

Röntgentopographischer Kontrast im Dreistrahlfall der Interferenz

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
(mathematisch-naturwissenschaftlicher Bereich)
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Herrn Frank Heyroth

geb. am: 08.04.1969 in: Dresden

Gutachter:

Prof. Dr. Hans-Reiner Höche

Prof. Dr. Kurt Hümmer

Prof. Dr. Eckhardt Förster

Halle(Saale), den 11. Februar 2000

Inhaltsverzeichnis

1 EINLEITUNG	3
2 DYNAMISCHE BEUGUNGSTHEORIE	5
2.1 Ableitung der Grundgleichungen	5
2.2 Grundgleichungen der dynamischen Theorie - perfekter Einkristall	8
2.2.1 Dispersionsflächen	9
2.2.2 Numerische Lösung der Grundgleichungen	10
2.2.3 Beugungsgeometrie und Randbedingungen	11
2.3 Zweistrahlfall	13
2.3.1 Reflexionskurven	14
2.3.2 Anomale Absorption	15
2.3.3 Borrmannfächer - Pendellösungsstreifen	16
2.4 Dreistrahlfall der Interferenz	20
2.4.1 Effektiver Strukturfaktor	21
2.4.2 Dispersionsfläche im Dreistrahlfall	23
2.5 Takagische Gleichungen - gestörter Kristall	27
2.5.1 Wahl des Wellenvektors K'_0	28
2.5.2 Dreistrahlfall	29
3 RÖNTGENTOPOGRAPHIE IM ZWEISTRAHLFALL	30
3.1 Schnitt-Topographie	30
3.1.1 Bildkontraste von Versetzungen	31
3.1.2 Keilförmiger Kristall	32
3.2 Extended-Beam Topographie	33
3.2.1 Kontrastregeln für Versetzungen	34
3.2.2 Stapelfehlerkontrast	34
3.2.3 Einfluß der Absorption - Das dynamische Bild	35
4 EXPERIMENTELLER AUFBAU	36
4.1 Beamline ID19 der ESRF - Aufbau und optische Elemente	36
4.2 Bildaufnahme	39
4.3 Strahlgeometrie	40
4.3.1 Allgemeine Bragg-Gleichung	40
4.3.2 Strahlengang an der Beamline	41
4.3.3 Wellenlängenverschiebung von Punkt zu Punkt - strahlwegseitige Divergenz	42
4.3.4 Halbwertsbreite der Reflexionskurven und quellseitige Divergenz	43

5 ERGEBNISSE UND DISKUSSION	45
5.1 Schnitt-Topographie	45
5.1.1 Schnitt-Topographie im polychromatischen Strahl	45
5.1.2 Schnitt-Topographie im monochromatischen Strahl	51
5.1.3 Schnitt-Topographie mit Versetzung	56
5.2 Pinhole-Topographie	60
5.3 Extended-Beam Topographie	71
5.3.1 Topographischer Kontrast von Stapelfehlern	72
5.3.2 Topographischer Kontrast von Versetzungen	74
6 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	78
Literaturverzeichnis	80
Anhang A - Serie von Extended-Beam Topographien	84
Anhang B - häufig verwendete Symbole	85

1 Einleitung

Mit dem Experiment von W. Friedrich, P. Knipping & M. von Laue gelang 1912 ein erster experimenteller Nachweis für die Röntgenbeugung als räumliches Resonanzphänomen. Darauf aufbauend wurden in den folgenden Jahren zahlreiche weitere Verfahren zur Strukturbestimmung von Kristallen entwickelt. Die Grundlage zur Beschreibung der Beugungserscheinungen bei Mosaikkristallen und Kristallpulvern liefert die Beugungsbedingung in Form der von Bragg 1913 angegebenen Gleichung $2d \cdot \sin(\theta_B) = n\lambda$ oder ihrer Darstellung im reziproken Raum als Differenz zwischen den Wellenvektoren vom einfallenden \mathbf{k}_0 und gebeugten \mathbf{k}_h Strahl: $\mathbf{k}_h - \mathbf{k}_0 = \mathbf{h}$.

Übersteigt jedoch die mittlere Größe der perfekten Kristallbereiche die Extinktionslänge (exakt $\frac{1}{4} t_{ex}$), so ermöglicht erst die dynamische Theorie eine exakte Berechnung der Beugung. Die Entwicklung dieser Theorie für ebene Wellen in Einkristallen geht auf P. P. Ewald (1917) und M. von Laue (1931) zurück.

Einen wichtigen Beitrag zur Bestätigung dieser dynamischen Theorie leisteten die als Röntgentopographie bezeichneten Verfahren zur orts aufgelösten Aufzeichnung der Beugungsintensität. Als Beispiel seien die von N. Kato & A.R. Lang (1959) beobachteten Pendellösungserscheinungen an keilförmigen Kristallen genannt. Daraus leitete Kato (1961) die Kugelwellentheorie der Röntgeninterferenzen ab. 1959 publizierte Lang das später nach ihm benannte Verfahren zur direkten Versetzungsabbildung. Durch ihre Möglichkeit zur Abbildung und Charakterisierung von Kristalldefekten in Verbindung mit der schnellen Entwicklung in der Kristallzüchtung beim Ausbau der Halbleiterindustrie etablierte sich die Topographie im Zweistrahlfall in den folgenden Jahren zu einer Standardmethode bei der zerstörungsfreien Untersuchung von Kristallen. Mit den Arbeiten von P. Penning & D. Polder (1961) und D. Taupin (1964, 1967) sowie von S. Takagi (1962, 1969) zur Erweiterung der Theorie der ebenen Wellen war der Durchbruch zur Simulation von Defektkontrasten in gestörten Kristallen geschaffen. 1967 gelang es darauf aufbauend A. Authier erstmals das experimentell gefundene Bild einer Versetzung mittels Computer zu berechnen.

Erfüllt neben dieser Zweistrahlinterferenz, das ist der im allgemeinen experimentell ausgenutzte Fall, gleichzeitig ein weiterer Reflex die Beugungsbedingung, spricht man von einem Dreistrahlfall. Das erste Dreistrahl experiment ist von M. Renninger 1937 überliefert. Dabei konnte die Existenz der Umweganregung im dem (2 2 2)-Reflex des Diamants nachgewiesen werden. G. Borrmann und W. Hartwig beobachteten 1965 in den Schnittpunkten der Kosselkegel bei Weitwinkelaufnahmen der Raumgitterinterferenzen - oft auch als Gitterquelleninterferenzen bezeichnet - eine erhöhte Intensität durch eine verminderte Absorption. Zur Aufklärung dieser Super-Borrmann-Absorption setzte eine tiefgründigere Diskussion des Dreistrahlfalls ein (vgl. dazu z. B. Ewald & Heno, 1968; Hildebrandt, 1967).

Neuen Auftrieb erhielt die Untersuchung von Mehrstrahlinterferenzen, speziell von Dreistrahlfällen, mit den Arbeiten von B. Post (1975, 1979) und R. Colella (1974) zur Phasenbestimmung in der Strukturanalyse. Im Dreistrahlfall ist es durch die Interferenz mehrerer Wellen im Kristall möglich, aus der Messung der Tripletphase Phaseninformationen über die Strukturparameter zu erhalten und so das Phasenproblem zu lösen.

In der Gruppe um K. Hümmer und E. Weckert (s. Weckert & Hümmer, 1997) erfolgte in den letzten Jahren die konsequente Umsetzung dieser Methode bis hin zur Strukturlösung von Proteinen.

Da sich das komplette Beugungsgeschehen bei Mehrstrahlinterferenzen nicht mehr in einer einheitlichen Beugungsebene beschreiben läßt, entfällt die Entkopplung der Polarisationskomponenten. Diese Sensitivität der Interferenzprofile auf die Polarisation kann zum Bau von Polarimetern genutzt werden (vgl. Shen & Finkelstein, 1992).

Untersuchungen des Dreistrahlfalls mittels topographischer Methoden entwickelten sich ausgehend von den Experimenten zu Kosselinterferenzen und sind von Scherz & Hildebrandt (1981), Høier & Aanestad (1981) und Campos & Chang (1986) bekannt. Diese Experimente waren auf spezielle Geometrien und geringe Ortsauflösung beschränkt. Sie zeigten aber, daß im Mehrstrahlfall neue Kontraste zu erwarten sind. Für detailliertere Untersuchungen ist eine Primärstrahlung hoher Intensität mit geringer Divergenz erforderlich. Diese Bedingungen sind an einem Synchrotron der dritten Generation wie z.B. der European Synchrotron Radiation Facility in Grenoble jetzt gegeben.

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, ausgehend von den bekannten Phänomenen bei der Röntgentopographie im Zweistrahlfall, die Kontraständerung bei der Anregung eines zusätzlichen zweiten Reflexes im Kristall erstmalig systematisch zu untersuchen.

- Dazu werden im ersten Teil dieser Arbeit die theoretischen Grundlagen der dynamischen Theorie für Drei- und Mehrstrahlinterferenzen zusammengefaßt. Sie bilden die Basis für eigene Rechnungen zur Interpretation der Kontraste.
- Daran schließt sich eine Übersicht über die topographischen Kontraste im Zweistrahlfall an.
- Auf die Besonderheiten der Strahlbedingungen am Synchrotron und der von mir verwendeten experimentellen Anordnung für die Untersuchung von Dreistrahlinterferenzen wird im vierten Kapitel eingegangen.
- Im darauf folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der topographischen Experimente im Dreistrahlfall dargestellt und diskutiert. Dabei wurden verschiedene klassische Techniken des Zweistrahlfalls wie Schnitt-Topographie und ‘extended beam’-Methoden verwendet. Zur vollständigen Abbildung des Energiestroms im Dreistrahlfall wurde zusätzlich eine für Mehrstrahlfälle geeignete Pinhole-Topographie entwickelt. Neben den Effekten im perfekten Kristall am Beispiel von Silizium mit zentrosymmetrischer Struktur und Quarz mit nicht-zentrosymmetrischer Struktur wurde auch der Einfluß von Kristalldefekten wie Versetzungen und Stapelfehlern auf den Kontrast untersucht.

2 Dynamische Beugungstheorie

Die Beschreibung der Intensität eines gebeugten Reflexes erfolgt in der Kristallographie häufig über die geometrische oder auch 'kinematisch' genannte Theorie. Diese gilt jedoch nur für Mosaikkristalle bei der die Kristallitgröße kleiner als ein Viertel der Extinktionslänge t_{ex} (s.a. Gl. (29)) ist. Mehrfachstreuungsprozesse oder die Schwächung der Primärintensität im Kristall durch die Anregung der Reflexe (Primärextinktion) werden dabei vernachlässigt.

Die dynamische Beugungstheorie, die in diesem Abschnitt vorgestellt wird, berücksichtigt dagegen bereits vom Ansatz her die Wechselwirkungen bei Mehrstrahlanregungen in perfekten oder schwach gestörten Kristallen unter Beachtung der Amplituden- und Phasenbeziehungen zwischen den einzelnen Wellen und ermöglicht so die exakte Beschreibung der gebeugten Intensität. Ebenso wird die Änderung der Wellenlänge der Röntgenstrahlung im Kristall nicht mehr vernachlässigt, es wird zwischen Innenraum und Außenraum mit Vakuum unterschieden (Größen im Inneren – Großbuchstaben; im Außenraum – Kleinbuchstaben).

Dazu sucht die dynamische Theorie nach den Lösungen der Maxwell'schen Gleichungen für ein System mit einer gitterperiodischen Elektronendichte $\rho_e(\mathbf{r})$. Die Berechnung der Interferenzerscheinungen gelingt durch die Anpassung der Röntgenwelle außerhalb des Kristalls an das im Kristallinneren angeregte Wellenfeld.

2.1 Ableitung der Grundgleichungen

Die Lösung der Maxwell'schen Gleichungen für die Ausbreitung elektromagnetischer Wellen in nichtmagnetischen Stoffen mit der dielektrischen Polarisation $\mathbf{P}(\mathbf{r})$ führt auf die folgende Wellengleichung für den dielektrischen Verschiebungsvektor \mathbf{D} (vgl. Pinsker, 1978):

$$\Delta \mathbf{D} + \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \mathbf{D}}{\partial t^2} + \vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \mathbf{P}) = 0 . \quad (1)$$

Der Zusammenhang zwischen \mathbf{D} , \mathbf{E} und \mathbf{P} [*] ist durch die Materialgleichungen für eine unmagnetische Probe ohne spontane Polarisation mit der elektrischen Suszeptibilität χ gegeben:

$$\mathbf{P} = \varepsilon_0 \chi \mathbf{E} = \frac{\chi}{1 + \chi} \mathbf{D} \cong \chi \mathbf{D} . \quad (2)$$

Vernachlässigt man den Einfluß der Eigenfrequenzen der angeregten Elektronen gegenüber der Frequenz der anregenden harten Röntgenstrahlung - was in diesem Frequenzbereich außerhalb der Absorptionskanten in guter Näherung möglich ist - so ergibt sich für die Suszeptibilität $\chi(\mathbf{r})$ durch Dipolanregung von Elektronen mit der Dichte $\rho_e(\mathbf{r})$:

$$\chi(\mathbf{r}) = -\frac{r_e \lambda^2}{\pi} \rho_e(\mathbf{r}) . \quad (3)$$

Der Wert der Suszeptibilität ist negativ und ihr Betrag $|\chi(\mathbf{r})|$ in der Größenordnung von 10^{-5} . Dadurch kann man für die Polarisation näherungsweise $\mathbf{P} \cong \chi \mathbf{D}$ annehmen.

[*] Wegen der Bedeutung der Symbole sei auf Anhang B verwiesen.

In einem unendlich ausgedehnten perfekten Einkristall ist die Elektronendichte räumlich periodisch und für jeden Translationsvektor \mathbf{t} im Kristall gilt $\rho_e(\mathbf{r}) = \rho_e(\mathbf{r} + \mathbf{t})$. Damit läßt sie sich in einer Fourierreihe entwickeln^[*]:

$$\rho_e(\mathbf{r}) = \frac{1}{V_{EZ}} \sum_n F(\mathbf{h}_n) e^{-2\pi i \mathbf{h}_n \cdot \mathbf{r}} \quad (4)$$

Die Fourierkoeffizienten $F(\mathbf{h}_n)$ werden im allgemeinen als die zu den reziproken Gittervektoren \mathbf{h}_n gehörenden Strukturfaktoren bezeichnet.

Die Strukturfaktoren lassen sich auch als Summe über alle Atome a in der Elementarzelle mit dem Atomformfaktor f und den Dispersionskorrekturen f' und f'' sowie dem Debye-Waller Faktor e^{-M} schreiben:

$$F(\mathbf{h}_n) = \sum_a^{EZ} (f_a + f'_a + i f''_a) e^{2\pi i \mathbf{h}_n \cdot \mathbf{r}_a - M_a} \quad .$$

Entsprechend der Beziehung (3) ist auch $\chi(\mathbf{r})$ dreidimensional periodisch und kann in eine Fourierreihe entwickelt werden:

$$\chi^{pef}(\mathbf{r}) = \sum_n \chi_n e^{-2\pi i \mathbf{h}_n \cdot \mathbf{r}} \quad (5)$$

Daraus ergibt sich dann für den Zusammenhang zwischen Suszeptibilität und Strukturfaktor:

$$\chi_n = -\frac{r_e \lambda^2}{\pi V_{EZ}} F(\mathbf{h}_n) = -\Gamma F(\mathbf{h}_n) \quad (6)$$

Der Imaginärteil von χ beschreibt den linearen Absorptionskoeffizient für die Amplitude, es gilt:

$$\mu_0 = -2\pi k \chi_0^{im} \quad (7)$$

Betrachtet man die Beugung einer ebenen monochromatischen elektromagnetischen Welle $\mathbf{d}(\mathbf{r}, t)$ mit der Wellenlänge λ , die vom Vakuum aus auf den Kristall fällt,

$$\mathbf{d}(\mathbf{r}, t) = \mathbf{d}_0 e^{2\pi i(\mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r} - v t)} \quad |\mathbf{k}_0| = \frac{v}{c} = \frac{1}{\lambda}$$

und beschränkt sich auf quasielastische Streuprozesse, so kann zur Lösung der Wellengleichung (1) ein Ansatz von Ewald-Bloch Wellen verwendet werden^[†]:

$$\mathbf{D}(\mathbf{r}, t) = \sum_n \mathbf{D}_n e^{2\pi i(v t - \mathbf{K}_n \cdot \mathbf{r})} \quad \text{mit der Beugungsbedingung: } \mathbf{K}_n = \mathbf{K}_0 + \mathbf{h}_n \quad (8)$$

Darin ist \mathbf{K}_0 der Wellenzahlvektor der einfallenden Welle im Kristall und \mathbf{K}_n der Wellenzahlvektor einer an der Netzebenenschar mit den reziproken Gittervektor \mathbf{h}_n gebeugten Welle im Kristall. Die Summanden in Gleichung (8) repräsentieren das angeregte Wellenfeld. Als Wellenfeld soll eine Überlagerung von ebenen Wellen mit unterschiedlichen \mathbf{K} -Vektoren verstanden werden, die gemeinsam durch den Kristall laufen.

In einem schwach gestörten Kristall sind die Gitterpunkte um $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ gegenüber dem perfekten Gitter verschoben; es gilt:

$$\mathbf{r} = \mathbf{u}(\mathbf{r}) + \mathbf{r}^{perf} \quad (9)$$

Die Beschreibung kann analog zum perfekten Gitter erfolgen, wenn man alle reziproken Gittervektoren durch lokale reziproke Gittervektoren $\mathbf{h}'(\mathbf{r})$ ersetzt (Eikonalanatz). Werden

[*] Streng genommen gilt diese Fourierreentwicklung nur für einen unendlich ausgedehnten Kristall. Der Einfluß der endlichen Kristalldimension liegt aber bei dem in den Experimenten verwendeten Kristallen mit minimal 1 mm Dicke weit unter dem Einfluß der extinktionsbedingten Ausdehnung der reziproken Gitterpunkte, die durch die Extinktionslänge gegeben ist.

[†] Zu $\mathbf{D}(\mathbf{h}_n)$ soll abkürzend auch \mathbf{D}_n verwendet werden. Dies gilt in gleicher Weise auch für F , \mathbf{K} , \mathbf{P} und \mathbf{E} .

alle physikalischen Größen im imperfekten Gitter mit einem Strich gekennzeichnet, so schreibt sich die lokale Beugungsbedingung: $\mathbf{K}'_n(\mathbf{r}) = \mathbf{K}_0 + \mathbf{h}'_n(\mathbf{r})$,

und für die lokale Suszeptibilität folgt: $\chi'(\mathbf{r}) = \chi^{perf}(\mathbf{r} - \mathbf{u}(\mathbf{r})) = \sum_n \chi_n e^{-2\pi i \mathbf{h}'_n \cdot \mathbf{r}}$.

Als Lösungsansatz der Wellengleichung bieten sich modifizierte Ewald-Bloch Wellen an, bei denen die Wellenamplituden aus Ansatz (8) mit langsam veränderlichen ortsabhängigen Amplituden $\mathbf{D}'_n(\mathbf{r})$ moduliert sind:

$$\mathbf{D}'(\mathbf{r}) = \sum_n \mathbf{D}'_n(\mathbf{r}) e^{-2\pi i (\mathbf{K}_0 + \mathbf{h}_n) \cdot (\mathbf{r} - \mathbf{u}(\mathbf{r}))} e^{2\pi i \mathbf{v} \cdot \mathbf{t}} = \sum_n \mathbf{D}'_n(\mathbf{r}) e^{-2\pi i (\mathbf{K}_n \cdot \mathbf{r} - \mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r}) - \mathbf{v} \cdot \mathbf{t})} = \sum_n \mathbf{D}'_n(\mathbf{r}) e^{2\pi i (\mathbf{v} \cdot \mathbf{t} - \mathbf{K}'_n \cdot \mathbf{r})}$$

Für den Wellenvektor dieser Wellen ergibt sich:

$$\mathbf{K}'_n(\mathbf{r}) = \vec{\nabla}[\mathbf{K}_n \cdot \mathbf{r} - \mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})] = \mathbf{K}_n - \vec{\nabla}[\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})] \quad (10)$$

und damit

$$\mathbf{h}'_n(\mathbf{r}) = \mathbf{h}_n - \vec{\nabla}[\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})]. \quad (11)$$

Unter Berücksichtigung der Reihendarstellung der dielektrischen Polarisation:

$$\mathbf{P}'(\mathbf{r}) = \chi'(\mathbf{r})\mathbf{D}'(\mathbf{r}) = \sum_n \chi_{n-m} e^{2\pi i \mathbf{k}'_{n-m} \cdot \mathbf{r}} \cdot \sum_m \mathbf{D}'_m(\mathbf{r}) e^{2\pi i \mathbf{k}'_m \cdot \mathbf{r}} = \sum_n \underbrace{\sum_m \chi_{n-m} \mathbf{D}'_m(\mathbf{r}) e^{2\pi i \mathbf{k}'_n \cdot \mathbf{r}}}_{\mathbf{P}'_n(\mathbf{r})},$$

und mit

$$\Delta(\varphi(\mathbf{r})\mathbf{v}(\mathbf{r})) = \varphi \Delta \mathbf{v} + 2 \vec{\nabla} \varphi \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{v} + \mathbf{v} \Delta \varphi$$

$$\vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \varphi(\mathbf{r})\mathbf{v}(\mathbf{r})) = \varphi \vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \mathbf{v}) + \vec{\nabla} \varphi \cdot \vec{\nabla} \cdot \mathbf{v} - \vec{\nabla} \varphi \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{v} + \vec{\nabla} \varphi \times (\vec{\nabla} \times \mathbf{v}) + \mathbf{v} \cdot \vec{\nabla} \circ \vec{\nabla} \varphi - \mathbf{v} \Delta \varphi$$

$$\text{folgt: } \vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \mathbf{P}'(\mathbf{r})) = \sum_n \left\{ \vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \mathbf{P}'_n) - 2\pi i (\mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \cdot \mathbf{P}'_n - \mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{P}'_n + \mathbf{K}'_n \times [\vec{\nabla} \times \mathbf{P}'_n]) \right. \\ \left. - 2\pi i \mathbf{P}'_n (\vec{\nabla} \circ \vec{\nabla} - \Delta) (-\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})) - 4\pi^2 \mathbf{K}'_n \times [\mathbf{K}'_n \times \mathbf{P}'_n] \right\} e^{2\pi i (\mathbf{v} \cdot \mathbf{t} - \mathbf{K}'_n \cdot \mathbf{r})}$$

$$\text{sowie: } \Delta \mathbf{D}'(\mathbf{r}) = \sum_n \left\{ \Delta \mathbf{D}'_n - 4\pi i (\mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{D}'_n) - 2\pi i \Delta (-\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})) \mathbf{D}'_n - 4\pi^2 \mathbf{K}'_n \times \mathbf{D}'_n \right\} e^{2\pi i (\mathbf{v} \cdot \mathbf{t} - \mathbf{K}'_n \cdot \mathbf{r})}.$$

Eingesetzt in die Wellengleichung (1) und sortiert nach der Größenordnung der Summanden ergibt sich:

$$\begin{aligned} O^0(k^2 \cdot D): & \quad \sum_n \{ 4\pi^2 (k^2 - \mathbf{K}'_n{}^2) \mathbf{D}'_n \\ O^1(k \cdot \frac{\partial D}{\partial x}; k^2 \cdot \chi D): & \quad - 4\pi i (\mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{D}'_n) - 4\pi^2 \mathbf{K}'_n \times [\mathbf{K}'_n \times \mathbf{P}'_n] \\ O^2\left(\frac{\partial^2 D}{\partial x^2}; k \cdot \frac{\partial \chi D}{\partial x}; \frac{\partial^2 \mathbf{h} \cdot \mathbf{u}}{\partial x^2} D\right): & \quad + \Delta \mathbf{D}'_n - 2\pi i (\Delta (-\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})) \mathbf{D}'_n + \mathbf{K}'_n \times [\vec{\nabla} \times \mathbf{P}'_n]) + \mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \cdot \mathbf{P}'_n - \mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{P}'_n \\ O^3\left(\frac{\partial^2 \chi D}{\partial x^2}; \frac{\partial^2 \mathbf{h} \cdot \mathbf{u}}{\partial x^2} \cdot \chi D\right): & \quad + \vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \mathbf{P}'_n) - 2\pi i \mathbf{P}'_n (\vec{\nabla} \circ \vec{\nabla} - \Delta) (-\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})) \end{aligned} = 0$$

Damit diese Gleichung an jedem Punkt des Kristalls erfüllt ist, müssen die Koeffizienten der Exponentialfunktionen einzeln verschwinden. Für schwache Störungen^[*] können alle Glieder der Ordnung O^2 und höher vernachlässigt werden (s. Takagi, 1969). Bezeichnet $\mathbf{D}'_{m[n]}$ die Komponente von \mathbf{D}'_m senkrecht zu \mathbf{K}'_n so gilt:

$$-\mathbf{K}'_n \times [\mathbf{K}'_n \times \mathbf{P}'_n] = \mathbf{K}'_n{}^2 (\mathbf{P}'_n - (\mathbf{P}'_n \cdot \mathbf{e}_{\mathbf{K}'_n}) \mathbf{e}_{\mathbf{K}'_n}) = \mathbf{K}'_n{}^2 (\mathbf{P}'_n)_{\perp \mathbf{K}'_n} = \mathbf{K}'_n{}^2 \sum_m \chi_{n-m} \mathbf{D}'_{m[n]}.$$

[*] Unter schwach gestört soll entsprechend Takagi (1969) verstanden werden:

$$\mathbf{D}_n \text{ ist über eine Länge von } \sqrt{\frac{\lambda t_{ex}}{\cos \theta_B}} \text{ nahezu konstant und es ist } |\Delta \mathbf{u}| \ll k |\chi_n|$$

und damit folgt für alle \mathbf{D}'_n und \mathbf{K}'_n die Bedingung:

$$i(\mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{D}'_n) = \pi(k^2 - \mathbf{K}'_n{}^2) \mathbf{D}'_n - \pi \mathbf{K}'_n \times [\mathbf{K}'_n \times \mathbf{P}'_n] = \pi(k^2 - \mathbf{K}'_n{}^2) \mathbf{D}'_n + \pi \mathbf{K}'_n{}^2 \sum_m \chi_{n-m} \mathbf{D}'_{m[n]} . \quad (12)$$

Nach Division durch den Betrag von \mathbf{K}'_n ergeben sich die bekannten Takagischen Gleichungen (Takagi, 1969):

$$\mathbf{e}_{\mathbf{K}'_n} \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{D}'_n = \frac{\partial \mathbf{D}'_n}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}'_n}} = i\pi \left(\frac{\mathbf{K}'_n{}^2 - k^2}{K'_n} \right) \mathbf{D}'_n - i\pi K'_n \sum_m \chi_{n-m} \mathbf{D}'_{m[n]} . \quad (13)$$

Entsprechend dem Ansatz für den perfekten Einkristall wird die linke Seite von (12) zu Null und man erhält die Grundgleichungen der dynamischen Theorie (Laue, 1945):

$$\frac{k^2 - \mathbf{K}_n{}^2}{\mathbf{K}_n{}^2} \mathbf{D}_n + \sum_m \chi_{n-m} \cdot \mathbf{D}_{m[n]} = 0 . \quad (14)$$

2.2 Grundgleichungen der dynamischen Theorie - perfekter Einkristall

Nimmt man den Summanden für $m=n$ in Gl. (14) aus der Summation heraus, folgt:

$$\left(\frac{k^2 - \mathbf{K}_n{}^2}{\mathbf{K}_n{}^2} + \chi_0 \right) \mathbf{D}_n = - \sum_{m \neq n} \chi_{n-m} \cdot \mathbf{D}_{m[n]} . \quad (15)$$

Darin wird der Term: $\frac{k^2 - \mathbf{K}_n{}^2}{\mathbf{K}_n{}^2} + \chi_0 = \frac{K^2 - \mathbf{K}_n{}^2}{\mathbf{K}_n{}^2} (1 - \chi_0) = R(\mathbf{K}(\mathbf{h}_n), h_n)^{-1} = R(\mathbf{h}_n)^{-1}$, der den

relativen quadratischen Abstand zwischen der Ewaldkugel im Kristall mit dem Radius $K = (1 + \frac{1}{2} \chi_0)k$ und der angeregten Welle mit dem Wellenvektor \mathbf{K}_n angibt, als Anregungsfehler bzw. sein Kehrwert als Resonanzterm $R(\mathbf{h}_n)$ bezeichnet.

Das Gleichungssystem der Grundgleichungen (15) ist unendlich, denn es gilt für alle Tripel ganzer Zahlen $n, m = (h_1, h_2, h_3)$ (die den Komponenten von \mathbf{h}_n im reziproken Raum entsprechen) und beschreibt so ein ganzes Wellenfeld \mathbf{D}_n . Das System ist so jedoch nicht lösbar. Ein lösbares Gleichungssystem erhält man, wenn man nur endlich viele starke Wellen im Kristall berücksichtigt und zwar genau die, deren zugeordnete reziproke Gittervektoren \mathbf{h}_n in unmittelbarer Nähe der Ewaldkugel liegen. Im N-strahlfall treten neben der einfallenden Welle im Kristall noch $N-1$ weitere starke Strahlen auf, d.h., neben dem Ursprung des reziproken Gitters O liegen noch $N-1$ weitere reziproke Gitterpunkte H_n mit dem Vektoren \mathbf{h}_n in der Nähe der Ewaldkugel. Für alle übrigen ist der Anregungsfehler groß, d.h., die zugehörigen $|\mathbf{D}_n|$ sind sehr klein und werden vernachlässigt.

Im Einstrahlfall folgt damit aus (14): $k^2 = (1 - \chi_0) \mathbf{K}_0{}^2 = (1 - \chi_0) K^2$. (16)

Darin bezeichnet \mathbf{K}_0 den Wellenvektor im Kristall, für den Fall, daß keine weiteren Wellen angeregt sind. Gleichung (16) beschreibt die Brechung an der Eintrittsfläche mit einer Brechzahl $\tilde{n} = 1 + \frac{1}{2} \chi_0$; der Betrag der Wellenzahl der gebrochenen Welle im Kristall soll mit K bezeichnet werden.

2.2.1 Dispersionsflächen

Der Fußpunkt des Wellenvektors \mathbf{k}_0 im reziproken Raum, für den die geometrische Bragg-Bedingung $\mathbf{k}_n^{La} = \mathbf{k}_0^{La} + \mathbf{h}_n$ mit $|\mathbf{k}_n^{La}| = |\mathbf{k}_0^{La}|$ genau erfüllt ist, heißt Laue-Punkt L_a . Er ist der Schnittpunkt des Einfallskreis und Reflexkreises und damit auch Mittelpunkt der Ewaldkugel im Außenraum. Der korrespondierende Punkt für die Wellen im Kristall, das ist der Mittelpunkt der Ewaldkugel im Innenraum, wird als Lorentz-Punkt L_o bezeichnet. Die Fußpunkte aller Vektoren \mathbf{K}_n , die die Grundgleichungen erfüllen und entsprechend der obigen Diskussion in der Summation berücksichtigt werden, bilden die sogenannte Dispersionsfläche. Diese Fläche beschreibt den Ort aller möglichen Ausgangspunkte von Wellenvektoren, die sich im Kristall mit der gegebenen Frequenz ausbreiten können. Sie ist eine Isoenergiefläche und ist damit z.B. ein Analogon zur Fermi-Fläche der Elektronen in Festkörpern.

