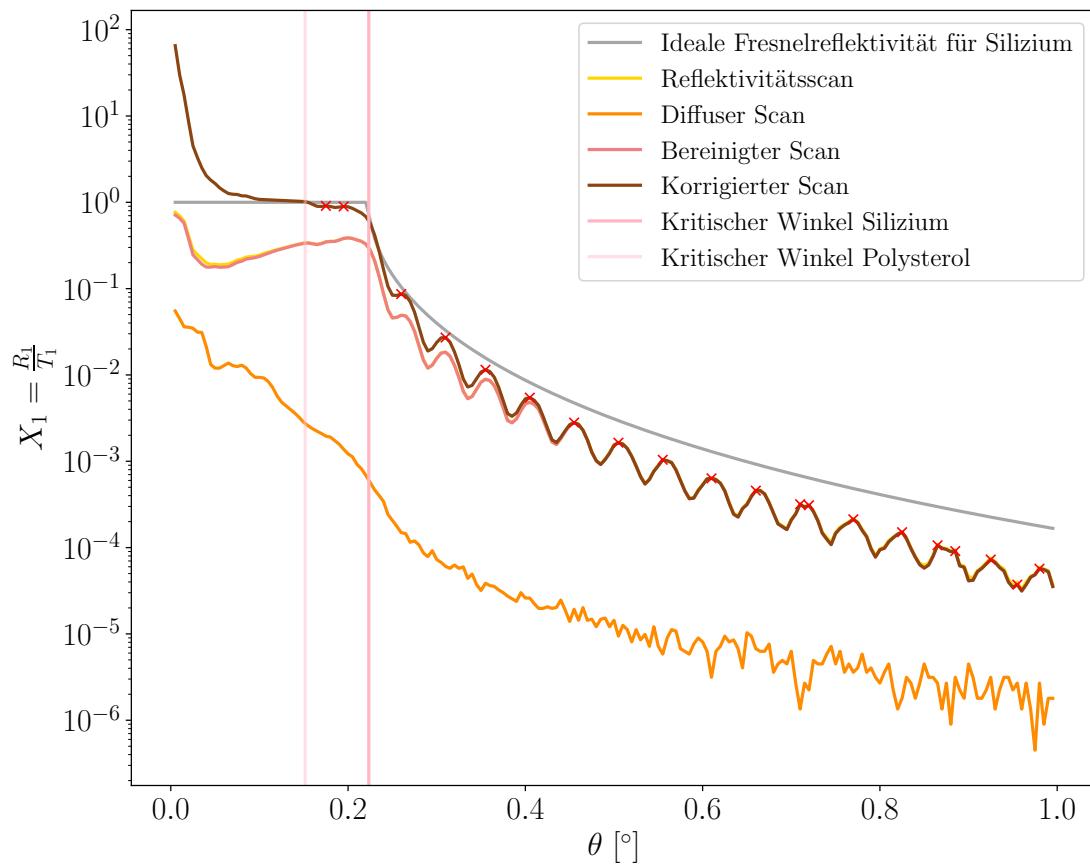


Abbildung 9: Alle oben genannten Intensitäten, inklusive der Kritischen Winkel für Silizium und Polyesterol und der Intensitätspeaks.

5.4 Vergleich des Geometriewinkels

Mithilfe eines linearen Fits an die Relevanten Daten nach dem gemessenen Intensitätsmaximum wie in Abbildung 10 dargestellt des Probescans kann der entsprechende Winkel der Intensität $I = 0$ als

$$\alpha_{g,\text{gemessen}} = (0,389 \pm 0,011)^\circ$$

bestimmt werden.

