

V44

Röntgenspektroskopie

Toby Teasdale
toby.teasdale@tu-dortmund.de

Erich Wagner
erich.wagner@tu-dortmund.de

Durchführung: 24.04.23

Abgabe: 09.06.23

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1	Ziel	3
2	Theorie	3
2.1	Entstehung von Röntgenstrahlung	3
2.2	Grundlagen zur Brechung	4
2.3	Reflektivität an Multischichtsystemen	5
2.4	Der Geometriefaktor/- und Winkel	6
3	Durchführung	7
3.1	Justage	7
3.2	Tatsächliche Messung	8
4	Fehlerrechnung	8
5	Auswertung	9
5.1	Detektorscan	9
5.2	Z-Scan	10
5.3	X-Scan	10
5.4	Rockingscan	11
5.5	Messung	11
6	Diskussion	13
	Literatur	15

1 Ziel

In dem Versuch „Röntgenreflektometrie“ handelt es sich um ein Experiment, bei dem mithilfe von Röntgenstrahlung die Dichte, Rauigkeit und Dicke eines Polyesterfilms, der auf einem Siliziumwafer aufgetragen ist, bestimmt wird. Außerdem wird sich intensiv mit der Justage eines Röntgendiffraktometers beschäftigt.

2 Theorie

Zunächst wird erläutert, wie grundsätzlich Röntgenstrahlung in einer Röntgenröhre entsteht. Dann werden die grundlegenden Eigenschaften der Brechung an einer Oberfläche erklärt. Schließlich wird die Reflexion an einer Multischicht erklärt und auch Bezug auf die Rauigkeit und den Geometriefaktor genommen.

2.1 Entstehung von Röntgenstrahlung

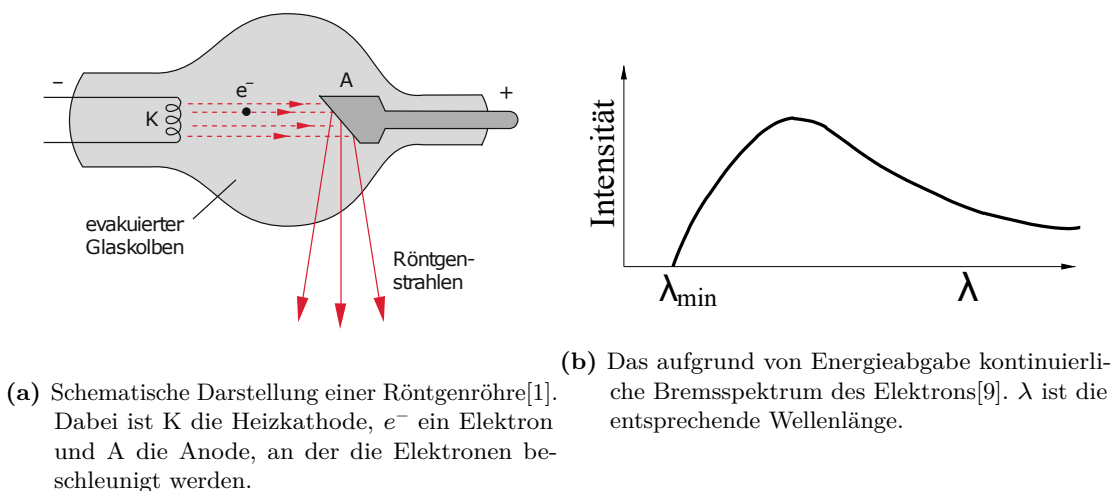


Abbildung 1: Aufbau und kontinuierliches Spektrum einer Röntgenröhre.

Zur Erzeugung von Röntgenstrahlung werden in einer evakuierten Röhre aus einer Glühkathode Elektronen emittiert und auf eine Anode hin beschleunigt. Der schematische Aufbau einer Röntgenröhre ist in Abbildung 1a dargestellt. Die bei der Kollision austretende Strahlung besteht sowohl aus dem kontinuierlichen Bremspektrum, dargestellt in Abbildung 1b, als auch aus der charakteristischen Röntgenstrahlung des Anodenmaterials. Bei der Abbremsung eines Elektrons im Coulombfeld des Atomkerns werden Photonen emittiert, deren Energie dem Energieverlust der abgebremsten Elektronen entsprechen. Die minimale Wellenlänge der Photonen bei vollständiger Abbremsung der Elektronen ergibt sich zu

$$\lambda_{\min} = \frac{h \cdot c}{e_0 U} \quad (1)$$

wobei die gesamte kinetische Energie $E_{\text{kin}} = e_0 U$ in Strahlungsenergie umgewandelt wird. Bei der charakteristischen Röntgenstrahlung wird durch Ionisation des Anodenmaterials ein Elektron in ein energetisch höheres Niveau versetzt oder ganz ausgelöst. Fällt nun ein Elektron von einem energetisch höheren Zustand in ein niedrigeren, wird ein Röntgenquant mit der Energie $h\nu = E_m - E_n$ emittiert. Dies entspricht der Energiedifferenz der beiden Energieniveaus, somit besitzt das Röntgenquant eine diskrete Energieverteilung die charakteristisch für das Anodenmaterial der Röntgenröhre. Diese scharfen Linien werden mit $K_\alpha, K_\beta, L_\alpha, \dots$ bezeichnet, wobei K, L, M, \dots die Schalen sind, auf denen die Übergänge enden. Der griechische Buchstabe indexiert die Schale, aus der das Elektron stammt.

