

V44

Röntgenreflektometrie

Lukas Bertsch

lukas.bertsch@tu-dortmund.de

Tom Troska

tom.troska@tu-dortmund.de

Durchführung: 26.06.2022

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1. Zielsetzung	3
2. Theorie	3
2.1. Erzeugung von Röntgenstrahlung	3
2.2. Röntgenstrahlung an einer Grenzfläche	3
2.3. Multischichtsysteme	5
2.4. Korrektur um einen Geometriefaktor	7
3. Durchführung	7
3.1. Justierung der Messapparatur	7
3.2. Vermessung der Probe	9
4. Auswertung	9
4.1. Bestimmung der Halbwertsbreite und der maximalen Intensität	10
4.2. Bestimmung der Strahlbreite	10
4.3. Ermittlung des Geometriewinkels	11
4.4. Bestimmung der Dispersion und Rauigkeit des Siliziumwafers	12
5. Diskussion	14
Literatur	15
A. Anhang	16
A.1. Implementierung des Parrattalgorithmus für das drei-Schicht System . . .	16

1. Zielsetzung

Wird eine Oberfläche eines zu untersuchenden Materials Röntgenstrahlung ausgesetzt, wird ein Teil der Strahlung reflektiert. Die Intensität der reflektierten Strahlung lässt sich messen. Sind auch der Einfalls- und Ausfallswinkel bekannt, kann so eine Aussage über verschiedene Eigenschaften des Materials getroffen werden. Ziel dieses Versuchs ist es, mithilfe der Röntgenreflektometrie die Dichte, Rauigkeit und Dicke eines Polyesterfilms auf einem Siliziumwafer zu bestimmen.

2. Theorie

Als Röntgenstrahlung wird elektromagnetische Strahlung bezeichnet, die in einem Wellenlängenbereich von $\lambda = 10 \text{ nm}$ bis 10 pm liegt, was einer Energie von rund 100 eV bis 150 keV entspricht. Wie auch andere elektromagnetische Strahlung wird Röntgenstrahlung an einer Grenzfläche zu einem Teil reflektiert, während der andere Teil in das Material eindringt und dort unter Berücksichtigung der neuen Materialeigenschaften propagiert.

2.1. Erzeugung von Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlen sind nach ihrem Entdecker Wilhelm Conrad Röntgen benannt, der diese im Jahr 1895 erstmals künstlich erzeugte und ihre Eigenschaften untersuchte.

Eine der Möglichkeiten, Röntgenstrahlung zu erzeugen ist das Abbremsen von Elektronen in einem Anodenmaterial. Dazu wird zunächst an eine Glühkathode eine Heizspannung angelegt, sodass aufgrund des glühelektrischen Effekts Elektronen aus dem Kathodenmaterial austreten. Mittels einer angelegten Beschleunigungsspannung werden die freien Elektronen zu einer Anode hin beschleunigt. In dem Anodenmaterial werden die Elektronen stark in dem Coulombfeld der Anodenatome abgebremst, wobei ein kontinuierliches Spektrum an Bremstrahlung abgestrahlt wird. Durch das Herauslösen von Elektronen der unteren Energieniveaus kommt es durch das Auffüllen dieser zur Emission von einer charakteristischen Strahlung, welche materialabhängig und für die einzelnen Übergänge diskret ist. Der schematische Aufbau einer Röntgenröhre ist in Abbildung 1 gezeigt.

2.2. Röntgenstrahlung an einer Grenzfläche

Trifft Röntgenstrahlung auf eine ebene Grenzfläche wird ein Teil der Strahlung reflektiert während der andere Teil gebrochen wird. Dies ist in Abbildung 2 dargestellt. Für den komplexen Brechnungsindex n des Material gilt

$$n = 1 - \delta + iK.$$

Hierbei bezeichnet $\delta \sim 10^{-6}$ eine kleine Korrektur und K die Absorption des Mediums. Aufgrund des Snelliusschen Brechnungsgesetzes

$$n_1 \cos \alpha = n_2 \cos \alpha'$$

ist klar, dass der Einfallswinkel α genau dem Ausfallwinkel α' entsprechen muss.

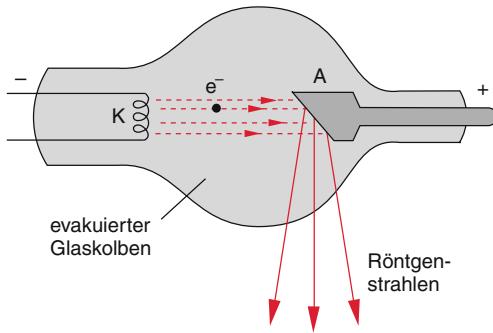


Abbildung 1: Exemplarischer Aufbau einer Röntgenröhre. Aufgrund der thermischen Elektronenemission treten Elektronen aus der Glühkathode aus. Diese werden im elektrischen Feld zwischen Kathode und Anode zur letzteren hin beschleunigt. In dem Anodenmaterial werden die Elektronen abgebremst und Röntgenstrahlung wird emittiert [2].

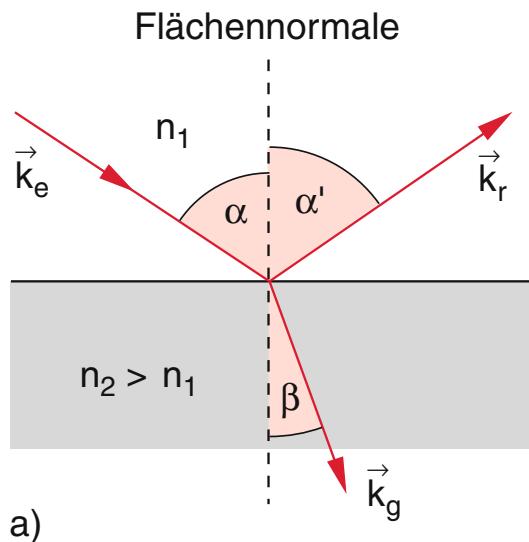


Abbildung 2: Skizze eines einzelnen Strahls, welcher auf eine Grenzfläche trifft. Der eintreffende Strahl wird mit \vec{k}_e bezeichnet, der gebrochene wird mit \vec{k}_g und der reflektierte mit \vec{k}_r beschrieben [2].