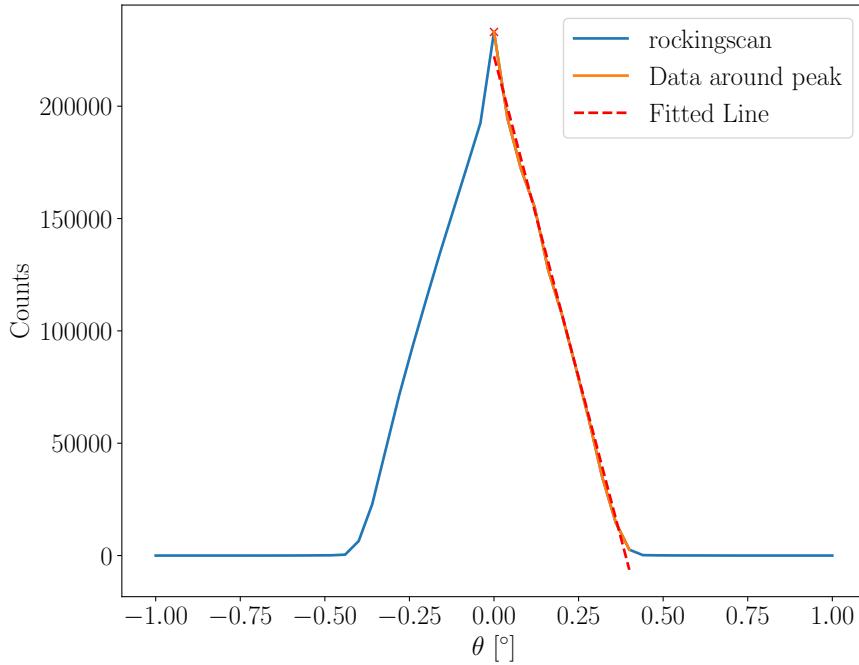


Abbildung 10: Messdaten und Ausgleichsgerade des Rockingscans.

5.5 Abschätzung der Schichtdicke

Wie in Unterabschnitt 2.3 beschrieben kann die Schichtdicke zunächst aus den Abständen der Reflexivitätsmaxima abgeschätzt werden. Unter Nutzung der in Abbildung 9 gekennzeichneten Maxima folgt eine erste Schätzung der Schichtdicke als

$$d_0 = (1,02 \pm 0,34) \times 10^{-7} \text{ m.}$$

5.6 Parratt-Algorithmus und Dispersionsbestimmung

Durch Implementierung des Parratt-Algorithmus innerhalb von Python und einer aufwändigen Bestimmung der Parameter mit einer Kombination aus manueller und maschinengesteuerter Optimierung können die in Abbildung 11 und Abbildung 12 abgebildeten Plots generiert werden, wobei sich nach bestmöglich Anpassung der Funktion an die Daten die Werte

$$\begin{aligned}\delta_{\text{Si}} &= 7,7 \cdot 10^{-6} \\ \delta_{\text{Po}} &= 8,0 \cdot 10^{-6} \\ \sigma_{\text{Si}} &= 1,78 \cdot 10^{-9} \\ \sigma_{\text{Po}} &= 3,48 \cdot 10^{-10} \\ \beta_{\text{Si}} &= 3,21 \cdot 10^{-7} \\ \beta_{\text{Po}} &= 6,38 \cdot 10^{-9} \\ d_1 &= 8,2 \cdot 10^{-7} \text{ m}\end{aligned}$$

ergeben.

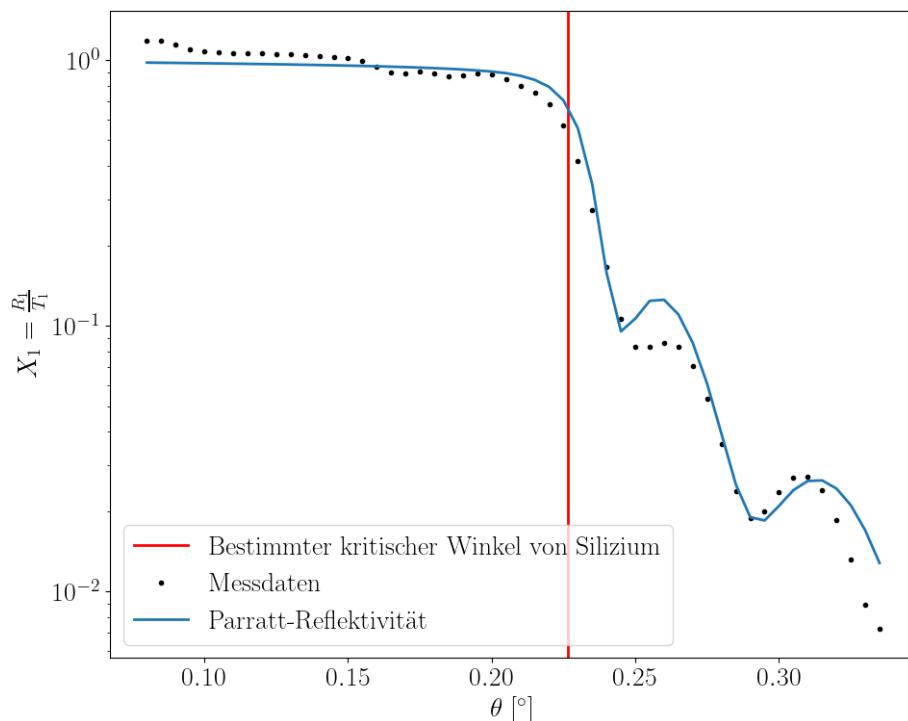


Abbildung 11: Parratt-Algorithmus speziell für die ersten zwei Oszillationen.

