

Röntgenreflektometrie

Versuch 44

David Gutnikov

david.gutnikov@tu-dortmund.de

Konstantin Mrozik

konstantin.mrozik@tu-dortmund.de

Abgabe: 17. Februar 2022

TU Dortmund - Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1	Theorie	3
1.1	Röntgenröhre	3
1.2	Göbelspiegel	4
1.3	Brechung und Reflexion von Röntgenstrahlung	4
1.4	Kiessig-Oszillationen	5
1.5	Parratt-Algorithmus	5
1.6	Rauigkeit	6
2	Durchführung	7
2.1	Justage des Diffraktometers	8
2.2	Scan-Parameter	8
2.3	Refelektionsmessung	9
3	Auswertung	10
3.1	Eigenschaften des Röntgenstrahls	10
3.2	Bestimmung des Geometriewinkels	11
3.3	Reflektivitätskurve	12
4	Diskussion	16
	Literatur	18
5	Appendix	19

Ziel

In diesem Versuch sollen die Dichte, Rauigkeit und Schichtdicke eines Films auf einem Siliziumwafer mithilfe von Röntgenstrahlung bestimmt werden.

1 Theorie

1.1 Röntgenröhre

Um Röntgenstrahlung zu erzeugen kann eine sogenannte Röntgenröhre verwendet werden. Eine Röntgenröhre besteht im Wesentlichen aus einer Kathode die Elektronen emittiert und einer Anode auf der die beschleunigten Elektronen eintreffen und Strahlung erzeugen. Um die Elektronen von der Kathode zur Anode zu beschleunigen wird eine Hochspannung an die beiden Bauteile angeschlossen. Um Wechselwirkungen der Elektronen mit der Luft zu verhindern ist es außerdem notwendig die Anode und Kathode in ein gemeinsames Vakuum einzuschließen. Wenn die beschleunigten Elektronen auf die Anode treffen werden drei Arten von Strahlung erzeugt, die charakteristische Röntgenstrahlung, die Bremsstrahlung und die Lilienfeldstrahlung.

Charakteristische Röntgenstrahlung ist abhängig von der Elektronenkonfiguration der Anode und entsteht dadurch, dass die beschleunigten Elektronen die Elektronen in den Energieniveaus des Anodenmaterials stoßen und aus einer niedrigen Schale entfernen. Für den Stoß muss dabei mindestens die Energie aufgewendet werden die für das jeweilige Elektron nötig ist um auf das nächste unbesetzte Energieniveau angeregt zu werden. Wenn nun das Elektron aus seinem Platz in der niedrigen Schale gestoßen wurde rückt ein Elektron von einem höheren Energieniveau in seinen Platz und die Energiedifferenz der Zustände wird in Form von Röntgenstrahlung abgestrahlt.

Die Bremsstrahlung wird von den beschleunigten Elektronen erzeugt wenn diese in das Coulombfeld der Kerne des Anodenmaterials gelangen, denn durch das elektrische Feld der Kerne werden die Elektronen abgelenkt und bewegte Ladungen strahlen elektromagnetische Strahlung ab, welche in diesem Fall kontinuierliche Röntgenstrahlung ist.

Die Lilienfeldstrahlung ist eine spezielle Art von Übergangsstrahlung und entsteht beim Übergang der Elektronen vom Vakuum ins Anodenmaterial. Allerdings handelt es sich bei der Lilienfeldstrahlung um sichtbare elektromagnetische Strahlung und sie ist daher hier nicht von Interesse.

Durch die charakteristische Strahlung und die Bremsstrahlung wird mit einer Röntgenröhre ein kontinuierliches Röntgenspektrum mit einigen Peaks der charakteristischen Energiedifferenzen des Anodenmaterials erzeugt.

1.2 Göbelspiegel

Um divergente Röntgenstrahlung zu bündeln und zu monochromatisieren werden sogenannte Göbelspiegel verwendet. Göbelspiegel bestehen aus mehreren schichten Parabolischen Spiegeln und können das Röntgenlicht bündeln und Monochromatisieren. Dies wird über eine Schichtung von Spiegelebenen in definierten Abständen erreicht, sodass nur die gewünschte Wellenlänge die Bragg-Bedingung erfüllt und konstruktiv interferiert.

1.3 Brechung und Reflexion von Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlen werden wie andere elektromagnetische Strahlen auf Reflektiert und Gebrochen. Allerdings tritt bei Röntgenstrahlung die Besonderheit auf, dass der Realteil des Brechungsindex für Medien kleiner als Eins sein kann. Der Realteil kleiner Eins kommt zustande, da die Schwingungsfrequenz der Röntgenstrahlung höher ist als die der Elektronen im Medium. In diesem Fall kann die Phasengeschwindigkeit des Lichtes (aber nicht die Gruppengeschwindigkeit) einen Wert größer als die Lichtgeschwindigkeit c annehmen. Um den Brechungsindex zu approximieren wird dabei folgende Formel verwendet:

$$n = 1 - \delta + i\beta/; , \delta > 0 \quad (1)$$

Wobei δ einer kleinen (ca 10^{-6}) Korrektur entspricht und β als Parameter die Absorption beschreibt.