Aufgrund der Erhaltung der Tangentialkomponente der Wellenvektoren an der Kristalloberfläche können sich die Wellenvektoren innerhalb und außerhalb des Kristalls \mathbf{K}_0 und \mathbf{k}_0 nur um einen Vektor \mathbf{v}^* parallel zur Oberflächennormalen \mathbf{n} unterscheiden:

$$\mathbf{K}_0 = \mathbf{k}_0 + \mathbf{v}^* \text{ mit } \mathbf{v}^* \parallel \mathbf{n} . \tag{17}$$

Die Berücksichtigung dieser Randbedingung liefert die Anregungspunkte auf der Dispersionsfläche. Diese Punkte erhält man konstruktiv als Schnittpunkte zwischen der Dispersionsfläche und der Oberflächennormalen, die vom einfallenden Strahl ausgeht (vgl. Abb. 1 für den Zweistrahlfall). Im allgemeinen ergeben sich $4N$ Anregungspunkte, was $2N$ Punkten je Polarisationsrichtung entspricht. Jeder Anregungspunkt ist Ausgangspunkt von

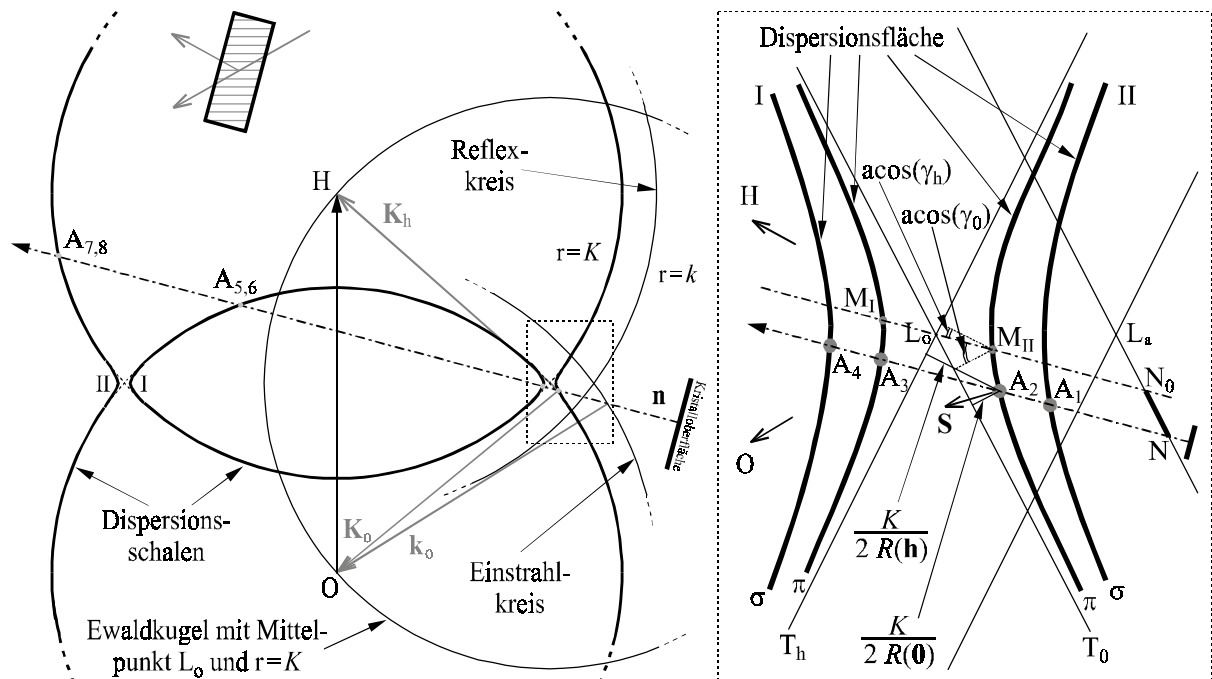


Abb. 1 Schnitt durch die Dispersionsfläche im Zweistrahlfall entlang der Beugungsebene mit den Anregungspunkten A_1 - A_8 . Der Bereich um den Lorentz-Punkt wurde auf der rechten Seite vergrößert herausgezeichnet. Die Anpassung zwischen externer und internen Wellen ist der Übersichtlichkeit halber nur stellvertretend für den Anregungspunkt A_2 skizziert. Die Punkte N , A_1 - A_8 und die Fußpunkte von \mathbf{K}_0 und \mathbf{K}_h liegen auf der Oberflächennormale, die durch den Anfangspunkt von \mathbf{k}_0 verläuft. N_0 , M_I und M_{II} liegen auf der Oberflächennormale, die auch den Lorentz-Punkt L_o enthält.

N ebenen Wellen, deren \mathbf{K} -Vektoren vom Anregungspunkt aus zu den jeweiligen reziproken Gitterpunkten verlaufen. Ewald (1958) und Kato (1958) haben gezeigt, daß die resultierende Energiestromrichtung (Poyntingvektor)

$$\mathbf{S} \propto \frac{e^{4\pi \text{Im}(\mathbf{K}_0)}}{\epsilon_0} \sum_n^N |\mathbf{D}_n|^2 \mathbf{e}_{\mathbf{k}_n} \quad (18)$$

dieser Wellen im Kristall stets senkrecht zur Dispersionsfläche im jeweiligen Anregungspunkt verläuft.

Mit welcher Intensität die einzelnen Punkte jeweils angeregt sind, wird durch die Randbedingungen für die Amplituden \mathbf{D}_n bestimmt. Von besonderer Bedeutung ist dabei die Umgebung des Lorentz-Punktes, da hier alle Resonanzterme große Werte annehmen.

Im Zweistrahlfall wird die Dispersionsfläche für jede der beiden Polarisationsrichtungen π und σ von je zwei Kugeln mit dem Radius K um die reziproken Gitterpunkte 0 und H gebildet. In der Umgebung der Schnittlinie der Kugeln kommt es durch die dynamische Kopplung der Wellen im Kristall zu einer Aufspaltung der Dispersionsfläche; die Entartung in den beiden Kugeln gemeinsamen Punkten wird aufgehoben. Der Schnitt der Dispersionsfläche mit der Beugungsebene, in Abb. 1 schematisch dargestellt, zeigt dies deutlich.

2.2.2 Numerische Lösung der Grundgleichungen

Zur Lösung der Grundgleichungen soll eine kleine Abweichung in der Richtung des einfallenden Strahls \mathbf{k}_0 von der geometrischen Bragg-Position \mathbf{k}_0^{La} über $\mathbf{v}^{Div} = \mathbf{k}_0 - \mathbf{k}_0^{La}$ mit $\mathbf{v}^{Div} \perp \mathbf{k}_0^{La}$ und $|\mathbf{v}^{Div}| \ll k$ berücksichtigt werden. Im Experiment setzt sich diese Abweichung aus einer Winkeländerung $\Delta\theta$ in der Beugungsebene des Reflexes h und Änderung $\Delta\psi$ senkrecht dazu zusammen:

$$\mathbf{v}^{Div} = \frac{\Delta\theta \mathbf{e}_\theta + \Delta\psi \cos(\theta_B(\mathbf{h})) \mathbf{e}_\psi}{\lambda} \quad \text{mit } \mathbf{e}_\psi \parallel \mathbf{k}_0^{La} \times \mathbf{h}; \quad \mathbf{e}_\theta \parallel \mathbf{e}_\psi \times \mathbf{k}_0^{La}. \quad (19)$$

Faßt man \mathbf{v}^{Div} mit der in Gleichung (17) eingeführten Änderung der Wellenvektoren beim Eintritt in den Kristall \mathbf{v}^* zu einer gemeinsamen Korrektur $\mathbf{v} = \mathbf{v}^{Div} + \mathbf{v}^*$ zusammen, so gehen

$$\text{die Grundgleichungen (14) in } \left(2\mathbf{k}_n^{La} \cdot \mathbf{v} + \mathbf{v}^2\right) \frac{1 - \chi_0}{k^2} \mathbf{D}_n = \sum_m^N \chi_{n-m} \cdot \mathbf{D}_{m[n]} \quad \text{über.} \quad (20)$$

Für geometrische Anordnungen außerhalb extremer Beugungsgeometrien, in denen keine Wellen im Bereich der Totalreflexion ($\mathbf{v}^* \rightarrow \perp \mathbf{k}_0$) oder mit großen Beugungswinkeln nahe 90° ($\mathbf{v}^* \rightarrow \text{imaginär}$) auftreten, kann die Theorie weiter vereinfacht werden. In diesem Fall, der allgemein als Tangentennäherung bezeichnet wird, kann \mathbf{v}^2 gegenüber $\mathbf{v} \cdot \mathbf{k}$ vernachlässigt werden. Dadurch wird die Zahl der Lösungen der Grundgleichung auf die Hälfte reduziert; die Auswertung der Anregungspunkte auf der Dispersionsfläche wird auf $2N$ Punkte in der Umgebung des Lorentz-Punktes beschränkt. Im Modellbild der Dispersionsfläche bedeutet dies, daß der Einfalls- und Reflexionskreis durch seine Tangenten im Laue- bzw. Lorentz-Punkt ersetzt wird. Die Tangentennäherung ist gleichbedeutend mit der Linearisierung des

$$\text{Anregungsfehlers aus Gl. (15) über } R(\mathbf{h}_n)^{-1} \approx 2 \frac{K - |\mathbf{K}_n|}{K}. \quad (21)$$

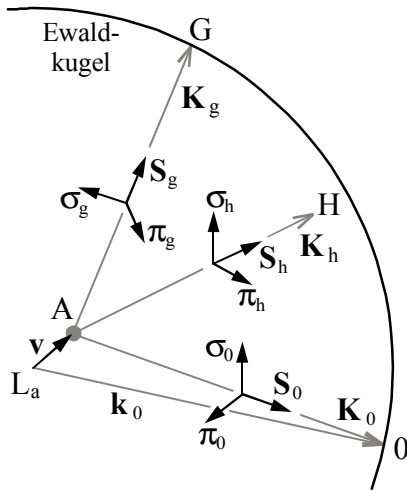


Abb. 2 Lage der Vektoren im Drei-Strahlfall mit $\mathbf{n} \in \{0, h, g\}$

Der Fall der Beugung unter extremen Geometrien im Mehrstrahlfall wurde theoretisch und experimentell von Schwegle (1993) untersucht.

Zur weiteren Betrachtung in Tangentennäherung (entsprechend den Überlegungen von Hümmer & Billy 1982), ist es notwendig, alle Vektoren in ihre Komponenten zu zerlegen. Dazu wird ein orthonormales Koordinatensystem (x^*, y^*, z^*) eingeführt, wobei z^* parallel zur Normalen der Kristalloberfläche \mathbf{n} gewählt wird ($\mathbf{e}_{z^*} = \mathbf{n}$). Da \mathbf{v}^* parallel zu \mathbf{n} ist, sind die x^* - und y^* -Komponenten von \mathbf{v} nur von der Abweichung in der Richtung des einfallenden Strahls abhängig und es gilt: $v_{x^*/y^*} = v^{Div} \cdot \mathbf{e}_{x^*/y^*}$.

Die Zerlegung der Amplituden \mathbf{D}_n der elektromagnetischen Welle in ihre Komponenten erfolgt entsprechend der Polarisation:

$$\mathbf{D}_n = D_n^\sigma \boldsymbol{\sigma}_n + D_n^\pi \boldsymbol{\pi}_n \quad (22)$$

Im Zweistrahlfall unterscheidet man zwischen der π -Polarisation, einer Polarisation in der Beugungsebene, aufgespannt durch \mathbf{k}_0 und \mathbf{k}_h , und der σ -Polarisation, einer Polarisation senkrecht zu dieser Ebene. In Analogie dazu wird im allgemeinen Mehrstrahlfall $\boldsymbol{\pi}_n$ als Einheitsvektor in der Beugungsebene von 0- und h-Strahl liegend gewählt und $\boldsymbol{\sigma}_n$ steht senkrecht darauf, d.h., es ist $\boldsymbol{\sigma}_n \parallel \mathbf{k}_n \times \mathbf{h}$ und $\boldsymbol{\pi}_n \parallel \mathbf{k}_n \times \boldsymbol{\sigma}_n$.

Die Verbindung der Komponentenzersetzung (22) mit der Tangentennäherung der Grundgleichungen (20) ergibt nach Multiplikation mit $\boldsymbol{\pi}_n$ bzw. $\boldsymbol{\sigma}_n$ ein Gleichungssystem von jeweils N Gleichungen für D^σ und D^π :

$$\begin{aligned} -\frac{k_n^{x^*} v^{x^*} + k_n^{y^*} v^{y^*}}{k_n^{z^*}} D_n^\sigma + \frac{k^2}{2[1-\chi_0]k_n^{z^*}} \sum_m \chi_{n-m} \cdot (D_m^\sigma \boldsymbol{\sigma}_m \cdot \boldsymbol{\sigma}_n + D_m^\pi \boldsymbol{\pi}_m \cdot \boldsymbol{\sigma}_n) &= v^{z^*} D_n^\sigma \\ -\frac{k_n^{x^*} v^{x^*} + k_n^{y^*} v^{y^*}}{k_n^{z^*}} D_n^\pi + \frac{k^2}{2[1-\chi_0]k_n^{z^*}} \sum_m \chi_{n-m} \cdot (D_m^\sigma \boldsymbol{\sigma}_m \cdot \boldsymbol{\pi}_n + D_m^\pi \boldsymbol{\pi}_m \cdot \boldsymbol{\pi}_n) &= v^{z^*} D_n^\pi \quad (23) \\ \mathbf{S} \cdot \mathbf{Y} &= v^{z^*} \cdot \mathbf{Y} \end{aligned}$$

Die letzte Zeile ist eine Eigenwertgleichung für $\mathbf{Y} = [D_0^\sigma, D_0^\pi, D_h^\sigma, D_h^\pi, \dots, D_N^\sigma, D_N^\pi]$. Als Lösung ergeben sich $2N$ Eigenwerte $v_{z^*}(j)$ mit $j \in \{1 \dots 2N\}$ und die zugehörigen Eigenvektoren $\mathbf{Y}(j)$. Die Realteile der Eigenwerte beschreiben dabei direkt die Anregungspunkte auf der Dispersionsfläche und über die Imaginärteile wird der Absorption Rechnung getragen. Im weiteren möchte ich mich auf die Beugung von monochromatischen Planwellen an einer planparallelen Platte beschränken.

2.2.3 Beugungsgeometrie und Randbedingungen

Zur Beschreibung der Beugungsgeometrie wird die Größe $\gamma_n = \mathbf{e}_{\mathbf{k}_n} \cdot \mathbf{n}$ verwendet. Je nach Richtung der gebeugten Welle relativ zur Lage der Oberflächennormale \mathbf{n} lassen sich für eine Kristallplatte zwei Fälle unterscheiden:

- Laue Fall: $\gamma_n > 0$, die gebeugte Welle tritt an der Kristallrückseite aus (Transmission). Bei der Tangentennäherung bleibt neben dem spiegelnd reflektierten Strahl der reflektierend gebeugte unberücksichtigt (vgl. Abb. 3 b).

- Bragg Fall: $\gamma_n < 0$, die gebeugte Welle tritt an der Eintrittsfläche aus (Reflexion). Bei der Tangentennäherung bleibt neben dem spiegelnd reflektierten Strahl der in Transmission gebeugte unberücksichtigt. Fällt die Oberflächennormale in den Interferenztotalreflexionsbereich, können die Anregungspunkte auf den Dispersionsschalen imaginär sein (vgl. Abb. 3 a).

Für den einfallenden Primärstrahl \mathbf{k}_0 gilt stets $\gamma_0 > 0$. Bei Anordnung des Kristalls symmetrisch zum Strahlverlauf ist: $|\gamma_n| = \gamma_0 = \cos(\theta_B)$.

Die Normierung der Feldamplituden in den Eigenvektoren \mathbf{Y} erfolgt über die Randbedingungen. Unter den Voraussetzungen der Tangentennäherung kann man von einem stetigen Übergang der Amplitude von innerhalb des Kristalls nach außerhalb ausgehen (- streng genommen gilt dies nur für die Komponenten von \mathbf{E} parallel zur Kristalloberfläche sowie von \mathbf{D} senkrecht zur Oberfläche). Die Bedingungen an den Grenzflächen lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- | | | |
|---------------|--|--|
| Primärstrahl: | Die Amplitude der einfallenden Welle an der Eintrittsfläche im Kristall entspricht der Amplitude des Primärstrahls | $\sum_j D_0^{\sigma j} = d_0^{\sigma j}$ (Primärstrahl) |
| Laue Fall: | Die Amplitude der gebeugten Welle an der Eintrittsfläche ist 0 | $\sum_j D_n^{\sigma j} = 0$; mit $n \in \{h, g, \dots, N\}$ |
| Bragg Fall: | Die Amplitude der gebeugten Welle an der Austrittsfläche ist 0 | $\sum_j D_n^{\sigma j} \cdot e^{-2\pi i t (\mathbf{n} \cdot \mathbf{K}_n(j))} = 0$; mit $n \in \{h, g, \dots, N\}$; t ist die Kristalldicke. |

Die Anwendung dieser Regeln führt auf ein lineares Gleichungssystem für die Normierung der $\mathbf{Y}(j)$. Aus den Amplituden dieser Partialwellen erhält man durch die Interferenz dieser

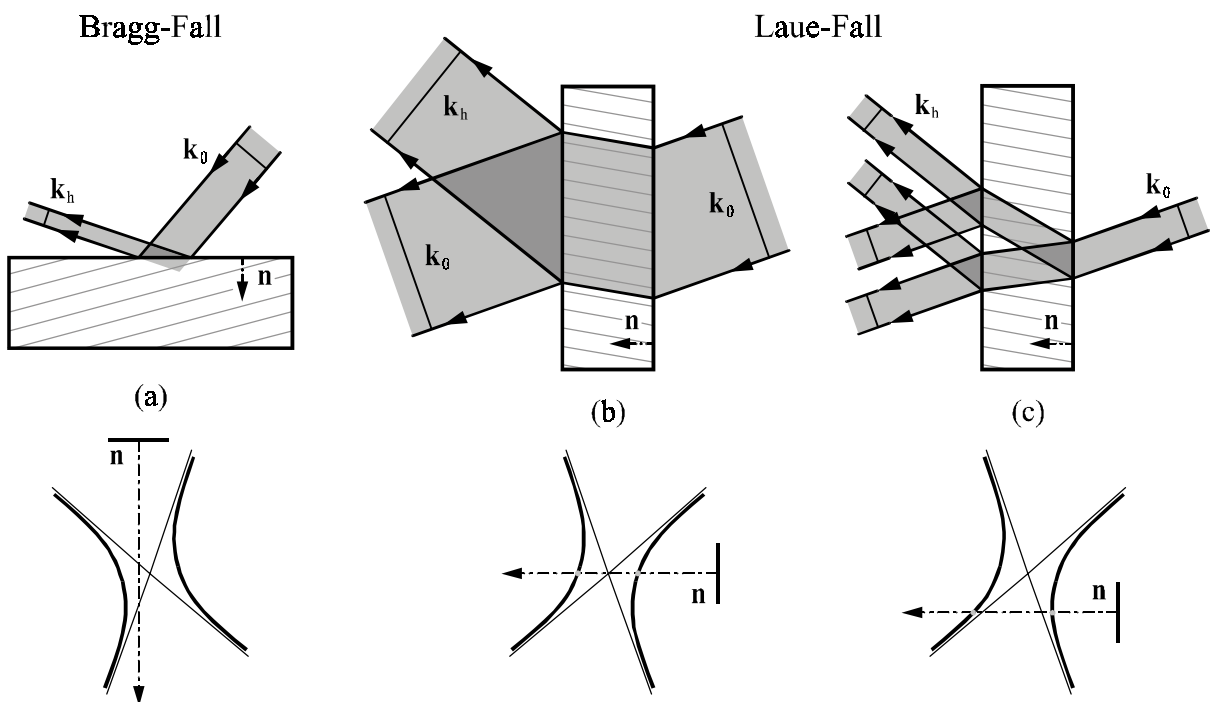


Abb. 3 Strahlengang im Bragg- und Laue-Fall (oben) sowie die relative Lage der Oberflächennormalen und der Dispersionsschalen (unten).

Wellen bei der Entkopplung der Wellenfelder an der Eintritts- bzw. Austrittsfläche die gebeugte Gesamtintensität:

$$I_n \propto \frac{1}{2} \left| \sum_j D_n^\sigma(j) e^{-2\pi i \mathbf{K}_n(j) \cdot \mathbf{r}} \right|^2 + \frac{1}{2} \left| \sum_j D_n^\pi(j) e^{-2\pi i \mathbf{K}_n(j) \cdot \mathbf{r}} \right|^2 \quad (24)$$

mit $\mathbf{K}_n(j) = \mathbf{k}_0^{La} + \mathbf{h}_n + v_{x^*} \mathbf{e}_{x^*} + v_{y^*} \mathbf{e}_{y^*} + v_{z^*}(j) \mathbf{e}_{z^*}$.

Im Experiment gemessen wird jedoch im allgemeinen nicht die Intensität direkt, sondern die gebeugte Energie durch Integration über den Strahlquerschnitt. Die Reflektivitäten als Quotient aus der in den Reflex n gebeugten zur einfallenden Energie berechnen sich nach:

$$R_n = \frac{|\gamma_n|}{\gamma_0} \frac{I_n(\text{Austrittsfläche})}{I_0(\text{Primärstrahl})} . \quad (25)$$

Der Asymmetriefaktor γ_n/γ_0 beschreibt darin das Verhältnis der Strahlquerschnitte vom einfallenden zum reflektierten Strahl.

Gleichung (24) ist im Laue-Fall nur für ein im Vergleich zur Kristalldicke breites Strahlenbündel gültig. Bei einem schmalen einfallenden Strahl von Planwellen mit einer von der geometrischen Braggbedingung abweichenden Richtung kommt es zum Auseinanderlaufen der Wellenfelder im Kristall, wie in Abb. 3 c schematisch dargestellt ist. In diesem Fall erfolgt beim Strahlaustritt keine Überlagerung der Amplituden mehr, so daß die Bildung des Betragsquadrats und die Summation in Gleichung (24) jeweils miteinander vertauscht werden müssen. Experimentell konnte dies von Authier (1960) nachgewiesen werden.

2.3 Zweistrahlfall

Im Zweistrahlfall hat, wie im vorangegangenen Abschnitt bereits dargelegt wurde, neben dem Nullpunkt nur ein weiterer reziproker Gitterpunkt H wesentlichen Einfluß auf das Beugungsgeschehen. Da in diesem Fall alle beteiligten Wellenvektoren \mathbf{k}_0 und \mathbf{k}_h in einer gemeinsamen Ebene liegen, ist eine vollständige Auftrennung der Polarisation der Wellen entsprechend Gleichung (22) in Komponenten senkrecht ($\boldsymbol{\sigma}$) und parallel ($\boldsymbol{\pi}$) zu dieser Beugungsebene möglich. Alle gemischten Terme $\boldsymbol{\sigma}_n \cdot \boldsymbol{\pi}_m$ verschwinden. Dann reduziert sich das System der Grundgleichungen (15) für $m, n \in \{0, h\}$ auf:

$$\begin{aligned} R_{\pi/\sigma}^{-1}(\mathbf{0}) \cdot D^{\pi/\sigma}(\mathbf{0}) &= -\alpha^{\pi/\sigma} \chi_{\bar{h}} \cdot D^{\pi/\sigma}(\mathbf{h}) \\ R_{\pi/\sigma}^{-1}(\mathbf{h}) \cdot D^{\pi/\sigma}(\mathbf{h}) &= -\alpha^{\pi/\sigma} \chi_h \cdot D^{\pi/\sigma}(\mathbf{0}) \end{aligned} \quad (26)$$

Jede der Gleichungen gilt für beide Polarisationsrichtungen.

Für die σ -Polarisation ist: $\alpha^\sigma = \alpha_{0,h}^\sigma = \boldsymbol{\sigma}_0 \cdot \boldsymbol{\sigma}_h = 1$

und für die π -Polarisation: $\alpha^\pi = \alpha_{0,h}^\pi = \boldsymbol{\pi}_0 \cdot \boldsymbol{\pi}_h = \cos 2\theta_B < \alpha^\sigma$.

Äquivalent zu dem System (26) sind die folgenden Sekulärgleichungen:

$$R_{\pi/\sigma}^{-1}(\mathbf{0})^{-1} R_{\pi/\sigma}^{-1}(\mathbf{h})^{-1} = \alpha_{0,h}^{\pi/\sigma 2} \chi_h \chi_{\bar{h}} \quad (27)$$

$$\frac{D^{\pi/\sigma}(\mathbf{h})}{D^{\pi/\sigma}(\mathbf{0})} = -\alpha_{0,h}^{\pi/\sigma} R_{\pi/\sigma}(\mathbf{h}) \chi_h = R_{\pi/\sigma}(\mathbf{h}) \Gamma \alpha_{0,h}^{\pi/\sigma} F(\mathbf{h}) . \quad (28)$$

Gleichung (27) ist die Gleichung einer Hyperbel mit den Asymptoten T_0 und T_h senkrecht zur Richtung des einfallenden bzw. reflektierten Strahls. Diese Hyperbel beschreibt den Ort der Fußpunkte aller erlaubten Wellenvektoren und damit die Dispersionsfläche. Ihre beiden Äste bilden die Dispersionschalen I und II. In dieser Arbeit erfolgt die Numerierung je nach Lage

zum Lorentz-Punkt, entsprechend der Festlegung in Abb. 1.

Für die beiden Schalen besitzen die Anregungsfehler jeweils unterschiedliche Vorzeichen. Nach dem Amplitudenverhältnis (28) ist damit das Vorzeichen von $D^{\pi|\sigma}(\mathbf{h})$ auf beiden Schalen verschieden, was einem Phasensprung um 180° durch die Entartung im Lorentz-Punkt entspricht. Diese Ableitung gilt für jede der zwei Polarisationskomponenten, insgesamt erhält man so die vier Schalen der Dispersionsfläche.

2.3.1 Reflexionskurven

Welche Punkte auf der Dispersionsfläche jedoch letztendlich angeregt werden, wird erst durch die Beugungsgeometrie bestimmt. Beschränkt man die Betrachtung zunächst auf eine Polarisationskomponente und den Laue-Fall, dann regt eine ausgedehnte ebene Welle durch die Stetigkeit der Tangentialkomponente ihres Wellenvektors \mathbf{k}_0 an der Kristalloberfläche zwei Punkte A_I und A_{II} auf verschiedenen Ästen der Dispersionsfläche an (vgl. Abb. 1 und Abb. 4). Im Kristall breiten sich dann Wellen mit geringfügig unterschiedlichen K-Vektoren aus, bei deren Überlagerung eine Schwebung entsteht. Dieser Effekt wird auch als Pendellösung gleicher Dicke bezeichnet, denn mit zunehmender Dicke pendelt die Intensität zwischen den Wellenfeldern von $D(\mathbf{0})$ und $D(\mathbf{h})$ hin und her.

Der Unterschied in den Wellenvektoren $\Delta\mathbf{K}$ entspricht gerade der Aufspaltung der Dispersionsfläche in Richtung der Oberflächennormalen \mathbf{n} für die gewählte Einstrahlrichtung. Den Minimalwert erreicht sie, wenn die Oberflächennormale durch den Lorentz-Punkt verläuft. Dann sind die beiden Anregungspunkte M_I und M_{II} korrespondierend; sie ergeben die gleiche Energiestromrichtung im Kristall. Der Abstand zwischen M_I und M_{II} wird als Extinktionslänge t_{ex} im reellen und Λ_L im reziproken Raum bezeichnet. Aus Gl. (27) folgt:

$$\Lambda_L^{\pi|\sigma} = \frac{1}{t_{ex}^{\pi|\sigma}} = |\overline{M_I M_{II}}| = \left| \frac{k}{2} R_{\pi|\sigma}^{-1}(0) \frac{2}{\gamma_0} \right| = \left| \frac{k}{2} R_{\pi|\sigma}^{-1}(h) \frac{2}{\gamma_h} \right| = \frac{k}{\sqrt{\gamma_0 |\gamma_h|}} |\alpha^{\pi|\sigma}| \sqrt{\chi_h \chi_h^-} \propto \lambda \sqrt{F_h F_h^-}. \quad (29)$$

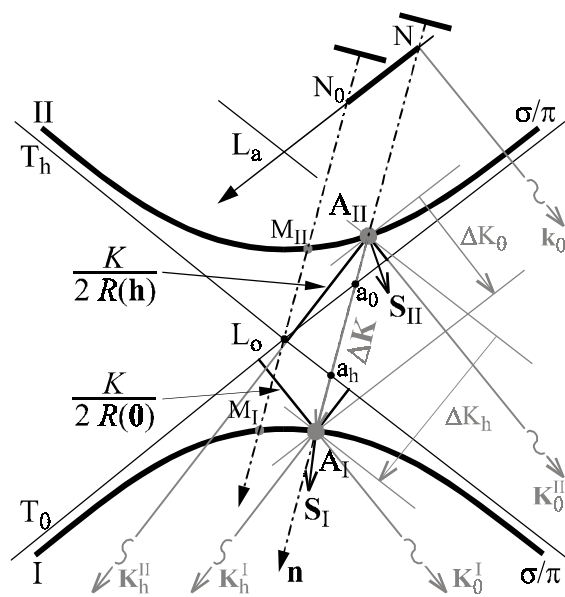


Abb. 4 Ausschnitt aus der Dispersionsfläche, mit den Anregungspunkten A_I und A_{II} bei der Beugung einer ebenen Welle \mathbf{k}_0 in Laue-Geometrie. Zur Vereinfachung ist nur eine Polarisationskomponente gezeichnet.

Die Extinktionslänge ist eine der wichtigsten Größen in der dynamischen Beugungstheorie.

Der Scheitelabstand Λ_0 der Hyperbeln entspricht der Extinktionslänge im symmetrischen Fall, mit $\gamma_0 = |\gamma_h| = \cos(\theta_B)$ folgt:

$$\Lambda_0^{\pi|\sigma} = \frac{\alpha^{\pi|\sigma} \sqrt{\chi_h \chi_h^-}}{\lambda \cos(\theta_B)} = \frac{\alpha^{\pi|\sigma} \Gamma \sqrt{F_h F_h^-}}{\lambda \cos(\theta_B)}. \quad (30)$$

Aufgrund des geringeren Polarisationsfaktors von α^π lassen sich die inneren Schalen immer der π -Polarisation zuordnen.

Anhand von Abb. 4 werden im folgenden einige analytische Beziehungen für die Anregungspunkte abgeleitet. Die Abweichung eines einfallenden Strahls zur geometr. Bragg-Position, gegeben durch den Laue-Punkt L_a , beträgt:

$$\Delta\theta = \theta - \theta_B = \frac{|\overrightarrow{L_a N}|}{k}.$$

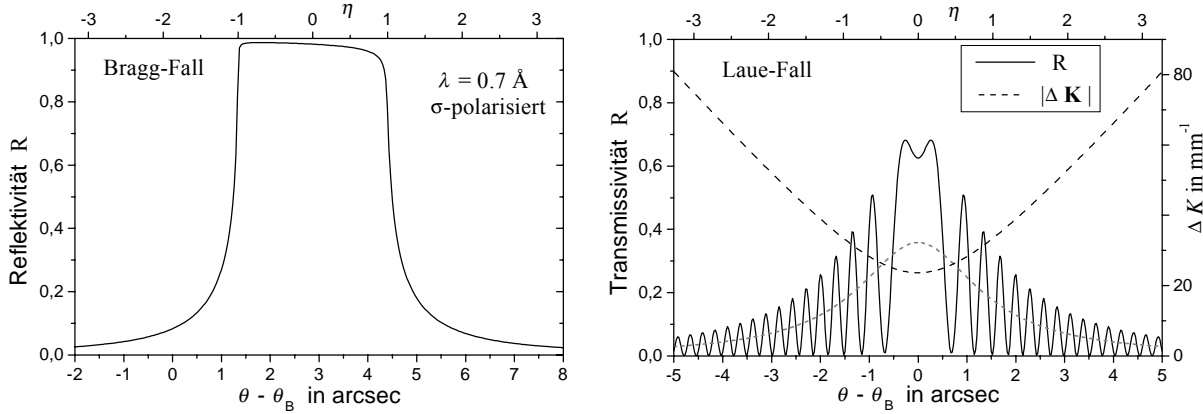


Abb. 5 Reflektivität R_h für eine ausgedehnte ebene Welle in Abhängigkeit von $\Delta\theta$ bzw. η in Bragg- (links) und Laue-Beugungsgeometrie (rechts), dargestellt am Beispiel eines symmetrischen (111)-Reflexes von einem $270\mu\text{m}$ dicken Siliziumkristall bei einer Wellenlänge von 0.7\AA und σ -polarisierter Strahlung. Die Reflektivitäten wurden auf Grundlage des in Abschnitt 2.2 vorgestellten Algorithmus numerisch berechnet.

Die Brechung an der Eintrittsoberfläche bewirkt eine Verschiebung der Mitte des Reflexionsbereiches um $\Delta\theta_0$ relativ zur geometrischen Position:

$$\Delta\theta_0 = \frac{|\vec{L}_a \vec{N}_0|}{k} = \frac{|\chi_0|}{2 \sin 2\theta_B} \left(1 - \frac{\gamma_h}{\gamma_0} \right).$$

Im symmetrischen Laue-Fall $\gamma_0 = \gamma_h$ verschwindet $\Delta\theta_0$, nicht jedoch im Bragg-Fall. In Abb. 5 sind die Reflektivitäten im h-Strahl für eine ebene Welle und den (111)-Reflex von Silizium aufgetragen. Die feinen Oszillationen sind durch die im Experiment auftretende Faltung mit der Divergenz und dem Wellenlängenintervall des Primärstrahls im allgemeinen nicht messbar. Eine normierte Beschreibung der Beugungsgeometrie gelingt durch Verwendung des Abweichungsparameters η nach Zachariasen (1945; S. 126):

$$\eta = \frac{|\vec{N}_0 \vec{N}|}{\Lambda_L |\gamma_h|} \sin 2\theta_B = \frac{k \sin 2\theta_B}{\Lambda_L |\gamma_h|} (\Delta\theta - \Delta\theta_0) = \frac{|\vec{a}_0 \vec{a}_h|}{\Lambda_L} = \frac{k}{2\Lambda_L} \left(\frac{R_{\pi/\sigma}^{-1}(0)}{\gamma_0} - \frac{R_{\pi/\sigma}^{-1}(h)}{\gamma_h} \right). \quad (31)$$

Der Interferenztotalreflexionsbereich, in dem es in Bragg-Geometrie keine reellen Schnittpunkte der Oberflächennormale mit der Dispersionsfläche gibt, entspricht dem Bereich $-1 < \eta < 1$. Auf eine weitergehende Diskussion des Bragg-Falls wird hier verzichtet, da im Dreistrahlfall nur Laue-Fälle experimentell untersucht wurden.