Eine Aussage über den Anteil des reflektierten und transmittierten Lichts kann mithilfe der Fresnelgleichungen getroffen werden. Diese beschreiben die Amplitudenverhältnisse der transmittierten und reflektierten Strahlung von jeweils senkrecht oder parallel polarisiertem Licht. Aufgrund der Tatsache, dass die verwendete Röntgenstrahlung nicht polarisiert ist, sind die Fresnelgleichungen näherungsweise identisch. Es gilt

$$t = \frac{2n_1 \sin \alpha}{n_1 \sin \alpha + n_2 \sin \beta} \quad r = \frac{n_1 \sin \alpha - n_2 \sin \beta}{n_1 \sin \alpha + n_2 \sin \beta}.$$

Für den Übergang von einem Vakuum ($n = 1$) in ein Material mit $n < 1$ kommt es unter einem Winkel α_{tot} zur Totalreflexion. Für Röntgenstrahlung ist jeder Brechnungsindex von Materie $n < 1$ und in diesem Experiment tritt die Röntgenstrahlung aus Luft ($n \approx 1$) auf das Material, sodass es hier einen Winkel α_{tot} gibt. Dieser entspricht

$$\alpha_{\text{tot}} \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho}{\pi}}. \quad (1)$$

Die Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung wird als λ bezeichnet, die Dichte des Materials als ρ und r_e ist der klassische Elektronenradius.

Eine weitere wichtige Größe ist die Reflektivität R , welche als

$$R = |r|^2 = \left(\frac{\alpha_{\text{tot}}}{2\alpha} \right) \quad (2)$$

definiert ist. Sie beschreibt also das Verhältnis der Intensitäten der reflektierten und einfallenden Strahlung.

2.3. Multischichtsysteme

Besteht ein Material aus mehreren Schichten, teilt sich der Strahl an jeder Grenzschicht in einen reflektierten und einen gebrochenen Teil auf. So nimmt mit jeder weiteren Schicht die Intensität ab. Die reflektierten Anteile der Strahlung interferieren mit der eintretenden, sowie der an anderen Schichten reflektierten Strahlung. Das Resultat sind schichtdicken und materialabhängige Oszillationen, die als Kiessig Oszillationen bezeichnet werden. In Abbildung 3 sind diese für ein beispielhaftes Multischichtsystems dargestellt.

Die Schichtdicke d des Multischichtsystems kann mithilfe der Kiessig Oszillationen bestimmt werden. Dafür wird der Zusammenhang

$$d = \frac{\lambda}{2\Delta\alpha} \quad (3)$$

zwischen der Wellenlänge λ der Röntgenstrahlung und dem Abstand $\Delta\alpha$ zweier Extrema mit gleichem Vorzeichen verwendet.

Verfügt ein Material über mehr als zwei Schichten, überlagern sich die Oszillationen. Mithilfe des so genannten Parrat-Algorithmus können erneut die Schichtdicken berechnet werden. Dafür wird die Rekursionsformel

$$X_j = \frac{R_j}{T_j} = e^{-2ik_z z_j} \frac{r_{j,j+1} + X_{j+1} e^{2ik_{z,j+1} z_j}}{1 + r_{j,j+1} X_{j+1} e^{2ik_{z,j+1} z_j}} \quad (4)$$

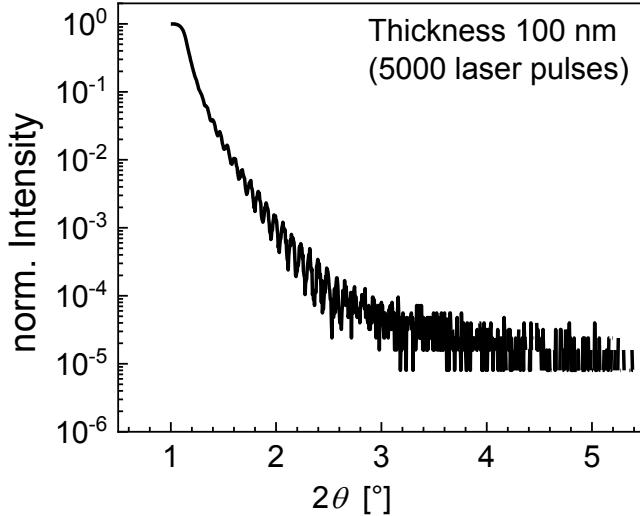


Abbildung 3: Kiessig Oszillationen an einem Multischichtsystem. Die Oszillationen sind das Resultat von Interferenzen der reflektierten und eintreffenden Strahlung [1].

verwendet. Hier bezeichnet $r_{j,j+1}$ die Fresnelreflektivität der j -ten Grenzschicht und $k_{z,j}$ die z-Komponente des Wellenvektors \vec{k} der j -ten Schicht. Dabei gilt

$$k_{z,j} = \sqrt{n_j^2 - \cos^2 \alpha}.$$

Die erste und letzte Schicht werden als unendlich angenommen und somit wird dort nicht weiter reflektiert, was den Startwert der Rekursion auf $R_{N+1} = X_{N+1} = 0$ setzt. Damit der Parrat-Algorithmus nicht nur für glatte, sondern auch für rauhe Oberflächen verwendet werden kann, wird eine *root-mean-square*-Rauigkeit