Wenn nun eine elektromagnetische Welle (in diesem Fall Röntgenstrahlung) aus dem Vakuum ($n = 0$) auf eine Grenzschicht zu einem Medium trifft wird ein Anteil der Welle mit einem Winkel $\alpha_r = \alpha_i$ reflektiert und der restliche Teil der Gesamtintensität transmittiert. Da für Röntgenstrahlung der Brechungsindex von Materie kleiner als Eins sein kann, wird das Medium für die Strahlung optisch dünner als das Vakuum und Totalreflexion ist möglich wenn die Strahlung mit einem kritisch kleinen Winkel einfällt.

Um die das Reflexions- und Transmissionsverhalten der Welle zu beschreiben werden die Fresnel'schen Gleichungen genutzt. Im Allgemeinen wird bei den Gleichungen zwischen einer polarisation senkrecht oder parallel zur einfallsebene unterschieden, bei Röntgenstrahlung muss dies aber nicht getan werden, da die Brechungsindexe näherungsweise gleich sind.

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

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

Daher ergibt sich das Verhältnis der Intensitäten, die sogenannte Fresnel-Reflektivität zu

$$R_F = |r|^2 = \frac{(\alpha_i - p_+)^2 + p_-^2}{(\alpha_i + p_+)^2 + p_-^2} \quad (4)$$

mit

$$p_{\pm}^2 = \frac{1}{2} \left(\sqrt{(\alpha_i - \alpha_c)^2 + 4\beta^2} \pm (\alpha_i^2 - \alpha_c^2) \right) \quad (5)$$

Für den Fall, dass $\alpha_i > 3\alpha_c$ so ist R_F näherungsweise gegeben durch

$$R_F \approx \left(\frac{\alpha_c}{2\alpha_i} \right)^4 \quad (6)$$

1.4 Kiessig-Oszillationen

Im Falle des Experiments haben wir kein ideales Medium unendlicher Tiefe, sondern ein Zweischichtensystem. Durch die Reflexion an beiden Grenzschichten können die emittierten Strahlen interferieren und das Muster kann Aufschluss über die Schichtdicke d liefern. Dabei gilt

$$2d \sin(\alpha_i) = n\lambda \quad (7)$$

$$d = \frac{2\pi}{\Delta q} \approx \frac{\lambda}{2\Delta\alpha_i} \quad (8)$$

dabei steht q für den Wellenübertrag in z -Richtung und ergibt sich zu $q = 2k \sin(\alpha_i)$ mit dem Betrag des Wellenvektors k . Durch diese Interferenz oszilliert die Intensität der gemessenen ausfallenden Strahlung, wie in Abbildung 1 zu sehen. Wenn die Ordnungszahl m und der Winkel α_i für zwei Minima bekannt ist kann die Schichtdicke und die Dispersion und damit der Brechungsindex bestimmt werden.

$$\delta = \frac{1}{2} \frac{\alpha_{i,1}^2 m_2^2 - \alpha_{i,2}^2 m_1^2}{m_2^2 - m_1^2} \quad (9)$$

$$d = \frac{\lambda}{2\Delta\alpha_i} \quad (10)$$

1.5 Parratt-Algorithmus

Im Falle eines Mehrschichtensystems, siehe Abbildung 2, muss der sogenannte Parratt-Algorithmus verwendet werden um das System zu beschreiben. Der Parratt-Algorithmus ist ein rekursiver Algorithmus zum Berechnen des Verhältnisses der reflektierten und transmittierten Welle an der j -ten Grenzschicht.

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

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

wobei $r_{j,j+1}$ die Fresnelaktivität der j -ten Grenzfläche ist.

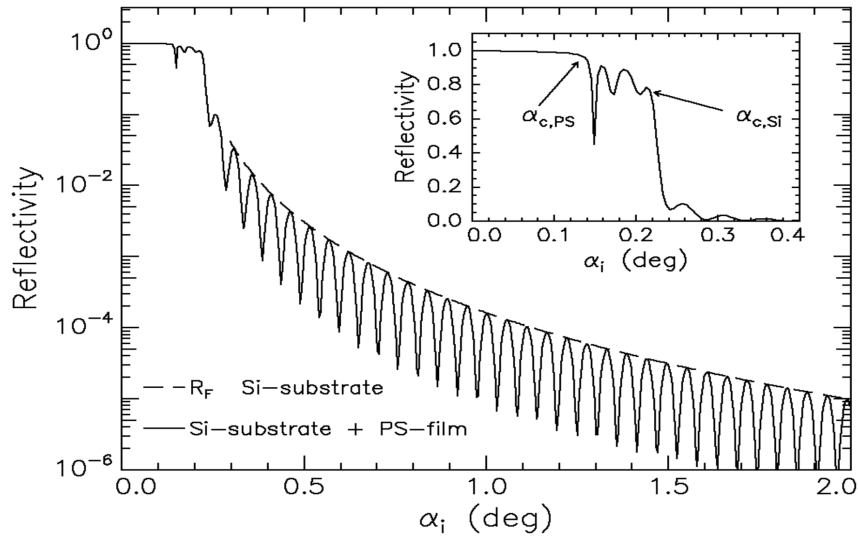


Abbildung 1: Fresnel-Reflektivität in Abhängigkeit vom Einfallswinkel einer Polystyrolschicht auf einem Siliziumwafer. Im vergrößerten Bereich für kleine α sind die kritischen Winkel $\alpha_{c,Si}$ und $\alpha_{c,PS}$ für die Silizium-Schicht und die Polystyrol-Schicht klar erkennbar da an diesen Stellen die Reflektivität stark abfällt. Im großen Diagramm sind die Kiessig Oszillationen erkennbar. Entnommen aus [5].