2.3.2 Anomale Absorption

Eine einfallende Welle wird im Vakuum nicht absorbiert, ihr Wellenvektor \mathbf{k}_0 ist reell. Im Kristall beschreibt der Imaginärteil von \mathbf{K}_0 den wirksamen Absorptionskoeffizienten μ für die Amplitude. Berücksichtigt man die effektive Strahlweglänge $\gamma_0^{-1} \cdot t$ für eine Welle mit diesem K-Vektor innerhalb des Kristalls, so gilt: $-2\pi \mathbf{K}_0^{im} = -2\pi \mathbf{v}^{*im} = \mu \gamma_0^{-1} \mathbf{n}$. (32)

Der Imaginärteil ist für alle über die Beugungsbedingung verknüpften \mathbf{K}_n gleich groß, alle Teilwellen eines Wellenfeldes besitzen einen einheitlichen Absorptionskoeffizient. Der Koeffizient ist viel kleiner als der lineare μ_0 für Wellen, deren Anregungspunkt auf der Schale II der Dispersionsfläche liegt, und viel größer für Wellen mit dem Anregungspunkt auf der Schale I. Dieser Effekt wird als anomale Absorption oder Borrmann-Effekt bezeichnet und

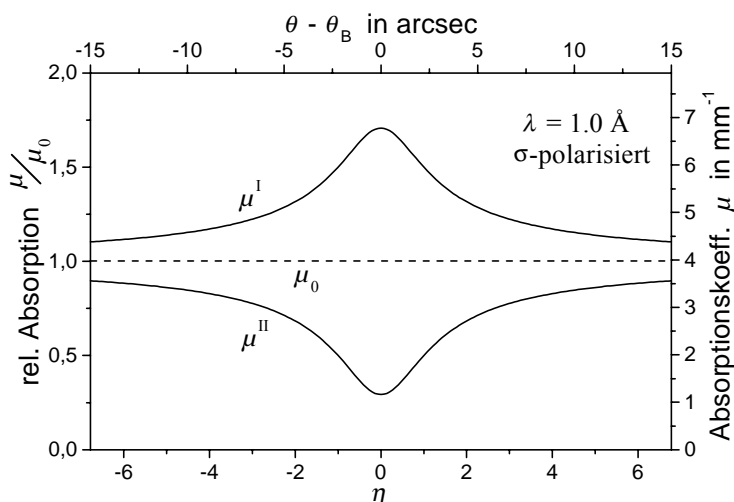


Abb. 6 Darstellung der relativen Absorption μ/μ_0 in Abhängigkeit von η bzw. des Absorptionskoeffizienten $\mu(\Delta\theta)$, berechnet für das Beispiel eines symmetrischen (111)-Reflexes von Silizium bei einer Wellenlänge von 1.0Å und σ -polarisierter Strahlung.

wurde experimentell erstmals von Borrmann 1941 an Quarzkristallen beobachtet (Borrmann, 1941 & 1950). Im Laue-Fall gilt:

$$\mu = -2\pi\gamma_0 K_0^{im} = \gamma_0 \mu_0 \left(\underbrace{\frac{1}{2} \left(\frac{1}{\gamma_0} + \frac{1}{\gamma_h} \right)}_{\text{mittlerer/linearer}} \pm \underbrace{\frac{\eta^{re} \left(\frac{1}{\gamma_0} - \frac{1}{\gamma_h} \right)}{2}}_{\text{strahlwegkorr.}} + \underbrace{\frac{|\alpha^{\pi|\sigma}| \sqrt{\frac{1}{\gamma_0 \gamma_h}} \left| \frac{Im(\chi_h \chi_h^-) \right|}{\chi_0^{im} \sqrt{|\chi_h \chi_h^-|}}}_{\text{anomaler}} \right) \sqrt{1 + \eta^{re2}}. \quad (33)$$

Die Wahl des Vorzeichens vor dem Bruchstrich erfolgt je nach betrachteter Dispersionsschale I (+) bzw. II (-). Im analytischen Ausdruck des Absorptionkoeffizienten können drei Beiträge unterschieden werden. Neben der mittleren linearen Absorption (a) berücksichtigt der asymmetrische Anteil (b) die Länge des Strahlwegs im Kristall und der symmetrische Term (c) ist schließlich für die eigentliche anomale Absorption zuständig.

Die anomal starke bzw. schwache Absorption läßt sich anschaulich deuten, wenn man die Anpassung der Wellenfelder an das Gitter betrachtet. Parallel zu den reflektierenden Netzebenen fallen für das Wellenfeld I bzw. II die Wellenbäuche der Feldstärke mit den periodischen Bereichen hoher bzw. geringer Elektronendichte im Kristall zusammen.

2.3.3 Borrmannfächer - Pendellösungsstreifen

In den Ableitungen der vorangegangenen Abschnitte wurde eine Anregung durch eine einfallende ebene Welle vorausgesetzt. Das ist jedoch nur für Synchrotronstrahlung mit sehr kleiner Winkeldivergenz oder bei Einsatz von Kollimatoren wie z.B. bei asymmetrischen Reflexionen der Fall. Im allgemeinen ist im Experiment die Divergenz des Primärstrahls größer als die Breite der Reflexionskurve, die einfallende Welle ist in erster Näherung sphärisch. Denkt man sich den Primärstrahl aus kohärenten ebenen Wellen mit leicht unterschiedlicher Ausbreitungsrichtung oder Wellenlänge zusammengesetzt, werden die Dispersionsschalen nicht nur in einem Punkt, sondern über einen größeren Bereich hinweg kohärent angeregt (im Fall von partieller Inkohärenz s. Aristov *et. al.*, 1982). Durch die starke Krümmung der Schalen in der Umgebung des Lorentz-Punktes hängt die Ausbreitungsrichtung der Wellen im Kristall stark von der Richtung des Primärstrahls ab. Bei Anregung

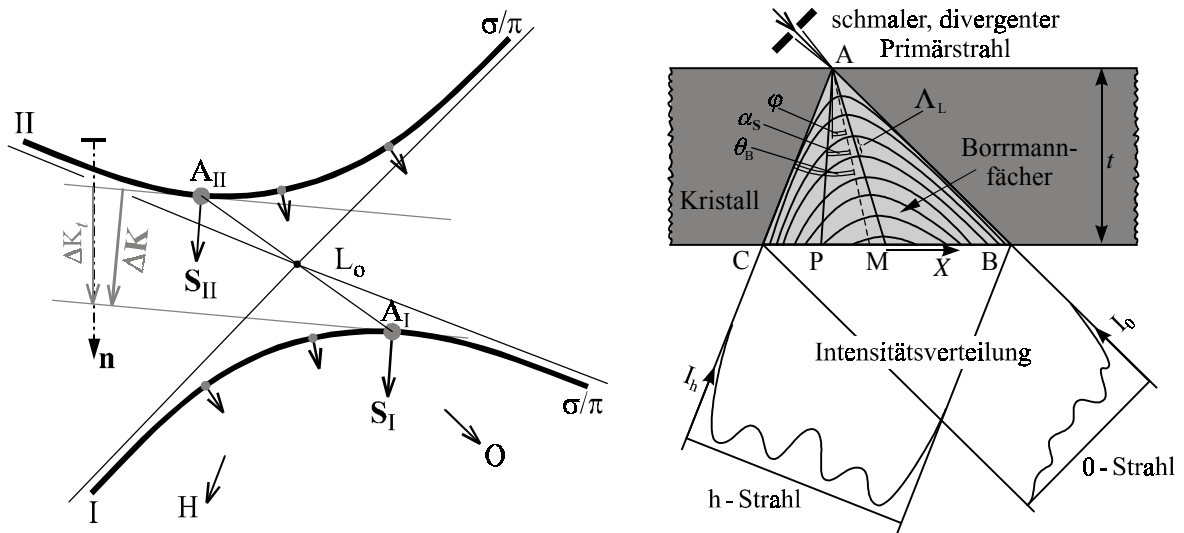
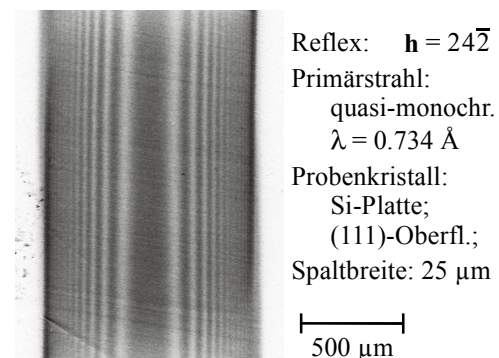


Abb. 7 Schematische Darstellung des Strahlverlaufs bei Anregung des Borrmannfächers mit einer eng begrenzten sphärischen Welle (rechts oben) und der zugehörigen Konstruktion in reziproken Raum (links). Der Übersichtlichkeit halber ist die Darstellung auf eine Polarisationskomponente reduziert. Unten rechts ist die Topographie des h -Strahls von einer perfekten schwach absorbierenden Kristallplatte mit den Katoschen Pendellösungsstreifen abgebildet.



der gesamten Dispersionsfläche mit einem lateral reduzierten Strahlenbündel im Laue-Fall ist die Ausbreitung auf das durch die Vektoren \mathbf{k}_0 und \mathbf{k}_h aufgespannte Dreieck ABC begrenzt (vgl. Abb. 7). Ausgehend vom Anregungspunkt A auf der Eintrittsfläche laufen in jede Richtung AP innerhalb des Dreiecks zwei sich überlagernde Wellen je Polarisationskomponente, die zu korrespondierenden Anregungspunkten mit gleicher Energiestromrichtung $\mathbf{S} \parallel AP$ auf der Dispersionsfläche gehören. Da die beiden Anregungspunkte auf unterschiedlichen Ästen der Dispersionsfläche liegen, tritt zwischen ihnen eine Wellenzahl-differenz $\Delta\mathbf{K}$ auf, die dem Abstand der Punkte im reziproken Raum parallel zur Ausbreitungsrichtung \mathbf{S} entspricht. Die Interferenz der Wellen erzeugt im Kristall den sogenannten Borrmannfächer (Borrmann *et al.*, 1955). Zusätzlich ist bei der Berechnung die unterschiedliche Strahlweglänge im Kristall zu berücksichtigen, z. B. durch Verwendung der Projektion ΔK_t auf die Oberflächennormale. Die Intensitätsmaxima des Borrmann-Fächers liegen auf Hyperbeln mit der Einfallrichtung AB und Reflexionsrichtung AC als Asymptoten. Der Scheitelabstand zwischen ihnen entspricht der Extinktionslänge, die deshalb auch als Pendellösungslänge bezeichnet wird. Denkt man sich die Darstellung in Abb. 7 senkrecht zur Zeichenebene fortgesetzt, ergibt sich als Schnitt an der Austrittsfläche im Fall einer planparallelen Kristallplatte ein System paralleler Streifen - die Katoschen Pendellösungsstreifen. Der Abstand der Streifen und ihre Intensität liefert wichtige Informationen über die Form der Dispersionsfläche.

Zur analytischen Beschreibung der Intensitätsmodulation wird der relative Abstand X eines betrachteten Punktes P auf der Austrittsfläche zur Mitte M des Borrmannfächers eingeführt. Gibt $\alpha_s(X)$ den Winkel zwischen der Ausbreitungsrichtung \mathbf{S} im Kristall und den reflek-

tierenden Netzebenen sowie φ den Winkel zwischen der Normale zur Kristalloberfläche und den Netzebenen an, so gilt:

$$X = \frac{|\overline{PM}|}{|\overline{BM}|} = \frac{2\gamma_0\gamma_h \tan(\alpha_s + \varphi)}{\sin 2\theta_B} + X_0 = \frac{\eta}{\sqrt{1+\eta^2}} \quad \text{und} \quad |\overline{BM}| = \frac{1}{2} |\overline{BC}| = \frac{t \sin 2\theta_B}{2\gamma_0\gamma_h}. \quad (34)$$

Wie bereits dargelegt, bewirkt die starke Krümmung der Dispersionsfläche mit dem Radius $\mathfrak{R}(\alpha_s)$ eine Verstärkung \tilde{A} für die Änderung der Energiestromrichtung im Kristall $d\alpha_s$ im Verhältnis zu der Winkeländerung des Primärstrahls $d\theta$:

$$\tilde{A} = \frac{d\alpha_s}{d\theta} = \frac{\cos\theta_B}{\cos\alpha_s} \frac{k}{\mathfrak{R}}; \quad \alpha_s \in \{-\theta_B \dots \theta_B\}. \quad (35)$$

Unter Verwendung von Gleichung (31) und (34) folgt dann für die Winkelverstärkung in Abhängigkeit vom Abweichungsparameter η :

$$\tilde{A} = \frac{d\alpha_s}{d\theta} = \frac{d\alpha_s}{dX} \frac{dX}{d\eta} \frac{d\eta}{d\theta} = \frac{\sin 2\theta_B \cos^2(\alpha_s + \varphi)}{2\gamma_0\gamma_h} \frac{1}{(1+\eta^2)^{3/2}} \frac{k \sin 2\theta_B}{\Lambda_L \gamma_h}. \quad (36)$$

Den Maximalwert erreicht die Verstärkung in der Mitte des Reflexionsbereiches für $\eta = 0$; im symmetrischen Fall ist: $\tilde{A}_{\text{Max}}^{\text{sym}} = 2 \tan\theta_B \sin\theta_B \frac{k}{\Lambda_0}$. Gleichung (36) gilt nicht für große

Beträge des Abweichungsparameters $|\eta|$, da die Krümmung der Ewaldkugel in der Tangenten-näherung, die dieser Gleichung zu Grunde liegt, vernachlässigt wird. Statt dessen folgt in den Randbereichen mit $\alpha_s \rightarrow \pm\theta_B$ und $\mathfrak{R} \approx \pm k$ aus Gleichung (35) ein Wert von $\tilde{A} = \pm 1$ für die Winkelverstärkung.

Die Intensitätsverteilung in den Katoschen Pendellösungsstreifen ist proportional zu \tilde{A}^{-1} . Die geringe Krümmung in den Randbereichen führt hier zu einer Intensitätserhöhung, die allgemein auch als Margineffekt bezeichnet wird.

Andererseits durchlaufen, bedingt durch den konkaven bzw. konvexen Verlauf der Äste I bzw. II der Dispersionsfläche, die auf diesen Schalen angeregten Wellen einen zusätzlichen Fokuspunkt (Kaustik). Dies bewirkt einen Phasensprung bei der Kaustik von $\pm 45^\circ$ je nach Krümmung der Schale (vgl. z.B. Azároff *et al.*, 1974; S. 310 f.). Deshalb ist die beschriebene Konstruktion im reziproken Raum nur für Kristalldicken oberhalb einiger Extinktionslängen und unter Einbeziehung dieser zusätzlichen Phase gültig.

Mit steigender Absorption bzw. Kristalldicke verschwinden die Pendellösungsstreifen, da dann nur noch das anomal schwach absorbierte Wellenfeld von Ast II die Austrittsfläche erreicht und der Interferenzpartner fehlt. Die Wellen in der Mitte des Borrmannfächers parallel zu den beugenden Netzebenen werden am geringsten geschwächt, so daß bei sehr hoher Absorption die transmittierte Intensität sich scheinbar in der Mitte zusammenzieht (vgl. Abb. 8c).

Analytisch ergibt sich für die Intensität am Austrittspunkt P entlang der Strecke BC nach Kato (1961) und Authier (1970):

$$I_0(X) \propto \left| \frac{\alpha^2 \chi_h \chi_{\bar{h}} \gamma_0 \gamma_h}{4\lambda^2 \sin^2 2\theta_B} \exp\left(-\frac{\mu_0 t}{2} \left[\frac{1}{\gamma_0} + \frac{1}{\gamma_h} + X \left(\frac{1}{\gamma_0} - \frac{1}{\gamma_h}\right)\right]\right) \frac{1+X}{1-X} J_1^2\left(\pi \frac{t}{t_{ex}} \sqrt{1-X^2}\right) \right| \quad (37)$$

$$I_h(X) \propto \left| \frac{\alpha^2 \chi_h^2 \gamma_0^2}{4\lambda^2 \sin^2 2\theta_B} \exp\left(-\frac{\mu_0 t}{2} \left[\frac{1}{\gamma_0} + \frac{1}{\gamma_h} + X \left(\frac{1}{\gamma_0} - \frac{1}{\gamma_h}\right)\right]\right) J_0^2\left(\pi \frac{t}{t_{ex}} \sqrt{1-X^2}\right) \right|. \quad (38)$$

Hier bezeichnen J_0 und J_1 die Besselfunktionen erster Gattung und nullter bzw. erster

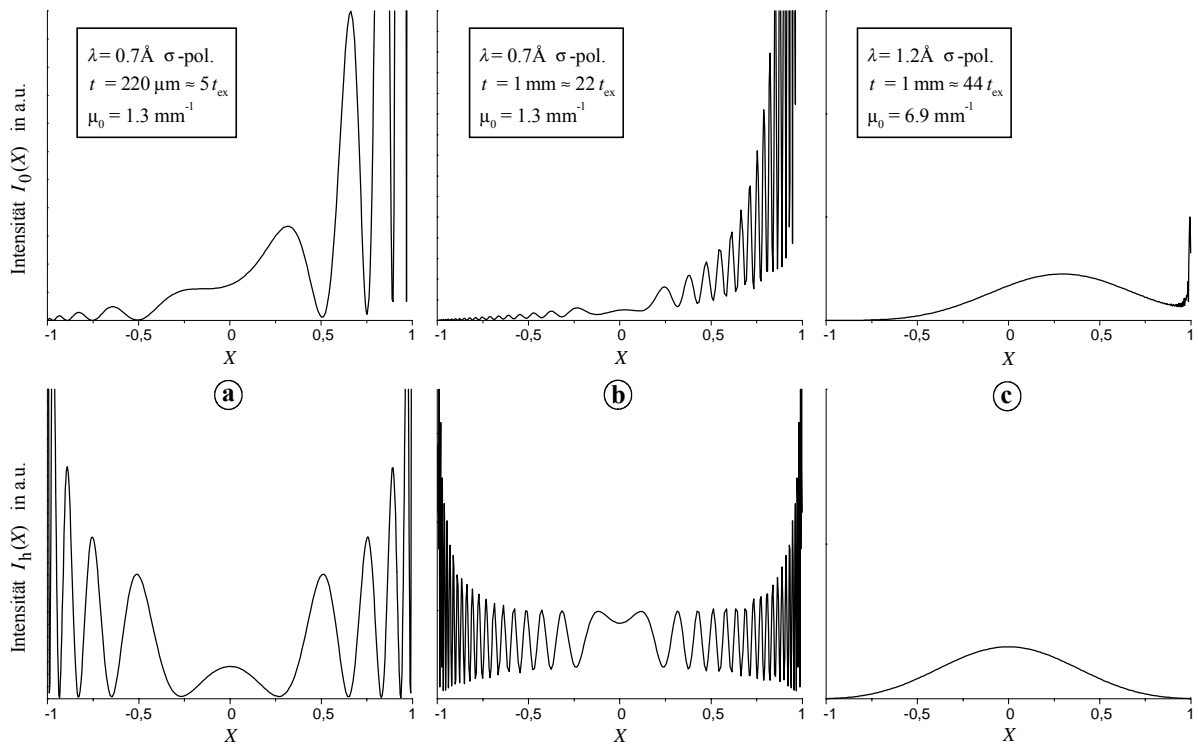


Abb. 8 Berechnete Intensitätsverteilungen $I(X)$ der Katoschen Pendellösungsstreifen nach (37) und (38) bei punktförmiger Anregung im 0-Strahl (oben) und h-Strahl (unten). Dargestellt sind Beispiele für verschiedene Werte der Kristalldicke und Absorption bei der Beugung am symmetrischen (422)-Reflex von Silizium. Die Ordinatenachsen der einzelnen Diagramme wurden unterschiedlich skaliert.

Ordnung. Die Exponentialfunktion beschreibt die lineare Absorption in Abhängigkeit von der Strahlweglänge AP im Kristall der Dicke t . Ersetzt man die Besselfunktionen durch ihre asymptotische Darstellung für $|z| \gg 1$ mit:

$$J_0(z) = \sqrt{\frac{2}{\pi z}} \cos\left(z - \frac{\pi}{4}\right) \text{ und } J_1(z) = \sqrt{\frac{2}{\pi z}} \cos\left(z - \frac{3\pi}{4}\right),$$

entspricht dieses Resultat der obigen Konstruktion im reziproken Raum.

2.4 Dreistrahlfall der Interferenz

Im Dreistrahlfall der Interferenz liegen neben dem Nullpunkt 0 des reziproken Raumes, zwei reziproke Gitterpunkte H und G gleichzeitig auf oder nahe der Ewaldkugel. Dann durchlaufen den Kristall drei starke Wellenfelder mit den Wellenvektoren $\mathbf{K}(0)$, $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ (vgl. Abb. 9(a)). Die Intensitäten der beteiligten Reflexe werden durch Interferenzeffekte zwischen den gestreuten Wellen bestimmt. Zum Beispiel breiten sich die *direkt*, durch die Beugung an den Netzebenen von \mathbf{h} angeregte Welle, und die *Umwegwelle*, die durch aufeinanderfolgende Reflexion an den Netzebenen von \mathbf{g} und $\mathbf{h}-\mathbf{g}$ entsteht, in der gleichen Richtung im Kristall aus. Die in diese Richtung von $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ gebeugte Intensität ist dann eine Überlagerung dieser beiden Wellen.

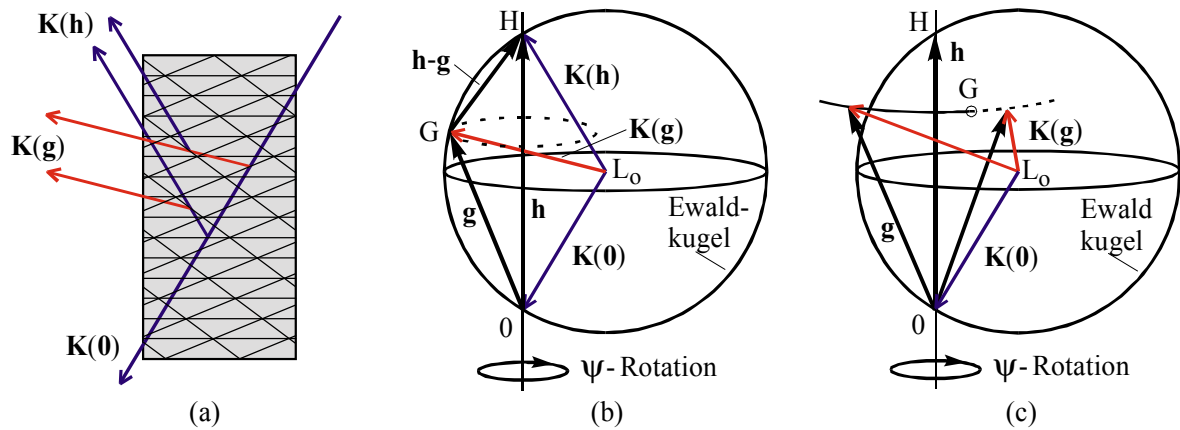


Abb. 9 Schematische Darstellung des Dreistrahlfalls im reellen (a) und im reziproken Raum mit der Ewaldkonstruktion (b) und (c) entsprechend Weckert & Hümmel (1997). Zur Vereinfachung wurde dazu bei (a) und (b) der Fall eine komplanare Geometrie gezeichnet bei der alle angeregten Wellenfelder in einer Ebene liegen.

Für eine systematische Untersuchung des Dreistrahlalles wird im allgemeinen ein ψ -Scan benutzt. Dazu wird zuerst einer der Reflexe in die Beugungsposition gebracht. Dieser Reflex wird im weiteren immer als primär bezeichnet und mit h gekennzeichnet. Durch eine ψ -Rotation genannte Drehung um den reziproken Gittervektor von h ist es dann möglich, den Abstand von G zur Ewaldkugel unabhängig von dem zu H zu verändern und dabei die gebeugte Intensität aufzuzeichnen. Im allgemeinen - nicht komplanaren Fall, wie in Abb. 9(c) gezeigt, durchstößt G bei einem ψ -Scan die Ewaldkugel und läuft bei positiver Scanrichtung^[*] von innerhalb der Kugel nach außerhalb. Der Wert von $\psi = 0$ wird der geometrischen Dreistrahlposition, d. h. einer Anregung vom Dreistrahl-Lauelpunkt aus, zugeordnet. Der Ortsvektor zu diesem Lauelpunkt \mathbf{l}_a im reziproken Raum läßt sich nach Ewald & Heno (1968) direkt aus den beteiligten Gittervektoren berechnen:

$$\mathbf{l}_a = -\mathbf{k}^{La}(\mathbf{0}) = \frac{1}{2(\mathbf{h} \times \mathbf{g})^2} \left[g^2(h^2 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g})\mathbf{h} + h^2(g^2 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g})\mathbf{g} \pm \sqrt{\frac{4(\mathbf{h} \times \mathbf{g})^2}{\lambda^2} - h^2 g^2 (\mathbf{h} - \mathbf{g})^2} \mathbf{h} \times \mathbf{g} \right] \quad (39)$$

wobei $|\mathbf{l}_a| = \frac{1}{\lambda}$ und $|\mathbf{e}_{\mathbf{l}_a} \times \mathbf{e}_h| = \cos(\theta_B)$ gilt.

[*] Diese Festlegung der positiven Scanrichtung in ψ gilt für alle in dieser Arbeit angegebenen Darstellungen.

Je nach dem Vorzeichen des Wurzelausdrucks wird jeweils einer der beiden möglichen Durchstoßpunkte von G durch die Ewaldkugel berücksichtigt.

2.4.1 Effektiver Strukturfaktor

Im Gegensatz zum Zweistrahlfall existiert im Dreistrahlfall durch die Kopplung der beiden Polarisationsrichtungen π und σ keine allgemeine analytische Lösung des Systems der Grundgleichungen (15) mehr. Vernachlässigt man den Einfluß der Polarisationskopplung, setzt also $\sigma_n \cdot \pi_m \approx 0$, vereinfacht sich Gl. (15) zu (vgl. Hümmer & Billy, 1986):

$$D(\mathbf{0}) = R(\mathbf{0}) \Gamma (F(\bar{\mathbf{h}}) \cdot \alpha_{0,h} D(\mathbf{h}) + F(\bar{\mathbf{g}}) \cdot \alpha_{0,g} D(\mathbf{g})) \quad (40a)$$

$$D(\mathbf{h}) = R(\mathbf{h}) \Gamma (F(\mathbf{h}) \cdot \alpha_{h,0} D(\mathbf{0}) + F(\mathbf{h} - \mathbf{g}) \cdot \alpha_{h,g} D(\mathbf{g})) \quad (40b)$$

$$D(\mathbf{g}) = R(\mathbf{g}) \Gamma (F(\mathbf{g}) \cdot \alpha_{g,0} D(\mathbf{0}) + F(\mathbf{g} - \mathbf{h}) \cdot \alpha_{g,h} D(\mathbf{h})) \quad (40c)$$

Dieses Gleichungssystem gilt für jede der beiden Polarisationsrichtungen; die Faktoren $\alpha_{n,m}$ entsprechen dabei jeweils den Skalarprodukten $\sigma_n \cdot \sigma_m$ bzw. $\pi_n \cdot \pi_m$. Durch Einsetzen von Gleichung (40c) in (40b) ergibt sich für das Amplitudenverhältnis zwischen primär gebeugter und transmittierter Welle:

$$\frac{D(\mathbf{h})}{D(\mathbf{0})} = R(\mathbf{h}) \Gamma \frac{\overbrace{\alpha_{h,0} F(\mathbf{h})}^{\text{direkte Welle}} + \overbrace{\Gamma R(\mathbf{g}) \alpha_{0,g} \alpha_{h,g} F(\mathbf{g}) F(\mathbf{h} - \mathbf{g})}^{\text{Umwegwelle}}}{1 - \Gamma^2 R(\mathbf{g}) R(\mathbf{h}) \alpha_{h,g}^2 F(\mathbf{h} - \mathbf{g}) F(\mathbf{g} - \mathbf{h})} \quad (41a)$$

$$= R(\mathbf{h}) \Gamma F_{\text{eff}}(\mathbf{h}) \quad (41b)$$

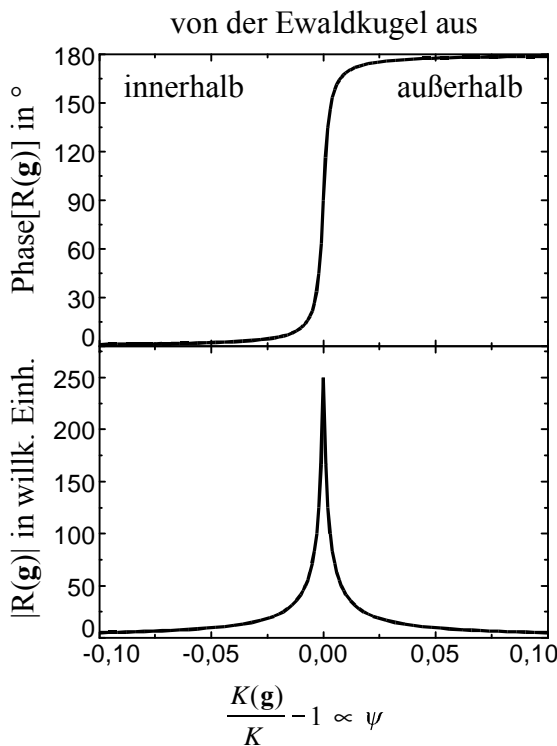


Abb. 10 Typischer Verlauf von Amplitude und Phase des Resonanzterms $R(\mathbf{g})$ in Abhängigkeit von der Entfernung des Anregungspunktes zur Ewaldkugel, beschrieben durch $K(\mathbf{g})$.

Dieses Verhältnis ist äquivalent zu dem entsprechenden Ausdruck in Gleichung (28) für den Zweistrahlfall, wenn der effektive Strukturfaktor $F_{\text{eff}}(\mathbf{h})$ durch den Strukturfaktor beim Zweistrahlfall $\alpha_{0,h} \cdot F(\mathbf{h})$ ersetzt wird. Außerhalb des Bereichs der exakten Dreistrahl-anregung, wenn gilt $D(\mathbf{g}) \ll D(\mathbf{h}), D(\mathbf{0})$, kann Gleichung (41) dann auch als Gleichung eines Zweistrahlfalls mit dem Strukturfaktor $F_{\text{eff}}(\mathbf{h})$ interpretiert werden. Diese Zweistrahl-näherung, bei der der sekundäre Reflex g als Störung betrachtet wird, wird nach Bethe (1928) auch Bethenäherung genannt.

Gleichung (41a) eignet sich gut zur anschaulichen Beschreibung des Interferenzgeschehens im Dreistrahlfall, da sich die beiden Summanden im Zähler unmittelbar den Beiträgen der direkten und der Umwegwelle zur resultierenden Amplitude zuordnen lassen. Bei der Addition ist sowohl der Betrags- als auch der Phasenunterschied zwischen den Summanden zu

berücksichtigen. Abb. 10 zeigt die typische Änderung des Resonanzterms $R(\mathbf{g})$ bei einem ψ -Scan durch den Dreistrahlfall. Wenn der Wellenvektor $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ die Ewaldkugel durchläuft, ändert sich das Vorzeichen von $R(\mathbf{g})$. Für $|\mathbf{K}(\mathbf{g})| < |\mathbf{K}(\mathbf{0})|$ liegt der reziproke Gitterpunkt G innerhalb der Kugel, d. h. es ist $R(\mathbf{g}) > 0$. Befindet sich G genau auf der Ewaldkugel, wird der Betrag des Anregungsfehlers minimal und damit $R(\mathbf{g})$ maximal; die Phasenverschiebung steigt auf 90° . Für $|\mathbf{K}(\mathbf{g})| > |\mathbf{K}(\mathbf{0})|$ ist schließlich $R(\mathbf{g}) < 0$ und die Phase geht auf 180° . Im Gegensatz dazu bleibt die relative Phasendifferenz zwischen den Struktur Faktoren:

$$\Phi_T = \text{Phase}\{F(\mathbf{g}) \cdot F(\mathbf{h}-\mathbf{g})\} - \text{Phase}\{F(\mathbf{h})\}, \quad (42)$$

die sogenannte Tripletphase, beim ψ -Scan unverändert. Die Tripletphase ist eine Strukturinvariante und damit messbare Größe. In zentrosymmetrischen Kristallen wie Silizium ist sie immer Null oder 180° .

Bei großen Betragsunterschieden zwischen den Struktur Faktoren der beteiligten Reflexe kommt zu der Intensitätsänderung, die vom Wert der Tripletphase abhängt, noch ein phasenunabhängiger Intensitätsübertrag vom Reflex mit dem größeren Strukturfaktorbetrag auf den mit dem kleineren hinzu (Umweganregung und Aufhellungseffekte).

Die Messung der Dreistrahlinterferenz-Profile ermöglicht die experimentelle Bestimmung des Wertes der Tripletphase und damit eine direkte Phasenbestimmung (Weckert & Hümmel, 1997).

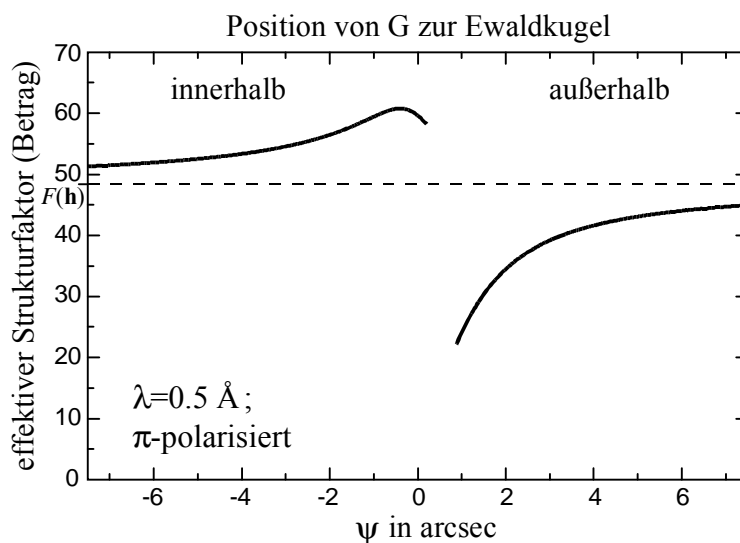


Abb. 11 Berechneter effektiver Strukturfaktor F_{eff} für den \mathbf{h} -Reflex des $[\mathbf{h} = \bar{2}\bar{2}4 / \mathbf{g} = \bar{3}\bar{1}3 / \mathbf{h}-\mathbf{g} = 1\bar{1}1]$ - Dreistrahlfalls eines Siliziumkristalls in Abhängigkeit von ψ in der Umgebung der geometrischen Dreistrahlposition $\psi=0$. Der Primärstrahl ist in der Beugungsebene von \mathbf{h} polarisiert; der Strukturfaktor von \mathbf{h} im Zweistrahlfall beträgt $F(\mathbf{h}) = 48.4$.