2.2 Grundlagen zur Brechung

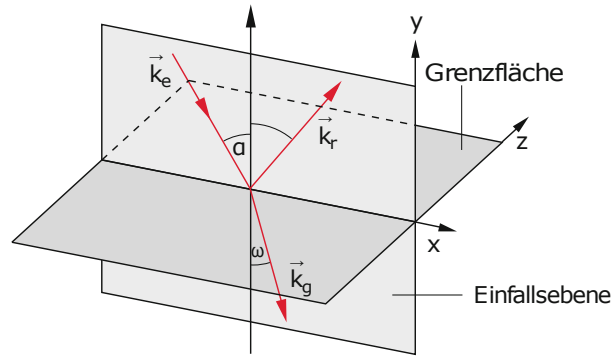


Abbildung 2: Einfall einer elektromagnetischen Welle auf eine Grenzfläche [1]. α ist der Einfallswinkel und ω der Brechungswinkel. \vec{k}_i ist der entsprechende Wellenvektor.

Propagiert eine elektromagnetische Welle in ein anderes Medium, so kommt es zur Brechung. Dies ist schematisch dargestellt in Abbildung 2. Die Brechung lässt sich durch den Brechungsindex

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (2)$$

beschreiben. Dabei ist δ ein Korrekturterm und β die Absorption des Mediums. Nun lässt sich mit dem Snelliusschen Brechungsgesetz

$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{\cos(\omega)}{\cos(\alpha)} \quad (3)$$

und Vernachlässigung der Absorption die Formel für den kritischen Winkel herleiten, bei dem eine Totalreflexion auftritt. Dafür setzt man voraus, dass $n_1 = n_{\text{Luft}} = 1$ ist. Dann ergibt sich für kleine δ [8]

$$\alpha_C \approx \sqrt{2\delta} = \lambda \sqrt{\frac{r_e \rho}{\pi}}. \quad (4)$$

Dabei beschreibt ρ die Elektronendichte im Medium und r_e den klassischen Elektronenradius.

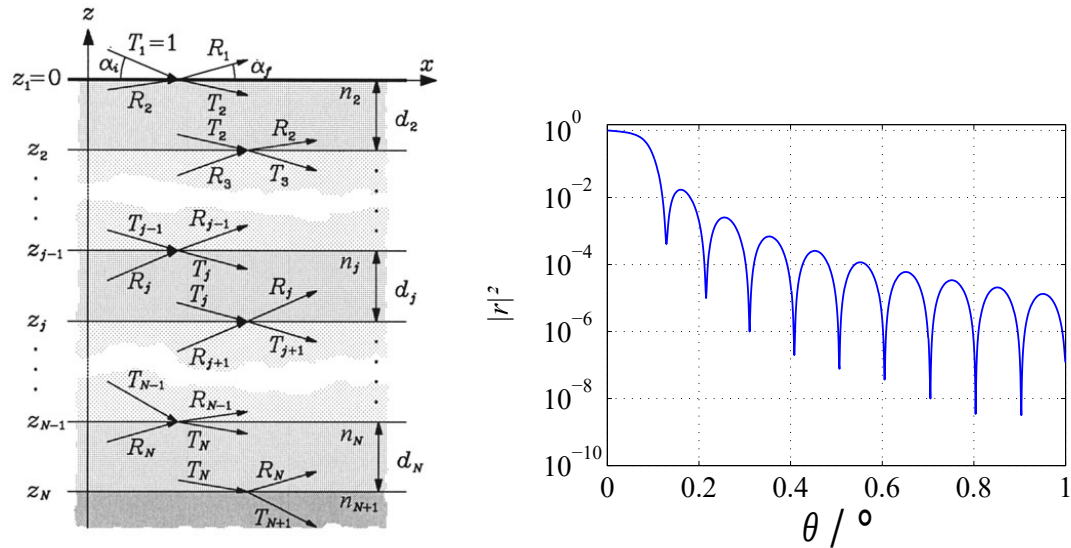
Des weiteren lässt sich mithilfe der Fresnelschen Formeln die Transmission und Reflexion von elektromagnetischen Wellen beschreiben. Dabei lauten die Gleichungen

$$\begin{aligned} r_s &= \frac{k_e - k_g}{k_e + k_g}, \\ r_p &= \frac{n^2 k_e - k_g}{n^2 k_e + k_g}, \\ t_s &= \frac{2k_e}{k_e + k_g}, \\ t_p &= \frac{2k_e}{n^2 k_e + k_g}. \end{aligned}$$

Dabei gilt $k_e = |k| \sin \alpha$ und $k_g = n|k| \sin \omega$. Da bei Röntgenstrahlung $n \approx 1$ ist, gilt $r_s = r_p$ und $t_s = t_p$. Hieraus lässt sich dann der Fresnelsche Reflexionskoeffizient bestimmen. Dieser ist bei $\alpha_i > 3\alpha_C$ näherungsweise gegeben als [8]

$$R \approx \left(\frac{\alpha_C}{2\alpha_i} \right)^4. \quad (5)$$

2.3 Reflektivität an Multischichtsystemen



(a) Darstellung einer Mehrfachreflexion an einer Multischicht [8]. z ist dabei die Position in der Multischicht, T_j die einfallende Welle und R_j die reflektierte Welle an der j -ten Grenzschicht. (b) Schematische Darstellung von Kiessig-Osz. . [6] Aufgetragen ist die Intensität gegen den Winkel Θ .

Abbildung 3: Abbildungen zu einer Multischichtreflexion.