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

eingeführt. Dafür wird die Position in der j -ten Schicht z_j sowie die Wahrscheinlichkeit P_j , dass diese sich in einem Intervall $[z_j + z, z_j + z + dz]$ befindet, benötigt. Die Wahrscheinlichkeitsverteilung wird als Gaußverteilung angenommen. Mithilfe der *root-mean-square*-Rauigkeit ergeben sich die modifizierte, rekursive Fresnelgleichungen

$$r'_{j,j+1} = r_j e^{-2k_{z,j} k_{z,j+1} \sigma_j^2} \quad t'_{j,j+1} = t_{j,j+1} e^{\frac{(k_{z,j} - k_{z,j+1})^2 \sigma_j^2}{2}}. \quad (5)$$

Diese können erneut in den Parrat-Algorithmus (4) eingesetzt werden, sodass die korrigierten Schichtdicken bestimmt werden können.

2.4. Korrektur um einen Geometriefaktor

Wenn die Röntgenstrahlung in einem kleinen Winkel auf die Probe trifft, beleuchtet die Strahlung nicht die gesamte Probe. Eine Skizze zur Veranschaulichung dieses Sachverhalts ist in Abbildung 4 gegeben. Für Winkel unterhalb eines Grenzwinkels α_g muss daher ein Korrekturfaktor G eingeführt werden. Der Grenzwinkel α_g berechnet sich aus der Länge der Probe D und der Strahlbreite der Röntgenstrahlung d_0 zu

$$\alpha_g = \arcsin\left(\frac{d_0}{D}\right). \quad (6)$$

Für den Geometriefaktor G gilt

$$G = \begin{cases} \frac{D \sin \alpha}{d_0} & \text{für } \alpha < \alpha_g \\ 1 & \text{sonst.} \end{cases} \quad (7)$$

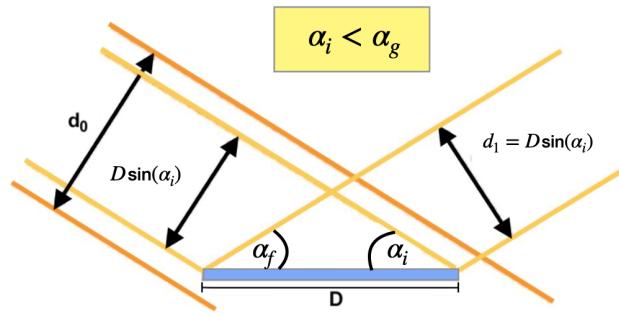


Abbildung 4: Veranschaulichung der verwendeten Größen zu der Einführung des Geometriefaktors G [3].

3. Durchführung

Damit Dichte, Rauigkeit und Dicke eines Polyesterfilms auf einem Siliziumwafer bestimmt werden können, muss in einem ersten Schritt die Messapparatur justiert und kalibriert werden. Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abbildung 5 gezeigt, die Datennahme erfolgt über einen angeschlossenen Computer.

3.1. Justierung der Messapparatur

Zur Kalibration und Justage werden verschiedene Programme abgefahren. Gestartet wird mit einem Detektorscan, wobei die Probe vollständig aus dem Strahlengang gefahren wird. Der Detektor wird relativ zur Quelle um einen kleinen Winkel gedreht, sodass der Punkt maximaler Strahlung gefunden werden kann.

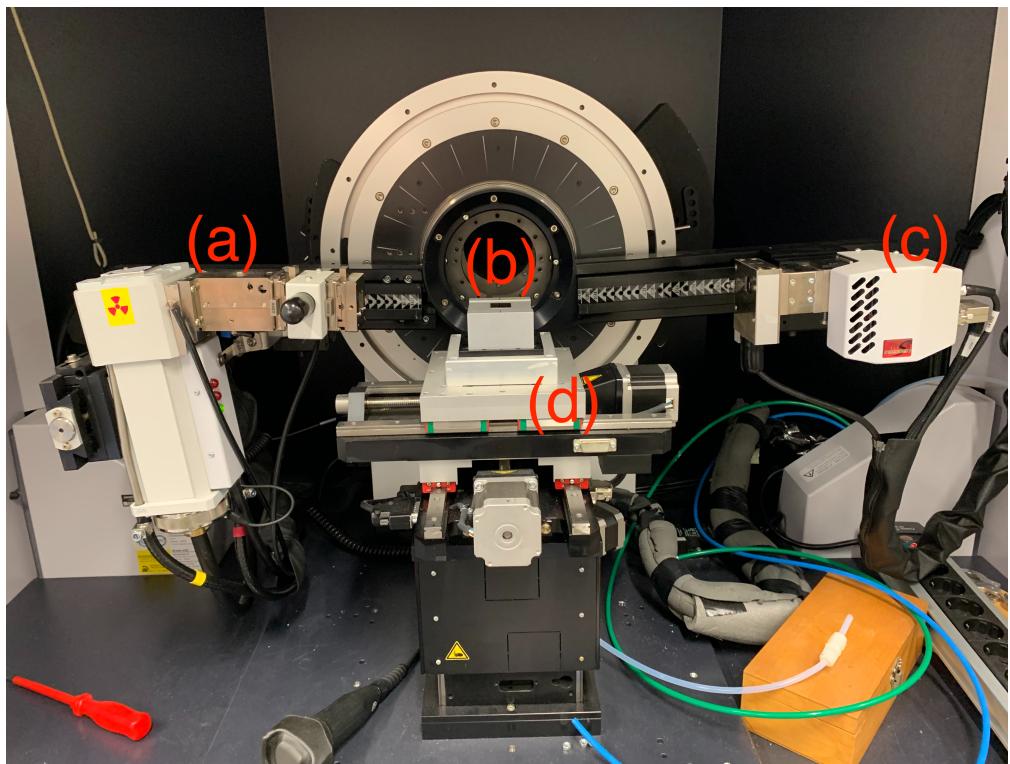


Abbildung 5: Bild des verwendeten Diffraktometers. Zu sehen sind (a) Röntgenröhre, (b) Probe, (c) Detektor, (d) xyz-Messtisch.