Abb. 11 zeigt ein Beispiel für den effektiven Strukturfaktor in Silizium. Der Strukturfaktor wurde dabei nicht direkt über die Bethenäherung (42) berechnet, da auf diese Weise keine Anpassung an die Randbedingungen und die experimentellen Parameter möglich ist. Statt dessen erfolgte eine Berechnung^[*] aus der effektiven Extinktionslänge (s. Gl. (30) und Abb. 12), die durch den Scheitelpunktastand der korrespondierenden Schalen der Dispersionsfläche gegeben ist. Je nach Auswahl der Schalen erhält man einen Wert für

^[*] Zur Berechnung des Verlaufs der Dispersionsflächen in der Umgebung eines Dreistrahlfalls wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Computerprogramm 'dyna' entwickelt. Es beruht auf dem in den Abschnitten 2.2.2 und 2.2.3 abgeleiteten Algorithmus und berücksichtigt die in einem Experiment vorliegende Strahl- und Kristallgeometrie. Daneben ist für jeden Punkt der Dispersionsfläche eine Berechnung der Wellenamplituden und der Energiestromrichtung im Kristall möglich. Dieses Programm ist Ausgangspunkt für alle im weiteren vorgestellten numerischen Simulationen.

jeweils eine Polarisationskomponente; die vollständige Kopplung der Polarisation bleibt auch bei dieser Methode unberücksichtigt.

Für Werte von ψ in der Umgebung von Null ist die Amplitude von $D(\mathbf{g})$ sowie die Änderung in $R(\mathbf{h})$ durch den Einfluß der zweiten Reflexion nicht mehr vernachlässigbar, so daß keine eindeutige Zuordnung eines Strukturfaktors mehr möglich ist. In diesem Bereich bestimmt dann die Umgebung der beiden Scheitelpunktpaare (s. Abb. 12) in der Dispersionsfläche nicht mehr vorwiegend die Intensität für jeweils nur eine der Reflexionen h oder g .

Der erste experimentelle Nachweis des effektiven Strukturfaktors durch Messung der Positionsänderung von Pendellösungsstreifen bei Schichtdickensoszillation an einem Kristallkeil erfolgte von M. Hart & A. R. Lang (1961).

2.4.2 Dispersionsfläche im Dreistrahlfall

Auch im Dreistrahlfall ist die Dispersionsfläche ein entscheidendes Hilfsmittel zur Beschreibung des Beugungsgeschehens. Gegenüber dem Zweistrahlfall spalten die Dispersionsschalen durch Anregung eines weiteren Reflexes im Dreistrahlfall nochmals auf. Abb. 12 zeigt einen Schnitt durch die dreidimensionale Dispersionsfläche am Beispiel von Silizium bei einer Wellenlänge von 0.7 \AA . Die Schnittebene verläuft parallel zu $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{h})$. Sie wurde so gewählt, daß der Lorentz-Punkt des ungestörten Zweistrahlfalls $L_0(\mathbf{h})$ in dieser Ebene einen Abstand zum Dreistrahl-Lorentz-Punkt L_T besitzt, der einer ψ -Rotation von -2.5 arcsec entspricht. Der Dreistrahl-Lorentz-Punkt $L_T(\mathbf{h}, \mathbf{g})$ ist der Schnittpunkt der drei Ausbreitungskugeln der Ewaldkonstruktion mit dem Radius $|\mathbf{K}|$ um die reziproken Gitterpunkte 0 , H und G . Für $\psi = 0$ fallen die beiden Lorentz-Punkte $L_0(\mathbf{h})$ und $L_0(\mathbf{g})$ in diesem Punkt zusammen.

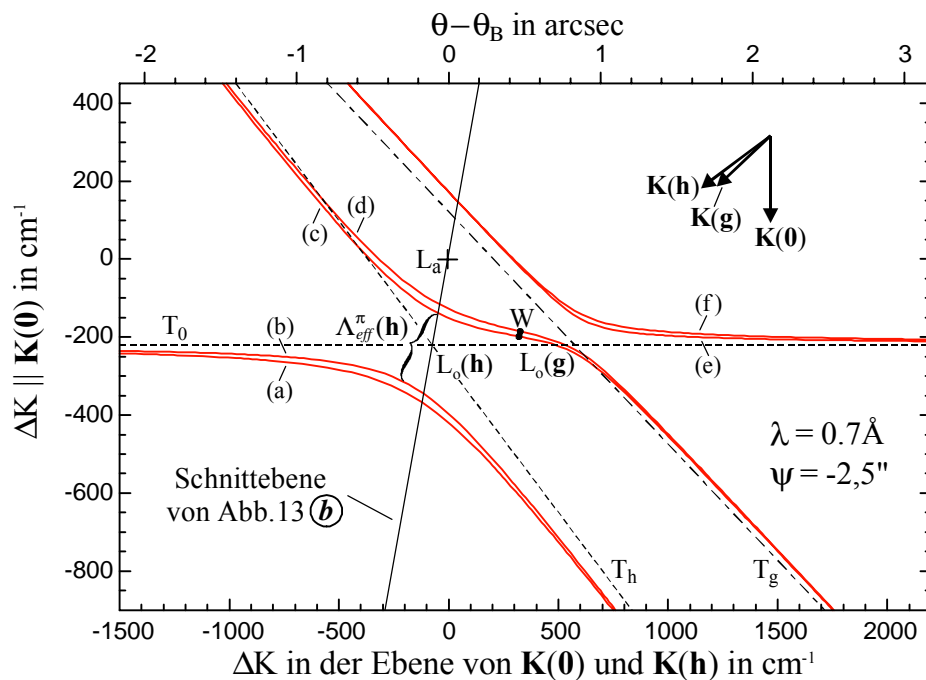


Abb. 12 Schnitt durch den reziproken Raum eines Siliziumkristalls mit den Dispersionschalen in der Umgebung der $[\mathbf{h} = \bar{2}\bar{2}4 / \mathbf{g} = \bar{3}\bar{1}3 / \mathbf{h}\text{-}\mathbf{g} = 1\bar{1}1]$ -Dreistrahlposition. Die gestrichelten Linien sind die Asymptotenlinien der Hyperbelflächen der ungestörten Zweistrahlfälle. Markiert sind auch die Lorentz-Punkte L_0 , die Projektion des Laue-Punktes L_a , die Richtungen von $\mathbf{K}(\mathbf{0})$, $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ und die Projektion von $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ auf die Schnittebene sowie die Lage der Wendepunkte W .

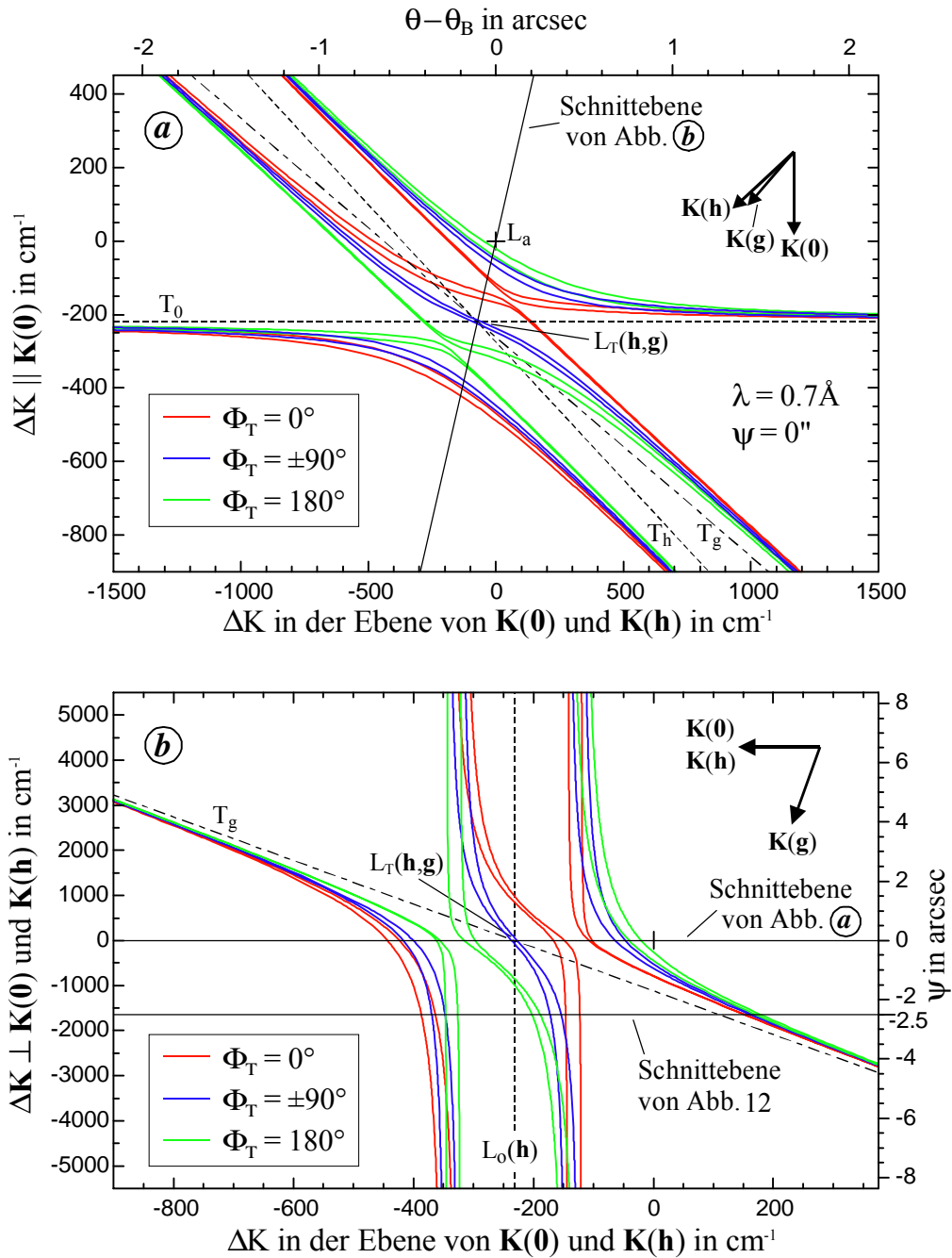


Abb. 13 Zwei zueinander senkrechte Schnitte durch den reziproken Raum eines Siliziumkristalls mit den Dispersionsschalen in der Umgebung der $[\mathbf{h} = \bar{2}\bar{2}4 / \mathbf{g} = \bar{3}\bar{1}3 / \mathbf{h}\text{-}\mathbf{g} = 1\bar{1}1]$ -Dreistrahlposition. In Abb. *a* wird die Schnittebene durch $\mathbf{K}(0)$ und $\mathbf{K}(h)$ für $\psi = 0$ aufgespannt. Der Schnitt von Skizze *b* verläuft entlang der Richtung $\mathbf{K}(0) + \mathbf{K}(h)$ und entspricht einem ψ -Scan um \mathbf{h} . Neben den Kurven für die reale Tripletphase von $\Phi_T = 0^\circ$ (rot) wurden auch die Schalen, die zum hypothetischen Wert von $\Phi_T = \pm 90^\circ$ und 180° gehören, mit eingezeichnet. Die gestrichelte Linie markiert die Lorentz-Punkte $L_o(\mathbf{h})$ vom Zweistrahlfall, die Strich-Punkt-Linie die Asymptote der Dispersionsflächen von \mathbf{g} und $L_T(\mathbf{h}, \mathbf{g})$ den Dreistrahl-Lorentz-Punkt. Die Pfeile geben die Richtung der Projektion von $\mathbf{K}(0)$, $\mathbf{K}(h)$ und $\mathbf{K}(g)$ auf die Schnittebenen an.

Die gestrichelten Linien T_0 , T_h und T_g in Abb. 12 markieren die Asymptoten der Hyperbelflächen der ungestörten Zweistrahlfälle. Die Dispersionsfläche im Dreistrahlfall kann in sechs Schalen unterteilt werden. Durch die Kopplung der Polarisation im nicht-koplanaren Dreistrahlfall können diese aber nicht mehr den Polarisationskomponenten zugeordnet werden. Zwischen den einzelnen Schalen gibt es, wie auch schon im

Zweistrahlfall, keine Schnittpunkte - die Eigenwerte in Gleichung (23) sind nicht entartet. Die Aufhebung der Entartung beim Schnitt von T_h mit T_g führt zu einer Änderung in der Richtung der Asymptoten der Dispersionsschalen gegenüber dem Zweistrahlfall. Bei den beiden mittleren Schalen kommt es zur Ausbildung von Wendepunkten.

Wie Ewald & Heno (1968) rechnerisch gezeigt haben, wird der Einfluß der Tripletphase auf die Form der Dispersionsfläche (unter Vernachlässigung der Absorption) nur von $\cos(\Phi_T)$ bestimmt und hängt damit nicht vom Vorzeichen der Tripletphase ab. Allgemein gilt, daß die Dispersionsflächen für $\Phi_T = 90^\circ + \alpha$ und $\Phi_T = 90^\circ - \alpha$ bezüglich des Dreistrahl-Lorentz-Punktes L_T zueinander zentrosymmetrisch angeordnet sind. Deutlich wird diese Symmetrie der Dispersionsschalen in Abb. 13, in der zwei zueinander senkrechte Schnitte gezeichnet sind. Dabei wurden verschiedene Werte der Tripletphase berücksichtigt. Die Dispersionsflächen für $\Phi_T = \pm 90^\circ$ sind zentrosymmetrisch zu L_T . Dagegen sind die Schalen für $\Phi_T = 0^\circ$ als auch für $\Phi_T = 180^\circ$ selbst asymmetrisch; liegen aber bezüglich L_T zueinander zentrosymmetrisch. Je nach der Beugungsgeometrie der beiden beteiligten Reflexe relativ zur Kristallplatte unterscheidet man im Dreistrahlfall zwischen Laue-Laue, Bragg-Laue und Bragg-Bragg Fällen.

Wie die Dispersionsfläche sind auch die Reflexionskurven im Dreistrahlfall zweidimensional zu betrachten. Zu der Abhängigkeit von einer Winkeländerung in der Beugungsebene θ , wie im Zweistrahlfall, kommt noch die in der dazu senkrechten Richtung ψ hinzu. Eine typische Reflexionskurve ist in Abb. 14 angegeben. Zur Charakterisierung des Dreistahlfalls, wie z.B. bei der Messung der Tripletphase, erfolgt im allgemeinen keine vollständige Aufnahme der Reflexionskurve, sondern nur ein ψ -Scan entlang des Intensitätsmaximums bei festem θ . Bei der Interpretation der Scanprofile ist die Faltung der Reflexionskurve mit der Divergenz und der spektralen Breite des Primärstrahls im Experiment zu berücksichtigen.

Die Amplituden der im Kristall angeregten Wellen sind im Gegensatz zur Dispersionsfläche neben dem Betrag auch vom Vorzeichen der Tripletphase abhängig. Im Laue-Laue Fall ist dieser Einfluß der Tripletphase auf die Amplitude allerdings mit der Phasenverschiebung aus dem Pendellösungseffekt überlagert. Die Phasendifferenz bei der Pendellösung ist direkt an

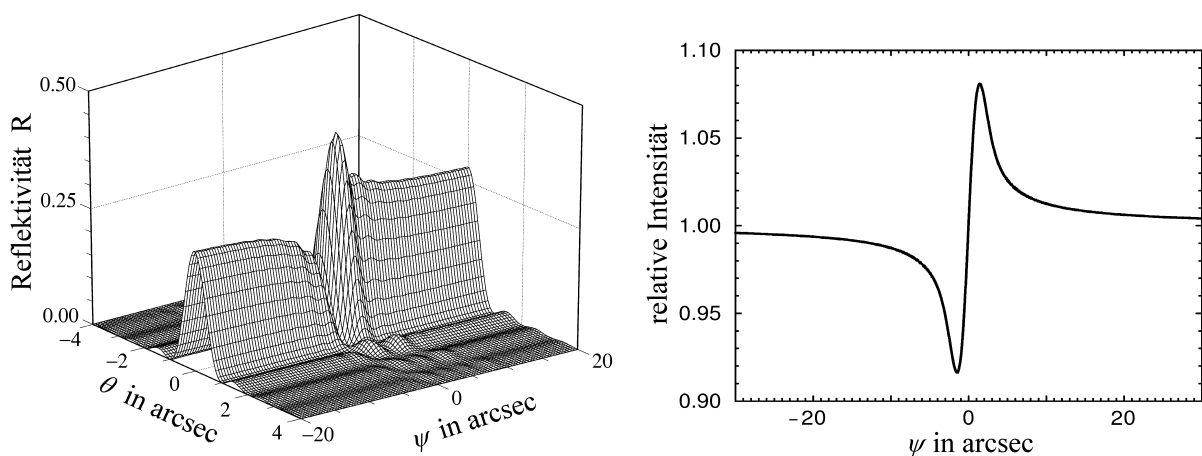


Abb. 14 Berechnete zweidimensionale Dreistrahltransmissivitätskurve R_h (links) und über θ integriertes ψ -Scanprofil (rechts) eines orthorhombischen Kristalls mit $\Phi_T = 180^\circ$ in Laue-Laue-Geometrie. Aufgetragen ist die Umgebung der $[\mathbf{h} = 040 / \mathbf{g} = 042 / \mathbf{h-g} = 00\bar{2}]$ -Dreistrahlposition mit $F(\mathbf{0})=321$, $|F(\mathbf{h})|=15.5$, $|F(\mathbf{g})|=20$, $|F(\mathbf{h-g})|=30$ bei einer Plattendicke: $50\mu\text{m}$ und Wellenlänge: $\lambda=1.54\text{\AA}$ σ -pol. [entnommen aus Weckert (1997)].

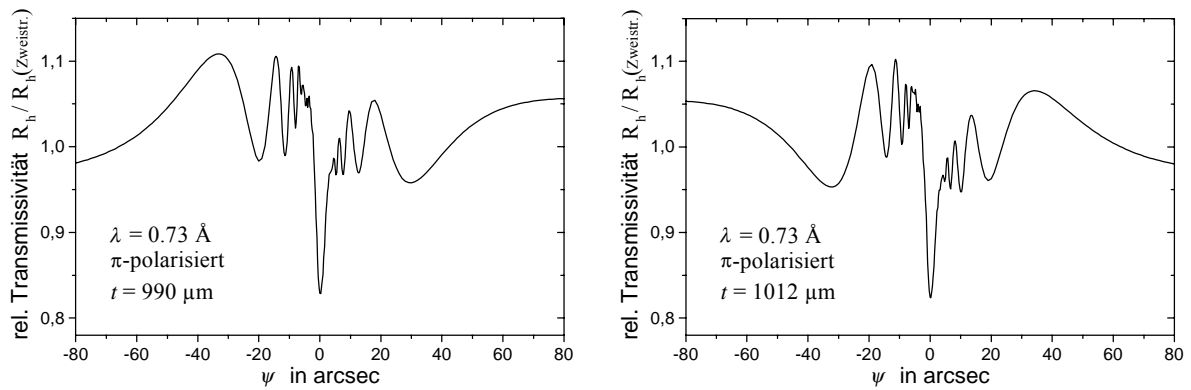


Abb. 15 Simulation von ψ -Scanprofilen in der Umgebung der $[\mathbf{h} = 11\bar{1} / \mathbf{g} = 1\bar{1}1 / \mathbf{h} - \mathbf{g} = 02\bar{2}]$ -Dreistrahlposition nach Integration über θ für zwei verschiedene Dicken t einer Siliziumplatte mit (111)-Oberfläche in Laue-Laue-Geometrie. Das theoretische Profil, dessen Berechnung mit dem Programm dreist (Weckert, 1996) erfolgte, wurde noch mit einer Rechteckfunktion von 1 arcsec gefaltet (Berücksichtigung von Divergenz- und Dispersionseinfluß).

die Form der Dispersionsfläche gekoppelt und nimmt linear mit der Kristalldicke zu. Aus diesem Grund kann in dickeren Kristallen ($t > t_{\text{ex}}$ (effektiv)) eine kleine Verschiebung der Anregungsposition auf der Reflexionskurve zu einer Änderung zwischen konstruktiver und destruktiver Interferenz der beiden Effekte führen. In Verbindung mit der in einem Experiment auftretenden Faltung mit dem Primärstrahl mittelt sich so bei dickeren Kristallen in Transmission-Geometrie der Einfluß des Vorzeichens der Tripletphase auf den Kurvenverlauf im ψ -Scan heraus (vgl. auch Weckert, 1997). Zum anderen bewirkt eine Änderung in der Kristalldicke einen zusätzlichen Phasenschub zwischen den Wellenamplituden, so daß sich die Maxima und Minima im ψ -Scan dadurch gerade vertauschen können. In Abb. 15 ist dieses Verhalten für zwei verschieden dicke Siliziumkristalle verdeutlicht.

Auch im Dreistrahlfall tritt ein zur anomale Absorption im Zweistrahlfall vergleichbares Phänomen auf. Zuerst beobachteten Borrmann und Hartwig 1965, daß die von den (111) und ($\bar{1}11$) Reflexionen in Germanium erzeugten Kossel-Linien bei Weitwinkelaufnahmen in ihrem Schnittpunkt eine erhebliche Intensitätssteigerung durch einen verminderten Absorptionskoeffizienten zeigen. Der Schlüssel zu dieser als Super-Borrmann-Effekt bezeichneten Erscheinung liegt auch hier in der Anpassung der Wellenamplituden an das Kristallgitter. In der Richtung mit minimaler Absorption fallen die Knoten eines Wellenfeldes mit den Atompositionen im Gitter zusammen. (vgl. z.B. Umeno & Hildebrandt, 1975). Ein experimentelles Beispiel dafür findet sich in Abschnitt 5.3 der Arbeit.

2.5 Takagische Gleichungen - gestörter Kristall

In diesem Abschnitt soll ein kurzer Überblick über die Form der Takagischen Gleichungen im Dreistrahlfall gegeben werden. Die Lösung dieses Systems von Differentialgleichungen ermöglicht im Prinzip die vollständige Beschreibung der Beugung an schwach gestörten Kristallen bei beliebigen Anregungsbedingungen.

Für die weiteren Überlegungen wird von der im Abschnitt 2.1 angegebenen Gleichung (12) ausgegangen, die mit $-i$ multipliziert lautet:

$$\mathbf{K}'_n \cdot \vec{\nabla} \circ \mathbf{D}'_n = K'_n \frac{\partial \mathbf{D}'_n}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}'_n}} = i\pi \left[(\mathbf{K}'_n{}^2 - k^2) \mathbf{D}'_n - \mathbf{K}'_n{}^2 \sum_m \chi_{n-m} \mathbf{D}'_{m[n]} \right] \quad (12)$$

$$\text{mit } \mathbf{K}'_n(\mathbf{r}) = \mathbf{K}_n - \vec{\nabla} [\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})] \quad \text{und} \quad \mathbf{D}'(\mathbf{r}, t) = \sum_n \mathbf{D}'_n(\mathbf{r}) e^{2\pi i (v \cdot t - \mathbf{K}'_n(\mathbf{r}) \cdot \mathbf{r})} .$$

Die Ewald-Bloch-Wellen $\mathbf{D}'(\mathbf{r}, t)$ im Kristall sind das Produkt aus zwei Termen. Den Wellen mit der Wellenlänge in Größenordnung der Gitterperiodizität, gegeben durch die Exponentialfunktionen, werden die demgegenüber schwach ortsveränderlichen Amplituden $\mathbf{D}'_n(\mathbf{r})$ aufmoduliert. In diesen Koeffizienten $\mathbf{D}'_n(\mathbf{r})$ schlägt sich neben dem Einfluß von Fehlern im perfekten Kristallbau auch die Interferenz der Wellenfelder im Kristall, wie der Pendelösungseffekt, nieder.

Im System der partiellen Differentialgleichungen (12) ist der Wellenvektor $\mathbf{K}'_0 = \mathbf{K}_0$ eine im Prinzip frei festzulegende Größe. Wählt man statt \mathbf{K}'_0 ein $\mathbf{K}^*_0 = \mathbf{K}'_0 + \Delta \mathbf{K}_0$, so geht die Feldamplitude $\mathbf{D}'_n(\mathbf{r})$ in $\mathbf{D}^*_n(\mathbf{r}) = \mathbf{D}'_n(\mathbf{r}) \exp(2\pi i \Delta \mathbf{K}_0 \cdot \mathbf{r})$ über. Damit aber $\mathbf{D}'_n(\mathbf{r})$ schwach ortsveränderlich bleibt, und so den Näherungen bei der Herleitung der Takagi-Gleichungen genügt, muß der Realteil von \mathbf{K}'_0 in etwa dem Wert des Wellenvektors \mathbf{k}_0 im Außenraum entsprechen. Mit der Auswahl eines anderen K-Vektors ändert sich gleichzeitig auch die Form der Differentialgleichung, und die Stetigkeitsbedingungen für die Tangentialkomponenten sind zusammen mit den Randbedingungen anzupassen.

In einem schwach gestörten Kristall und unter den Bedingungen der Tangentennäherung gilt:

$$\frac{\partial \mathbf{D}'_n}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}'_n}} \cong \frac{\partial \mathbf{D}'_n}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_n}} \quad \text{sowie} \quad \mathbf{D}'_{n[n]} = [\mathbf{D}'_n]_{\perp \mathbf{K}'_n} \cong \mathbf{D}'_n$$

und damit ist:

$$K'_n \frac{\partial \mathbf{D}'_n}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_n}} = i\pi \left[(\mathbf{K}'_n{}^2 (1 - \chi_0) - k^2) \mathbf{D}'_n - \mathbf{K}'_n{}^2 \sum_{m \neq n} \chi_{n-m} \mathbf{D}'_{m[n]} \right] .$$

Mit der Nutzung des Resonanzterms $R'_n(\mathbf{r})$ bzw. des Anregungsfehlers $\beta'_n(\mathbf{r})$ analog zu den Ableitungen in den letzten Abschnitten:

$$-\frac{\mathbf{K}'_n{}^2}{k^2} R'(\mathbf{h}_n)^{-1} = \frac{\mathbf{K}'_n{}^2}{k^2} \left(\frac{\mathbf{K}'_n{}^2 - k^2}{\mathbf{K}'_n{}^2} - \chi_0 \right) = \frac{\mathbf{K}'_n(\mathbf{r})^2 - K^2}{k^2} (1 - \chi_0) = \beta'_n(\mathbf{r}) (1 - \chi_0) ,$$

folgt dann:

$$\frac{\partial \mathbf{D}'_n}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_n}} = i\pi k \left[\beta'_n (1 - \chi_0) \frac{k}{K'_n} \mathbf{D}'_n - \frac{K'_n}{k} \sum_{m \neq n} \chi_{n-m} \mathbf{D}'_{m[n]} \right] .$$

Über den Anregungsfehler fließt das Verzerrungsfeld $\mathbf{u}(\mathbf{r})$ in das Differentialgleichungssystem ein; es gilt:

$$\beta'_n(\mathbf{r}) \cong \beta_n - \frac{2}{k} \frac{\partial}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_n}} [\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})] \quad \text{und} \quad \beta_n = \frac{\mathbf{K}_n^2 - K^2}{k^2} .$$

In diesem Ausdruck spiegelt sich anschaulich die Verschiebung des Anregungspunktes auf der Dispersionsfläche durch eine Kristallverzerrung wider.

Durch die Polarisation der Röntgenstrahlung sind die Wellenamplituden $\mathbf{D}'_n(\mathbf{r})$ in den Differentialgleichungen vektorielle Größen, im Gegensatz zur Elektronenbeugung. Zur Auswertung der Gleichungen ist es nötig, sie in ihre Polarisationskomponenten zu zerlegen:

$$\mathbf{D}'_n(\mathbf{r}) = D'_n{}^\sigma(\mathbf{r}) \boldsymbol{\sigma}_n + D'_n{}^\pi(\mathbf{r}) \boldsymbol{\pi}_n .$$

Damit erhält man die allgemeine Form der Takagischen Gleichungen im Mehrstrahlfall:

$$\frac{\partial D'_n{}^p(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_n}} = i\pi k \left[\beta'_n(\mathbf{r})(1-\chi_0) \frac{k}{K'_n} D'_n{}^p(\mathbf{r}) - \frac{K'_n}{k} \sum_{m \neq n} \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_{n-m} \alpha_{n,m}^{p,s} D'_m{}^s(\mathbf{r}) \right] \quad \forall p \in \{\pi, \sigma\} .$$

mit $\alpha_{n,m}^{p,s} = \underbrace{(\boldsymbol{\pi}_n | \boldsymbol{\sigma}_n)}_{\text{je nach } p} \cdot \underbrace{(\boldsymbol{\pi}_m | \boldsymbol{\sigma}_m)}_{\text{je nach } s}$

Ersetzt man noch die Quotienten $(1-\chi_0) \frac{k}{K'_n}$ und $\frac{K'_n}{k}$ durch 1 und nimmt damit einen Fehler der Ordnung $O(\chi_0)$ für \mathbf{D}'_n in Kauf, vereinfacht sich dieser Ausdruck weiter:

$$\frac{\partial D'_n{}^p(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_n}} = i\pi k \left[\beta'_n(\mathbf{r}) D'_n{}^p(\mathbf{r}) - \sum_{m \neq n} \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_{n-m} \alpha_{n,m}^{p,s} D'_m{}^s(\mathbf{r}) \right] \quad \forall p \in \{\pi, \sigma\} .$$

Diese letzte Vereinfachung ist nur in der Umgebung der exakten Dreistrahlposition mit im Vergleich zu χ_0 großen Werten für die Amplitudenkoeffizienten $\mathbf{D}'_n / \mathbf{D}'_m$ sinnvoll.

2.5.1 Wahl des Wellenvektors \mathbf{K}'_0

Eine gute Übersicht über verschiedene Möglichkeiten bei der Festlegung des Wellenvektors $\mathbf{K}'_0 = \mathbf{K}'_0{}^{re} + i \mathbf{K}'_0{}^{im} = \mathbf{K}_0$ und deren Einfluß auf die Differentialgleichung hat Härtwig (1987) zusammengestellt. Der Ansatz $\mathbf{K}'_0 = \mathbf{k}_0 + \frac{k \chi_0}{2 \gamma_0} \mathbf{n}$ berücksichtigt die Brechung an der Kristalloberfläche und kommt so den physikalisch exakten Bedingungen sehr nahe. Es ist:

- $|\mathbf{K}'_0| = K = (1 + \frac{1}{2} \chi_0) k$
- $\mathbf{K}'_0{}^{im} \parallel \mathbf{n}$; $\mathbf{K}'_0{}^{im}$ ist für alle \mathbf{K}'_n gleich, da \mathbf{h}'_n keinen Imaginärteil besitzt.
- $\beta'_0(\mathbf{r}) = 0$

Für die wichtige Größe des Anregungsfehlers folgt bei dieser Wahl des K-Vektors:

$$\begin{aligned} \beta_n &= \frac{\mathbf{K}_n^2 - K^2}{k^2} = \frac{2 \mathbf{h}_n \cdot \mathbf{K}_0 + \mathbf{h}_n^2}{k^2} \\ &= \frac{2 \mathbf{h}_n \cdot (\mathbf{k}_0 + \frac{1}{2} \mathbf{h}_n)}{k^2} + \chi_0 \left(\frac{\gamma_n}{\gamma_0} - 1 \right) = 2 \frac{\mathbf{h}_n \cdot (\mathbf{k}_0 - \mathbf{k}_0^{La}) + \mathbf{h}_n \cdot \overbrace{(\mathbf{k}_0^{La} + \frac{1}{2} \mathbf{h}_n)}^{=0}}{k^2} + \chi_0 \left(\frac{\gamma_n}{\gamma_0} - 1 \right) \end{aligned}$$

Die Randbedingungen entsprechen den in Abschnitt 2.2.3 aufgeführten Bedingungen.

2.5.2 Dreistrahlfall

Im Dreistrahlfall ergibt sich das folgende System von 6 miteinander gekoppelten vektoriellen Differentialgleichungen:

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial D_0^{\prime p}(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_0}} &= i\pi k \left[\begin{array}{c} - \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_{\bar{h}} \alpha_{0,h}^{p,s} D_h^{\prime s}(\mathbf{r}) - \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_g \alpha_{0,g}^{p,s} D_g^{\prime s}(\mathbf{r}) \end{array} \right] \\
 \frac{\partial D_h^{\prime p}(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_h}} &= i\pi k \left[- \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_h \alpha_{h,0}^{p,s} D_0^{\prime s}(\mathbf{r}) + \beta'_h(\mathbf{r}) D_h^{\prime p}(\mathbf{r}) - \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_{h-g} \alpha_{h,g}^{p,s} D_g^{\prime s}(\mathbf{r}) \right] \cdot \\
 \frac{\partial D_g^{\prime p}(\mathbf{r})}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_g}} &= i\pi k \left[- \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_g \alpha_{g,0}^{p,s} D_0^{\prime s}(\mathbf{r}) - \sum_{s \in \{\pi, \sigma\}} \chi_{g-h} \alpha_{g,h}^{p,s} D_h^{\prime s}(\mathbf{r}) + \beta'_g(\mathbf{r}) D_g^{\prime p}(\mathbf{r}) \right]
 \end{aligned} \quad (43)$$

Bisher ist keine allgemeine numerische Lösung für dieses Gleichungssystem im Mehrstrahlfall bekannt.