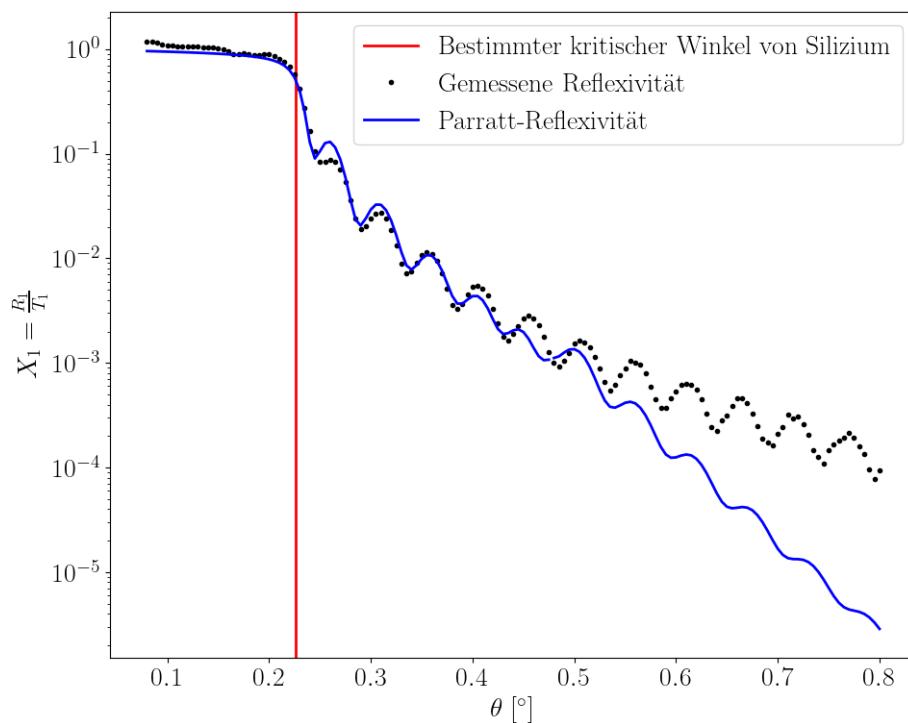


Abbildung 12: Parratt-Algorithmus für den vollständigen Winkelbereich.

5.7 Kritischer Winkel

Mithilfe der bestimmten Parameters δ_{Si} , δ_{Po} und Gleichung 3 lassen sich der Kritische Winkel für Silizium und Polysterol als

$$\alpha_{c,\text{Si}} = 0,226^\circ$$

$$\alpha_{c,\text{Po}} = 0,229^\circ$$

berechnen, wobei $\alpha_{c,\text{Si}}$ ebenfalls in Abbildung 11 zu sehen ist, fast identisch mit dem gemessenen Kritischen Winkel.

6 Diskussion

Die Abweichungen des Geometriewinkels, wenn auch vergleichsweise klein, könnten aus den zu ungenau gehaltenen X- bzw. Z-Scans oder aus einem Fehler bei der Justage der Messgeräte stammen.

Tabelle 1: Vergleich des berechneten und gemessenen Geometriewinkels inklusive Abweichung.

α_g , berechnet	α_g , gemessen	$\Delta\alpha_g$
$(0,458 \pm 0,062)^\circ$	$(0,389 \pm 0,011)^\circ$	$(15,07 \pm 11,75)\%$

Jegliche Abweichungen bezüglich der Disperionen von Silizium und Polysterol lassen sich auf die fehleranfällige Anwendung des Parratt-Algorithmus zurückführen. Die manuelle Anpassung von Parametern an Messdaten kann nur bedingt genau erfolgen, jedoch war sie in diesem Fall die einzige Möglichkeit, um Computerbedingte Probleme wie "Overfitting" und/oder lokale Parameterraum-Minima zu umgehen.

Parameter	Bestimmt	Theoretisch	Abweichung
δ_{Si}	$7,7 \times 10^{-6}$	$7,6 \times 10^{-6}$	1,3%
δ_{Po}	$8,0 \times 10^{-6}$	$3,5 \times 10^{-6}$	46,9%
β_{Si}	$3,21 \times 10^{-7}$	$1,04 \times 10^{-7}$	67,6%
β_{Po}	$6,32 \times 10^{-9}$	$4,82 \times 10^{-9}$	20,7%

Tabelle 2: Abweichungen der experimentell bestimmten Dispersion von den Theoriewerten.

Selbes gilt für den per Parratt-Algorithmus bestimmten Wert für die Schichtdicke. Andererseits kann die Abweichung auch daher röhren, dass erst durch den Parratt-Algorithmus die Komplexität des Mehrschichtsystems berücksichtigt wurde,

Tabelle 3: Vergleich der zwei Werte für die Schichtdicke.

d_0	d_1	Δd
$1.02(0.34) \times 10^{-7} \text{ m}$	$8,2 \times 10^{-7} \text{ m}$	$(87,9 \pm 23,7)\%$

Da sich der Kritische Winkel aus den Größen δ berechnet, ist der Vergleich zum Theoriewert hier redundant. Im Hinblick auf Abbildung 11 ist jedoch zu erkennen, dass der per Parratt-Algorithmus bestimmte Wert sich mit der "Kante" vor Abfall der Intensität deckt.