Als nächstes wird ein Z-Scan durchgeführt, wobei die Probe in kleinen Schritten von unten in den Strahl gefahren wird. Hierbei ist das Ziel, die Einstellung zu finden, unter der die Probe gerade eben beschienen wird.

Der anschließende X-Scan dient dazu, sicherzustellen, dass die Probe auf der x-Achse richtig plaziert ist.

Darauf folgend wird ein Rockingscan für den Winkel $2\theta = 0$ durchgeführt, der einer Drehung der Probe im Strahlengang entspricht. Hierbei ergibt sich ein Maximum, welches der 0° Position entspricht.

Abschließend werden ein weiterer Z-Scan, ein Rockingscan für $2\theta = 0,3^\circ$, erneut ein Z-Scan und schlussendlich ein letzter Rockingscan für $2\theta = 0,5^\circ$ durchgeführt.

Die Messbereiche sind in Tabelle 1 angegeben. Es ist darauf zu achten, eine angemessene Schrittweite zu verwenden, damit ausreichend viele Daten vorliegen.

Tabelle 1: Darstellung der zu verwendenden Messbereiche der einzelnen Justagescans.

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

3.2. Vermessung der Probe

Für einen Messbereich von 0° bis $2,5^\circ$ wird ein Reflektivscan für den Siliziumwafer durchgeführt. Dabei sind der Einfalls- und Ausfallswinkel der Probe gleich. Eine Schrittweite von $0,005^\circ$ mit einer Messdauer vom 5 s ist hierbei einzustellen.

Neben diesem Reflektivscan muss ein Diffuser Scan durchgeführt werden, damit die wahre Reflektivität ermittelt werden kann. Die Schrittweite und Messdauer soll hierbei identisch zu dem ersten Scan sein, der Detektorwinkel wird jedoch um $0,1^\circ$ gedreht. Mithilfe der Daten von diesem Scan können die Daten des ersten Scans um etwaige Streueffekte korrigiert werden.

4. Auswertung

Bevor die Eigenschaften der Siliziumwafer Probe bestimmt werden können, muss das Messgerät kalibriert und die Justage Messungen ausgewertet werden.

4.1. Bestimmung der Halbwertsbreite und der maximalen Intensität

Die Halbwertsbreite und die maximale Intensität des Strahls kann mithilfe der Messdaten des Detektorscans bestimmt werden. Dazu wird an die in Abbildung 6 abgebildeten Messdaten eine Gaußfunktion der Form

$$I(\alpha) = \frac{I_0}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \cdot \exp\left(-\frac{(\alpha - \alpha_0)^2}{2\sigma^2}\right) + B$$

angepasst. Der Fit wird mittels der `python` Bibliothek `scipy` [4] durchgeführt.

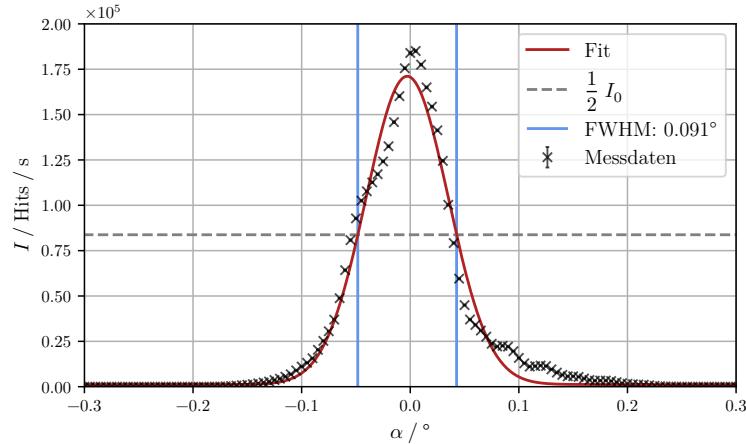


Abbildung 6: Messdaten des Detektorscans und mittels `scipy` [4] angepasste Gaußfunktion. Es sind Markierungen zur Bestimmung der Halbwertsbreite eingezeichnet.

Die freien Parameter ergeben sich zu

$$\begin{aligned} \alpha_0 &= (-2,83 \pm 0,47) \cdot 10^{-3}^\circ \\ \sigma &= (3,78 \pm 0,05) \cdot 10^{-2}^\circ \\ I_0 &= (1,61 \pm 0,02) \cdot 10^4 \\ B &= (1,20 \pm 0,43) \cdot 10^3. \end{aligned}$$

Die Halbwertsbreite (FWHM) lässt sich an der Höhe des Graphen ablesen, an welcher genau der halbe Wert des Maximums erreicht wird. Es ergibt sich der Wert

$$\text{FWHM} = 0,091^\circ.$$

4.2. Bestimmung der Strahlbreite

Die Strahlbreite lässt sich aus den Messdaten des ersten durchgeführten Z-Scans ermitteln. Diese sind in Abbildung 7 dargestellt. Die Strahlbreite entspricht der Breite der steil abfallenden Flanke des Graphen zwischen den beiden Plateubereichen. Es ergibt sich eine Strahlbreite von $d_0 \approx 0,12 \text{ mm}$.