1.6 Rauigkeit

Im realen Fall sind Oberflächen nicht perfekt eben sondern haben eine Rauigkeit. Diese Rauigkeit kann theoretisch mit der root-mean-square-Rauigkeit beschrieben werden.

$$\sigma_j^2 = \int (z - z_j)^2 \cdot P_j(z) dz \quad (13)$$

Dabei ist $P_j(z)$ die Wahrscheinlichkeit, dass die j-te Grenzfläche im Intervall $[z_j + z, z_j + z + dz]$ liegt. Beim Parratt Algorithmus werden dazu die Fresnelkoeffizienten modifiziert

$$\tilde{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} e^{-2k_{z,j} k_{z,j+1} \sigma_j^2} \quad (14)$$

$$\tilde{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} e^{\frac{1}{2}(k_{z,j} - k_{z,j+1}) \sigma_j^2} \quad (15)$$

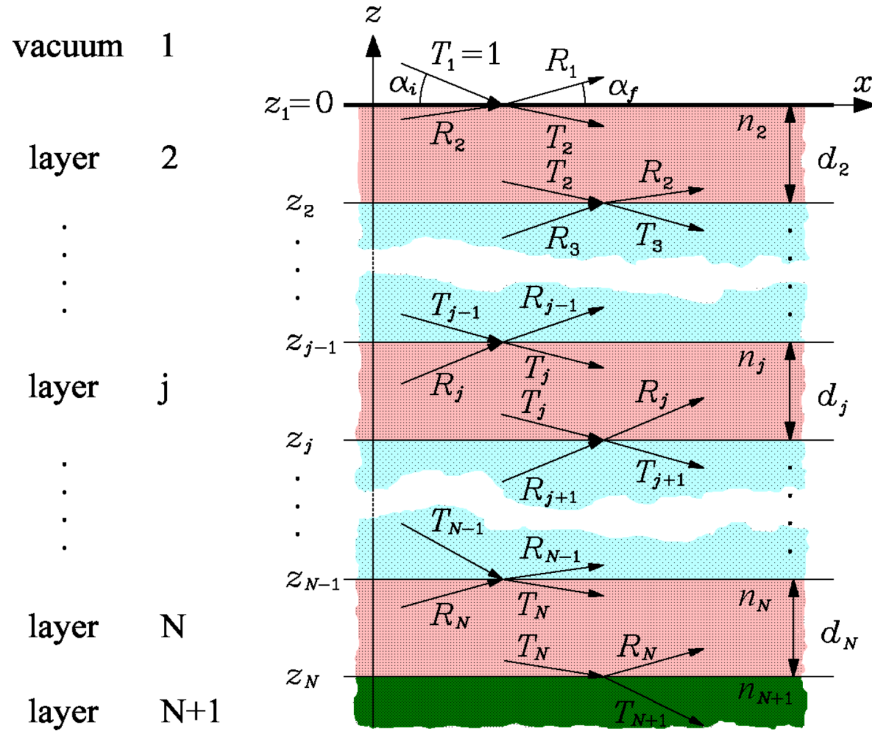


Abbildung 2: Ein Mehrschichtsystem mit $N + 1$ Schichten, an jeder Schicht kann Reflektivität und Transmission rekursiv berechnet werden. Entnommen aus [2].

2 Durchführung

Der Versuch wird an einem D8-Diffraktometer durchgeführt, welches im Wesentlichen aus drei Teilen besteht. Zunächst wird die divergente Röntgenstrahlung an einer Röntgenröhre mit Kupferanode erzeugt und mithilfe eines Göbelspiegels fokussiert und monochromatisiert. Anschließend wird die Strahlungsintensität durch einen Autoabsorber angepasst und durch eine Blende wird der Strahl emittiert. Die Röntgenröhre ist dabei im Winkel bezüglich dem Probestisch verstellbar. Dieser Probestisch ist der zweite Teil des Versuchsaufbaus und lässt sich in x-, y- und z-Richtung verschieben um verschiedene Messungen durchzuführen. Den dritten und letzten Teil des Versuchsaufbaus bildet ein Detektor welcher auch im Winkel bezüglich des Probestisches einstellbar ist. Mithilfe des Computerprogramms XRD Commander können die Bauteile angesteuert werden und die Messungen aufgenommen werden.

2.1 Justage des Diffraktometers

Zunächst soll die 0° Lage des Detektors bestimmt werden. Um den Strahl zu vermessen wird zunächst die Probe in der z-Richtung aus dem Strahlengang zu entfernen und der Detektor und Emmitter auf die 0° markierung gefahren. Anschließend werden Detektor und Emmitter in einem kleinen Winkelbereich um 0° bewegt um das Maximum zu bestimmen und dieses als neue 0° Position festzulegen.

Außerdem soll als nächstes die Probe in der x-, y- und z-Richtung positioniert werden. Dazu wird ein x-, y- und z-Scan durchgeführt bei dem die Probe in der jeweiligen Richtung verschoben wird. Beim x-Scan ist ein Plateau der Intensität zu erwarten und der Probenstisch wird auf die Mitte des Plateaus gebracht. Beim z-Scan ist ein starker Abfall zu erwarten sobald der Probenstisch in den Strahl fährt, daher wird die Position so festgelegt, dass der Tisch bei auf der Hälfte der abfallenden Gerade platziert wird, so dass die Hälfte des Strahls geblockt und die andere Hälfte durchgelassen wird.