Liegt ein Multischichtsystem vor, so kommt es zu den sogenannten „Kiessig-Oszillationen“. Die Kiessig-Oszillationen sind in Abbildung 3b abgebildet. Die Kiessig-Oszillationen entstehen aufgrund von Interferenzeffekten an der Oberfläche. Diese Interferenzen entstehen

durch die Überlagerung der Reflexion an verschiedenen Schichten. Bei einer destruktiven Interferenz liegt ein Phasenunterschied von $\frac{\lambda}{2}$ oder einem ungeraden Vielfachen davon vor. Aus der Gleichung

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

lässt sich dann der Abstand der Ebenen bestimmen. Dabei beschreibt $\Delta\alpha_i$ die Periodenlänge einer Oszillation. Lässt sich das System durch $N+1$ Schichten wie in Abbildung 3a beschreiben, lässt sich der Parratt-Algorithmus anwenden [8]. Dabei handelt es sich um einen rekursiven Ansatz, der bei der Berechnung der untersten Schicht beginnt. Der Ansatz ist dabei, dass bei einer „unendlich tiefen“ Schicht die Strahlung nicht mehr reflektiert wird. Die Rekursionsformel lautet

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

In der Formel bezeichnet $r_{j,j+1}$ die Fresnelreflektivität an der j -ten Grenzfläche, $k_{z,j}$ die z -Komponente des Wellenvektors in der j -ten Schicht und z ist die Position in der Multischicht (siehe Abbildung 3a).

Als nötige Modifikation des Parratt-Algorithmus gilt die Rauigkeit. Denn im Algorithmus wurde angenommen, dass die Oberflächen perfekt glatt sind. Dies ist bei realen Objekten nicht der Fall. Diese Rauigkeit kann durch eine Anpassung der Fresnelkoeffizienten ausgeglichen werden. Diese lauten

$$\tilde{r}_{j,j+1} = r_{j,j+1} \exp(-2k_{z,j}^2 \sigma_j^2), \quad (8)$$

$$\tilde{t}_{j,j+1} = t_{j,j+1} \exp\left\{-\left(k_{z,j} - k_{z,j+1}\right)^2 \sigma_j^2 / 2\right\}. \quad (9)$$

Das σ_j^2 beschreibt die sogenannte „root-mean-square roughness“. Diese wiederum ist definiert als

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

2.4 Der Geometriefaktor/- und Winkel

Fällt der Strahl auf die Probe, so ist er größer als die Probe selbst. Dies ist in Abbildung 4 zu erkennen. Durch einführen des Geometriefaktors G kann die Differenz der Strahlungsintensität nach der Reflexion berücksichtigt werden. Er lautet

$$G = \begin{cases} \frac{D \sin \alpha_i}{d_0} & \text{für } \alpha_i < \alpha_g \\ 1 & \text{für } \alpha_i \geq \alpha_g \end{cases}. \quad (10)$$

Dabei ist D der Durchmesser der Probenoberfläche, d_0 die Höhe des Strahls, α_i der Einfallswinkel und α_g ist der Winkel, unter dem keine Intensität mehr durch geometrische Eigenschaften verloren geht.

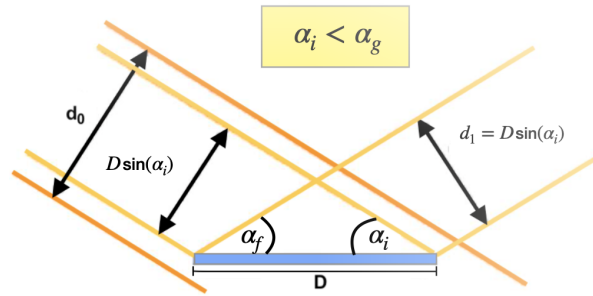


Abbildung 4: Geometrie des Strahlenverlaufs [10]. d_0 ist die Strahldicke, $d_1 = D \sin \alpha_i$ die tatsächlich reflektierte Breite des Strahls.

3 Durchführung

In dem hier vorhandenen Aufbau liegt ein „D8-Labordiffraktometer“ der Firma Bruker-AXS vor. Dabei entsteht die Röntgenstrahlung gemäß Unterabschnitt 2.1 in einer Kupferanodenröhre, die mit einem Strom von $I = 35 \text{ mA}$ und einer Spannung von $U = 40 \text{ kV}$ betrieben wird. Der Strahl wird mithilfe eines Göbelspiegels gebündelt und monochromatisiert. Die Wellenlänge des Röntgenstrahls beträgt dann $\lambda = 1,55 \text{ \AA}$, da es sich um die K_α -Linie von Kupfer handelt.

3.1 Justage

Bei der Justage kommen insgesamt vier verschiedene Arten von Scans zum Einsatz. Begonnen wird dabei mit dem **Detektorscan**. Diese Messung dient dazu, die Nulllage des Detektors zu finden und damit die Intensität des Strahles zu maximieren. Die Probe wird aus dem Strahlengang entfernt, damit der Strahl ungehindert durch den Raum propagieren kann. Dann wird die Position gesucht, in der die Intensität des Strahles maximal ist und als neue Nulllage definiert.

Im Anschluss wird ein sogenannter **Z-Scan** durchgeführt. Wie der Name bereits andeutet, handelt es sich um einen Scan zur Justage der z-Achse. Dafür wird zunächst die Probe wieder in den Strahlengang geschoben. Die z-Position der Probe wird so lange variiert, bis die Intensität mit Probe auf die halbe Intensität ohne Probe abgesunken ist, also $I_{z,\text{Probe}} = \frac{I_{\text{max}}}{2}$. Auf dieser z Position wird dann der Probentisch gehalten.

Nun wird ein **X-Scan** durchgeführt. Dabei wird der Probentisch senkrecht zum Strahl (x-Achse) bewegt. Hierbei wird überprüft, dass der Strahl auch wirklich die Probe und nicht den Tisch trifft. Dies wird dadurch getestet, dass die Intensität des Strahls abnimmt, während er durch die Probe abgeschirmt wird. Im Anschluss wird eine beliebige Position in diesem Minimum gewählt.