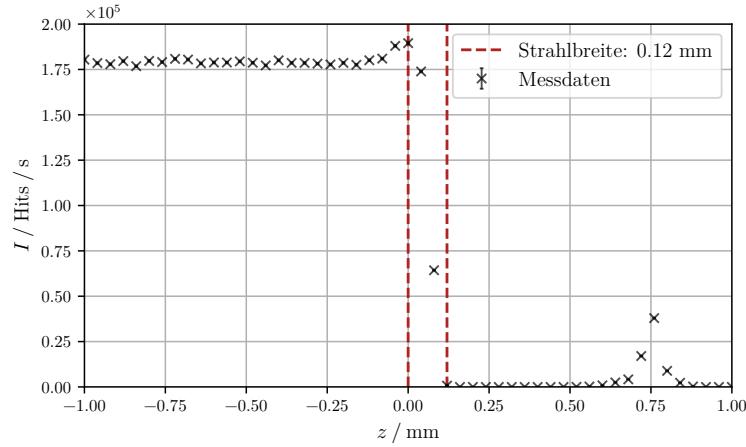


Abbildung 7: Messdaten des ersten Z-Scans. Die Breite des Bereiches zwischen den Plateubereichen entspricht der Strahlbreite.

4.3. Ermittlung des Geometriewinkels

Trifft der Röntgenstrahl in einem kleinen Winkel auf die Probe, überschreitet die effektive Breite des Strahls die Probenlänge und ein gewisser Anteil der Intensität kann nicht reflektiert werden. Um diesen systematischen Effekt zu korrigieren, wird der Geometriewinkel bestimmt, bis zu welchem dieser Effekt auftritt. Er lässt sich anhand der Breite der in einem Rocking-Curve-Scan aufgenommenen Messkurve ermitteln. Die entsprechenden Messdaten sind in Abbildung 8 abgebildet. Der Geometriewinkel ergibt sich zu $\alpha_G = 0,44^\circ$.

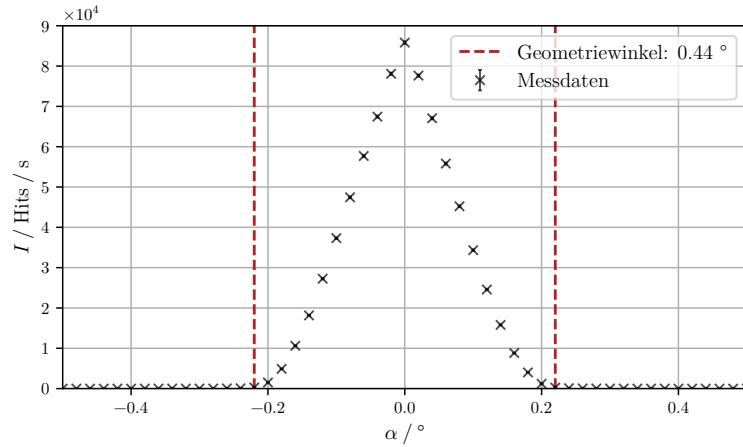


Abbildung 8: Rocking-Curve-Scan zur Bestimmung des Geometriewinkels.

Mit der zuvor bestimmten Strahlbreite d_0 und der Probenlänge $D = 20 \text{ mm}$ bestimmt sich der Theoriewert des Geometriewinkels nach Gleichung 6 zu $\alpha_{G, \text{Theorie}} = 0,34^\circ$.

4.4. Bestimmung der Dispersion und Rauigkeit des Siliziumwafers

Um die Oberflächen- und Schichtstruktur des mit Polyesterol beschichteten Siliziumwafers bestimmen zu können, werden ein Reflektivitäts-Scan und ein Diffuser-Scan durchgeführt. Zweiterer wird benötigt, um die zuvor gemessene Reflektivität um den Anteil der gestreuten Intensität korrigieren zu können. Die Messdaten beider Scans und die um die gestreute Intensität korrigierten Werte sind in Abbildung 9 abgebildet.

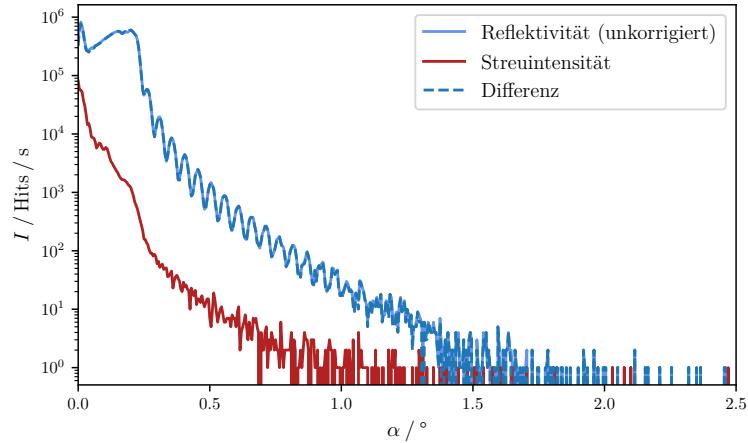


Abbildung 9: Es sind die Messdaten des Reflektivitäts-Scans und des diffusen Scans zu sehen, sowie die Differenz der beiden Messreihen.

Im Folgenden wird anstatt der gemessenen Intensität, die Reflektivität R betrachtet. Diese ergibt sich auf Grund der Messzeit von 5 s zu

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

Des Weiteren wird die gemessene Reflektivität nach Gleichung 7 um den Geometriefaktor korrigiert. Die Fresnelreflektivität einer ideal glatten Polyesteroberfläche kann durch Gleichung 2 genähert werden. Der kritische Winkel α_c errechnet sich mit Gleichung 1 und $r_e \rho = 20 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ [3] zu $\alpha_c = 0,223^\circ$. Die Wellenlänge der Röntgenstrahlung ist die Wellenlänge der K_α -Linie von Kupfer: $\lambda = 1,54 \cdot 10^{-10} \text{ m}$. Die korrigierten Messwerte der Reflektivität sind in Abbildung 10 zusammen mit der Fresnelreflektivität aufgetragen. Darüber hinaus sind die periodischen Minima der Kiessigoszillation eingezeichnet, anhand welcher sich die Schichtdicke des Polyesterfilms ermitteln lässt. Dazu wird der Abstand zwischen den Minima benötigt. Hierzu wird der Mittelwert und die Standardabweichung der Abstände der markierten Messwerte gebildet. Es ergibt sich $\Delta\alpha = (4,96 \pm 0,46) \cdot 10^{-2}^\circ$. Mit Gleichung 3 folgt die Schichtdicke $d = (8,89 \pm 0,82) \cdot 10^{-8} \text{ m}$.