Um die optimale position der Probe zu wählen wird außerdem ein Rockingscan durchgeführt. Bei diesem wird die Winkelsumme des Einfallswinkels und Ausfallswinkels konstant gehalten und die Intensität gemessen. Beim Rockingscan wird ein symmetrisches Dreieck um die Null erwartet, allerdings kann es sein dass dies nicht zu messen ist, dann muss die y-Koordinate angepasst werden um die Probe genau in die Mitte auf den Rotationspunkt zu bringen.

Nach dem Rockingscan muss durch die Verschiebung des Probenstisches ein erneuter z-Scan durchgeführt werden um die Probe fein zu justieren. Anschließend wird die Ausrichtung noch weiter verbessert indem ein weiterer Rockingscan durchgeführt wird. Zuletzt wird ein z-Scan unter einem Winkel durchgeführt und die Probe auf die Höhe der maximalen Intensität gebracht. Damit ist die Justage abgeschlossen.

2.2 Scan-Parameter

Tabelle 1: Die für die verschiedenen Scans verwendeten Parameter. Die z-Position ist nur eine relative Größe zur Justierung und die Einheit daher beliebig.

Typ	Messbereich	Schrittweite	Messdauer/Messpunkt [s]
Detektorscan	$-0,5^\circ$ bis $0,5^\circ$	$0,02^\circ$	1
z-Scan	-1 bis 1	0,04	1
Rockingscan $2\theta = 0^\circ$	-1° bis 1°	$0,04^\circ$	1
z-Scan	-0,5 bis 0,5	0,02	1
Rockingscan $2\theta = 0,3^\circ$	0° bis $0,3^\circ$	$0,005^\circ$	1
z-Scan $2\theta = 0,3^\circ$	-0,5 bis 0,5	0,02	1
Reflektivitätsscan	0° bis $2,5^\circ$	$0,005^\circ$	5

2.3 Reflektionsmessung

Nach der Justierung der Apparatur wird die eigentliche Messung durchgeführt. Bei der Messung werden der Ein- und Ausfallswinkel konstant gehalten und es wird über verschiedene Werte von 2θ die Intensität gemessen. Da außerdem ein Hintergrund durch diffuse Streuung entsteht wird diese separat vermessen. Dazu wird der Ausfallswinkel um 1° vom Einfallswinkel variiert und die Messung mit den gleichen Parametern wiederholt.

3 Auswertung

3.1 Eigenschaften des Röntgenstrahls

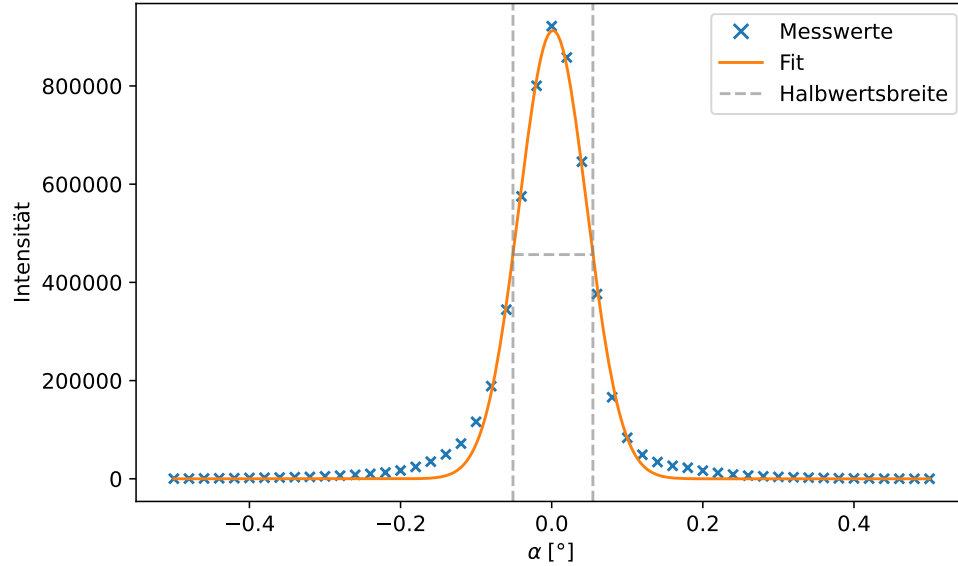


Abbildung 3: An die mit dem Detektorscan im Winkelbereich $0,5^\circ$ bis $0,5^\circ$ mit einer Schrittweite von $0,02^\circ$ aufgenommenen Messwerte wird eine Gaußfunktion gefittet.

Im Detektorscan werden die Intensitäten bei verschiedenen Winkel des Detektors zur Probe aufgenommen. Es ergibt sich eine gaußähnliche Intensitätsverteilung an die eine Gaußfunktion der Form

$$f(\alpha) = A \cdot \exp\left(-\frac{(\alpha - \alpha_0)^2}{2c^2}\right)$$

fitten lässt mit den Parametern

$$A = 913152 \pm 10600$$

$$\alpha_0 = 0,0016^\circ \pm 0,0006^\circ$$

$$c = 0,0449^\circ \pm 0,0006^\circ,$$

wobei A die Höhe des Peaks, α_0 die Position des Peaks und c die Standardabweichung ist. Mit diesen Anpassung werden die beiden wichtigsten Eigenschaften des Röntgenstrahls bestimmt, zum einen die Halbwertsbreite (FWHM) der Verteilung, zum anderen die maximale Intensität I_0 des Strahls.

$$\text{FWHM} = 2c\sqrt{\ln(4)} = 0,1058^\circ \pm 0,0014^\circ$$

$$I_0 = A = 913152 \pm 10600.$$

3.2 Bestimmung des Geometriewinkels

Der Geometriewinkel kennzeichnet die Grenze ab der kleinere Winkel zwischen Strahl und Probe dazu führen würden, dass der Strahl eine größere Fläche überstreicht als die Probenoberfläche.