Allgemein lässt sich sagen, dass aufgrund der schwierigen und fehleranfälligen Implementierung der Parratt-Algorithmus viele neue Fehlerquellen entstehen, dennoch liefert dieser akzeptable Ergebnisse.

7 Literaturverzeichnis

- [1] „Charakterisierung kristalliner Metall- und Metalloxidschichten mittels Röntgen-Streuung Kristalle unter der Lupe“. In: *Junge Wissenschaft PTB* 105 (2015), S. 1–10. URL: https://www.junge-wissenschaft.ptb.de/fileadmin/paper/bis_2017/pdf/juwi-105-2015-02.pdf.
- [2] Fakultät Physik, Technische Universität Dresden. *Physikalisches Grundpraktikum Versuch ROE*. <https://tu-dresden.de/mn/physik/ressourcen/dateien/studium/lehrveranstaltungen/praktika/pdf/ROE.pdf?lang=de>. 2019.
- [3] H. Kiessig. „Interferenz von Röntgenstrahlen an dünnen Schichten“. In: *Annalen der Physik* 402 (1931), S. 769–788. DOI: 10.1002/andp.19314020702.
- [4] W. Kriegseis. *Röntgen-Reflektometrie zur Dünnschichtanalyse*. 2023. URL: <https://www.uni-giessen.de/de/fbz/fb07/fachgebiete/physik/studium/fprak/anleitungen/reflektometrie/>.
- [5] Eric O. LEBIGOT. *Uncertainties: a Python package for calculations with uncertainties*. Version 3.1.7. URL: <https://pythonhosted.org/uncertainties/>.
- [6] L. G. Parratt. „Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays“. In: *Phys. Rev.* 95 (1954), S. 359–369. URL: <https://journals.aps.org/pr/abstract/10.1103/PhysRev.95.359>.
- [7] „SciPy 1.0: Fundamental Algorithms for Scientific Computing in Python“. In: *Nature Methods* 17 (2020), S. 261–272. DOI: 10.1038/s41592-019-0686-2.
- [8] International XAFS Society. *X-ray Data for the Elements International XAFS Society*. URL: <https://www.xafs.org/index.php/xray-data>.

8 Anhang

Listing 1: Parratt Implementation

```

import matplotlib.pyplot as plt
from scipy.optimize import curve_fit
import random

# Enable LaTeX rendering in Matplotlib
plt.rc('text', usetex=True)
plt.rc('text.latex', preamble=r'\usepackage{siunitx}')
plt.rc('font', family='serif')
plt.rcParams['figure.figsize'] = (10, 8)
plt.rcParams['font.size'] = 20
plt.rcParams['lines.linewidth'] = 2

plt.xlabel(r"\theta[\degree]")
plt.ylabel(r"X_1=\frac{R_1}{T_1}")
plt.yscale("log")

def parratt(a_i, del2, del3, sig1, sig2, b2, b3, d2):
    a_irad = np.deg2rad(a_i)
    k = 2 * np.pi / lamda

    n2 = 1 - del2 - b2 * 1j
    n3 = 1 - del3 - b3 * 1j

    kz1 = k * np.sqrt(1 - np.cos(a_irad) ** 2)
    kz2 = k * np.sqrt(n2 ** 2 - np.cos(a_irad) ** 2)
    kz3 = k * np.sqrt(n3 ** 2 - np.cos(a_irad) ** 2)

    rauigkeit1 = np.exp(-2 * kz1 * kz2 * sig1 ** 2)
    rauigkeit2 = np.exp(-2 * kz2 * kz3 * sig2 ** 2)

    r12 = (kz1 - kz2) / (kz1 + kz2) * rauigkeit1
    r23 = (kz2 - kz3) / (kz2 + kz3) * rauigkeit2

    x2 = np.exp(-2j * kz2 * d2) * r23
    x1 = (r12 + x2) / (1 + r12 * x2)

    return np.abs(x1) ** 2

theta, counts = np.genfromtxt('../Daten/CSV/probescan_clean.csv', delimiter=',', unpack=True)
theta, counts = theta[15:67], counts[15:67]
lamda = 1.54 * 10**(-10)

plt.axvline(np.sqrt(2*7.809387428660141e-06)*360/(2*np.pi), color="red", label=r"Bestimmte")
plt.plot(theta, np.exp(counts), "k.", label=r"Messdaten") plt.plot(theta, np.exp(parratt(theta, del2=0.0001, del3=0.0001, sig1=0.0001, sig2=0.0001, b2=0.0001, b3=0.0001, d2=0.0001)))
plt.legend(loc="best")
plt.tight_layout()
plt.savefig("../Ressourcen/parratt.png")

```