Da es sich bei der Probe um ein Mehrschichsystem aus Polyesterfilm und Siliziumwafer handelt, können über den Parrattalgorithmus (4) die Dispersionen δ , die Rauigkeiten der Grenzschichten σ und ebenfalls die Dicke der Polyesterolschicht bestimmt werden. Es werden Rauigkeits-korrigierte Fresnelkoeffizienten aus Gleichung 5 verwendet. Die

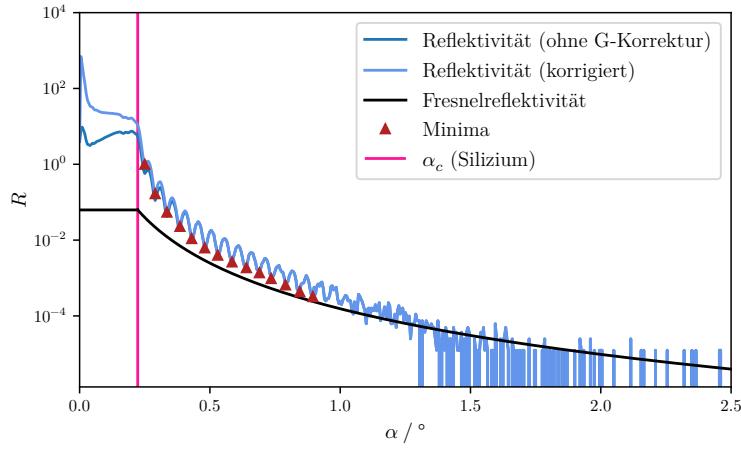


Abbildung 10: Die unkorrigierten und vollständig korrigierten Messdaten des Reflektivität-Scans sind zusammen mit der Fresnelreflektivität einer ideal glatten Polyesterol Oberfläche aufgetragen. An der Stelle des kritischen Winkels von Polyesterol α_c lässt sich ein Knick an allen drei Kurven feststellen.

so entstehende Fitfunktion ist dem Programmcode im Anhang A zu entnehmen. Es wird ein Fit an die korrigierten Messdaten mittels `scipy` [4] durchgeführt, wobei die Startwerte der freien Parameter auf zuvor berechnete und aus der Literatur bekannte Werte festgelegt werden. Ebenfalls wird der Wertebereich der Parameter um die zu erwartenden Größenordnungen eingeschränkt, um eine Konvergenz der Minimierung zu gewährleisten. Des Weiteren werden nur Messdaten zwischen $0,3^\circ$ bis $1,3^\circ$ berücksichtigt. Die ermittelte Ausgleichsfunktion und die Messdaten sind in Abbildung 11 dargestellt. Die freien Parameter der beiden Schichten ergeben sich zu

$$\begin{aligned} \delta_{\text{Poly}} &= (2,58 \pm 1,77) \cdot 10^{-6} & \delta_{\text{Si}} &= (1,17 \pm 0,09) \cdot 10^{-5} \\ \beta_{\text{Poly}} &= (2,80 \pm 1,34) \cdot 10^{-7} & \delta_{\text{Si}} &= (1,78 \pm 131,00) \cdot 10^{-7} \\ \sigma_{\text{Luft, Poly}} &= (9,14 \pm 661,00) \cdot 10^{-9} & \sigma_{\text{Poly, Si}} &= (2,06 \pm 8,22) \cdot 10^{-10} \\ d &= (9,31 \pm 4,88) \cdot 10^{-8} \text{ m.} \end{aligned}$$

Mit Gleichung 1 können wieder die kritischen Winkel der beiden Materialien berechnet werden. Sie ergeben sich zu $\alpha_{c, \text{Poly}} = (0,28 \pm 0,01)^\circ$ und $\alpha_{c, \text{Si}} = (0,13 \pm 0,04)^\circ$.

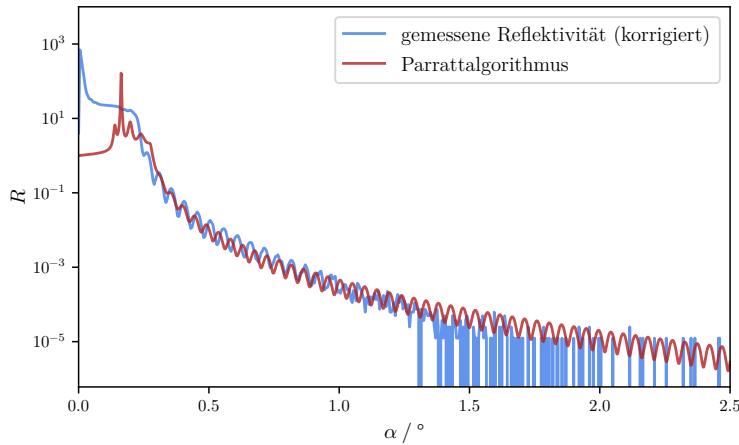


Abbildung 11: Korrigierte Messdaten der Reflektivitäten und die ermittelte Ausgleichsfunktion des Parrattalgoritmus unter Berücksichtigung der Rauigkeitskorrektur.