Es gibt zwei Arten wie dieser Winkel mit den hier durchgeführten Messungen bestimmt werden kann.

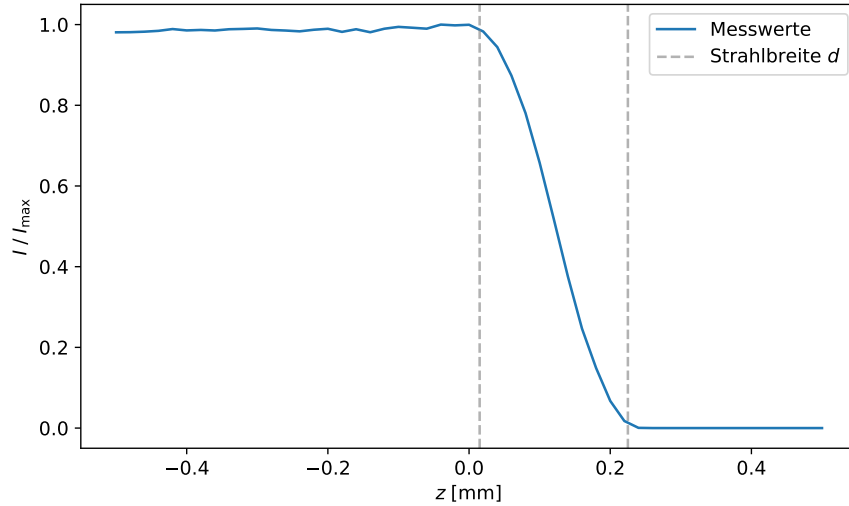


Abbildung 4: Aus dem Graphen des zweiten Z-Scans bei $2\theta = 0^\circ$ wird die Strahlbreite des Röntgenstrahls abgelesen.

Die Breite der fallenden Flanke im Graphen des ersten oder zweiten Z-Scans, wie in Abbildung 4 zu sehen, entspricht der Strahlbreite des Röntgenstrahls. Hier wurde der zweite Z-Scan gewählt vor dem Hintergrund, dass der Strahl nach dem ersten Rockingscan ausreichend parallel zur Probe verläuft und so die Strahlbreite genauer abzulesen ist. Praktisch ist die Probe schon vor dem Rockingscan parallel genug zum Strahl, sodass die abgelesenen Strahlbreiten bei dem ersten und zweiten Z-Scan gleich sind.

Mithilfe der Kenntnis der Strahlbreite $d_0 = 0,21$ mm und der Probenlänge $D = 20$ mm wird nun der Geometriewinkel bestimmt:

$$\alpha_{\text{geo},z} = \arcsin\left(\frac{d_0}{D}\right) \approx 0,6016^\circ$$

Es ist auch möglich den Geometriewinkel direkt aus dem Graphen des ersten Rockingscans in Abbildung 5 auszulesen. Dabei ergeben sich zwei Winkel über die gemittelt wird:

$$\alpha_{\text{geo,rock}} = \frac{\alpha_{\text{geo},1} + \alpha_{\text{geo},2}}{2} = 0,62^\circ$$

Wird der bestimmte Geometriewinkel unterschritten, so wird die einfallende Intensität

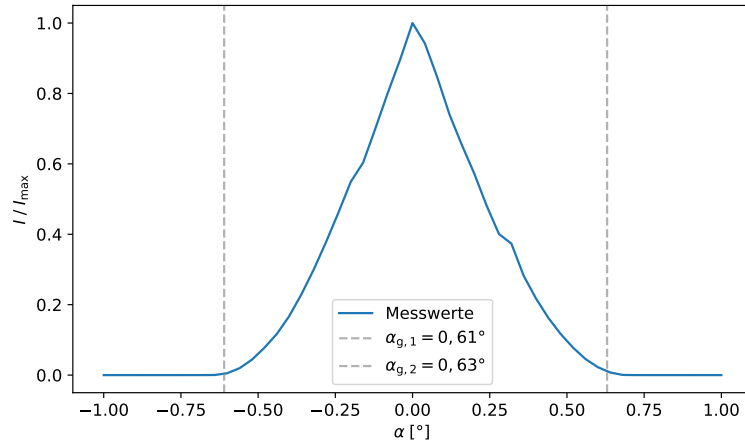


Abbildung 5: Aus dem Graphen des ersten RockingScans bei $2\theta = 0^\circ$ wird der Geometriewinkel an dem Anfangspunkt der steigenden und dem Endpunkt der fallenden Flanke abgelesen.

mit dem Geometriefaktor, welcher das Verhältnis der Strahlbreite, die die Probe trifft und der Gesamtstrahlbreite darstellt, multipliziert und somit korrigiert.