Zur Lösung des Systems außerhalb des Interferenztotalreflexionsbereiches für g (d.h. es ist $D_g \ll D_0, D_h$) haben Kohn & Smoilova (1992) eine Zweistrahlnäherung angegeben, bei der zusätzlich die Kopplung zwischen den Polarisationsrichtungen der verschiedenen Wellen vernachlässigt wird.

Die vollständige Integration der Differentialgleichungen für kleine Kristallite findet sich bei Larsen (1997) und Thorkildsen & Larsen (1998).

Die bisher weitestgehende numerische Lösung der Takagischen Gleichungen für ausgedehnte Kristallbereiche wurde von Schroer 1998 vorgestellt. Vorausgesetzt wird in dieser Arbeit ein Kristall mit einem eindimensionalen Verzerrungsgradienten senkrecht zur Oberfläche (Schichtsystem) und eine Anregung durch eine ebene Welle.

3 Röntgentopographie im Zweistrahlfall

Das Prinzip der Röntgentopographie beruht auf der *orts aufgelösten Registrierung* der von einem Kristall gebeugten Intensität. Damit ermöglicht sie den Nachweis und die Identifikation von Kristallbaufehlern und Strukturbereichen wie elektrischen und magnetischen Domänen. Durch die hohe Informationsdichte liefert die Röntgentopographie auch einen wichtigen Beitrag zum Verständnis der dynamischen Röntgenbeugung. In den letzten Jahrzehnten wurden vielfältige Anordnungen zur Abbildung in Bragg- und Laue-Geometrie entwickelt. Die Darstellung in diesem Kapitel bleibt aber auf Verfahren in Transmissionsgeometrie beschränkt, die im experimentellen Teil der Arbeit auch im Dreistrahlfall genutzt werden. Mit Hilfe der Topographie im Zweistrahlfall ist eine zerstörungsfreie Abbildung über eine Fläche von mehreren cm^2 bei Kristalldicken bis zu einigen mm möglich. Die Aufnahmen repräsentieren das kompakte Kristallmaterial und sind damit eine gute Ergänzung zu der Transmissionselektronenmikroskopie. Die hohe Empfindlichkeit der Bildkontraste auf das Verzerrungsfeld im Kristall bewirkt jedoch eine wesentlich größere Bildbreite als im Elektronenmikroskop, so daß nur Versetzungsdichten unterhalb 10^2 cm^{-2} untersucht werden können. Eine breite Anwendung findet die Röntgentopographie beim Studium des Kristallwachstums und zur Klärung der Wirkung von Einzeldefekten auf andere physikalische Eigenschaften.

3.1 Schnitt-Topographie

Schnitt-Topographie im Zweistrahlfall der Interferenz ist eine gut etablierte Technik. Die typische geometrische Anordnung ist in Abb. 16 als Projektion in Draufsicht skizziert. Ein senkrecht zur Beugungsebene bis auf etwa $20 \mu\text{m}$ eingeschränktes Röntgenstrahlbündel durchsetzt den zu untersuchenden Kristall längs der Linie A B. Der Kristall ist so orientiert, daß ein Laue-Fall angestrahlt wird. Im allgemeinen ist der Primärstrahl nicht streng monochromatisch bzw. leicht divergent, so daß alle Punkte der Dispersionsfläche in der Umgebung

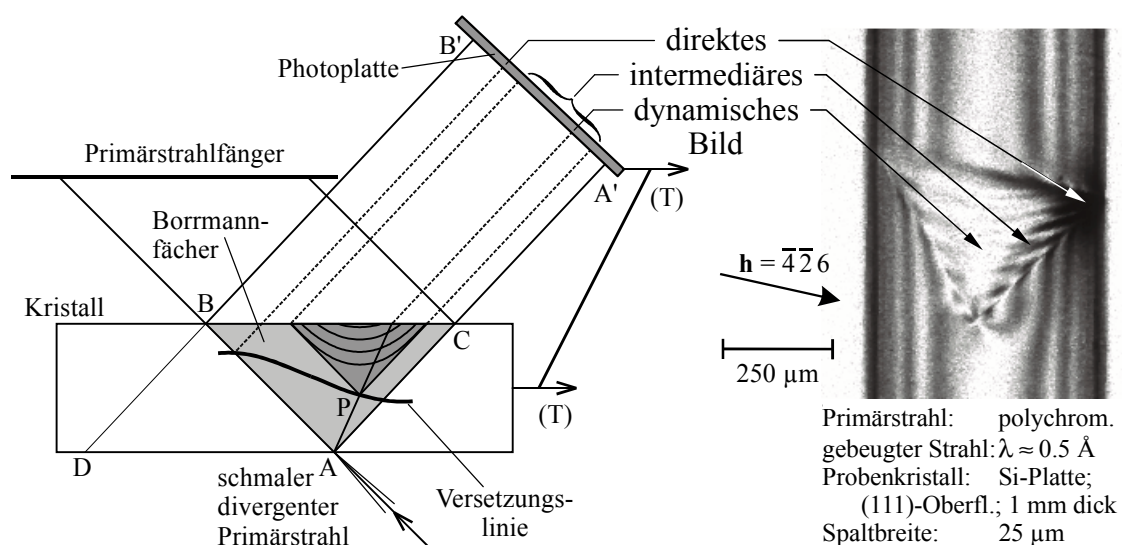


Abb. 16 Schematische Darstellung der experimentellen Anordnung zur Schnitt-Topographie, projiziert auf die Beugungsebene (links) und die Abbildung einer Versetzung auf der Photoplatte (rechts).

des Lorentz-Punktes kohärent angeregt werden und sich im Kristall ein Borrmann-Fächer A B C ausbilden kann (s.a. Abschnitt 2.3.3). Die reflektierten Strahlen werden auf einer Photoplatte zwischen A' und B' registriert. Bei einer perfekten, schwach absorbierenden planparallelen Kristallplatte sind dies die Kato'schen Pendellösungsstreifen (s.a. Abb. 7). Da mit dieser Anordnung unterschiedliche Energiestromrichtungen innerhalb des Kristalls auf voneinander verschiedenen Positionen auf der Austrittsfläche abgebildet werden, eignet sie sich sehr gut zum Studium der Kontrastmechanismen in der Topographie. Die einzelnen Kontraste von Kristallbaufehlern sollen am Beispiel einer Versetzung erläutert werden, die später auch im Dreistrahlfall untersucht wird. Für die Diskussion der Auswirkungen eines Stapelfehlers auf die Kontrastentstehung sei z. B. auf A. Authier (1968) verwiesen.

3.1.1 Bildkontraste von Versetzungen

Anhand von Abb. 16 soll schematisch die Wirkung einer einzelnen Versetzung im Borrmann-Fächer untersucht werden. Die Versetzungslinie ist dort als Projektion eingezeichnet und der Punkt P gibt für eine ausgewählte Beugungsebene den Schnittpunkt mit der Versetzung an. Mit Änderung der Höhe senkrecht zur Zeichenebene läuft P entlang der Versetzungslinie und erzeugt bei seinem Verlauf durch den Fächer verschiedene Kontrasterscheinungen. Die Einteilung in drei Bildtypen geht auf A. Authier (1967) zurück:

- Im *direkten Bild* reflektiert das Verzerrungsfeld der Versetzung zusätzliche Intensität, die vom perfekten Kristall nicht gebeugt wird, d. h., das direkte Bild hat stets eine größere Schwärzung als die Umgebung. Es kann nur entstehen, wenn die Versetzungslinie in die Nähe der Richtung des einfallenden Strahls AB kommt, denn nur hier sind alle Wellenlängen und die Divergenz der Primärstrahlung vorhanden. Die Position des direkten Bildes auf der Photoplatte längs der Strecke A' B' entspricht dem Ort des Defekts auf der Linie AB und liefert damit seine Tiefe im Kristall. Dadurch ist die Schnitt-Topographie eine gute Methode zur Bestimmung der Defektverteilung mit der Tiefe.
- Das *dynamische Bild* kann man sich vereinfacht als Schattenwurf der Versetzung längs der Ausbreitungsrichtung der primär angeregten Wellen im Kristall vorstellen. Betrachtet man z. B. das Beugungsgeschehen in Höhe des in der Abbildung eingezeichneten Punktes P auf der Versetzungslinie, so werden die Wellenfelder im Kristall durch das stark gestörte Gebiet um die Versetzung entkoppelt. Beim 'Wiedereintritt' in das perfekte Kristallgebiet oberhalb der Versetzung regen sie dann erneut Wellen an, und zwar auf beiden Schalen der Dispersionsfläche (inter- und intrabranche scattering). Diese Intensität fehlt dann in der primären Ausbreitungsrichtung AP, weshalb das dynamische Bild stets heller als die Umgebung erscheint. Es entsteht im ganzen Borrmann-Fächer, ist aber für Positionen von P entlang der Reflexionsrichtung AC besonders stark.
- Die Pendellösungserscheinungen, die durch die Interferenz der primären mit den neu angeregten Wellenfeldern über der Versetzung erzeugt werden, heißen *intermediäres Bild*. Am deutlichsten ausgeprägt ist es in der Mitte des Borrmann-Fächers, weil hier bei der 'interbranch scattering' korrespondierende Punkte auf den beiden Schalen der Dispersionsfläche angeregt werden, was Voraussetzung für das Auftreten von Katoschen Pendellösungseffekten ist. Das intermediäre Bild ist sehr empfindlich auf Änderungen im Verzerrungsfeld, was z.B. zur Bestimmung des Burgersvektors genutzt werden kann (Epelboin 1974).

Auf der rechten Seite von Abb. 16 ist eine typische Schnitt-Topographie einer Versetzung in Silizium wiedergegeben. Man erkennt deutlich die drei Bildtypen.

Eine Möglichkeit zur direkten Rückrechnung des Verzerrungsfeldes eines Kristalldefekts aus dem topographischen Bild ist bis heute noch nicht bekannt. Üblich ist statt dessen der Vergleich der abgebildeten Defektkontraste mit einer Simulation der Intensitätsverteilung über die Lösung der Takagischen Gleichungen für ein hypothetisches Verzerrungsfeld des Defekts. Einen guten Überblick über den, führend von der Pariser Gruppe um A. Authier und Y. Epelboin entwickelten, numerischen Lösungsalgorithmus für den Zweistrahlfall findet man bei Epelboin (1987).

3.1.2 Keilförmiger Kristall

Verwendet man einen keilförmigen Kristall anstelle der planparallelen Platte, so schneidet die Austrittsfläche die zylindrische Hyperbelschar des Borrmannfächers nicht parallel zur Zylinderachse, sondern schräg dazu (vgl. Abb. 17). Man erhält hakenförmige Intensitätsschwankungen auf dem Film (Kato 1961).

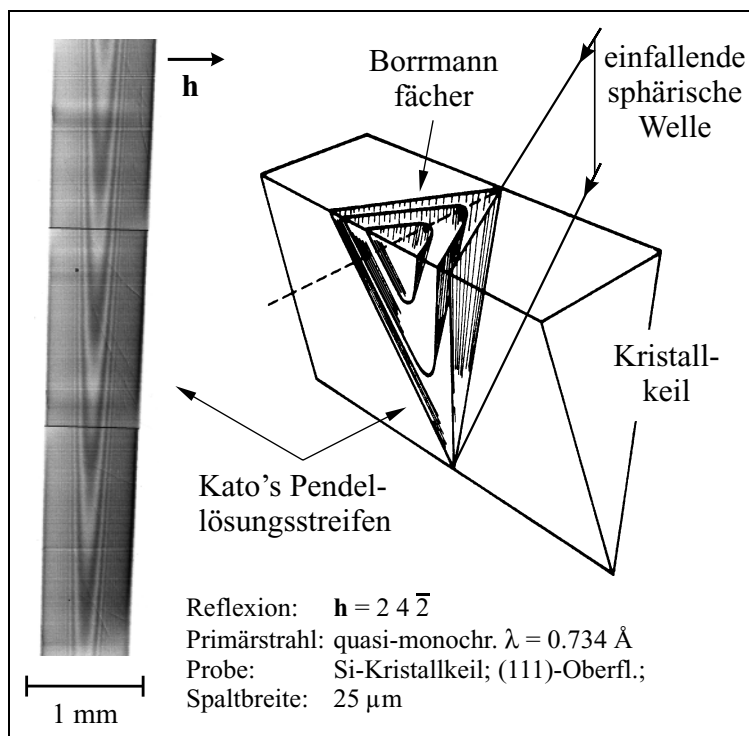


Abb. 17 Schnitt-Topographie an einem keilförmigen Kristall. Die experimentelle Aufnahme (links) wurde aus drei Einzelbildern zusammengesetzt.

Die Intensität in der Mitte des Borrmann-Fächers nach Beugung mit dem Beugungsvektor \mathbf{h} in Abhängigkeit von der Kristalldicke t beträgt nach Gl. (38):

$$I(\mathbf{h}) \propto \cos^2 \frac{\pi s g}{t} ;$$

$$s = \frac{1}{t_{\text{ex}}} \cdot t \quad (44)$$

$$= \frac{\Gamma |\alpha_{0h}| k}{\sqrt{\gamma_0 |\gamma_h|}} \sqrt{F(\mathbf{h}) g F(\mathbf{h})} \cdot t$$

Das bedeutet jeder Haken im Bildkontrast entspricht einer Vergrößerung der Kristalldicke um eine Extinktionslänge. Diese Technik wird zur Messung des Strukturfaktors mit hoher Genauigkeit benutzt (z.B. Hart & Milne, 1969).

3.2 Extended-Beam Topographie

Bei den Methoden zur Abbildung ausgedehnter Kristallbereiche mit monochromatischer Strahlung wird in der Literatur im allgemeinen zwischen der Projektionstopographie und der Planwellentopographie, oft auch (dispersionsfreie) Doppelkristallanordnung genannt, unterschieden. Bei der Planwellentopographie wird davon ausgegangen, daß die Akzeptanzbreite der Reflektionskurve des Probenkristalls wesentlich größer als die spektrale Breite und Divergenz des Primärstrahls ist, so daß ein Arbeitspunkt auf der Reflektionskurve festgelegt werden kann. Durch die effektive Missorientierung in den Bereichen mit fehlerhaftem Kristallbau ändert sich dort der Anregungspunkt auf der Reflexionskurve und damit auch die gebeugte Intensität. Wird der Arbeitspunkt weit außerhalb des Maximums der Interferenz gelegt, so daß nur noch die größten Störungen, wie z.B. die Umgebung der Versetzungskerne, eine meßbare Intensität liefern, spricht man von einer sogenannten ‘weak-beam’ Abbildung.

In der Projektionstopographie ist das Verhältnis zwischen Divergenz des Primärstrahls und Akzeptanz des Probenkristalls dagegen gerade umgekehrt, das entstehende Bild entspricht einer Integration über viele Schnitt-Topographien. Besonders deutlich wird das bei der experimentellen Anordnung nach Lang (1959). Bei festgehaltener Kristallorientierung werden dabei die Photoplatte und die Probe simultan entlang der Translation (T) in Abb. 16 durch den Primärstrahl gefahren. Zum Bild im Punkt B’ trägt dann die Intensität aus allen Borrmann-Fächern, die in den Punkten entlang der Linie von A bis D angeregt werden, bei.

Die Unterschiede zwischen der klassischen Projektions- und Planwellenanordnung verschwimmen bei Verwendung von Synchrotronstrahlung mit ihrer im Vergleich zur Halbwertsbreite der Reflexionskurve im allgemeinen geringen Divergenz und ihrem durch den Monochromator bestimmten Wellenlängenbereich in Größenordnung dieser Halbwertsbreite. Durch eine zusätzliche Oszillation des Probenkristalls während der Belichtung oder für Gebiete in der Umgebung des Maximums der Reflexionskurve kommen die experimentellen Bedingungen denen der Projektionstopographie jedoch sehr nahe.

Die geringe Divergenz und große Polychromasie der Synchrotronstrahlung eröffnet die Möglichkeit für eine weitere Technik: Bei der ‘white-beam’ Topographie wird der zu untersuchende Kristall mit einem polychromatischen Primärstrahl angeregt. Die Probe wirkt in diesem Fall als ihr eigener Monochromator und die Bildkontraste der Defekte entsprechen im groben etwa denen der Projektionstopographie^[*]. Eine detaillierte Berechnung der gebeugten Intensitätsverteilung ist allerdings sehr aufwendig.

Im folgenden soll der Extinktionskontrast von Versetzungen in der Projektionstopographie diskutiert werden. Wie bereits dargelegt, ist die erzeugte Intensitätsverteilung als Integration über eine Folge von Schnitt-Topographien vorstellbar. Für schwach absorbierende Kristalle mit einer Dicke $t \ll \mu_0^{-1}$ bleibt bei dieser Überlagerung im wesentlichen das direkte Bild übrig. Nur bei schräg in den Kristall hinein verlaufenden Versetzungen erzeugt das intermediäre Bild Pendellösungsfahnen, die von der Austrittsfläche ausgehen. Bedingt durch die

[*] In den ‘white-beam’ Aufnahmen erfolgt normalerweise eine Überlagerung der Versetzungsbilder mit denen, die bei den höheren harmonischen Wellenlängen $\lambda/2$, $\lambda/3$, usw. entstehen. Da die Bildbreite bei kleineren Wellenlängen zunimmt, sind die Kontraste breiter als bei Einsatz von monochromatischer Primärstrahlung.

Dickenperiodizität der Pendellösung erscheint das topographische Bild dann periodisch weiter und enger. Das dynamische Bild ist normalerweise durch das direkte überlagert, lediglich in Bereichen wo die Versetzungslinie nahe und parallel zur Eintrittsfläche verläuft, wird das dynamische Bild als Aufhellung auf der positiven Seite des direkten Bildes sichtbar.

Eine quantitative Abschätzung der Breite W des direkten Bildes einer Schraubenversetzung mit dem Burgersvektor \mathbf{b} liefert nach Lang (1959b) für einen symmetrischen Laue-Reflex \mathbf{h} :

$$W \approx \frac{\mathbf{h} \cdot \mathbf{b}}{2\pi} t_{ex} \propto \frac{1}{\lambda \cdot F(\mathbf{h})} .$$

Die Bildbreite ist umgekehrt proportional zur Wellenlänge und der Stärke der Reflexion. Für andere Versetzungstypen kann diese Gleichung als ein erster Anhaltspunkt dienen. Die Berechnung des Kontrastverlaufs innerhalb des Versetzungsbildes erfordert dann allerdings die Einbeziehung des kompletten Verzerrungsfeldes (Miltat & Bowen, 1975). Zusätzlich ist bei der Interpretation der Topogramme noch das Auflösungsvermögen des Aufnahme-materials zu berücksichtigen (s.a. Abschnitt 4.2).

3.2.1 Kontrastregeln für Versetzungen

In der Röntgentopographie wird, bedingt durch das kleine Kristallvolumen, nicht der Versetzungskern selbst abgebildet, sondern das ihn umgebende weitreichendere Verzerrungsfeld. Für die atomare Verschiebung \mathbf{u} der Atome einer Versetzung mit dem Linienvektor \mathbf{l} gilt in einem isotropen elastischen Medium unter Verwendung von Polarkoordinaten (r, ϕ) (vgl. Hirth & Lothe, 1982):

$$\mathbf{u}(r, \phi) = \frac{1}{8\pi(1-\nu)} \left[4(1-\nu)\phi \mathbf{b} + \sin(2\phi) (\mathbf{b} - (\mathbf{b} \cdot \mathbf{l})\mathbf{l}) + (\mathbf{b} \times \mathbf{l}) |2(1-2\nu) \ln r + \cos(2\phi)| \right] .$$

Nach Gleichung (11) hat ein Kristalldefekt keinen Einfluß auf die gebeugte Intensität im Zweistrahlfall, wenn der Ausdruck $\bar{\nabla}[\mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})]$ verschwindet. Für eine Schraubenversetzung mit $\mathbf{b} \parallel \mathbf{l}$ ist diese Bedingung erfüllt, wenn das Produkt $\mathbf{h} \cdot \mathbf{b}$ zu Null wird, der Burgersvektor also innerhalb der reflektierenden Netzebene liegt. Eine Stufenversetzung mit $\mathbf{b} \perp \mathbf{l}$ ist im Topogramm unsichtbar, wenn zusätzlich $\mathbf{h} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{l} = 0$ erfüllt ist. Im allgemeinen Fall ergibt sich für eine Versetzung vom gemischten Typ bei einer Reflexion mit $\mathbf{h} \cdot \mathbf{b} = 0$ ein Minimalkontrast. Diese Sichtbarkeitsregeln sind eine gute Möglichkeit zur Bestimmung der Richtung des Burgersvektors.

Bei verschwindendem Kontrast bleiben in der Topographie nur noch die Durchstoßpunkte der Versetzungslinie durch Kristalloberflächen übrig, da hier das Verzerrungsfeld modifiziert ist.

3.2.2 Stapelfehlerkontrast

Ein Stapelfehler im Kristall wirkt wie eine innere Grenzfläche, an der eine Entkopplung der Wellenfelder verbunden mit 'interbranch scattering' auftritt. Im Gebiet oberhalb und unterhalb eines solchen Stapelfehlers mit dem Fehlervektor \mathbf{f} sind die Struktur-faktoren zueinander phasenverschoben und es gilt:

$$F^{\text{unterh.}}(\mathbf{h}) = F^{\text{oberh.}}(\mathbf{h}) e^{2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{f}} .$$

Ist das Produkt $\mathbf{h} \cdot \mathbf{f}$ ganzzahlig, tritt eine Röntgenwelle nach Durchlaufen des Stapelfehlers phasengleich wieder in den Kristall ein und erzeugt so keinen topographischen Kontrast. Für

die berandende Partialversetzung mit $\mathbf{b}=\mathbf{f}$ gelten die Ableitungen analog zum letzten Abschnitt. Ein Beispiel für das Bild eines Stapelfehlers in der Topographie ist in Abb. 46a angegeben.

3.2.3 Einfluß der Absorption - Das dynamische Bild

Wird die Kristalldicke wesentlich größer als $1/\mu_0$, kommt es zu einer Kontrastumkehr, d.h., die Versetzungen erscheinen als helle Linien auf dunklem Untergrund, wie ein Vergleich der beiden Topogramme in Abb. 18 anschaulich belegt. In diesem Fall mit hoher Absorption erreicht nur noch das anomal schwach absorbierte Wellenfeld I die Kristallaustrittsfläche und von den drei Bildtypen bleibt nur der Kontrast aus dem dynamischen Bild erhalten. Dabei zerfallen die Wellenfelder im stark verzerrten Gebiet um einen Kristalldefekt herum und regen beim folgenden Wiedereintritt ins perfekte Gitter Bereiche auf beiden Ästen der Dispersionsfläche an. Die meisten dieser neuen Wellenfelder werden stark absorbiert, was zu einem Intensitätsverlust in der Umgebung des Defekts führt. Da die Absorption auf den 0- und den h-Strahl in gleicher Weise wirkt, sind die Intensitätsverteilungen in den beiden Strahlen identisch.

Wie man in Abb. 18 erkennt, haben die Topographien bei anomaler Transmission im allgemeinen ein schlechteres lokales Auflösungsvermögen. Versetzungen, die nahe zur Strahleneintrittsfläche verlaufen, geben diffuse und verwaschene Bilder, und erst wenn die Versetzungslinien kurz vor der Austrittsfläche liegen, werden sie gut aufgelöst. Die Ursache liegt in der Breite der Absorptionskurve und der großen Winkelverstärkung in der Mitte dieser Kurve.

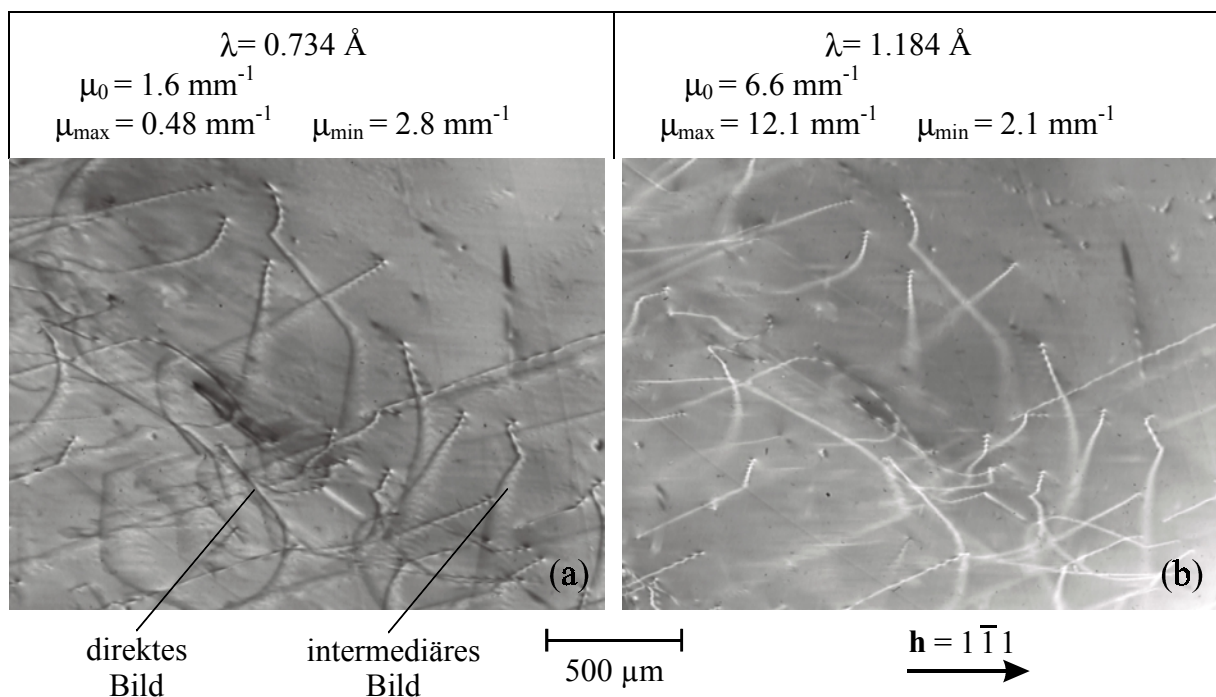


Abb. 18 Kontrast von Versetzungen in Projektionstopographien des h-Strahls eines Siliziumkristalls bei verschiedener Wellenlänge und damit verschiedener Absorption. Als Probe diente eine 1 mm dicke Platte mit $(1 \bar{1} 1)$ Oberflächenorientierung.

4 Experimenteller Aufbau

In diesem Abschnitt soll die experimentelle Anordnung zur Aufnahme von Topographien im Dreistrahlfall beschrieben werden. Dabei wird speziell auf die Besonderheiten in der Beugungsgeometrie eingegangen und ihr Einfluß auf das Experiment diskutiert. Fast alle in dieser Arbeit dargestellten topographischen Experimente wurden an der Topographie Beamline ID19 an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble durchgeführt.

4.1 Beamline ID19 der ESRF - Aufbau und optische Elemente

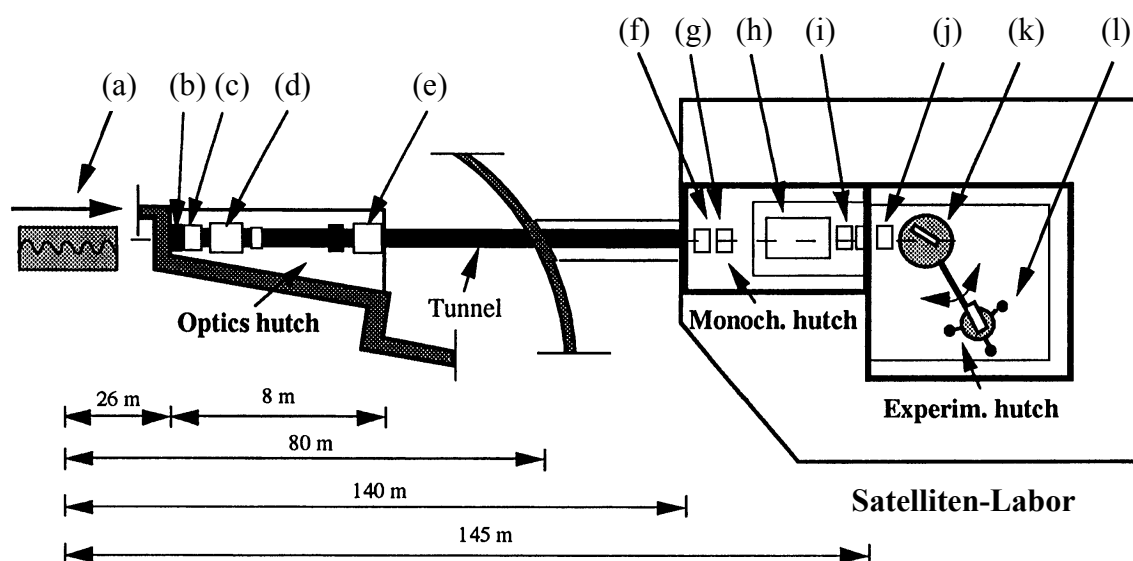


Abb. 19 Schematische Darstellung des Aufbaus der Topographie Beamline (ID19) an der ESRF mit ihren optischen Elementen:

in der Optics hutch und davor
 (a) Wiggler (11 Pole; $B_{\max}=1.4$ T)
 - C-Absorber (Diamant)
 (b) Front-End
 - Be-Fenster
 (c) Absorber
 (d) Primary slits
 (e) Shutter

in der Monochromator hutch
 - Be-Fenster
 (f) Chopper
 Al-Fenster (0.5mm dick)
 (g) Secondary slits
 (h) Doppelkristall Monochromator
 (herausfahrbar)
 (i) Shutter

in der Experimental hutch
 - Al-Strahlaustrittsfenster
 (0.5mm dick)
 (j) Blenden für Schnitt-
 Topographie
 (k) Diffraktometer
 (l) Detektor-Ensemble

Die ESRF ist ein Synchrotron der dritten Generation und bietet so eine Erzeugung von Röntgenstrahlung mit hoher Brillanz über 'insertion devices'. Die Konstruktion des Speicherringes, in dem auf 6 GeV beschleunigte Elektronen kreisen, ermöglicht eine lange Strahllebensdauer (von bis zu 60 h) und eine vergleichsweise stabile Strahlage. Derzeit wird ein Strahlstrom von bis zu 200 mA erreicht.

Abb. 19 gibt einen Überblick über den Aufbau der Beamline ID19. Diese Strahllinie wurde speziell für topographische Experimente konzipiert. Die Röntgenstrahlerzeugung erfolgt durch einen Wiggler, wodurch die für die Topographie notwendige hohe Intensität, homogene Abstrahlcharakteristik und kontinuierliches Strahlspektrum verbunden mit einer kleinen Quellgröße erreicht wird. Das spezielle Merkmal dieser Beamline ist der große Abstand von 145 m zwischen Quelle und Probe. Dies ermöglicht Strahlquerschnitte von bis zu 1.5×4 cm ($v \times h$)

für die Untersuchung größerer Proben. Bei dieser Geometrie ist der einfallende Röntgenstrahl nahezu vollständig parallel zur Ebene des Speicherrings linear polarisiert.

Als Monochromator steht ein vertikal zur Ebene des Synchrotrons angeordneter Doppelkristallmonochromator aus Siliziumkristallen mit sehr gut polierten (1 1 1)-Oberflächen in symmetrischer (n, -n) Geometrie zur Verfügung. Zur Unterdrückung der höheren Harmonischen^[*] wurden die beiden Kristalle im Monochromator gegeneinander um etwa 1.5 arcsec verkippt. Auf den Einsatz von fokussierenden Optiken oder eines Spiegels wurde beim Bau der Strahlline auf Grund der begrenzten optischen Qualität dieser Elemente verzichtet. Deshalb fällt der polychromatische^[†] Strahl des Wigglers direkt auf den wassergekühlten ersten Kristall des Monochromators und wird hier größtenteils absorbiert. Die dadurch erzeugte Verformung des Kristalls und die Vibrationen durch die Kühlung bewirken eine Vergrößerung der vertikalen quellseitigen Divergenz. Die effektive Quellgröße beträgt damit etwa $0.1 \times 0.2 \text{ mm}^2$ (v x h) (vgl. auch Messungen des Talboteffekts von Clotens et al. 1997). Daraus ergibt sich eine räumliche Kohärenzlänge $l_s = \frac{1}{2} \lambda * (\text{Quellabstand}/\text{Quellgröße})$ von $100 \mu\text{m}$.