Nun wird zu dem **Rockingscan** übergegangen. Dabei handelt es sich um einen Scan, bei dem die Röhre und Detektor in einer festen Achse um die Probe rotiert werden. Durch diesen Scan kann eine Mögliche Verkipfung der Probe detektiert werden. Außerdem kann

durch ihn die Probe (durch mögliche Fehlpositionierung auf dem Tisch) in den Drehpunkt des Diffraktometers gebracht werden. Zwischen Detektor und Probe wird dabei ein Winkel von $2\Theta = 0$ beibehalten. Die Messung wird durch kleine Schritte im Bereich $[-1^\circ; 1^\circ]$ durchgeführt. Ist das Maximum in der Intensität gefunden, wird der entsprechende Winkel notiert.

Nun kommt es zur Feinjustage der Probe. Dabei wird zunächst ein Z-Scan und dann zwei weitere Rockingscans (bei $2\Theta = 0,3^\circ$ und $2\Theta = 0,5^\circ$) durchgeführt. Nun kann zur eigentlichen Messung übergegangen werden.

3.2 Tatsächliche Messung

Für die tatsächliche Messung wird der Winkel des Detektors und der Röhre auf null gestellt und 2Θ ebenfalls. Dann wird unter dem Modus „Omega/2Theta“ im Bereich $[0; 2,5]$ eine Messung mit einer Zeit pro Messwert von 5 s aufgenommen. Nun kann das Messprogramm gestartet werden. Im Anschluss daran wird noch eine „Diffuse“-Messung durchgeführt. Dafür wird der Winkel des Detektors auf $0,1^\circ$ gestellt. Der Rest wird analog zur Messung davor eingestellt und das Messprogramm kann gestartet werden.

4 Fehlerrechnung

Im Folgenden wird die allgemeine Fehlerrechnung und alle wichtigen Größen der entsprechenden Rechnung erklärt. Die wichtigsten Werte dabei sind der

$$\text{Mittelwert} \quad \bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=0}^n x_i \quad \text{und die} \quad (11)$$

$$\text{Standardabweichung} \quad \sigma = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=0}^N (x_i - \bar{x})^2}. \quad (12)$$

Dabei entspricht N der Anzahl an Werten und x_i ist jeweils ein mit einem Fehler gemessener Wert. Es ergibt sich ebenfalls die statistische Messunsicherheit

$$\Delta \bar{x} = \frac{\sigma}{\sqrt{N}} = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=0}^N (x_i - \bar{x})^2}. \quad (13)$$

Entstehen mehrere Unbekannte in einer Messung, folgen daraus auch mehrere Messunsicherheiten, die in dem weiteren Verlauf der Rechnung berücksichtigt werden müssen. Es gilt die *Gaußsche Fehlerfortpflanzung*

$$\Delta f(y_1, y_2, \dots, y_N) = \sqrt{\left(\frac{df}{dy_1} \Delta y_1\right)^2 + \left(\frac{df}{dy_2} \Delta y_2\right)^2 + \dots + \left(\frac{df}{dy_N} \Delta y_N\right)^2}. \quad (14)$$

5 Auswertung

Im nun Folgenden werden die aufgenommenen Messdaten der verschiedenen Scans ausgewertet.

5.1 Detektorscan

Zu Beginn wird anhand des Detektorscans die Halbwertsbreite und die maximale Intensität bestimmt. Hierfür wird eine Gaußfunktion der Form

$$I(\theta) = A \cdot \exp\left(-\frac{(\theta - \mu)^2}{2\sigma^2}\right) + b \quad (15)$$

an die Messdaten gefittet. Die daraus resultierenden Parameter ergeben sich zu

$$\begin{aligned} a &= (4,34 \pm 0,64) \cdot 10^4, \\ b &= (9,48 \pm 1,87) \cdot 10^3, \\ \sigma &= (3,614 \pm 0,054) \cdot 10^{-2} \text{ und} \\ \mu &= (1,07 \pm 0,51) \cdot 10^{-3}^\circ. \end{aligned}$$

Die Halbwertsbreite und die maximale Intensität ergeben sich zu

$$\begin{aligned} I_{\max} &= 4,89 \cdot 10^5 \\ \text{und} \\ \text{FWHM} &= 8,63 \cdot 10^{-2}^\circ. \end{aligned}$$

Die Regression ist in Abbildung 5 zu sehen.

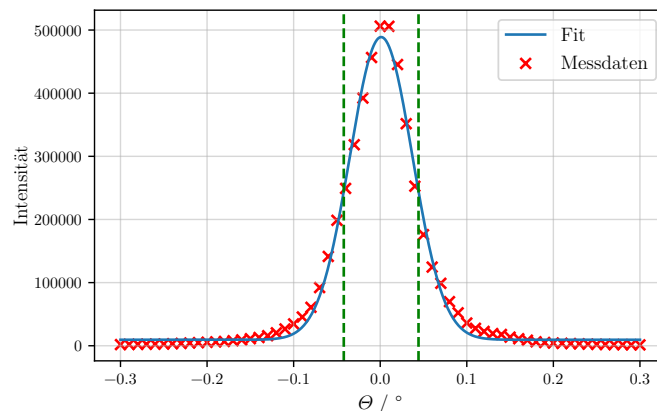


Abbildung 5: Fit der Gaußfunktion an die Messdaten. Die gestrichelten Linien deuten die Halbwertsbreite an.