3.3 Reflektivitätskurve

Die erste Messung der Reflektivität enthält auch unerwünschte Anteile aus gestreuten Intensitäten. Um die Messwerte des Reflektivitätsscans zu korrigieren werden die Messwerte des Diffuser Scans von ihnen abgezogen. Dabei sind beide Messungen identisch bis auf das Verschieben des Detektorwinkels beim Diffuser Scan um $0,1^\circ$ gegenüber dem Einfallswinkel, sodass dabei überwiegend Streuungen gemessen werden.

$$R_{\text{exp}} = \frac{I - I_{\text{diff}}}{5 \cdot I_0}$$

Die Differenz wird auf die im zweiten Z-Scan bestimmte Intensität des einfallenden Strahls I_0 normiert. Da die Reflektivitätsmessung je Messwert 5s dauerte und der die Messdauer pro Messwert beim Z-Scan 1s betrug, wird durch $5 \cdot I_0$ geteilt.

Zum Vergleich wird außerdem die Fresnelreflektivität einer ideal glatten Siliziumschicht nach Gleichung 4 in Abbildung 6 eingezeichnet. Dazu werden die folgenden Daten aus [2] entnommen:

Grenzwinkel: $\alpha_c \approx \sqrt{2\delta} = \sqrt{2 \cdot 7,6 \cdot 10^{-6}} \approx 0,223^\circ$

Wellenlänge: $\lambda = 1,54 \cdot 10^{10} \text{ m}$

Absorption: $\beta = \frac{\lambda}{4\pi} \mu = \frac{1,54 \cdot 10^{10} \text{ m}}{4\pi} \cdot 141 \cdot 10^2 \frac{1}{\text{m}} \approx 1,73 \cdot 10^{-7}$

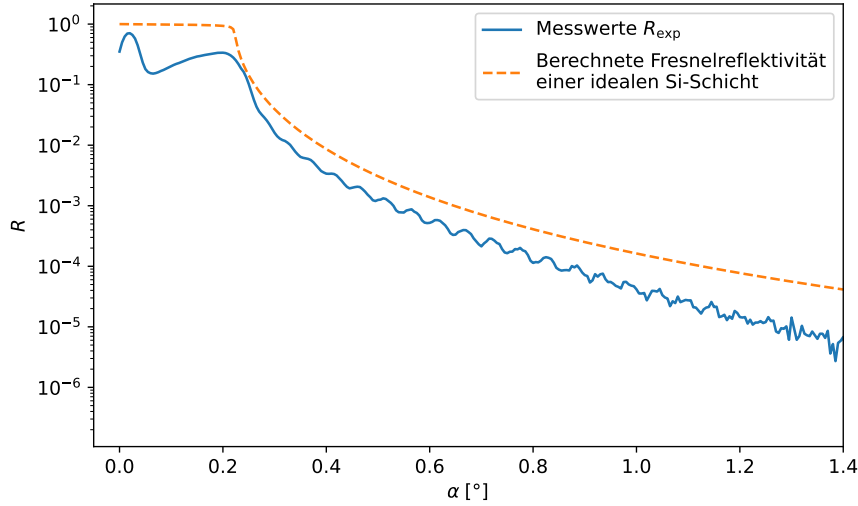


Abbildung 6: Von den aufgenommenen Messwerten der Reflektivität der Probe im Bereich 0° bis $2,5^\circ$ werden die Messwerte der Reflektivität des „Diffuser Scans“ im gleichen Messbereich abgezogen und hier dargestellt. Die berechnete Fresnel-Reflektivität für eine ideal glatte Siliziumschicht sind hier in orange zu dargestellt.

Im Anschluss daran wird die in Abbildung 6 gezeigte Reflektivitätskurve um den zuvor in Unterabschnitt 3.2 bestimmten Geometriefaktor korrigiert falls der Geometriewinkel α_{geo} unterschritten wird. Die korrigierte Reflektivität ergibt sich also zu

$$R_{\text{exp,korr}} = \begin{cases} \frac{R_{\text{exp}}}{G} & \text{bei } \alpha < \alpha_{\text{geo}} \\ 1 & \text{bei } \alpha > \alpha_{\text{geo}} \end{cases}$$

Die Schichtdicke kann nun auf zwei Arten bestimmt werden. Zur Abschätzung werden die Abstände zwischen den in Abbildung 7 eingezeichneten Maxima verwendet. Es wird über alle Abstände gemittelt

$$\overline{\Delta\alpha} = (0,0532 \pm 0,0015)^\circ$$

und somit ergibt sich eine Schichtdicke von

$$d = \frac{\lambda}{2\overline{\Delta\alpha}} = (830 \pm 24) \text{ \AA} .$$

Bei der zweiten Methode wird der rekursive Parratt-Algorithmus 11 für ein Zwei-Schicht-System, bestehend aus einer dünnen Schicht Polysterol und dem Substrat Silizium, verwendet. Alle für die Rechnung benötigten Daten wurden aus [2] entnommen. Die Fresnelkoeffizienten werden nach Gleichung 14 an die Rauheit der Grenzflächen angepasst.

Die freien Parameter der Polysterol-Schichtdicke d , der Dispersionen von Polysterol δ_2 und Silizium δ_3 , der Rauheiten der Grenzflächen σ_1 und σ_2 werden nun händisch angepasst. Zuerst wird die Schichtdicke auf den zuvor berechneten Wert gesetzt und die Dispersionen werden variiert, sodass die Werte der Theoriekurve möglichst nah an den gemessenen Werte liegen. Im Anschluss wird über die Schichtdicke der Abstand zwischen den Extrema eingestellt und die Rauheiten werden so angepasst, dass die gemessene und die theoretische Kurve auch bei größeren Winkeln möglichst gut übereinander liegen.