Ein für die Experimente weit größeres Problem entstand durch das häufige Auftreten einer leichten Drift in der Richtung und/oder der Wellenlänge des erzeugten Primärstrahls. Denkbare Gründe dafür sind eine Änderung der thermischen Last auf dem Monochromator

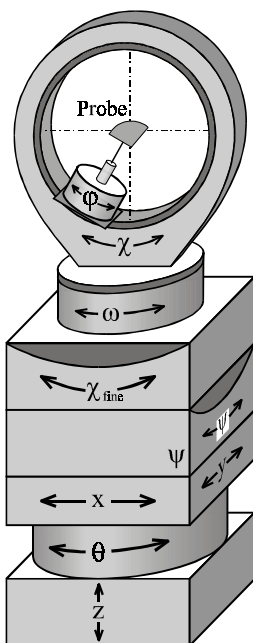


Abb. 20 Schematische Darstellung des erweiterten Goniometers an der Topographie-Beamline zur Untersuchung der Dreistrahlfälle mit der in dieser Arbeit verwendeten Achsenbezeichnung.

mit abnehmendem Strahlstrom, geringfügige Änderungen der Strahlposition im Speicherring oder mechanische Instabilitäten im Diffraktometer. Die Trennung des Probenraums vom Monochromator macht eine Unterbrechung des Röntgenstrahls im Monochromator bei Filmwechsel oder Probenjustage unnötig und das Driftproblem wird reduziert. Es konnte jedoch nie ganz unterdrückt werden und bildet eine der Hauptfehlerquellen bei der Zuordnung der Topographien zu ihrem ψ -Wert, besonders bei langwierigen Serien von Pinhole-Aufnahmen. Durch Wiederholung dieser Serien und Parameterkontrolle zwischen den einzelnen Aufnahmen wurde versucht den Fehler zu reduzieren.

Das verfügbare Diffraktometer an der Beamline ID19 war für eine horizontale Beugungsgeometrie konzipiert und besaß alle Freiheitsgrade, um die typischen topographischen Experimente im Zweistrahlfall zu realisieren. Das Goniometer (vgl. Abb. 20 ohne ϕ und χ -Kreis) ist für große Lasten wie Kryostaten oder Hochtemperaturkammern ausgelegt und stammt teilweise aus der Neutronentechnik. Die Motoransteuerung erlaubt bei der Rotation in ω und θ eine Auflösung von 20000 Schritten je Grad. Zur Korrektur der Probenneigung sind zwei Kreissegmente ($\pm 15^\circ$) mit einer minimalen Schrittweite der Motoren von 1.4 Winkelsekunden vorgesehen.

[*] Darunter versteht man höhere Beugungsordnungen des Monochromatorreflexes für den Si-(111)-Reflex also $\lambda/3$, $\lambda/4$ usw. Da die Halbwertsbreite der Reflexionskurven mit sinkender Wellenlänge kleiner wird, nimmt bei einer Verkipfung der Kristalle auch die totale integrale Reflektivität $R(\theta_B) \cdot R(\theta_B + \Delta\theta)$ drastisch ab.

[†] oft auch als weißer Strahl bezeichnet

Neben einer Strahlungsquelle mit hoher Brillanz ist zur systematischen Dreistrahluntersuchung auch eine freie Positionierung des Probenkristalls und die Möglichkeit eines präzisen ψ -Scans notwendig. Deshalb wurde das Goniometer um eine Eulerwiege (Kreise φ , χ in Abb. 20) zur Vororientierung der Probe erweitert. Diese Kreise erlauben keine Scans und sind nur zur Kristallpositionierung mit einer absoluten Genauigkeit im Bereich von 0.1° geeignet. Abb. 20 zeigt den vollständigen Aufbau des Goniometers schematisch mit allen Achsen. Wenn in der θ -Achse der Bragg-Winkel des primären Reflexes $\theta_B(\mathbf{h})$ eingestellt wird, entspricht eine Rotation im Kreissegment ψ bei Verwendung der horizontalen Beugungsebene einer ψ -Rotation um die Netzebenenormale \mathbf{h} des primären Reflexes. Bedingt durch die große Trägheit und Haftreibung beim Anfahren war eine Bewegung Motorschritt um Motorschritt in den Kreissegmenten nicht immer exakt reproduzierbar. Neben der Drift ist dies die größte Fehlerquelle in den ψ -Scans. Eine Reduktion des Problems gelang durch eine Positionierung aus der Bewegung heraus. Dazu wurde dem gewünschten kleinen Schritt beim Scan noch eine größere Rotation in dieser Achse vorangestellt.

Die Justage der Nullpunkte der Goniometerkreise erfolgte unter Ausnutzung von Äquivalentpositionen: z.B. müssen bei optimaler Einrichtung die Winkelpositionen (φ, χ, ω) und $(180^\circ + \varphi, 180^\circ - \chi, -\omega)$ die gleiche Position einer Netzebenenormalen beschreiben. Beim θ -Kreis und zur Wellenlängeichung wurde die Bondmethode benutzt; zur Zentrierung der Achsen wurden die Positionsverschiebungen bei 180° -Rotationen über einen Theodolit minimiert. Die erreichte Absolutgenauigkeit der gesamten Anordnung lag unter 0.2° .

Über einen Fluoreszenzschirm, verbunden mit einer hochempfindlichen Fernsehkamera, konnte die Einstellung der Reflexe kontrolliert werden. Szintillatonszähler dienten zur quantitativen Aufnahme der integralen Intensität. Unmittelbar vor dem Diffraktometer in 1 m Abstand befand sich ein präzises System von horizontalen und vertikalen Eintrittsblenden mit unabhängig voneinander zu bewegendem Schneiden. Damit war die für die Schnitt-Topographie erforderliche Strahlreduktion möglich.

Die Kristallorientierung erfolgte mit einer Orientierungsmatrix entsprechend dem von Busing & Levy (1967)^[*] vorgeschlagenen Verfahren unter Einbeziehung der Gleichung (39), die die Nullposition von ψ für den gewählten Dreistrahlfall beschreibt.

Bei der Auswahl der zu untersuchenden Reflexe ist zu beachten, daß in hochsymmetrischen Proben-substanzen statt des gewünschten Dreistrahlfalls ein systematischer Vielstrahlfall angeregt werden kann. Systematische Vielstrahlfälle treten auf, wenn der reziproke Gittervektor des primären Reflexes mit einer Symmetrierichtung des reziproken Gitters zusammenfällt. Auch in der Festlegung der Wellenlänge ist man nicht völlig frei. Bei ungünstiger Wahl können zwei oder mehr Dreistrahlfälle nahezu die gleiche ψ -Position einnehmen und sich gegenseitig beeinflussen (zufällige Vielstrahlfälle).

Beamline ID19 ist für einen monochromatischen Strahl im Energiebereich von 8-60 keV spezifiziert. Zum Zeitpunkt der Experimente war der zur Verfügung stehende Energiebereich nach unten begrenzt; durch die vorhandenen Strahlaustrittsfenster aus Aluminium war eine Arbeit nur mit Energien der Röntgenquanten oberhalb 15keV möglich. Für geringere

[*] Der Druckfehler in Gleichung (48) ist mit $\omega = \text{atan}(-R_{23}, R_{13})$ zu korrigieren.

Energien kommt es durch die hohe Absorption zu einem starken Intensitätsrückgang im Primärstrahl, und die Intensität der höheren Harmonischen wird überproportional verstärkt.

Um die Beschränkung der Höhe der Schnitt-Topographien durch die Dispersion des Monochromators zu umgehen, wurden zusätzlich einige Aufnahmen mit einem polychromatischen (weißen) Primärstrahl angefertigt. Dazu wurde der Dreistrahlfall zunächst im monochromatischen Strahl vorjustiert und danach der Monochromator aus dem Röntgenstrahl herausgefahren sowie das Diffraktometer um 5 cm abgesenkt.

Zum Abschluß der Arbeit war es 1999 möglich, einige Serien von Pinhole-Topographien an der neu in Betrieb genommen Beamline ID22 aufzunehmen. (zum Aufbau s. Weitkamp, 1999). Diese verfügt bereits über ein sehr gutes kommerzielles 6-Kreis Diffraktometer mit sehr präziser Mechanik (vgl. a. Hümmer & Weckert, 1996).

4.2 Bildaufnahme

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht über das verwendete Filmmaterial und seine verschiedenen Eigenschaften:

Filmtyp	Kodak SR-Film	Kernspurplatte Ilford L4	Kodak HR-Film
Dicke der Emulsion	8-13 μm	25 μm	5-7 μm
mittl. Kornradius unentwickelt nach Cloetens 1999	80-120 nm	nicht bestimmt	20-30 nm
mittl. Kornradius entwickelt	160-240 nm	\approx 80 nm	20-30 nm
Belichtungszeit relativ	1	1.7	> 250
Dauer des Entwicklungsprozesses	10 min	>6 h	10 min

Für Schnitt- und Pinhole-Topographie wurden aufgrund der höheren Empfindlichkeit SR-Film und Kernspurplatten bei Belichtungszeiten im Bereich von 10 s bis 20 min benutzt. Im Gegensatz zu den Filmen ist die Entwicklung der Kernspurplatten nicht in einer Maschine möglich, sondern erfordert ein langwieriges und kompliziertes Verfahren von mehreren Stunden (vgl. dazu z.B. Bowen & Tanner, 1998). Zudem ist die Emulsionsschicht der Platte wesentlich kratz- und druckempfindlicher. Diesen Nachteilen in der Handhabung der Kernspurplatte steht die hohe effektive Auflösung des Bildes von etwa 1 μm gegenüber.

Die gebeugte Intensität in der Extended-Beam Topographie war so groß, daß HR-Film bei einer Belichtungszeit von einigen Minuten einsetzbar war. Dieser ursprünglich für Holographieexperimente entwickelte Film ermöglicht eine Bildauflösung im Submikrometerbereich. Bei der Auswertung der Aufnahmen ist der logarithmische Zusammenhang^[*] zwischen der photographischen Schwärzung und der einfallenden Intensität zu berücksichtigen. (vgl. z.B. Epelboin & Lifchitz, 1974 für L4 Kernspurplatte).

Die Aufnahme der Intensitätsverteilungen im **h**- und **g**-Reflex erfolgte gleichzeitig, um die Möglichkeit der eindeutigen Zuordnung sicherzustellen. Dabei war der Film immer senkrecht zur Beugungsebene des primären Reflexes aufgestellt und so gedreht, daß sowohl der **h**- als

[*] Diese Aussage ist stark vereinfacht und berücksichtigt z.B. nicht die Sättigung bei hoher Schwärzung.

auch der g-Strahl möglichst senkrecht auf den Film traf. Besonders bei der Kernspurplatte kommt es bei schrägem Strahleinfall sonst durch die Dicke der Emulsionsschicht zur Verschmierung der Kontraste. Der Abstand Probe zu Film betrug etwa 20 cm.

Alle in dieser Arbeit präsentierten Bilder sind als photographische Negative dargestellt, d.h. eine starke Schwärzung entspricht hoher Intensität. Wie in der Röntgentopographie üblich, werden die Aufnahmen dabei in der Geometrie wiedergegeben, in der sie auch auf dem Film aufgezeichnet sind. Eine eventuelle nachträglich durchgeführte Korrektur der Bildverzerrungen durch die Aufnahmegeometrie ist extra angegeben.

An ID 22 stand zusätzlich versuchsweise eine Fernsehkamera mit einer Ortsauflösung von unter $1\mu\text{m}$ und einem Bildfeld von $800\times 800\mu\text{m}$ zur Verfügung. Die Empfindlichkeit lag bei Verwendung des verfügbaren Szintillatorkristalls von $7\mu\text{m}$ Dicke in der Größenordnung des HR-Filmes.

4.3 Strahlgeometrie

Ein entscheidender Aspekt für die Interpretation der Topogramme sind die Anregungsbedingungen, die wesentlich durch die Strahlgeometrie bestimmt werden. Als Ausgangspunkt für die weiteren Berechnungen wird zuerst die Beugungsbedingung im Zweistrahlfall allgemein diskutiert.

4.3.1 Allgemeine Bragg-Gleichung

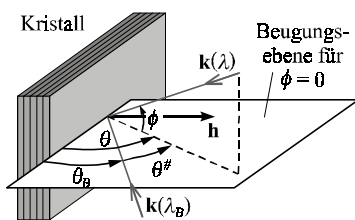


Abb. 21 Beugungsgeometrie mit zwei einfallenden Strahlen: $\mathbf{k}(\lambda_B)$ mit $(\theta = \theta_B, \phi = 0)$ und $\mathbf{k}(\lambda)$ mit $(\theta = \theta^\# + \theta_B, \phi)$. Die reflektierten Strahlen sind nicht gezeichnet.

In Abb. 21 ist dazu die Beugung an einer Netzebenenchar mit dem reziproken Gittervektor \mathbf{h} im Zweistrahlfall dargestellt. Neben einem Referenzstrahl $\mathbf{k}(\lambda_B)$, der die Beugungsbedingung exakt erfüllt und zusammen mit \mathbf{h} die Beugungsebene definiert, ist ein zweiter Strahl $\mathbf{k}(\lambda)$ mit beliebiger Richtung und Wellenlänge eingezeichnet. Als Beugungsbedingung ergibt sich bei Verwendung von Kugelkoordinaten und nach Anwendung der Neperschen Regel für ein rechtwinkliges Kugeldreieck eine erweiterte Bragg-Gleichung der Form:

$$\sin(\theta) \cdot \cos \phi = \frac{1}{2} \lambda |\mathbf{h}| .$$

Diese Gleichung beschreibt die Lage des Kesselkegels. Für kleine Abweichungen $\theta^\#$ und ϕ vom Referenzstrahl kann sie in erster Näherung wie folgt linearisiert werden:

$$\sin(\theta_B) + \theta^\# \cos(\theta_B) = \frac{1}{2} \lambda |\mathbf{h}| .$$

Mit $\sin(\theta_B) = \frac{1}{2} \lambda_B |\mathbf{h}|$ gilt damit unter den Bedingungen der Tangentennäherung allgemein:

$$\lambda - \lambda_B = \frac{\theta^\# \cdot \lambda_B}{\tan(\theta_B)} . \quad (45)$$

Eine Abhängigkeit von ϕ erhält man erst bei einer Näherung in zweiter Ordnung.

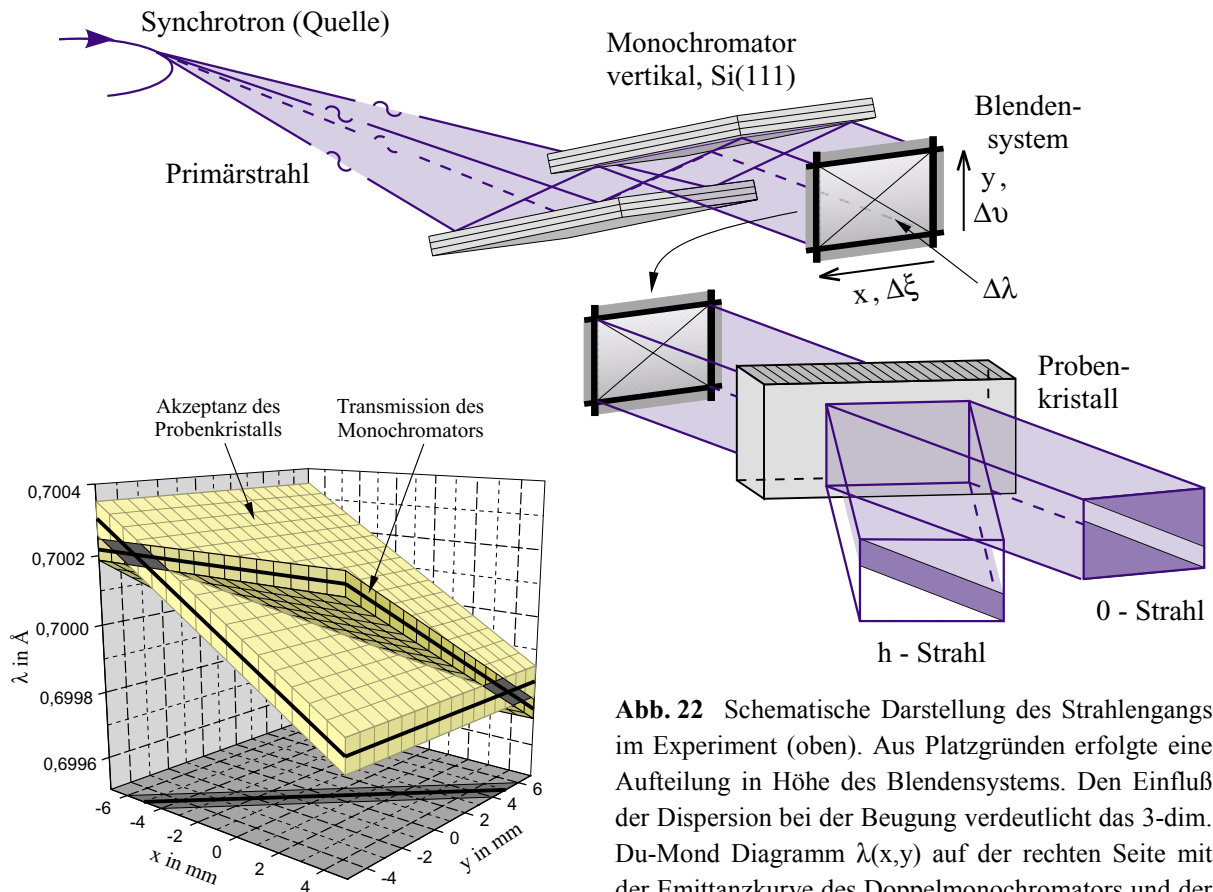


Abb. 22 Schematische Darstellung des Strahlengangs im Experiment (oben). Aus Platzgründen erfolgte eine Aufteilung in Höhe des Blenden-systems. Den Einfluß der Dispersion bei der Beugung verdeutlicht das 3-dim. Du-Mond Diagramm $\lambda(x,y)$ auf der rechten Seite mit der Emittanzkurve des Doppelmonochromators und der Akzeptanzkurve der Probe.

4.3.2 Strahlengang an der Beamline

Der obere Teil von Abb. 22 veranschaulicht schematisch den Strahlengang innerhalb der experimentellen Anordnung. Ausgehend vom Quellpunkt^[*] im Synchrotron fällt ein divergentes polychromatisches Strahlenbündel auf den Monochromator. Aufgrund dieses, im folgenden als strahlwegseitige Divergenz bezeichneten Strahlverlaufs, ist die Einfallrichtung auf dem ersten Monochromatorkristall von Ort zu Ort leicht unterschiedlich. Bei der benutzten (n, -n) Anordnung der Kristalle im Monochromator mit vertikaler Beugungsebene gibt es für jede Richtung einen kleinen Wellenlängenbereich mit Transmission, der sich aber mit dem Einfallswinkel verschiebt - die vertikale Divergenz geht in eine dispersive Winkelverteilung über. Nach Durchlaufen der Eintrittsblenden treffen die Strahlen auf den Probenkristall, an dem sie nochmals gebeugt werden, jetzt aber in der horizontalen Ebene. Im Dreistrahlfall liegt der Primärreflex in dieser horizontalen Beugungsebene.

Die Strahlverhältnisse des auf die zu untersuchende Probe einfallenden Röntgenstrahles nach Einfluß von Monochromator, Blenden und Quelle können anschaulich mit einem dreidimensionalen DuMond-Diagramm beschrieben werden. Dazu wird die jeweils vom Monochromator emittierte Wellenlänge λ in Abhängigkeit vom Winkel der einfallenden Röntgenstrahlung in horizontaler und vertikaler Richtung ξ und v aufgetragen.

[*] Die Ausdehnung des Quellpunktes soll vorerst unberücksichtigt bleiben.

Äquivalent dazu ist auch die Beschreibung mit den Ortskoordinaten x und y senkrecht zur Richtung des Primärstrahls möglich. Im Abstand l_{Source} zur Quelle gilt die Proportionalität :

$$\Delta\xi(x) = \frac{x}{l_{\text{Source}}}; \quad \Delta v(y) = \frac{y}{l_{\text{Source}}},$$

die auch im Du-Mond Diagramm verwendet wurde. In diesen Gleichungen ist der Nullpunkt der Ortskoordinaten so gewählt, daß hier die Braggbedingung exakt erfüllt ist, d.h. eine Anregung vom Laue-Punkt (bzw. vom Dreistrahl-Lauepunkt) aus erfolgt^[*].

Zur vollständigen Diskussion muß sowohl die Anregung an einem festen Punkt auf der Probe als auch deren Änderung von Punkt zu Punkt betrachtet werden.

4.3.3 Wellenlängenverschiebung von Punkt zu Punkt - strahlwegseitige Divergenz

Durch die strahlwegseitige Divergenz ergibt sich entsprechend Gleichung (45) am Ausgang des Monochromators eine Wellenlängenverschiebung $\Delta\lambda^{\text{Mono}}(\Delta v)$ innerhalb des Strahlenbündels von:

$$\Delta\lambda^{\text{Mono}}(\Delta v) = -\frac{\Delta v \cdot \lambda}{\tan(\theta_B^{\text{Mono}})}. \quad (46)$$

Diese Beziehung beschreibt die Mitte des Transmissionsbereichs des Monochromators (vgl. dicke Linie im Du-Mond Diagramm in Abb. 22). Die Intensität, die schließlich auf dem Film aufgezeichnet wird, entsteht dann durch Schnitt mit der Akzeptanz des Probenreflexes. Bei einer Beugung der Probe im Zweistrahlfall mit der gleichen symmetrischen Reflexion wie im Monochromator (Silizium (111)), sind auch deren Transmissionskurven im Du-Mond Diagramm nahezu gleich, allerdings ist die Akzeptanz der Probe aufgrund der horizontalen Beugungsebene um 90° verdreht. In diesem Fall, der für eine voreingestellte mittlere Wellenlänge λ von 0.7 \AA auch in Abb. 22 gezeichnet ist, ist der Reflexverlauf auf dem Film um 45° gegen die Horizontale geneigt.

Analytisch erhält man für die Abweichung des Braggwinkels der Probe $\Delta\theta$, bedingt durch eine Wellenlängenverschiebung $\Delta\lambda$, analog zu (45):

$$\Delta\theta(\Delta\lambda) = \tan(\theta_B) \frac{\Delta\lambda}{\lambda}. \quad (47)$$

Im Dreistrahlfall ist zusätzlich zu dieser Winkelabweichung des einfallenden Strahls in der Beugungsebene des primären Strahls die Änderung im Winkel ψ senkrecht dazu zu betrachten. Sehr anschaulich ist die Darstellung im reziproken Raum:

Eine Änderung der Wellenlänge um $\Delta\lambda$ führt zu einer Änderung der Größe der Ewaldkugel und damit auch zu einer Verschiebung des Lauepunktes. Da sich die Winkel θ und ψ auf die Koordinaten des Lauepunktes beziehen, bewirkt eine andere Wellenlänge eine Relativverschiebung um $\Delta\theta(\Delta\lambda)$ und $\Delta\psi(\Delta\lambda)$ in diesen beiden Winkeln. Für kleine Werte von $\Delta\theta(\Delta\lambda)$ und $\Delta\psi(\Delta\lambda)$ sind diese linear unabhängig.

[*] Genaugenommen muß man noch die Verschiebung des Maximums der Reflexionskurve um $\Delta\theta_0$ berücksichtigen; dem kann man aber durch eine entsprechende Verschiebung des Nullpunktes in allen Relativgrößen Rechnung tragen.

Ausgehend von der Beziehung für die Position des Dreistrahl-Lauempunktes (39) folgt für den Betrag des Differentialquotienten von ψ nach λ :

$$\begin{aligned} \left| \frac{d\psi}{d\lambda} \right| &= \left| \frac{d\left(\frac{\mathbf{e}_{1_a} \times \mathbf{e}_h}{|\mathbf{e}_{1_a} \times \mathbf{e}_h|} \right)}{d\lambda} \right| = \left| \frac{d\left(\frac{\lambda \mathbf{l}_a \times \frac{\mathbf{h}}{h}}{\sqrt{1 - \frac{h^2 \lambda^2}{4}}} \right)}{d\lambda} \right| = \frac{|\mathbf{h}| \lambda}{2} \frac{|\mathbf{g} \cdot (\mathbf{h} - \mathbf{g})|}{|\mathbf{h} \times \mathbf{g}|} \frac{1}{\left(1 - \frac{h^2 \lambda^2}{4}\right) \sqrt{1 - \frac{h^2 \lambda^2}{4} \frac{g^2 (\mathbf{h} - \mathbf{g})^2}{|\mathbf{h} \times \mathbf{g}|^2}}} \\ &= \frac{\tan(\theta_B)}{\cos(\theta_B)} \cdot \frac{|\mathbf{g} \cdot (\mathbf{h} - \mathbf{g})|}{\sqrt{|\mathbf{h} \times \mathbf{g}|^2 - \frac{h^2 \lambda^2}{4} g^2 (\mathbf{h} - \mathbf{g})^2}} \frac{1}{\lambda} \end{aligned}$$

d.h. eine Wellenlängenänderung $\Delta\lambda$ bewirkt eine Drehung im Winkel ψ von:

$$\Delta\psi (\Delta\lambda) = \pm \frac{\tan(\theta_B)}{\cos(\theta_B)} \cdot \frac{2 \mathbf{g} \cdot (\mathbf{h} - \mathbf{g})}{\sqrt{4 |\mathbf{h} \times \mathbf{g}|^2 - \lambda^2 h^2 g^2 (\mathbf{h} - \mathbf{g})^2}} \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \quad (48)$$

Das Vorzeichen wird in Abhängigkeit vom gewählten Lauempunkt wie in Gleichung (39) festgelegt.

Im Experiment überlagern sich die dispersionsbedingte Winkelverschiebung und die strahlwegseitige Divergenz. Demzufolge ergibt sich zusammenfassend bei einer horizontalen Beugungsgeometrie des primären Probenreflexes und vertikalem Monochromator schließlich:

$$\begin{aligned} \Delta\psi_{tot} &= \pm \Delta v(y) + \Delta\psi (\Delta\lambda^{Mono} (\Delta v(y))) \\ \Delta\theta_{tot} &= \Delta\xi(x) + \Delta\theta (\Delta\lambda^{Mono} (\Delta v(y))) \end{aligned} \quad (49)$$

Die Wahl des Vorzeichens von Δv erfolgt so, daß die Richtungsdefinition für ψ erfüllt ist (vgl. Abschnitt 2.4; für $\Delta\psi > 0$ läuft der Punkt G von der innerhalb der Ewaldkugel nach außerhalb).

4.3.4 Halbwertsbreite der Reflexionskurven und quellseitige Divergenz

Nach den bisherigen Überlegungen, die schließlich zu Gleichung (49) führten, fällt auf jeden Ort der Probe nur eine einzige Wellenlänge mit einer festen Einstrahlrichtung. Für eine vollständige Betrachtung ist es notwendig, die intrinsische Halbwertsbreite der Reflexionskurven (vgl. Abb. 5, links) und die endliche Quellgröße im Synchrotron mit einzubeziehen. Dadurch wird für jede Richtung nicht nur eine einzige Wellenlänge, sondern ein breiteres Intervall $\Delta\lambda^w$ reflektiert. An jedem Ort auf der Probe hat der einfallende Strahl nach Durchlaufen des Monochromators eine spektrale Breite $\Delta\lambda^w / \lambda$ von unter^[*] $1 \cdot 10^{-4}$ (bei einer Wellenlänge von 0.7 \AA) und eine demgegenüber wesentlich geringere quellseitige Divergenz (= Quellgröße / Quellabstand) von 0.3 arcsec . Im Du-Mond Diagramm schlägt sich der Einfluß von spektraler Breite und quellseitiger Divergenz in der Breite der Transmissionsbereiche nieder. Exakt läßt sich die Reflexion an einem Kristall durch Faltung mit diesen Größen berechnen.

[*] je nach Verkippung der beiden Monochromatorkristalle

Eine ausführliche Diskussion des Einflusses der quellseitigen Divergenz auf die Breite der Reflexionskurven in Abhängigkeit von der Beugungsgeometrie findet sich in meiner Diplomarbeit (Heyroth, 1995).

5 Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden die topographischen Aufnahmen der Intensitätsverteilungen im Dreistrahlfall vorgestellt und die erhaltenen Kontrasteffekte mittels effektivem Strukturfaktor und dem Verlauf der Dispersionsfläche qualitativ diskutiert. Zur Bestätigung der Interpretation erfolgen zusätzlich quantitative Berechnungen zur Position der Kontraste auf dem Film. Eine vollständige Simulation der Intensitätsverteilungen war nicht möglich, da dazu zum einen die genaue Kenntnis der Anregungsbedingungen in einem sehr kleinen Bereich um den Lorentz-Punkt erforderlich ist. Deren Bestimmung war mit der verfügbaren Versuchsanordnung nicht möglich. Zum anderen erfordert die Simulation von Kristallfehlern die vollständige dreidimensionale Lösung der Takagischen Gleichungen im Dreistrahlfall, was bisher noch nicht realisiert wurde.

5.1 Schnitt-Topographie

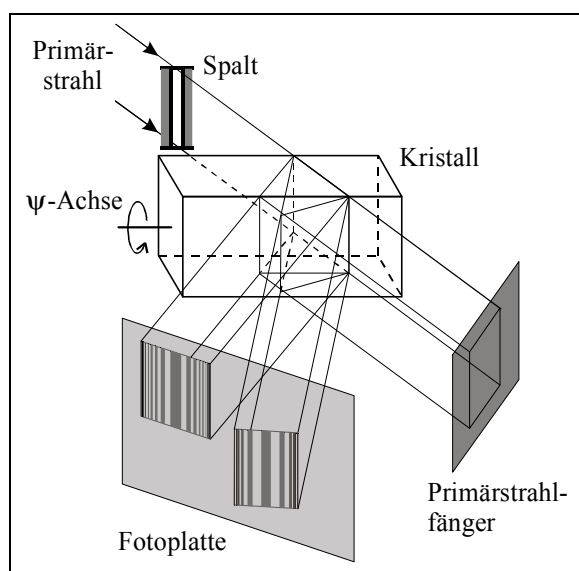


Abb. 23 Schematische Darstellung der experimentellen Anordnung für die Schnitt-Topographie im Dreistrahlfall.

Am Anfang der Diskussion sollen die Ergebnisse der Schnitt-Topographien stehen, da sie einen guten Überblick über die Erscheinungen im Dreistrahlfall liefern. Die experimentelle Anordnung und Strahlgeometrie dafür ist schematisch in Abb. 23 dargestellt. Der Primärstrahl wurde horizontal auf eine Breite von $25\ \mu\text{m}$ reduziert. In der Abbildung wurden die skizzierten Topogramme in den beiden Reflexen als unabhängig voneinander angenommen, d.h. die zu erwartenden Interferenzen sind nicht berücksichtigt, und nur die Intensitätsverteilung der Pendellösungsstreifen von zwei unabhängigen Zweistrahlfällen wurde skizziert.

5.1.1 Schnitt-Topographie im polychromatischen Strahl

Die Schnitt-Topographie bei Anregung eines Dreistrahlfalls mit den Reflexionen $\mathbf{h} / \mathbf{g} / \mathbf{h-g} = (\bar{2}\ \bar{2}\ 4) / (\bar{3}\ \bar{1}\ 3) / (1\ \bar{1}\ 1)$ in einer $0.97\ \text{mm}$ dicken und nahezu perfekten planparallelen Siliziumplatte ist in Abb. 24 dargestellt. Zu dieser Aufnahme wurde ein polychromatischer Primärstrahl verwendet. Um bei der Beugung den Einfluß der höheren harmonischen Wellenlängen in dem weißen Strahl zu reduzieren, wurde entsprechend dem Energiespektrum des Wigners dessen Gap bis auf $85\ \text{mm}$ geöffnet und eine Reflexionsgeometrie für eine Wellenlänge von etwa $0.5\ \text{\AA}$ ausgewählt. In der Abbildung ist auf der linken Seite der \mathbf{h} -Reflex und auf der rechten Seite der \mathbf{g} -Reflex angegeben. Aufgrund der strahlwegseitigen Divergenz ändert sich der ψ -Wert entlang der Höhe der Topogramme, während θ in erster

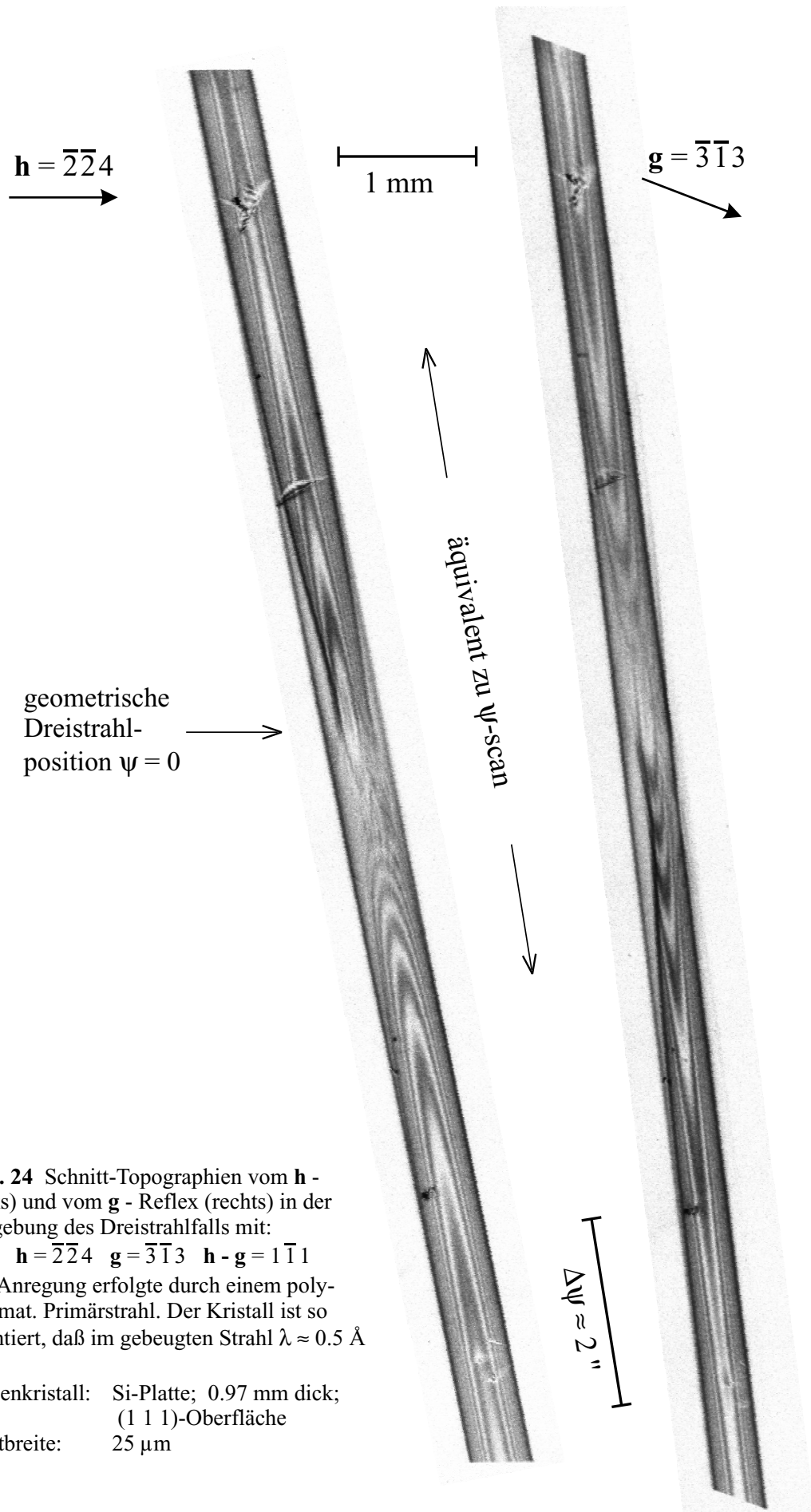


Abb. 24 Schnitt-Topographien vom \mathbf{h} - (links) und vom \mathbf{g} - Reflex (rechts) in der Umgebung des Dreistrahlfalls mit:

$$\mathbf{h} = \bar{2}\bar{2}4 \quad \mathbf{g} = \bar{3}\bar{1}3 \quad \mathbf{h} - \mathbf{g} = 1\bar{1}1$$

Die Anregung erfolgte durch einem polychromat. Primärstrahl. Der Kristall ist so orientiert, daß im gebeugten Strahl $\lambda \approx 0.5 \text{ \AA}$ ist.