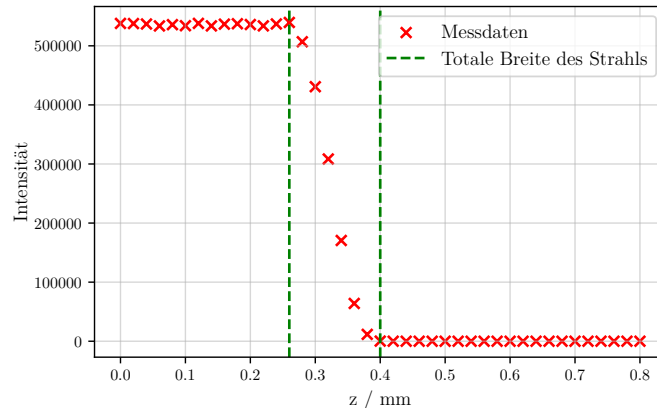


Abbildung 6: Messdaten des Z-Scans und Analyse zur Strahlbreite. Die gestrichelten Linien geben an, in welchem Bereich sich die Probe durch den Strahl bewegt und lassen somit eine Deutung der Strahlbreite zu.

5.2 Z-Scan

Mithilfe des Z-Scans kann die Strahlbreite des Röntgenstrahls abgeschätzt werden. Die Messdaten zum Versuch und die Analyse sind in Abbildung 6 zu finden. Die Strahlbreite ergibt sich zur $d_0 = 0,14\text{mm}$.

5.3 X-Scan

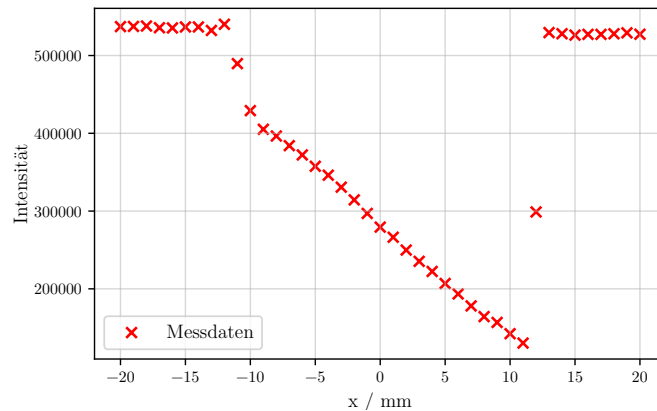


Abbildung 7: Zu sehen sind die Messdaten des X-Scans und der stetige Abfall der Intensität.

Desweiteren wird der X-Scan zur Bestimmung der Position der Probe durchgeführt. Die Messdaten finden sich in Abbildung 7 wieder. Im Anschluss der Messung wurde eine beliebige Position innerhalb des Intervalls der Probe gewählt.

5.4 Rockingscan

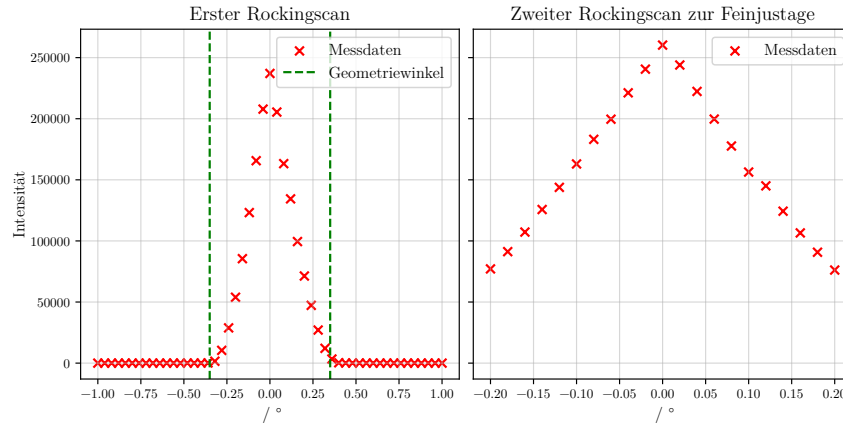


Abbildung 8: Rockingscan zur Analyse des Aufwinkels der Probe. Links ist die grobe Messung zu sehen. Rechts ist bereits justiert worden. Es ist zu sehen, dass das Dreieck nun gleichschenkelig ist. Somit ist die Justage durch den Rockingscan gelungen.

Wie in Abschnitt 3 beschrieben, wird jetzt ein Rockingscan durchgeführt, um die Verkippung der Probe zu korrigieren. Diese Analyse wird auch genutzt um den Geometriewinkel abzuschätzen. Diese Abschätzung und die Messdaten sind in Abbildung 8 zu sehen. Der Geometriewinkel ergibt sich dabei zu $\theta_{\text{Geom}} \approx 0,35^\circ$. Der theoretische Geometriewinkel ergibt sich durch

$$\theta_{\text{Geom, Theo}} = \arcsin\left(\frac{d_0}{D}\right) = 0,401^\circ.$$

Dabei ist $D = 20 \text{ mm}$ und beschreibt die Ausmaße der Probe.