Die so erhaltenen Parameter sind im Folgenden angegeben:

$$\begin{aligned} d_p &= 860 \text{ \AA} \\ \delta_2 &= 1,0 \cdot 10^{-6} \\ \delta_3 &= 7,0 \cdot 10^{-6} \\ \sigma_1 &= 8,0 \cdot 10^{-10} \frac{1}{\text{\AA}} \\ \sigma_2 &= 6,8 \cdot 10^{-10} \frac{1}{\text{\AA}} \end{aligned}$$

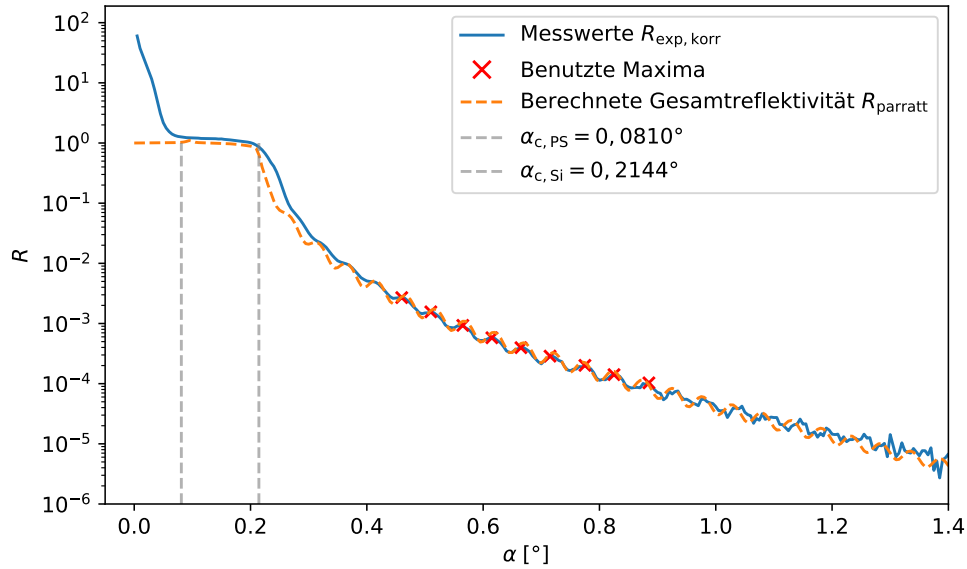


Abbildung 7: Die um den Geometriefaktor korrigierten Messwerte der Reflektivität sind hier dargestellt. Die gestrichelte Kurve wurde mithilfe des Parratt-Algorithmus für raue Grenzflächen an die Messwerte angepasst.

Zum Schluss werden, mit den aus der Anpassung ermittelten Werten für die Dispersionen,

die kritischen Winkel für Polysterol und Silizium ermittelt anhand von $\alpha_{c,i} \approx \sqrt{2\delta_i}$.

$$\alpha_{c,\text{PS}} \approx \sqrt{2\delta_2} = 0,0810^\circ$$

$$\alpha_{c,\text{Si}} \approx \sqrt{2\delta_3} = 0,2144^\circ$$

4 Diskussion

Um die endgültige Bestimmung der Parameter des benutzten Polyesterol-Silizium-Schichtsystems durchführen zu können, mussten die Eigenschaften des verwendeten Röntgenstrahls und der Geometrie des Aufbaus in Betracht gezogen und bestimmt werden.

Der Geometriewinkel ab dem nur noch ein Teil des Strahls die Probe trifft wurde auf zwei verschiedene Weisen bestimmt. Beide Werte liegen nah beieinander und so wird einfach ihr Mittelwert $\overline{\alpha_{\text{geo}}} = 0,6108$ in den weiteren Rechnungen zum Geometriefaktor genutzt.

Im Gegensatz zur Kurve in Abbildung 6 ist bei der Kurve in Abbildung 7 ein deutliches Plateau bis zum kritischen Winkel der Totalreflektion zu sehen, wo die Reflektivität gleich eins ist. Das ist ein Indiz dafür, dass die Korrektur der Messwerte mithilfe des Geometriefaktors gelungen ist.

Anschließend wurde der Parratt-Algorithmus für raue Grenzflächen verwendet, um eine Theoriekurve an die gemessene korrigierte Reflektivitätskurve anzupassen. Die Parameter wurden händisch so gewählt, dass die Kiessig-Oszillationen im Bereich $0,4^\circ$ bis $0,9^\circ$ möglichst gut mit der Theoriekurve übereinstimmen. Zum Vergleich wurden in demselben ungefähren Bereich die Maxima dazu benutzt die Schichtdicke der Polyesterol-Schicht zu bestimmen. Die beiden somit erhaltenen Schichtdicken stimmen nicht ganz überein. Dies könnte daran liegen, dass bei der Methode mit den Maxima nur eindeutig erkennbaren Maxima benutzt wurden und die Oszillationen in anderen Bereichen etwas andere Abstände besitzen.

$$d = (830 \pm 24) \text{ \AA}$$

$$d_p = 860 \text{ \AA}$$

Eine andere Ursache könnte sein, dass die händische Anpassung der Parameter im Parratt-Algorithmus einfach nicht so gut gelungen ist.