Probenkristall: Si-Platte; 0.97 mm dick;
(1 1 1)-Oberfläche

Spaltbreite: 25 μm

Näherung konstant bleibt. Die gesamte Höhe der Schnitte von 10 mm entspricht einer Variation in ψ von etwa ± 7 arcsec um den Dreistrahlpunkt.

Die Intensitätsverteilungen in den **h**- und **g**-Reflexionen sind gekennzeichnet durch verschiedenartige hakenförmige Kontraste. Diese Kontraste werden durch die Schwankungen im effektiven Strukturfaktor beim Durchlaufen des Dreistrahlfalls verursacht.

Eine vergleichbare Intensitätsänderung findet sich auch in den Schnitt-Topographien eines Kristallkeils bei Anregung im Zweistrahlfall (vgl. Abb. 17). In einer solchen Geometrie werden die ‘Haken’ durch die sich ändernde Kristalldicke und den damit verbundenen schrägen Schnitt der Austrittsfläche durch den Borrmann-Fächer hervorgerufen. Die Intensität $I(\mathbf{h})$ in der Mitte des Fächers auf der Kristallaustrittsfläche ist entsprechend Gleichung (44) eine Funktion aus dem Produkt von Kristalldicke t und Strukturfaktor F . Im Dreistrahllexperiment bleibt die Dicke konstant; aber der effektive Strukturfaktor verändert sich mit ψ , wie es in Abb. 11 berechnet wurde. Durch diesen Vergleich wird deutlich, daß die Zahl der Intensitätsoszillationen innerhalb einer planparallelen Kristallplatte proportional zum Betrag des effektiven Strukturfaktors ist.

Der obere Teil im **h**-Reflex in Abb. 24 entspricht einer Position des reziproken Gitterpunktes G innerhalb der Ewaldkugel, d.h. es ist $R(\mathbf{g}) > 0$ und $\psi < 0$. Der effektive Strukturfaktor $F_{\text{eff}}(\mathbf{h})$ steigt vom oberen Rand der Schnitt-Topographie zur Mitte hin an. Im unteren Teil sind die ψ -Werte positiv (G ist außerhalb der Ewaldkugel), und $F_{\text{eff}}(\mathbf{h})$ ist hier kleiner als der Strukturfaktor im Zweistrahlfall $F(\mathbf{h})$, welcher oberhalb und unterhalb des dargestellten Bereichs wirksam ist. Die beiden lokalen dreiecksförmigen Kontraste in der oberen Bildhälfte werden durch Versetzungen im Probenkristall erzeugt.

In Abb. 25 ist dem experimentellen Topogramm des **h**-Reflexes eine numerische Simulation der Intensitätsverteilung gegenübergestellt. Die Simulation basiert auf dem Algorithmus für zwei starke Wellen (38), wobei der Strukturfaktor in χ_h und t_{ex} durch den effektiven Strukturfaktor nach Abb. 11 ersetzt wurde. Bei der Darstellung wurde zusätzlich die photographische Gradation der Kernspurplatte berücksichtigt. Die Berechnungen geben die Asymmetrie der Kontraste im Dreistrahlfall wieder. Besonders in der Mitte der Pendellösungsstreifen zeigt sich eine gute Übereinstimmung mit dem Experiment. Der Vergleich mit der Simulation ermöglicht die genaue Festlegung der geometrischen Dreistrahlposition $\psi = 0$.

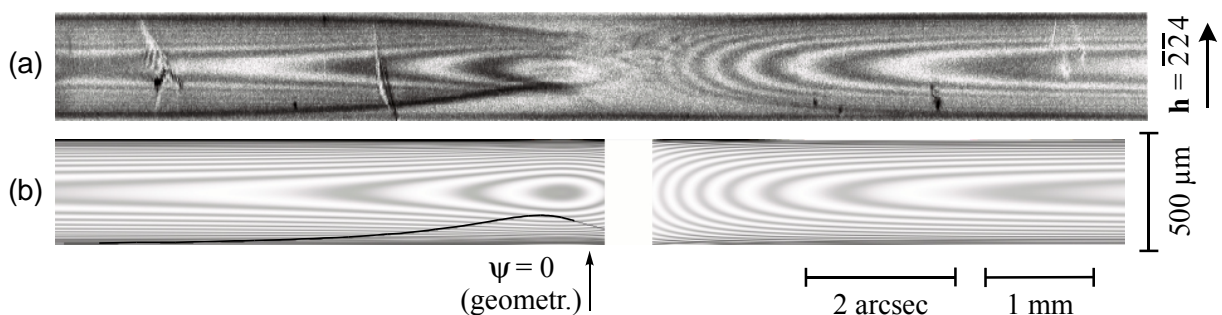


Abb. 25 Vergleich zwischen dem experimentellen Topogramm (a) und der zugehörigen Simulation (b). Die Topographie entspricht dem **h**-Reflex von Abb. 24, wobei aber die geometrische Bildverzerrung aus der Aufnahmegeometrie korrigiert ist. Zur besseren Sichtbarkeit ist die horizontale und vertikale Skalierung unterschiedlich gewählt. Die Simulation basiert auf dem effektiven Strukturfaktor; die schwarze Linie in der Simulation markiert die Position der Strahlen in der Topographie, die am Wendepunkt der Dispersionsfläche angeregt werden.

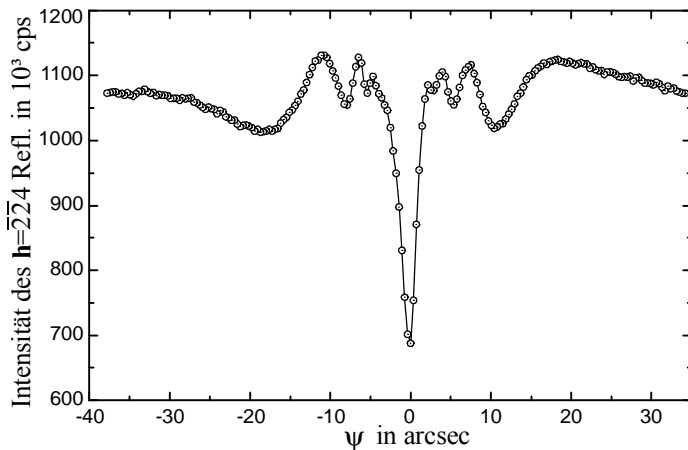


Abb. 26 Renninger-Scan entlang des Dreistrahlfalls bei einer Wellenlänge von $\lambda=0.734\text{\AA}$ und π polarisierter Strahlung. Verwendet wurde die gleiche Probe und die gleichen Reflexe wie in Abb. 24

Die Bethenherung, die dem effektiven Strukturfaktor zu Grunde liegt, kann in der Umgebung der geometrischen Dreistrahlposition nicht mehr angewendet werden; die Simulation ist in diesem Bereich unterbrochen. Der effektive Strukturfaktor trgt auch keine Information ber die Vernderungen in den Randbereichen der Pendellsungsstreifen. Zustzlich ist die Berechnung der hier stark oszillierenden Intensittsverteilung durch Diskretisierungsfehler verflscht.

Die Richtung der hakenfrmigen Kontraste ist in den Schnitt-Topographien im **h**- und im **g**-Reflex entgegengesetzt, d.h. die Abweichung vom entsprechenden Zweistrahlfall ist invers. Unter gleichen experimentellen Bedingungen (z.B. der Wellenlngendispersion in polychromatischen Schnitt-Topographien oder der nderung im Winkel ψ) gilt die Beziehung:

$$\text{sign}(R(\mathbf{h}))|_{\mathbf{g}\text{-Reflex}} = -\text{sign}(R(\mathbf{g}))|_{\mathbf{h}\text{-Reflex}}, \quad (50)$$

d.h. ein IN-OUT-Scan^[*] in **h** entspricht einem OUT-IN-Scan in **g**. Vertauscht man in Gleichung (41a) **h** mit **g** und erhlt so den Ausdruck fr $F_{\text{eff}}(\mathbf{g})$, wird das inverse Verhalten zwischen Umwegwelle und direkter Welle durch den Vorzeichenwechsel in Gleichung (50) sofort deutlich.

Abb. 26 zeigt das mit einem Szintillationszhler aufgenommene ψ -Scanprofil durch den Dreistrahlfall entlang des Intensittsmaximums im Winkel θ . Allerdings wurde die Probe dabei mit einem monochromatischen Primrstrahl und einer Wellenlnge von 0.734\AA angeregt. Zustzlich wurden die Blenden auf $1 \times 1 \text{ mm}^2$ geffnet, so da durch die Faltung der Reflektivitt $R(\theta, \psi)$ mit der Divergenz und spektralen Breite des einfallenden Strahls im Experiment nahezu vollstndig ber die Reflektivitt in θ integriert wird. Dieses Verfahren wird im weiteren als Renninger-Scan bezeichnet (vgl. z.B. a. Weckert 1997). Die im Renninger-Scan gemessene Intensitt entspricht der integralen Intensitt lngs der Breite der Schnitt-Topographie (in Abb. 25 entlang der Hhe). Damit lassen sich die Intensittsnderungen im Scan den Hakenkontrasten in den Topogrammen zuordnen und so direkt auf die nderung des effektiven Strukturfaktors zurckfhren. Der Intensittseinbruch bei $\psi \approx 0$ ist durch den Aufhellungseffekt bedingt.

[*] ψ -Scan mit positiver Scanrichtung bei dem G von innerhalb der Ewaldkugel nach auerhalb luft.

In Abb. 24 findet sich auf der linken Seite in beiden Topogrammen eine dunkle Linie mit hohem Kontrast. Sie beginnt jeweils etwa in der Bildmitte an der geometrischen Dreistrahlposition und setzt sich im \mathbf{h} -Reflex nach oben und im \mathbf{g} -Reflex nach unten hin fort. Diese Kontraste lassen sich durch die komplexere Form der Dispersionsfläche im Dreistrahlfall erklären. Dazu sind in Abb. 27 zwei Schnitte durch die Dispersionsfläche im reziproken Raum gezeichnet. Die Schnittebenen sind so gewählt, daß die dargestellten Punkte mit den angeregten Punkten der Dispersionschalen bei $\psi = -1.25$ arcsec und $\psi = 1.25$ arcsec in der Topographie übereinstimmen. Die Farbintensität der Punkte entspricht der Komponente $|\mathbf{D}(\mathbf{h})|^2$ des Energiestroms \mathbf{S} (vgl. Gl. (18)) im Kristall relativ zur einfallenden Intensität unter Berücksichtigung der Randbedingungen des Experiments. Durch die Anregung mit Synchrotronstrahlung, die parallel zur Beugungsebene von \mathbf{h} polarisiert ist (π -Polarisation), wird in der vorliegenden Reflexionsgeometrie die Intensitätsverteilung im \mathbf{h} -Reflex im wesentlichen durch die beiden Dispersionschalen in der direkten Umgebung des Lorentz-Punktes $L_0(\mathbf{h})$ bestimmt. Für positive ψ -Werte sind dies die Schalen (d) und (e); bei negativen

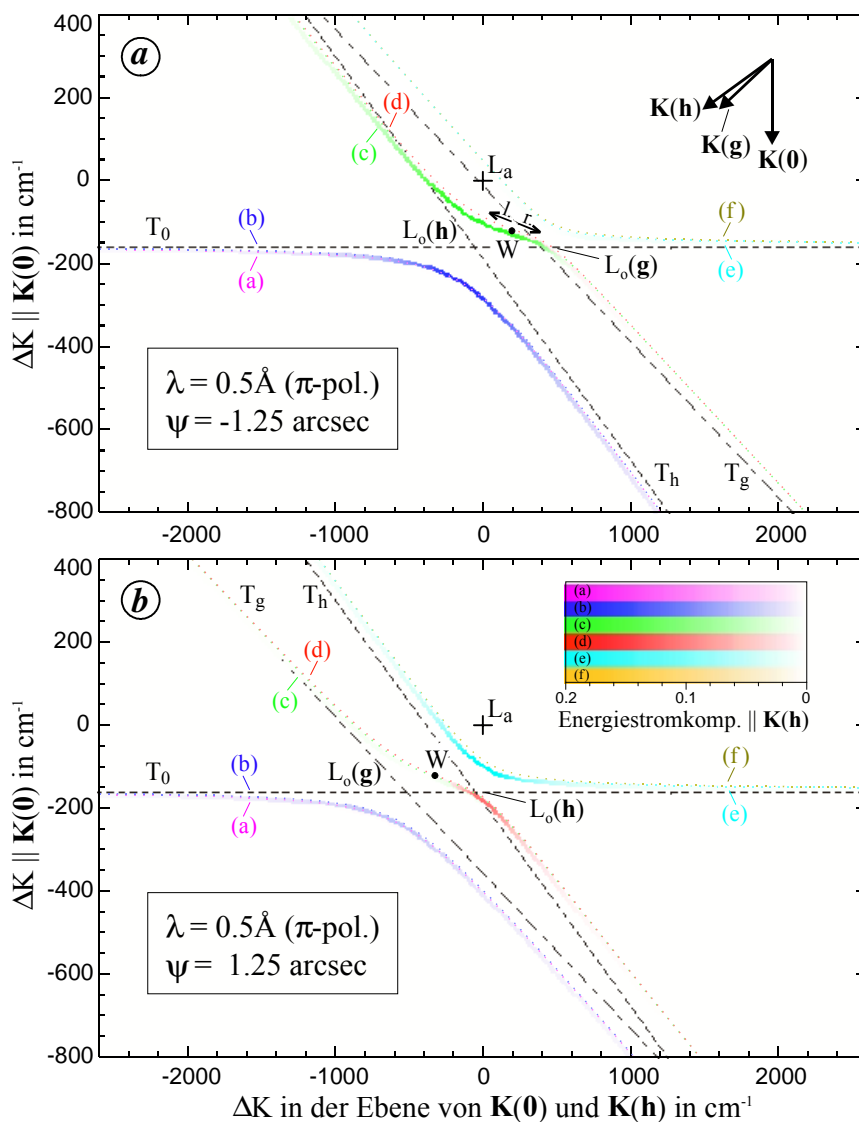
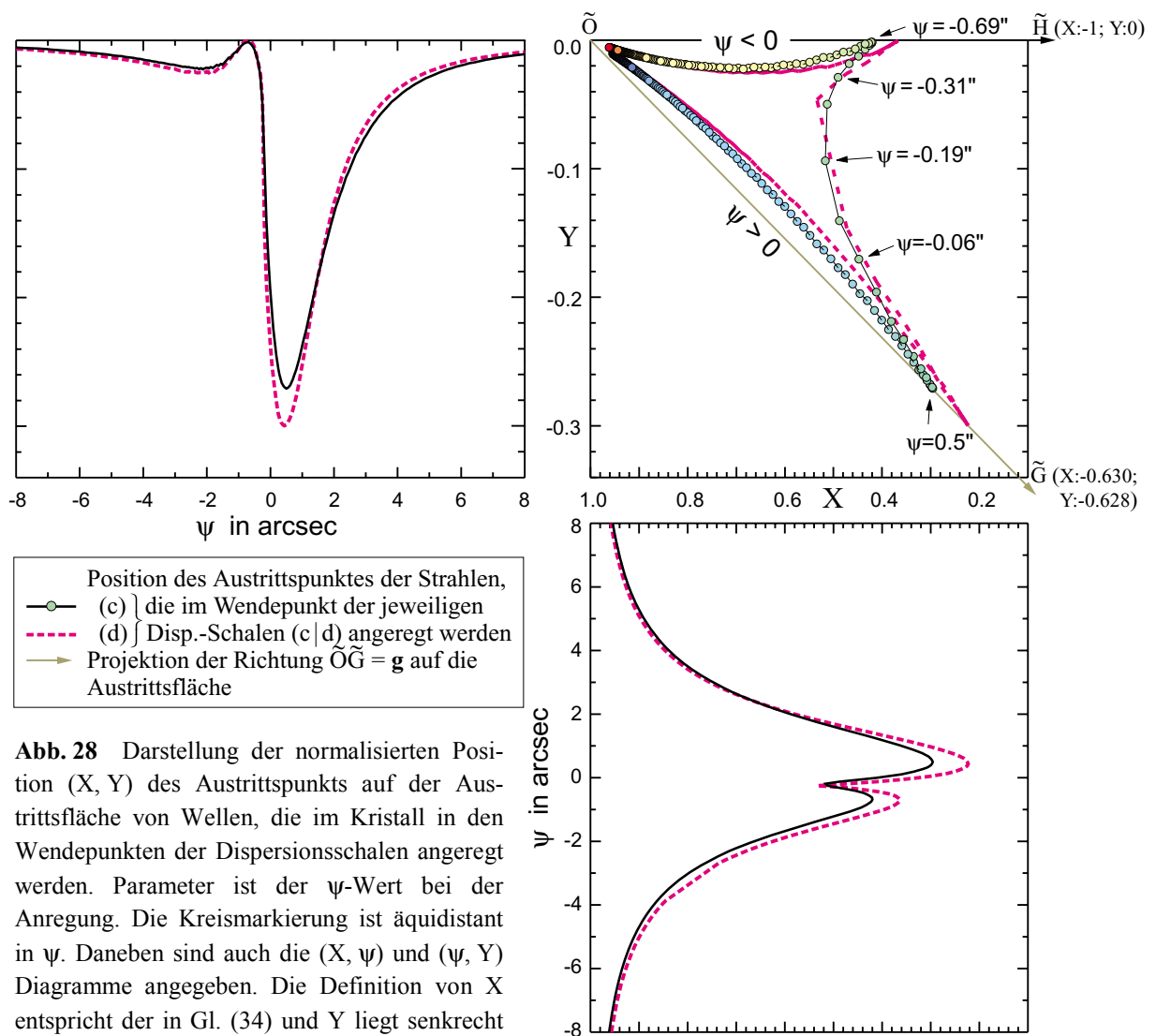


Abb. 27 Schnitte in der Ebene von $\mathbf{K}(0)$ und $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ durch den reziproken Raum eines Siliziumkristalls mit den Dispersionschalen in der Umgebung der $[\mathbf{h} = \bar{2}\bar{2}\bar{4} / \mathbf{g} = \bar{3}\bar{1}\bar{3} / \mathbf{h}\text{-}\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ -Dreistrahlposition für die Position von $\psi = -1.25$ arcsec (Bild a) und $\psi = +1.25$ arcsec (Bild b). Die Zeichenebene enthält die Wellenvektoren $\mathbf{K}(0)$ und $\mathbf{K}(\mathbf{h})$; $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ ist dazu geneigt. Die verschiedenen Schalen der Dispersionsfläche sind von (a) bis (f) numeriert und farblich unterschieden. Die Farbintensität der einzelnen Punkte auf der Dispersionsfläche entspricht der Komponente $|\mathbf{D}(\mathbf{h})|^2$ des Energiestroms \mathbf{S} im Kristall relativ zur Gesamtintensität. Zur Kennzeichnung des vollständigen Verlaufs der Dispersionschalen ist zusätzlich jeweils noch eine dünne gepunktete Linie eingezeichnet. Die gestrichelten Linien T_0 , T_h und T_g sind die Asymptotenlinien der Hyperbelflächen der ungestörten Zweistrahlfälle. Markiert sind auch die Zweistrahl-Lorentz-Punkte L_0 , die Projektion des Laue-Punktes L_a sowie die Lage der Wendepunkte W .

Werten (b) und (c). Die Schalen (c) und (d) besitzen hier jeweils einen Wendepunkt W. Da der Energiestrom \mathbf{S} im Kristall immer senkrecht zur Dispersionsfläche läuft, kommt es durch die geringe Krümmung in der Umgebung des Wendepunktes zu einer Intensitätserhöhung analog zum Margineffekt (vgl. Abschnitt 2.3.3).

Die Lage der Austrittspunkte von Wellen, die im Kristall im Wendepunkt W angeregt werden, auf der Austrittsfläche ist in Abb. 28 in Abhängigkeit von ψ aufgetragen. Für negative Werte von ψ ist die Energiestromrichtung im Wendepunkt nahezu vollständig auf die Ebene der Wellenvektoren $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ mit ihren Austrittspunkten $\tilde{\mathbf{O}}$ und $\tilde{\mathbf{H}}$ begrenzt. \mathbf{S} hat somit keine signifikante Komponente in $\mathbf{K}(\mathbf{g})$. Wird $\psi > -0.69$ arcsec, springt die Energiestromrichtung innerhalb eines Intervalls $\Delta\psi$ von unter einer Winkelsekunde in die Ebene von $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{g})$, repräsentiert durch die Gerade $\tilde{\mathbf{O}}\tilde{\mathbf{G}}$. Das ist der Grund dafür, daß in den Topographien die beschriebene Intensitätsverstärkung jeweils nur auf einer Seite auftritt, obwohl der Wendepunkt in der Dispersionsfläche für Werte $\psi > 0$ als auch für $\psi < 0$ existiert. In der Simulation in Abb. 25-b sind zum Vergleich die Austrittspunkte der Wellen, die von W ausgehen, für $\psi < 0$ als schwarze Linie eingezeichnet.

Wie aus den Bildern der Dispersionsflächen deutlich wird, gibt es durch die unterschiedliche Richtung der Zweistrahl-Asymptoten T_g und T_h im reziproken Raum einen Schnittpunkt



zwischen diesen Geraden. Im Gegensatz dazu schneiden sich die einzelnen Dispersionsschalen nicht, was zur Veränderung der Asymptotenrichtung gegenüber dem Zweistrahlfall und damit verbunden zu einer Verengung des Interferenzmusters auf der rechten Seite im Topogramm des **h**-Reflexes am Dreistrahlpunkt führt. Im effektiven Strukturfaktor ist dieser Einfluß nicht enthalten, so daß er in der nur darauf basierenden Simulation nicht enthalten ist.

5.1.2 Schnitt-Topographie im monochromatischen Strahl

Die Schnitt-Topographien, die im 'white-beam' Mode aufgenommen wurden, geben einen guten Überblick über die Kontraständerungen in Dreistrahlfall, aber die Bilddetails besonders in der direkten Umgebung der geometrischen Dreistrahlposition sind verwischt. Diese Integration kann durch Verwendung eines monochromatischen Strahls mit längerer Wellenlänge reduziert werden. Aufgrund der geringen spektralen Breite und Divergenz des monochromatischen Strahls wird nur noch ein Teil der Dispersionsfläche um $L_0(\mathbf{h})$ angeregt. Die stärkere anormale Absorption bei der längeren Wellenlänge reduziert die Zahl der Dispersionsschalen, die in der Umgebung des Dreistrahlfalls wesentlich zur Intensitätsverteilung im Topogramm beitragen. Für $\psi \approx 0$ wird die Beugung vor allem von Wellen bestimmt, deren **K**-Vektoren zur Schale (c) gehören. Allerdings ist die Höhe der Topogramme durch die dispersive Winkelverteilung der Wellenlänge im Monochromator begrenzt.

Abb. 29 zeigt eine Serie von Schnitt-Topographien, aufgenommen mit einem monochromatischen Primärstrahl einer Wellenlänge von 0.734 \AA , in der gleichen Dreistrahlinterferenz, wie sie im letzten Abschnitt diskutiert wurde. In der oberen Zeile ist der **h**-Reflex dargestellt und in der unteren Zeile die Topogramme der **g**-Reflexion. Zwischen den einzelnen Spalten erfolgte jeweils eine kleine Drehung im Winkel ψ . Äquivalente ψ -Positionen in benachbarten Aufnahmen sind durch Linien miteinander verbunden. Die Bilder in der letzten Spalte (h) sind mit den Topographien, die man im Zweistrahlfall erhält, vergleichbar.

Die Kontrasterscheinungen in den Topogrammen entsprechen denen im polychromatischen Strahl. Zusätzlich wird nahe der geometrischen Dreistrahlposition ein neues Kontrastmuster sichtbar. (s.a. Abb. 30 links und Abb. 29-d,e). Es beginnt an der Linie mit hoher Intensität, die durch den Wendepunkt hervorgerufen wird, und setzt sich in Richtung des Reflexionsvektors zur rechten Seite im Topogramm hin fort. Diese zusätzlichen Intensitätsoszillationen lassen sich auf eine Interferenz zwischen den beiden Wellen mit gleicher Energiestromrichtung rechts und links vom Wendepunkt der Dispersionschale (c) zurückführen. Ein Vergleich zwischen der Filmschwärzung im Bereich dieser Oszillationen mit einer Simulation ist in Abb. 31a angegeben. Der Austrittspunkt der Strahlen, die im Wendepunkte **W** angeregt werden, liegt bei etwa $X = -0.5$. Zur Berechnung der Intensitätsverteilung wurden, beginnend in **W**, alle Wellen im Kristall, die von verschiedenen Punkten der Dispersionsflächen ausgehen aber (nahezu) die gleiche Energiestromrichtung besitzen, miteinander überlagert. Da die Position der Oszillationen auf der Austrittsfläche sehr empfindlich von der Kristalldicke abhängt, wurde diese als Parameter angesetzt und schließlich vom gemessenen Wert von 0.97 mm auf 1.019 mm angepaßt. Damit wurden die Änderung der Länge des Strahlweges durch einen Fehlschnitt der Kristalloberfläche und die Ungenauigkeit der tabellierten Atomformfaktoren in der Rechnung berücksichtigt.

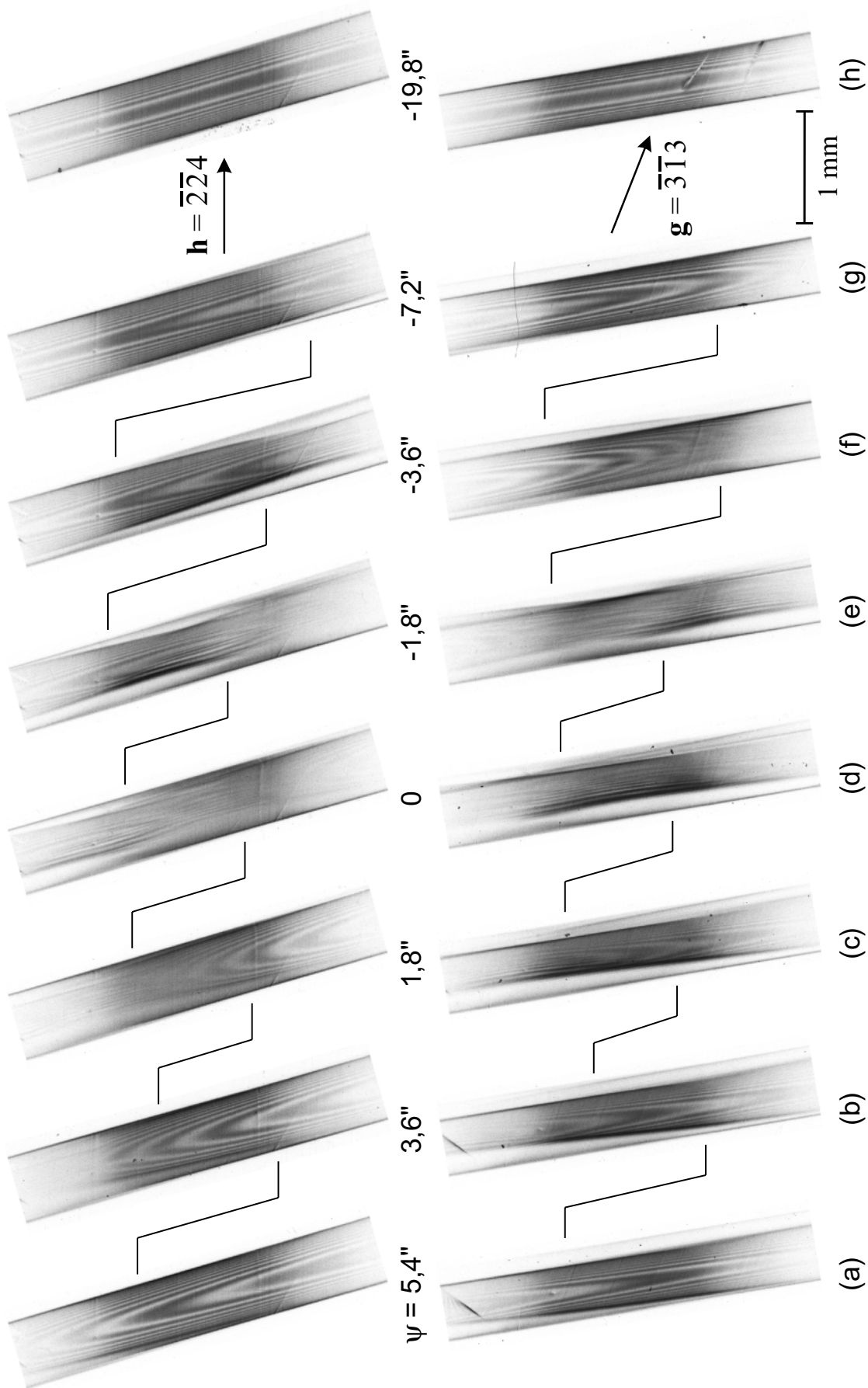


Abb. 29 Schnitt-Topographien der h - und g -Reflexe in der Umgebung des Dreistrahlfalls: $h = \bar{2}\bar{2}4 / g = \bar{3}\bar{1}3 / h - g = \bar{1}\bar{1}1$ im monochr. Primärstrahl. Die Topographien in den einzelnen Spalten unterscheiden sich nur durch eine unterschiedlich große ψ - Rotation relativ zum Dreistrahlpunkt. Primärstrahl: monochromatisch $\lambda = 0.734 \text{ \AA}$; Probenkristall: Si-Platte, (1 1 1)-Oberfläche, 0,97 mm dick; Spaltbreite: 25 μm

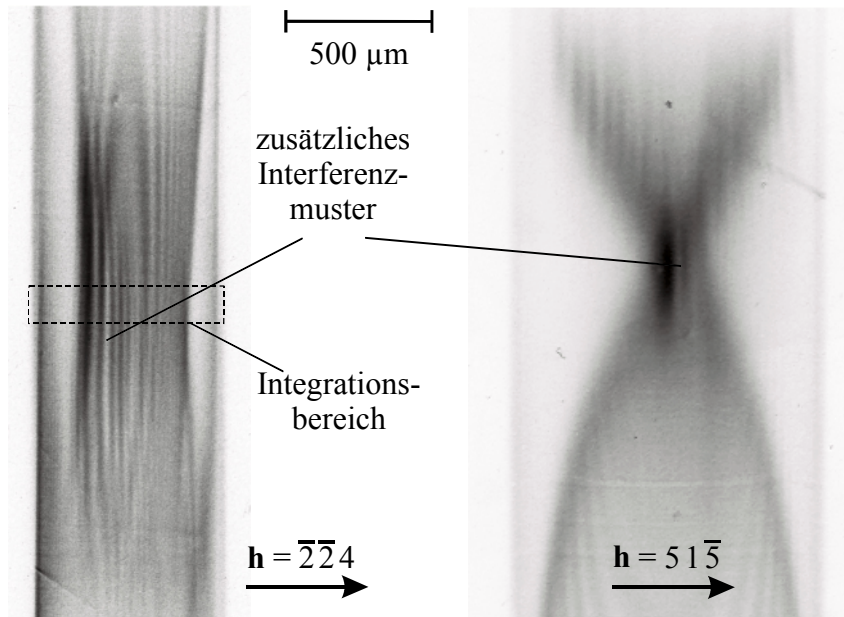


Abb. 30 Vergrößerung der Topographien der h -Reflexe aus Abb. 29(e) links und Abb. 32(c) rechts. Die Bildverzerrung der Aufnahmegeometrie ist korrigiert.