5.5 Messung

Nachdem die Apparatur nach Abschnitt 3 justiert wurde, wird nun die tatsächliche Messung durchgeführt. Die Messdaten sind in Abbildung 9 zu sehen. Hier ist die normale, „direkte“ Messung abzüglich der diffusen Messung aufgetragen. Es sei angemerkt, dass hier bereits die Intensität in die Reflektivität umgewandelt wurde. Diese berechnet sich durch $R = \frac{I}{5 \cdot I_{\text{max}}}$. Die Minima der Kiessig Oszillationen sind ebenfalls eingezeichnet. Berechnet wurden sie durch die Python Bibliothek *SciPy*, beziehungsweise durch *scipy.signal.argrelextrema*. Dabei wurden nur Minima führender Ordnung angegeben, da in einem größeren Winkelbereich die Messung zu ungenau wird. Nun müssen die Abstände dieser Minima berechnet werden und gemittelt werden. Diese Rechnung ergibt

$$\Delta\alpha = (9,5 \pm 2,2) \cdot 10^{-4} \text{ rad}.$$

Mit diesen Größen kann nun die Schichtdicke d bestimmt werden. Dafür wird die allgemein bekannte Wellenlänge der K_α Linie von $\lambda = 1,541 \cdot 10^{-10}$ in Gleichung 6 eingesetzt. Die Rechnung ergibt

$$d = (8,1 \pm 1,8) \cdot 10^{-8} \text{ m}.$$

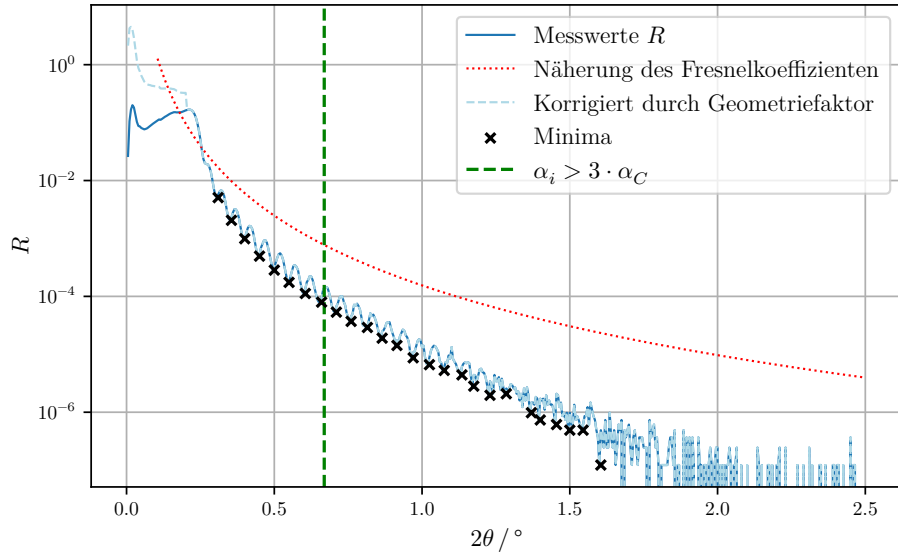


Abbildung 9: Reflektivität aufgetragen gegen den Winkel. Weiterhin sind die Minima eingezeichnet, welche zur Berechnung der Abstände der Kiessig-Oszillationen benötigt werden. Die Formel musste weiterhin noch durch den Geometriewinkel korrigiert werden. Die Näherung des Fresnelkoeffizienten ist ebenfalls eingezeichnet.

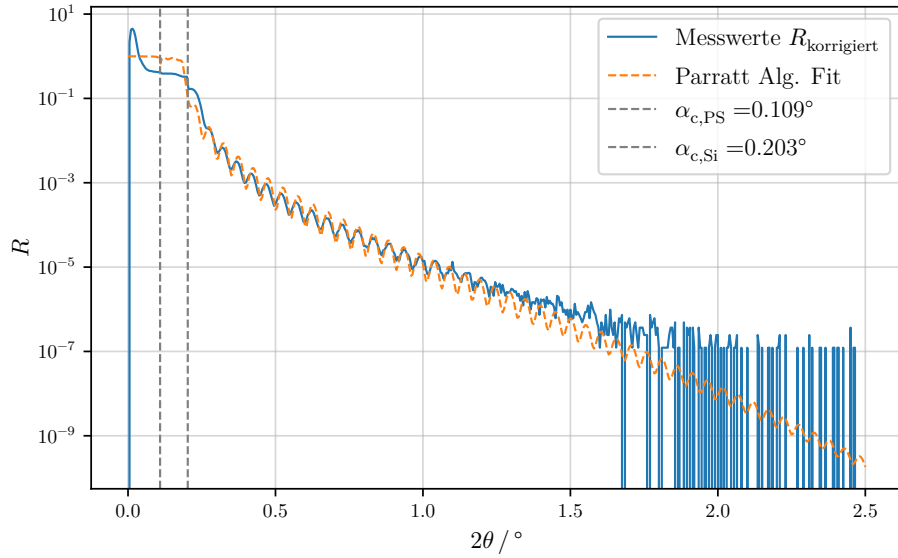


Abbildung 10: Es wird die gemessene Reflektivität verglichen mit dem Fit des Parratt Algorithmus. Außerdem sind die berechneten kritischen Winkel eingezeichnet.

Nun wird mithilfe des Parratt-Algorithmus eine Theoriekurve an die vorhandenen Messdaten gefittet. Der entsprechende Fit ist in Abbildung 10 zu sehen. Der Fit ergibt die Parameter

$$\begin{aligned} d &= (8,5450 \pm 0,0014) \cdot 10^{-8} \text{ m}, \\ \delta_2 &= (1,52 \pm 0,51) \cdot 10^{-6}, \\ \delta_3 &= (5,30 \pm 0,17) \cdot 10^{-6}, \\ \sigma_1 &= (9,060 \pm 0,077) \cdot 10^{-10} \text{ m und} \\ \sigma_2 &= (8,19 \pm 2,71) \cdot 10^{-10} \text{ m.} \end{aligned}$$