Es folgt eine kurze Beschreibung der groben Veränderungen, die eine Variation der einzelnen Parameter mit sich bringt:

Die Schichtdicke d_p ist für die Stauchung und Streckung entlang der x-Achse zuständig. Die Variationen der Dispersion von Polyesterol δ_2 und der Rauheit der Grenzfläche zwischen Vakuum und Polyesterol σ_1 bewirken jeweils eine Stauchung und Streckung entlang der y-Achse. Die Veränderung der Dispersion von Silizium δ_3 bewirkt eine Verschiebung entlang der x-Achse. Mit der Rauheit der Grenzfläche zwischen Polyesterol und Silizium σ_2 wird die Krümmung der Kurve beschrieben.

Weiterhin werden die mit dem Parratt-Algorithmus erhaltenen Dispersionen für Polyesterol und Silizium mit ihren Literaturwerten verglichen.

$\delta_2 = 1,0 \cdot 10^{-6}$	$\delta_{\text{PS,lit}} = 3,5 \cdot 10^{-6}$	$a_{\delta_2} \approx 72 \%$
$\delta_3 = 7,0 \cdot 10^{-6}$	$\delta_{\text{SI,lit}} = 7,6 \cdot 10^{-6}$	$a_{\delta_3} \approx 7,9 \%$

Die daraus berechneten kritischen Winkel weisen ungefähr das gleiche Verhältnis zwischen den relativen Abweichungen zu den Literaturwerten auf:

$$\begin{array}{lll} \alpha_{\text{c,PS}} = 0,0810^\circ & \alpha_{\text{c,PS,lit}} = 0,153^\circ & a_{\alpha_{\text{c,PS}}} \approx 47 \% \\ \alpha_{\text{c,Si}} = 0,2144^\circ & \alpha_{\text{c,Si,lit}} = 0,223^\circ & a_{\alpha_{\text{c,Si}}} \approx 3,7 \% \end{array}$$

Es gibt keine Literaturwerte für die Rauheiten. Da die Disperionen in den richtigen Größenordnungen sind, lässt sich zu den Rauheiten nur sagen, dass die erhaltenen Rauheiten eine grobe Abschätzung der tatsächlichen Rauheiten der beiden Grenzflächen sind.

$$\begin{array}{l} \sigma_1 = 8,0 \cdot 10^{-10} \frac{1}{\text{\AA}} \\ \sigma_2 = 6,8 \cdot 10^{-10} \frac{1}{\text{\AA}} \end{array}$$

Literatur

- [1] TU Dortmund. *Versuchsanleitung V44 - Röntgenreflektometrie*. 2021.
- [2] TU Dortmund E1. *Lehrstuhlversuch Versuchsanleitung V44 - Röntgenreflektometrie*. 2021.
- [3] John D. Hunter. „Matplotlib: A 2D Graphics Environment“. Version 1.4.3. In: *Computing in Science & Engineering* 9.3 (2007), S. 90–95. URL: <http://matplotlib.org/>.
- [4] Travis E. Oliphant. „NumPy: Python for Scientific Computing“. Version 1.9.2. In: *Computing in Science & Engineering* 9.3 (2007), S. 10–20. URL: <http://www.numpy.org/>.
- [5] Metin Tolan. *X-ray scattering from soft-matter thin films: materials science and basic research*. Springer tracts in modern physics 148. Berlin. 197 S. New York: Springer, 1999.

5 Appendix

```
288
289 def parratt_algorithm(alpha, d, delta_2, delta_3, sigma_1, sigma_2):
290     """Berechnet die Gesamtrefektivität an einem 2-Schichtensystem.
291
292     Parameters
293     -----
294     alpha: float
295         angle at which the reflectivity is computed
296     d: float
297         thickness of the thin polysterol layer
298     delta_2: float
299         delta_2 = 1 - n_2, where n_2 is the refractive index of polysterol
300     delta_3: float
301         delta_3 = 1 - n_3, where n_2 is the refractive index of silizium
302     sigma_2: float
303         roughness of the polysterol layer
304     sigma_3: float
305         roughness of the silizium layer
306
307     Returns
308     -----
309     R: float
310         entire reflectivity for the two-layer-system
311     """
312     lam = 1.54*10**(-10)
313     k = 2*np.pi/lam
314     mu_2 = 400
315     mu_3 = 14100
316
317     n_1 = 1
318     n_2 = 1 - delta_2 + 1j*lam/(4*np.pi)*mu_2
319     n_3 = 1 - delta_3 + 1j*lam/(4*np.pi)*mu_3
320
321     k_z1 = k * np.sqrt(n_1**2 - np.cos(alpha * np.pi/180)**2)
322     k_z2 = k * np.sqrt(n_2**2 - np.cos(alpha * np.pi/180)**2)
323     k_z3 = k * np.sqrt(n_3**2 - np.cos(alpha * np.pi/180)**2)
324
325     r_1 = np.exp(-2 * k_z1 * k_z2 * sigma_1**2) * (k_z1 - k_z2) / (k_z1 + k_z2)
326     r_2 = np.exp(-2 * k_z2 * k_z3 * sigma_2**2) * (k_z2 - k_z3) / (k_z2 + k_z3)
327
328     X_2 = np.exp(-2j*k_z2 * d) * r_2
329     # X_1 = np.exp(-2j*k_z1 * z_1) * (r_1 + X_2 * np.exp(2j*k_z2 * z_1)) / (1 + r_1 * X_2 * np.exp(2j*k_z2 * z_1))
330     X_1 = (r_1 + X_2) / (1 + r_1 * X_2)
331
332     R = np.abs(X_1)**2
333
334     return R
335
```