5. Diskussion

Zuerst wurde die Halbwertsbreite und maximale Intensität des Röntgenstrahls bestimmt. Die dazu aufgenommenen Messdaten sind jedoch nicht perfekt symmetrisch und weisen besonders auf der rechten Seite der Gaußglocke einen welligen Verlauf auf. Dies hat zur Folge, dass die angepasste Gaußfunktion an einigen Stellen von der Kurve der Messdaten abweicht und so die bestimmten Werte der Intensität und der Halbwertsbreite mit einer gewissen Unsicherheit behaftet sind. Dies wirkt sich auch auf die späteren Messergebnisse aus.

Über den ersten durchgeführten Z-Scan konnte eine Strahlbreite von 0,12 mm ermittelt werden. Da jedoch zwischen den beiden Plateaubereichen der Intensität wenig Messwerte zur Verfügung stehen, ist auch dieser Wert mit einer hohen Unsicherheit behaftet. Auffällig ist auch, dass ein Peak im unteren Plateaubereich registriert wurde, der beispielsweise durch einen Kratzer auf dem Siliziumwafer erklärt werden könnte. Der experimentell bestimmte Geometriewinkel $\alpha_{G, \text{exp}} = 0,44^\circ$ weicht um 29 % von dem mit der zuvor bestimmten Strahlbreite berechneten Wert von $\alpha_{G, \text{Theorie}} = 0,34^\circ$ ab. Da jedoch der berechnete Wert von der zuvor bestimmten Strahlbreite abhängt und diese wie bereits erläutert von einer Unsicherheit behaftet ist, überrascht diese Abweichung nicht. Für die weiteren Berechnungen wurde deshalb der Wert $\alpha_{G, \text{exp}} = 0,44^\circ$ verwendet.

Die Messdaten des Reflektivität-Scans zeigen eine gut erkennbare, oszillierende Struktur im Winkelbereich von $0,3^\circ$ bis $1,3^\circ$. Auch die in Abbildung 10 eingezeichnete Fresnelreflektivität einer ideal glatten Oberfläche, stimmt für $\alpha > \alpha_c$ annähernd mit dem gemessenen Verlauf überein. Die über die Kiessigoszillation bestimmte Schichtdicke des Polyesterfilms beträgt $d = (8,89 \pm 0,82) \cdot 10^{-8} \text{ m}$.

Die durch den Parrattalgorithmus angepasste Kurve stimmt ebenfalls grob mit der Messkurve überein. Bei feinerer Betrachtung fallen jedoch deutliche Abweichungen auf.

Um die Konvergenz des durchgeführten Fits zu erzielen, mussten die Startwerte und Wertebereiche der Parameter stark eingeschränkt werden, dennoch verbleiben einige Werte mit einer hohen statistischen Unsicherheit. Die so bestimmten Dispersionen lauten $\delta_{\text{Poly, exp}} = (2,58 \pm 1,77) \cdot 10^{-6}$ und $\delta_{\text{Si, exp}} = (1,17 \pm 0,09) \cdot 10^{-5}$. Die Literaturwerte sind $\delta_{\text{Poly, lit}} = 3,5 \cdot 10^{-6}$ und $\delta_{\text{Si, lit}} = 7,6 \cdot 10^{-6}$ [3]. Dies bedeutet relative Abweichungen von 26 % und 85 % für Polysterol und Silizium respektive. Aus diesen Werten folgen die kritischen Winkel α_c der Materialien, die sich zu $\alpha_{c, \text{exp}}(\text{Poly}) = (0,28 \pm 0,01)^\circ$ und $\alpha_{c, \text{exp}}(\text{Si}) = (0,13 \pm 0,04)^\circ$ ergeben. Die Literaturwerte lauten $\alpha_{c, \text{lit}}(\text{Poly}) = 0,153^\circ$ und $\alpha_{c, \text{lit}}(\text{Si}) = 0,223^\circ$. Es folgen relative Abweichungen von 42 % für die Polysterol Werte und 83 % für Silizium. Die durch den Parrattalgorithmus ermittelte Schichtdicke $d = (9,31 \pm 4,88) \cdot 10^{-8} \text{ m}$ weicht um 5 % von dem zuvor bestimmten Wert ab. Die Rauigkeiten der beiden Grenzschichten wurden zu $\sigma_{\text{Luft, Poly}} = (9,14 \pm 661,00) \cdot 10^{-9}$ $\sigma_{\text{Poly, Si}} = (2,06 \pm 8,22) \cdot 10^{-10}$ bestimmt.

Allgemein sind die durch den Parrattalgorithmus bestimmten Messergebnisse von sehr großen Unsicherheiten behaftet. Auf Grund der vielen freien Parameter und der komplex strukturierten Messkurve konnte keine gute Anpassung des Algorithmus gefunden werden. Die Materialeigenschaften konnten nicht genau bestimmt werden. Lediglich die Schichtdicke konnte mit ausreichender Präzision ermittelt werden.

Literatur

- [1] Nicole Bartek u. a. „Band Gap of Pb(Fe0.5Nb0.5)O₃ Thin Films Prepared by Pulsed Laser Deposition“. In: *Materials* 14 (Nov. 2021), S. 6841. DOI: [10.3390/ma14226841](https://doi.org/10.3390/ma14226841).
- [2] Wolfgang Demtröder. Berlin, Boston: Springer Spektrum Berlin Heidelberg, 2013. ISBN: 978-3-642-29943-8.
- [3] *V44 - Röntgenreflektometrie*. TU Dortmund.
- [4] Pauli Virtanen u. a. „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](https://doi.org/10.1038/s41592-019-0686-2).