Der verwendete Code ist im Anhang beigefügt. Die Annahmen sind hierbei, dass das System aus einer Schicht Polyesterol und einer Schicht Silizium besteht. Beide haben dadurch verschiedene Brechungsindizes. Desweiteren müssen einige heuristische Annahmen bei dem verwendeten Ansatz genutzt werden, um einen guten Fit zu erreichen. Dies ist durch Startbedingungen und Grenzwerten bei der verwendeten Fitmethode geschehen. Auch die kritischen Winkel konnten so ermittelt werden. Diese ergaben sich nach $\alpha_{c,i} \approx \sqrt{2\delta_i}$ zu

$$\begin{aligned} \alpha_{c, \text{PS}} &= 0,109^\circ \\ &\text{und} \\ \alpha_{c, \text{Si}} &= 0,203^\circ. \end{aligned}$$

6 Diskussion

Der Rockingscan ergab einen Geometriewinkel von $\theta_{\text{Geom}} = 0,35^\circ$ und theoretisch $\theta_{\text{Geom, Theo}} = 0,401^\circ$. Damit ergibt sich eine Abweichung zwischen den beiden Werten von $\Delta\theta = 14,47\%$. Diese Abweichung könnte dadurch erfolgen, dass die Apparatur noch nicht vollständig justiert war und die Seiten nicht vollständig symmetrisch waren. Dies ist im entsprechenden Plot auch ersichtlich.

Die Schichtdicke wurde einmal durch die Abstände der Minima mithilfe der Kiessig Oszillationen und durch den Parratt-Algorithmus-Fit bestimmt. Die Werte lauten

$$\begin{aligned} d_{\text{Kiessig}} &= (8,1 \pm 1,8) \cdot 10^{-8} \text{ m} \\ &\text{und} \\ d_{\text{Parratt}} &= (8,5450 \pm 0,0014) \cdot 10^{-8} \text{ m.} \end{aligned}$$

Zwischen den Werten ergibt sich eine Abweichung von 5,49%. Es ist anzumerken, dass die Ergebnisse des Parratt Algorithmus nach der hier verwendeten Implementation sehr stark mit den Anfangswerten und Grenzwerten der Variablen korreliert. Dies liegt daran, dass die Werte von R sich stark an null angleichen. Dadurch werden die Algorithmen numerisch instabil. Deshalb wurde viele heuristische Annahmen getroffen, damit die Ergebnisse den Erwartungen entsprechen. Dies äußerte sich durch einsetzen vieler verschiedener Werte in die Anfangswerte und Grenzwerte.

Nun werden die ermittelten Werte der Dispersionen für Polysterol und Silizium mit den Literaturwerten [10] verglichen.

$$\begin{array}{lll} \delta_2 = (1,52 \pm 0,51) \cdot 10^{-6} & \delta_{\text{PS,lit}} = 3,5 \cdot 10^{-6} & \Delta\delta_2 \approx 56,57 \% \\ \delta_3 = (5,30 \pm 0,17) \cdot 10^{-6} & \delta_{\text{SI,lit}} = 7,6 \cdot 10^{-6} & \Delta\delta_3 \approx 30,26 \% \end{array}$$

Diese Abweichungen sind sehr drastisch. Gerade, da die Parameter stark an der null liegen. Auch hier ist es vermutlich auf die händische Feinjustierung zurückzuführen. Für die kritische Winkel ergibt sich eine Abweichung zu den Theoriewerten [8] von

$$\begin{array}{lll} \alpha_{\text{c,PS}} = 0,109^\circ & \alpha_{\text{c,PS,lit}} = 0,153^\circ & a_{\alpha_{\text{c,PS}}} \approx 28,76 \% \\ & \text{und} & \\ \alpha_{\text{c,Si}} = 0,203^\circ & \alpha_{\text{c,Si,lit}} = 0,223^\circ & a_{\alpha_{\text{c,Si}}} \approx 8,97 \% . \end{array}$$

Literatur

- [1] *Experimentalphysik 2. Elektrizität und Optik*. Springer Spektrum. ISBN: 978-3-662-55789-1.
- [2] 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/>.
- [3] Eric Jones, Travis E. Oliphant, Pearu Peterson u. a. *SciPy: Open source scientific tools for Python*. Version 0.16.0. URL: <http://www.scipy.org/>.
- [4] Eric O. Lebigot. *Uncertainties: a Python package for calculations with uncertainties*. Version 2.4.6.1. URL: <http://pythonhosted.org/uncertainties/>.
- [5] 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/>.
- [6] *Röntgenreflektometrie zur Untersuchung von Oberflächen und dünnen Schichtsystemen*. URL: <https://www.hep.physik.uni-siegen.de/teaching/masterlab/manuals/xrger.pdf> (besucht am 07.05.2023).
- [7] The pandas development team. *pandas-dev/pandas: Pandas*. Version latest. Feb. 2020. DOI: 10.5281/zenodo.3509134. URL: <https://doi.org/10.5281/zenodo.3509134>.
- [8] Martin Tolan. *X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films*. Springer, 1999. ISBN: 987-3-540-65182-9.
- [9] *Versuchsanleitung „Röntgenemission und -absorption“*. TU Dortmund, Fakultät Physik. 2022.
- [10] *Versuchsanleitung „Röntgenreflektometrie“*. TU Dortmund, Fakultät Physik. 2023.

```

1      # Plot 1
2
3      def geometriefaktor(theta):
4          mask = theta > 0.223
5          result = np.zeros_like(theta, dtype=float)
6
7          result[mask] = 1
8          result[~mask] = 20 * np.sin(theta[~mask]) / d0
9          return result
10
11     theta, Intensity = np.genfromtxt('tables/Messung1.txt',
12                                     unpack=True)
13     theta_diffuse, Intensity_diffuse = np.genfromtxt('tables/
14     Messung2.txt', unpack=True)
15
16     I_0 = np.max(Intensity - Intensity_diffuse) * 5
17     R_korrektur = (Intensity - Intensity_diffuse) / I_0
18
19     def fresnelreflectivity2(theta):
20         alpha_c = 0.223
21         return (alpha_c / (2 * theta))**4
22
23     fig, ax = plt.subplots(layout='constrained')
24     ax.plot(theta,
25             R_korrektur,
26             linestyle='-',
27             linewidth=1,
28             label = r'Messwerte  $R$ ',
29             )
30     ax.plot(theta[theta > 0.1],
31             fresnelreflectivity2(theta[theta > 0.1]),
32             linestyle=':',
33             linewidth=1,
34             c='r',
35             label = r'Näherung des Fresnelkoeffizienten',
36             )
37     R_korrektur = R_korrektur * geometriefaktor(theta)
38     ax.plot(theta[1:], R_korrektur[1:], ls='--', c='lightblue',
39             label='Korrigiert durch Geometriefaktor', lw=1)
40
41     minima_indices = argrelextrema(R_korrektur, np.less, order
42                                   =5)
43     minima_theta = theta[1:][minima_indices]
44     minima_R = R_korrektur[minima_indices]
45
46     ax.scatter(minima_theta, minima_R, c='black', label='Minima'