A. Anhang

A.1. Implementierung des Parrattalgorithmus für das drei-Schicht System

Der zur Ermittlung der Ausgleichsfunktion verwendete Programmcode des Parrattalgorithmus für das drei-Schicht System aus Luft, Polyesterol und Silizium:

```

import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np
import uncertainties as unc
import uncertainties.unumpy as unp
from uncertainties.unumpy import nominal_values as noms
from uncertainties.unumpy import std_devs as devs
from uncertainties import ufloat
import scipy.optimize as op

t, c1 = np.genfromtxt("content/data/ReflectScan.UXD", unpack=True)
t2, c2 = np.genfromtxt("content/data/DiffuserScan.UXD", unpack=True)

#####
a_c = 0.223 # ° (kritischer Winkel von Polysterol)
geo_exp = 0.44 # °( aus vorheriger Berechnung)
I0 = 1.61e4 # Intensität aus vorheriger Berechnung

def r(alpha):
    return (a_c / (2 * alpha)) ** 4

# Von nun an mit Reflektivität:
R = (c1 - c2) / (5 * I0)
# Korrektur mit G-Faktor
R_c = np.array(R)
R_c[(t < geo_exp) & (t > 0)] = (
    R[(t < geo_exp) & (t > 0)]
    * np.sin(np.deg2rad(geo_exp))
    / np.sin(np.deg2rad(t[(t < geo_exp) & (t > 0)])))
)

# Berechnung der Schichtdicke aus Oszillationen
idx = []
for i in range(len(t)):
    if (
        t[i] > 0.2
        and t[i] < 0.9
    ):
        idx.append(i)

# Plot
plt.figure()
plt.plot(t, c1, label="Reflect Scan")
plt.plot(t, c2, label="Diffuser Scan")
plt.plot(t, R_c, label="Corrected Reflectivity")
plt.legend()
plt.show()

```

```

and R_c[ i ] <= R_c[ i - 1]
and R_c[ i ] < R_c[ i + 1]
and R_c[ i ] < R_c[ i - 2]
and R_c[ i ] < R_c[ i + 2]
):
    idx.append( i )

diffs = np.diff(t[idx])
lam = 1.54e-10 # Wellenlänge der Strahlung (K_alpha Linie Kupfer)

a_d = ufloat(np.mean(diffs), np.std(diffs))
d = lam / (2 * a_d * np.pi / 180)

#####
# Parratt-Algorithmus

lam = 1.54e-10
k = 2 * np.pi / lam
n1 = 1
d1 = 0
delta_Poly = 3.5e-6 # 1. Schicht Polysterol
delta_Si = 7.6e-6 # 2. Schicht Silizium
b_Poly = delta_Poly * 0.025
b_Si = delta_Si / 200
d_ = noms(d)
sigma_Poly = 1e-10
sigma_Si = 1e-10
params = [delta_Poly, delta_Si, b_Poly, b_Si, d_, sigma_Poly, sigma_Si]
# Startwerte
err = np.zeros(len(params))

def parratt(a, delta2, delta3, b2, b3, d2, sigma1, sigma2):
    n2 = 1.0 - delta2 + b2 * 1j
    n3 = 1.0 - delta3 + b3 * 1j
    a = np.deg2rad(a)
    kd1 = k * np.sqrt(n1**2 - np.cos(a)**2)
    kd2 = k * np.sqrt(n2**2 - np.cos(a)**2)
    kd3 = k * np.sqrt(n3**2 - np.cos(a)**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

# Fitbereich
t_min = 0.3
t_max = 1.3

bounds = (
    [5e-7, 5e-7, 1e-10, 1e-10, 1e-9, 0, 0],
    [5e-5, 5e-5, 1e-6, 1e-6, 1e-7, 1e-9, 1e-9],
) # Limits der Parameter
params, pcov = op.curve_fit(
    parratt,
    t[(t > t_min) * (t < t_max)],
    R_c[(t > t_min) * (t < t_max)],
    p0=params,
    bounds=bounds,
)
err = np.sqrt(np.diag(pcov))

delta_Si = ufloat(params[0], err[0])
delta_Poly = ufloat(params[1], err[1])
a_c_Poly = unp.sqrt(2 * delta_Poly) * 180 / np.pi
a_c_Si = unp.sqrt(2 * delta_Si) * 180 / np.pi
print("-----")
print("Parameter des Parrattalgorithmus")
print(f"delta_Poly : {params[0]:.4e} ± {err[0]:.4e}")
print(f"delta_Si   : {params[1]:.4e} ± {err[1]:.4e}")
print(f"b_Poly     : {params[2]:.4e} ± {err[2]:.4e}")
print(f"b_Si       : {params[3]:.4e} ± {err[3]:.4e}")
print(f"d2         : {params[4]:.4e} ± {err[4]:.4e} m")
print(f"sigma_Poly : {params[5]:.4e} ± {err[5]:.4e}")
print(f"sigma_Si   : {params[6]:.4e} ± {err[6]:.4e}")
print(f"alpha_c (Poly) : {a_c_Poly:.4f} °")
print(f"alpha_c (Si)   : {a_c_Si:.4f} °")
print("-----")

x = np.linspace(0, 2.5, 10000)

plt.plot(t, R_c, label="gemessene Reflektivität (korrigiert)", c="cornflowerblue")
plt.plot(
    x, parratt(x, *params), color="firebrick", alpha=0.8, label="Parrattalgorithmus"
)

```

```
)  
plt.legend()  
plt.yscale("log")  
plt.xlim(0, 2.5)  
plt.ylim(None, 10e3)  
plt.xlabel(r"\alpha \mathbin{/} \unit{\degree}")  
plt.ylabel(r"$R$ (a.u.)")  
plt.tight_layout()  
# plt.show()  
plt.savefig("build/Reflek3.pdf")  
plt.close()
```