```



```

    , s=20, marker='x', zorder=5)
43
44 ax.axvline(3 * 0.223, color='g', linestyle='--', label=r'$\alpha_i > 3 \cdot \alpha_C$')
45 ax.set(
46     xlabel = r'$\theta \, , \, / \, , \, ^\circ$',
47     ylabel = r'$R$',
48     yscale = 'log',
49 )
50 ax.legend(loc = 'best')
51 ax.grid('::')
52 plt.savefig('build/messung1.pdf')
53 plt.clf()
54
55 # Plot 2
56
57 lam = 1.541* 10**-10
58 diff = np.zeros(len(minima_theta) - 1)
59 for i in np.arange(len(minima_theta) - 1):
60     diff[i] = minima_theta[i+1] - minima_theta[i]
61     diff[i] = np.deg2rad(diff[i])
62
63 diff = diff[diff < np.quantile(diff, 0.95)]
64 diff = ufloat(np.mean(diff), np.std(diff))
65
66 d = 8.62*10**(-8)
67 delta_2 = 1.3 * 10**(-6)
68 delta_3 = 5.9 * 10**(-6)
69 sigma_1 = 8 * 10**(-10)
70 sigma_2 = 6.5 * 10**(-10)
71
72 p0 = ([d, delta_2, delta_3, sigma_1, sigma_2])
73
74 def parratt_algorithm(theta, d, delta_2, delta_3, sigma_1,
75     sigma_2):
76     k = 2*np.pi/lam
77
78     n_1 = 1
79     n_2 = 1 - delta_2 + 1j * delta_2 / 200
80     n_3 = 1 - delta_3 + 1j * delta_3 / 40
81
82     k_z1 = k * np.sqrt(n_1**2 - np.cos(np.deg2rad(theta))
83         **2)
84     k_z2 = k * np.sqrt(n_2**2 - np.cos(np.deg2rad(theta))
85         **2)
86     k_z3 = k * np.sqrt(n_3**2 - np.cos(np.deg2rad(theta))
87         **2)

```

```

84
85     r_1 = np.exp(-2 * k_z1 * k_z2 * sigma_1**2) * (k_z1 -
86             k_z2) / (k_z1 + k_z2)
87
88     r_2 = np.exp(-2 * k_z2 * k_z3 * sigma_2**2) * (k_z2 -
89             k_z3) / (k_z2 + k_z3)
90
91     X_2 = np.exp(-2j*k_z2 * d) * r_2
92     X_1 = (r_1 + X_2) / (1 + r_1 * X_2)
93
94     R = np.abs(X_1)**2
95
96     return R
97
98 fit_mask = (theta > 0.3)
99 params_parratt, cov_parratt = curve_fit(parratt_algorithm,
100                                         theta[fit_mask],
101                                         R_korrektur[fit_mask],
102                                         p0=p0,
103                                         bounds=([10**-9,
104                                                     10**-7, 10**-7,
105                                                     10**-10,
106                                                     10**-10],
107                                                     [10**-7, 10**-5,
108                                                     10**-5, 10**-9,
109                                                     10**-9]),
110                                         maxfev=100000)
111
112 alpha_c_PS = np.rad2deg(np.sqrt(2*delta_2))
113 alpha_c_Si = np.rad2deg(np.sqrt(2*delta_3))
114
115 fig, ax = plt.subplots(layout='constrained')
116 ax.plot(theta,
117         R_korrektur,
118         linestyle='-',
119         linewidth=1,
120         label = r'Messwerte  $R_{\mathrm{exp,korr}}$  $',
121         )
122 ax.plot(theta,
123         parratt_algorithm(theta, *params_parratt),
124         linestyle='--',
125         linewidth=1,
126         label = r'Messwerte  $R$  $',
127         )
128 ax.axvline(alpha_c_PS,
129           color='gray',
130           linestyle='--',

```

```

122         linewidth=1,
123         label=r'$\alpha_{\mathrm{c,PS}} = $' + f'{
            alpha_c_PS:=.3f}$^\circ$',
124     )
125     ax.axvline(alpha_c_Si,
126               color='gray',
127               linestyle='--',
128               linewidth=1,
129               label=r'$\alpha_{\mathrm{c,Si}} = $' + f'{
            alpha_c_Si:=.3f}$^\circ$',
130     )
131     ax.set(
132         xlabel = r'$\theta \, , \, / \, , \, ^\circ$',
133         ylabel = r'$R$',
134         yscale='log',
135     )
136     ax.legend(loc = 'best')
137     ax.grid(':', alpha=0.5)
138     plt.savefig('build/messung2.pdf')

```