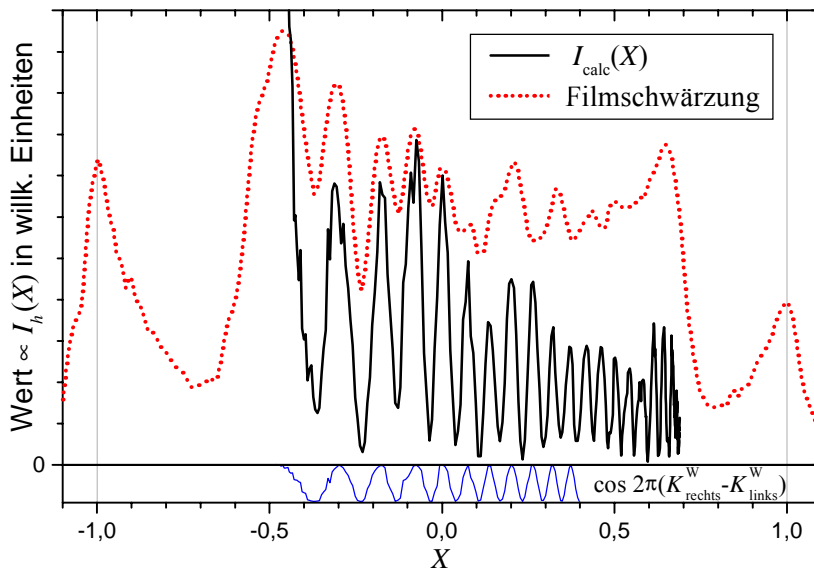


Abb. 31a Diagramm der Filmschwärzung, die aus dem mit einer gestrichelten Linie umrahmten Bereich der Topographie in Abb. 30 entnommen wurde, und längs der kleineren Dimension des Rechtecks aufintegriert ist. Die durchgezogene Linie entspricht der Intensität I_{calc} einer Simulation, bei der alle Wellen mit jeweils gleicher Energiestromrichtung im Kristall überlagert wurden. Unterhalb der Nulllinie ist zusätzlich der \cos der Wellenzahldifferenz der überlagerten Wellen von Schale (c) angegeben.

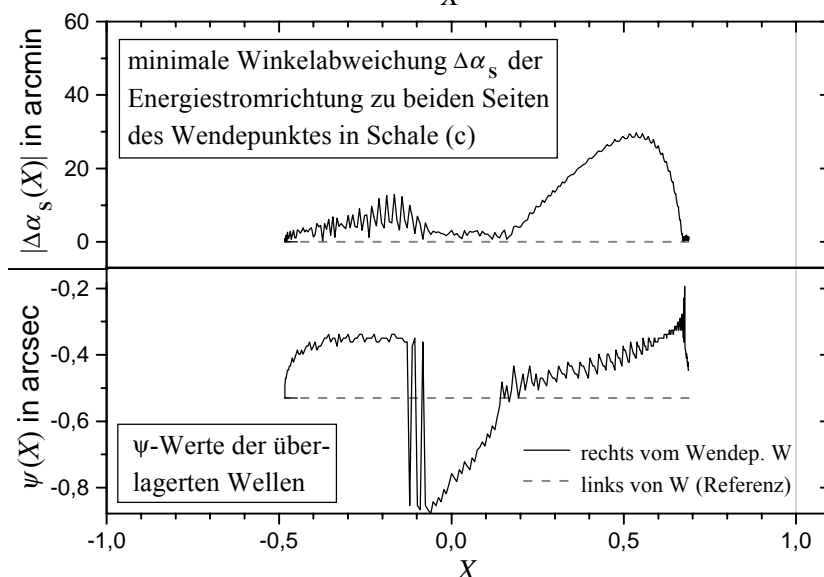


Abb. 31b Diagramm der Simulationsfehler. Im oberen Teil ist die Winkelabweichung $\Delta\alpha_s$ der Energiestromrichtung e_s zwischen den beiden Wellen, die von der Dispersionsschale (c) rechts bzw. links (vgl. Abb. 27a) des Wendepunktes W ausgehen und in der Simulation miteinander überlagert werden, dargestellt. Im unteren Teil sind die ψ -Werte dieser Wellen aufgetragen.

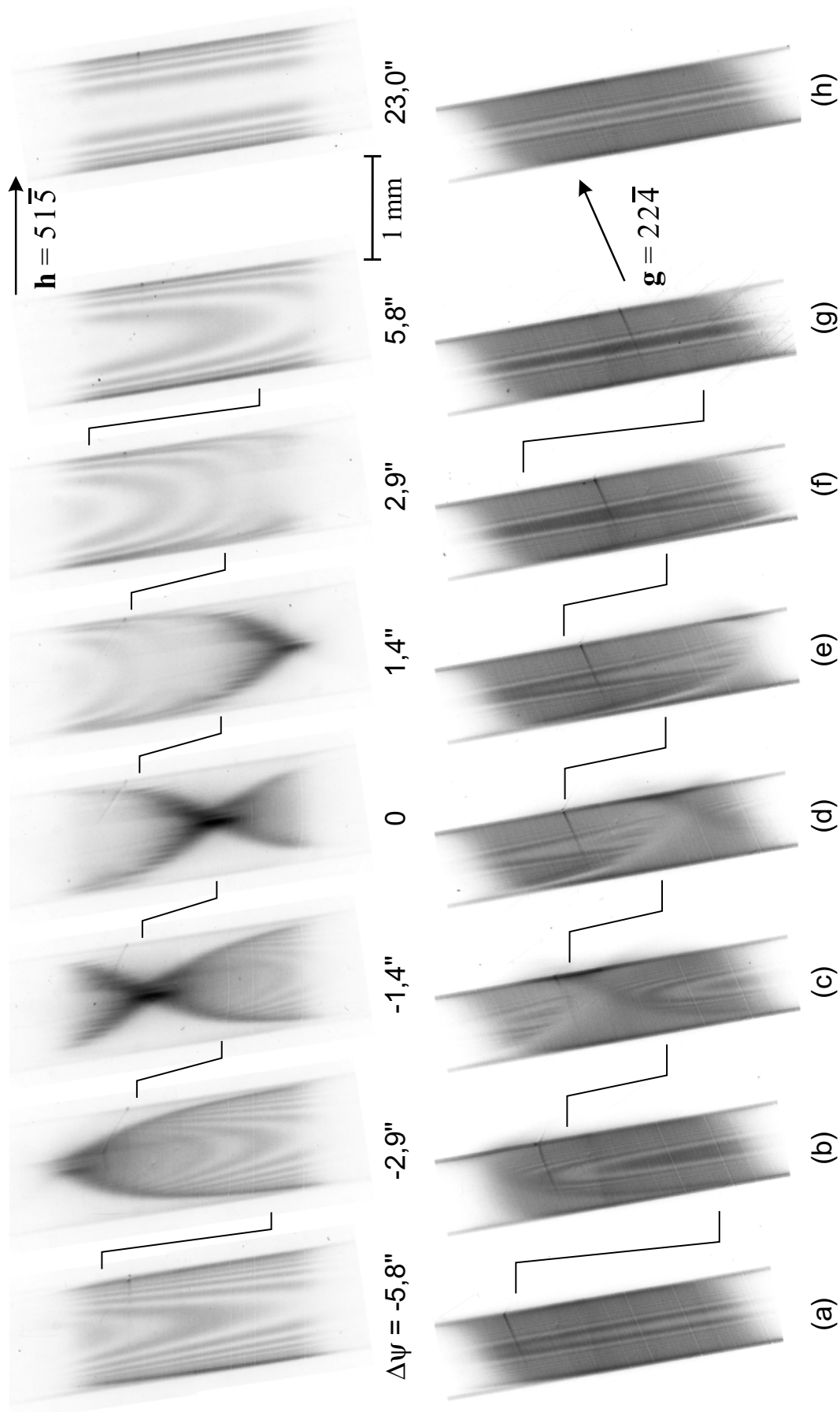


Abb. Schnitt-Topographien der \vec{h} - und \vec{g} -Reflexe in der Umgebung des Dreistrahlfalls: $\vec{h} = 51\bar{5} / \vec{g} = 22\bar{4} / \vec{h} - \vec{g} = 3\bar{1}\bar{1}$ im monochr. Primärstrahl. Die Topographien in den einzelnen Spalten unterscheiden sich nur durch eine unterschiedlich große ψ -Rotation relativ zum Dreistrahlpunkt. Primärstrahl: monochromatisch $\lambda = 0.711 \text{ \AA}$; Probenkristall: Si-Platte, (1 1 1)-Oberfläche, 1.1 mm dick; Spaltbreite: 25 μm

Die Simulation gibt die Lage der ersten fünf Intensitätsmaxima und Minima richtig wieder. Bei den weiteren Oszillationen und in den Intensitätsverhältnissen kommt es zu Abweichungen im Vergleich zur topographischen Aufnahme. Das kann zum einen darauf zurückgeführt werden, daß die Winkelverteilung der Intensität im Primärstrahl, die zusätzliche Phasenverschiebung durch die Krümmung der Dispersionsflächen und die Faltung mit den Strahleigenschaften nicht mit in die Berechnung einbezogen wurden. Zum anderen steigt für Werte von $X > 0.2$ die Richtungsdivergenz zwischen den Energiestromrichtungen der überlagerten Wellen stark an (vgl. Abb. 31b).

Der Bragg-Winkel für die $\mathbf{h} = (\bar{2} \bar{2} 4)$ Reflexion ist größer als bei der $\mathbf{g} = (\bar{3} \bar{1} 3)$ Reflexion. Dadurch ist auch die Breite der zugehörigen Schnitt-Topographien im Zweistrahlfall verschieden. In der Umgebung der Dreistrahlposition kommt es durch den Energietransfer der Wellenfelder über die Umweg-Reflexion zu einer ‘Verbreiterung’ im \mathbf{g} -Reflex (vergleiche Abb. 29-b, c, d, e mit dem Zweistrahlfall in Abb. 29-h). Diese Betrachtung im reellen Raum entspricht der obigen Diskussion der Asymptotenrichtungen im reziproken Raum.

In Abb. 32 ist eine weitere Serie von Schnitt-Topographien in der Umgebung des $\mathbf{h} / \mathbf{g} / \mathbf{h-g} = (5 \bar{1} \bar{5}) / (2 \bar{2} \bar{4}) / (3 \bar{1} \bar{1})$ Dreistrahlfalls dargestellt. Im Gegensatz zu dem bisher diskutierten Fall, in dem die Strukturfaktoren der beteiligten Reflexe in etwa gleich waren, ist hier, bezogen auf \mathbf{h} , die Umwegwelle stärker als die direkte Welle. Für das Verhältnis der Strukturfaktoren gilt:

$$\frac{|F(\mathbf{g}) \cdot F(\mathbf{h-g})|}{|F(\mathbf{h})|^2} = \frac{|F(2\bar{2}\bar{4}) \cdot F(3\bar{1}\bar{1})|}{|F(5\bar{1}\bar{5})|^2} = 3.3$$

Die Beugungsgeometrie der Reflexe ist in den beiden Fällen vergleichbar. In der Topographie kommt es an der Dreistrahlposition zu einer starken ‘Einschnürung’ der Intensitätsverteilung im \mathbf{h} -Reflex. Innerhalb des Intensitätsmaximums ist auch in diesem Fall eine zusätzliche Interferenz zu beobachten (vgl. Abb. 30).

Verallgemeinernd läßt sich feststellen, daß im Vergleich zum Zweistrahlfall in allen untersuchten Dreistrahlinterferenzen in Laue-Laue-Geometrie die folgenden neuen Kontraste in den Schnitt-Topographien perfekter Siliziumkristalle auftreten:

- Hakenförmige Kontraste, entsprechend dem effektiven Strukturfaktor in einer weiten Umgebung des Dreistrahlalles.
- Einengung der Pendellösungserscheinungen aufgrund des Energietransfers zwischen den Wellenfeldern und damit verbunden eine Richtungsverschiebung der Asymptoten der Dispersionsflächen.
- Intensitätserhöhungen infolge einer veränderten Energieströmung im Kristall bzw. einer veränderten Krümmung der Dispersionsflächen.
- Zusätzliche Interferenzerscheinungen an der Position des exakten Dreistrahlfalls.

Die Form und Ausdehnung aller Kontrasterscheinungen hängt jedoch stark von der Geometrie und den Strukturfaktoren der beteiligten Reflexe ab.

5.1.3 Schnitt-Topographie mit Versetzung

Neben den Pendellösungsstreifen in den Schnitt-Topographien eines perfekten Kristalls werden auch die Kontraste von Kristallbaufehlern im Dreistrahlfall verändert. Dies wurde am Beispiel einer Versetzung im Silizium untersucht. Ausgehend von den Aufnahmen mit polychromatischem Primärstrahl in Abb. 24 ist in Abb. 35 und Abb. 36 eine Serie von Schnitt-Topographien einer Einzelversetzung im $\mathbf{h}=(\bar{2}\bar{2}4)$ bzw. $\mathbf{g}=(\bar{3}\bar{1}3)$ Reflex dargestellt. Die experimentellen Bedingungen und die Strahlgeometrie entsprechen den Angaben in Abschnitt 5.1.1. Zwischen den einzelnen Aufnahmen der Versetzung erfolgte jeweils eine ψ -Rotation von 1.4 arcsec. In der Mitte der Abbildungen sind zum Vergleich zusätzlich noch einmal die Topogramme des ungestörten Kristalls angegeben, allerdings mit geringerer Vergrößerung und um 90° gedreht. Die Position der Bildausschnitte des gestörten Kristalls zum Dreistrahlfall ist jeweils mit einem Pfeil markiert.

In den Topogrammen erkennt man deutlich das intermediäre Bild der Versetzung als Dreieck von Pendellösungskontrasten. Die Versetzungslinie der untersuchten Einzelversetzung läuft entlang der Mitte des Borrmannfächers von der Eintrittsseite des Röntgenstrahls zur Austrittsseite auf der Kristallplatte. Abb. 33 zeigt schematisch einen Querschnitt mit der Lage dieser Linie. Die Wellenfelder des Borrmannfächers werden im Kristall durch die starke Deformation des Gitters in der Umgebung der Versetzung entkoppelt. Beim Wiedereintritt in das perfekte Kristallgebiet regen sie dann durch intra- und interbranch scattering erneut Wellen auf allen Ästen der Dispersionsfläche an (vgl. auch Abschnitt 3.1.1).

Durch die Neigung der Versetzungslinie ändert sich entlang der Höhe der Schnitt-Topographie der Abstand des gestörten Bereichs im Kristall zur Eintrittsfläche; das intermediäre Bild ist eine Art Querschnittsbild. Der Abstand zwischen den Intensitätsmaxima bzw. -minima in der Mitte des Borrmannfächers ist direkt proportional zur Extinktionslänge t_{ex} . Während die Hakenkontraste im perfekten Kristall die *Änderung* des effektiven Strukturfaktors angeben, ist aus der Zahl der Intensitätsoszillationen innerhalb des intermediären Bildes die direkte experimentelle Bestimmung des *Absolutbetrags* des Strukturfaktors nach Gleichung (30) möglich.

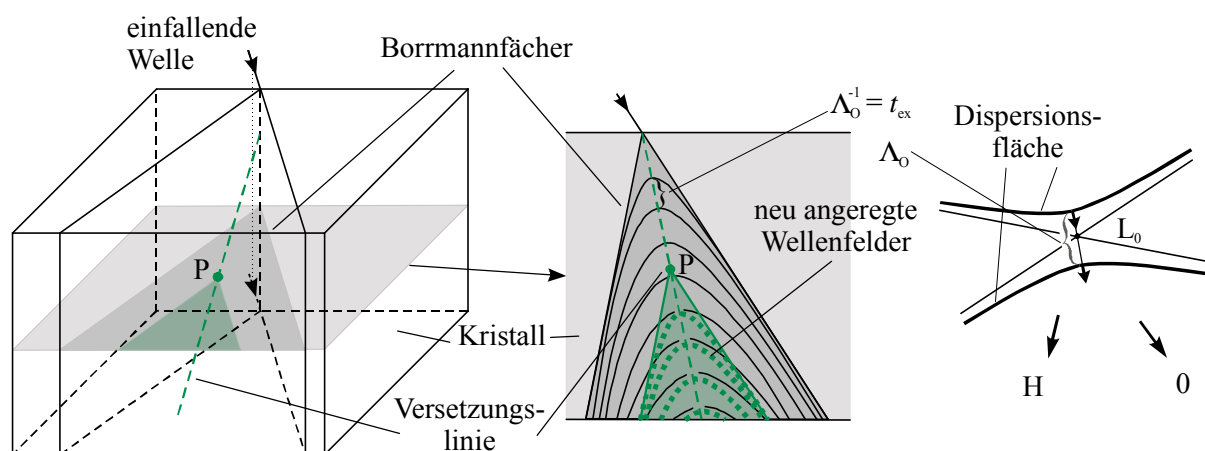


Abb. 33 Schematische Darstellung des Verlaufs der Versetzungslinie im Probenkristall (links) und der Entstehung des intermediären Bildes der Versetzung im Schnitt-Topogramm im reellen und reziproken Raum (mitte und rechts).

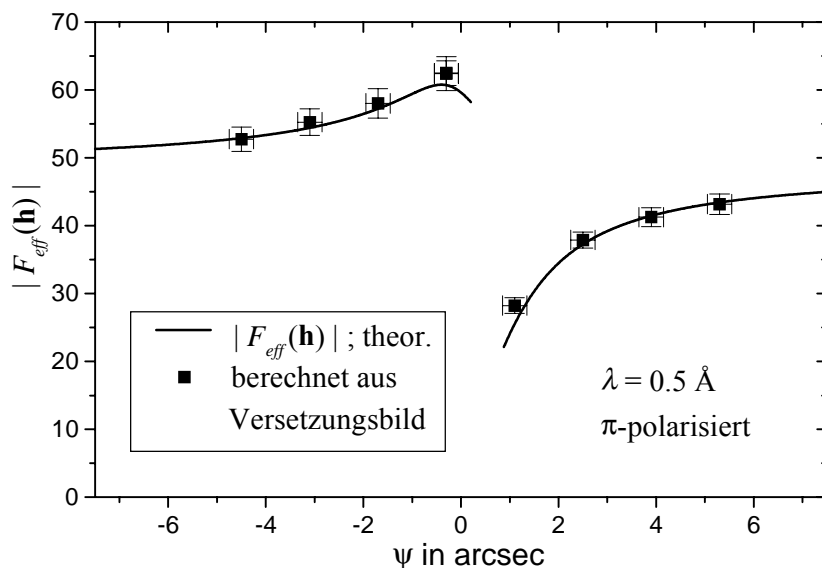
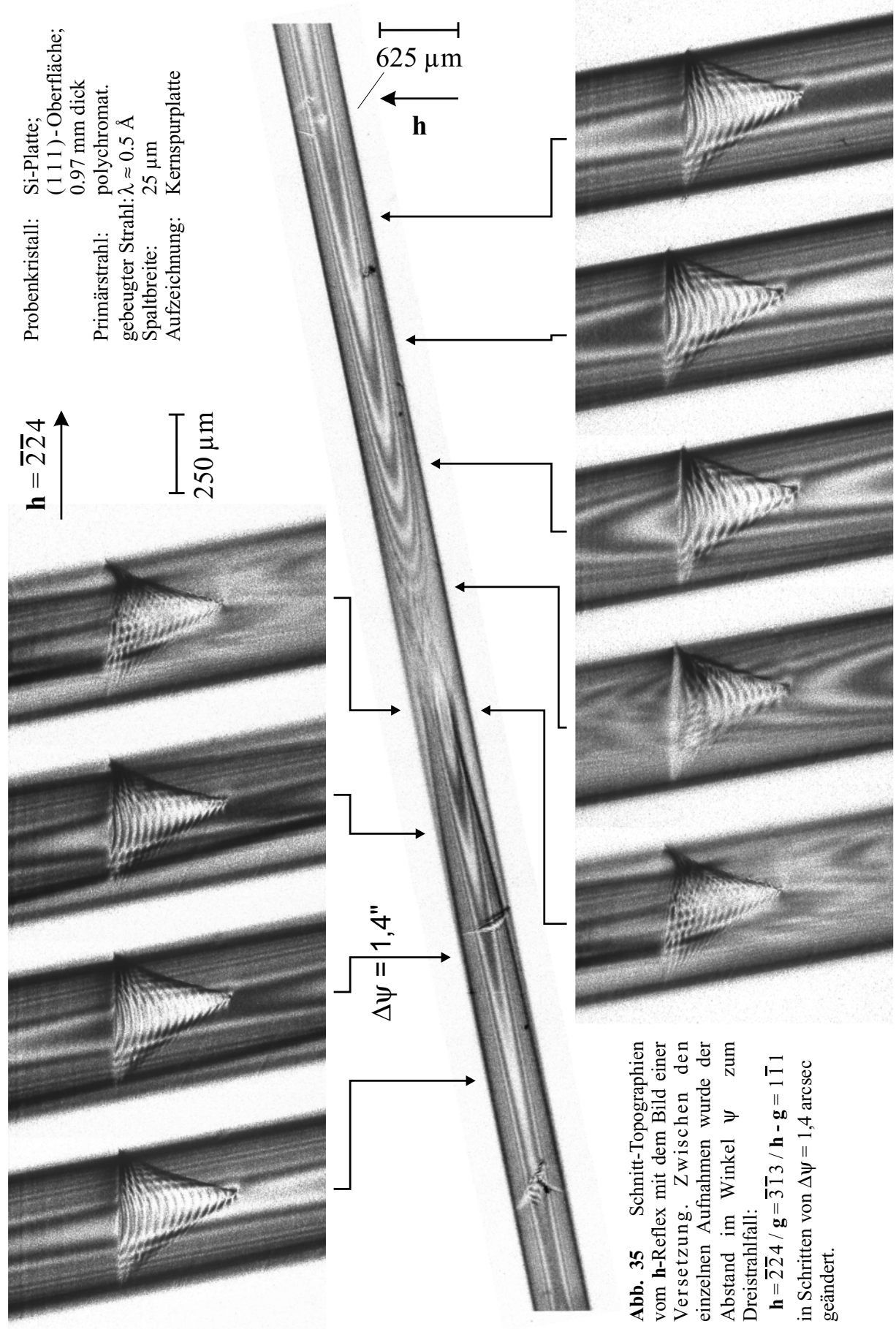


Abb. 34 Graphische Darstellung des Betrages des effektiven Strukturfaktors $F_{eff}(\mathbf{h})$ im \mathbf{h} -Reflex. Angegeben sind neben dem theoretischen Verlauf, der aus dem Scheitelpunktabstand von korrespondierenden Dispersionschalen berechnet wurde, auch die experimentell aus dem intermediären Bild der Versetzung bestimmten Werte.

In Abb. 34 ist der aus dem intermediären Bild der Versetzung im \mathbf{h} -Reflex ermittelte Betrag des Strukturfaktors dargestellt. Da die Auswertung des Versetzungsbildes an der Eintritts- und Austrittsfläche schwierig ist, wurde der Abstand einer bestimmten Zahl von Oszillationen in der Mitte des Fächers ausgemessen und daraus der effektive Strukturfaktor berechnet. Die Fehlerbalken in Ordinatenrichtung im Diagramm geben die Meßfehler beim Ausmessen der Oszillationen und die Balken in Abszissenrichtung den Fehler bei der Zuordnung des ψ -Wertes an. Zum Vergleich ist zusätzlich die aus dem Scheitelpunktabstand der Dispersionsflächen berechnete theoretische Kurve eingezeichnet (s.a. Abb. 11).

In unmittelbarer Nähe der geometrischen Dreistrahlposition ist die Kopplung der beiden Reflexe so stark, daß der Intensitätstransfer über die Umwegwelle direkt in den Topographien sichtbar wird. Speziell im \mathbf{g} -Reflex in Abb. 36, mit seinem gegenüber dem \mathbf{h} -Reflex kleineren Braggwinkel und damit auch geringeren Breite des Borrmann-Fächers auf der Strahlenaustrittsseite, wird dies deutlich. Zum einen ändert sich durch den Intensitätstransfer die Form des Versetzungsbildes, zum anderen erkennt man Intensitäten außerhalb des durch den zugehörigen Zweistrahlfall festgelegten Bereiches.

Im intermediären Bild ist auch die Bildung neuer Wellenfelder am Dreistrahlpunkt im Kristall als Längsstreifung in der Intensitätsverteilung sichtbar.



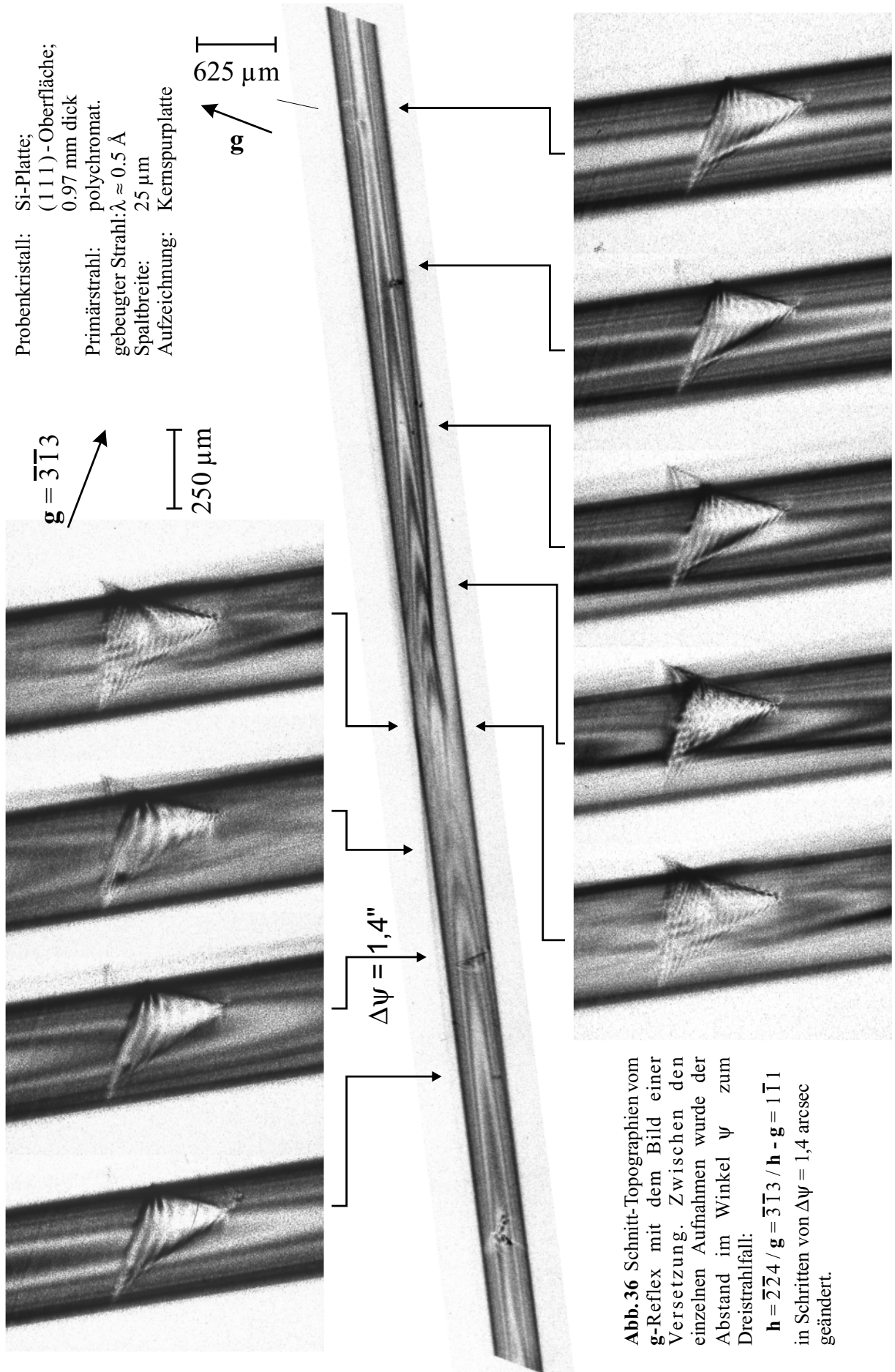


Abb. 36 Schnitt-Topographien vom g -Reflex mit dem Bild einer Versetzung. Zwischen den einzelnen Aufnahmen wurde der Abstand im Winkel ψ zum Dreistrahlfall:
 $h = \bar{2}\bar{2}4 / g = \bar{3}\bar{1}3 / h - g = 1\bar{1}1$
 in Schritten von $\Delta\psi = 1,4 \text{ arcsec}$ geändert.

5.2 Pinhole-Topographie

Bei den Schnitt-Topographien in der bisher diskutierten konventionellen Form, werden aufgrund der nicht-komplanaren Geometrie von $\mathbf{K}(\mathbf{0})$, $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ im Dreistrahlfall, die gebeugten Wellen entlang der Spaltöffnung (in der nicht beschränkten Richtung) teilweise miteinander überlagert. Dadurch ist keine eindeutige Zuordnung der Kontraste auf der Fotoplatte zur Position der einfallenden Welle auf der Strahleneintrittsseite mehr möglich und die Umverteilung der Intensität gegenüber dem Zweistrahlfall ist nur unvollständig im Topogramm zu erkennen. Um diese Integration zu vermeiden und die einzelnen Erscheinungen zu trennen, wurde eine 'Pinhole-Topographie', bei welcher der Primärstrahl in beiden lateralen Dimensionen eingeeignet ist, auf den Dreistrahlfall angewendet.

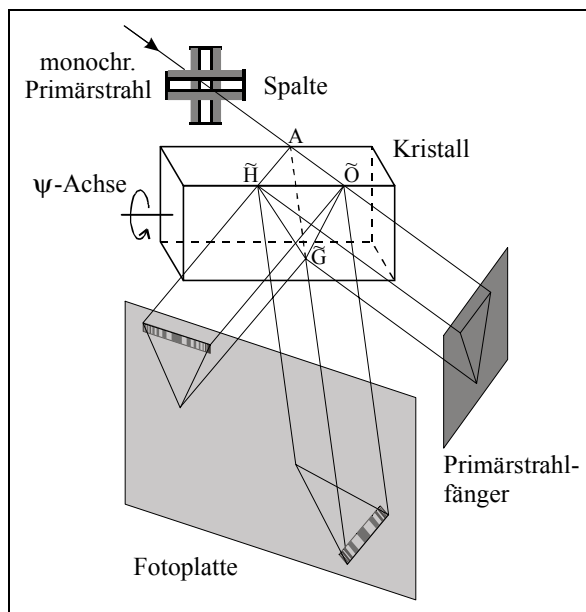


Abb. 37 Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus für die Pinhole-Topographie im Dreistrahlfall.

Die entsprechende Anordnung ist in Abb. 37 schematisch dargestellt. Im Zweistrahlfall bleibt der Energiestrom innerhalb des Borrmannndreiecks auf die jeweiligen Beugungsebenen $A\tilde{O}\tilde{H}$ für den h - und $A\tilde{O}\tilde{G}$ für den g -Strahl begrenzt, wie es auch in der Skizze gezeichnet ist. Bei einer Dreistrahlinterferenz dagegen weitet sich die punktförmig bestrahlte Stelle A auf der Strahleneintrittsseite zu einer dreiseitigen Pyramide aus. Die Kanten dieser Pyramide entsprechen den Wellenvektoren $\mathbf{K}(\mathbf{0})$, $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{g})$. Alle Richtungen innerhalb der Pyramide, die von ihrer Spitze ausgehen, sind mögliche Richtungen des Energiestroms im Kristall. Auf der Strahlenaustrittsseite kann man eine Intensitätsverteilung innerhalb der dreieckigen Basis $\tilde{O}\tilde{H}\tilde{G}$ erwarten. - Aus dem Borrmannndreieck wird im Dreistrahlfall eine „Borrmannpyramide“. Innerhalb der Pyramide kommt es zu Interferenzen zwischen den angeregten Wellenfeldern, wobei die jeweilige Intensitätsverteilung von den Anregungsbedingungen des Dreistrahlalles und der Kristalldicke abhängt.

Eine Serie von Pinhole-Topographien in der Umgebung des Dreistrahlfalls mit den Reflexionen $\mathbf{h}/\mathbf{g}/\mathbf{h}-\mathbf{g} = (11\bar{1})/(1\bar{1}1)/(02\bar{2})$ an einer 2 mm dicken Siliziumplatte ist in Abb. 38 dargestellt. Zur Anregung wurde ein monochromatischer Primärstrahl mit einer Wellenlänge von $\lambda = 0.6919\text{\AA}$ verwendet, dessen Querschnitt mit Hilfe des Spaltsystems auf $40 \times 30 \mu\text{m}^2$ ($h \times v$) eingeschränkt wurde. Die Intensitätsverteilungen aus der h - und g -Reflexion, die gleichzeitig auf einer Kernspurplatte aufgezeichnet wurden, sind in der mittleren bzw. linken Spalte angegeben. Der Punkt \tilde{O} der dreieckigen Basis der Borrmannpyramide befindet sich in der linken oberen Ecke der Topogramme; die rechte obere Ecke entspricht dem Punkt \tilde{H} und die untere Ecke dem Punkt \tilde{G} . Die unterschiedliche Größe der topographischen Bilder in h und g ergibt sich aus den unterschiedlichen

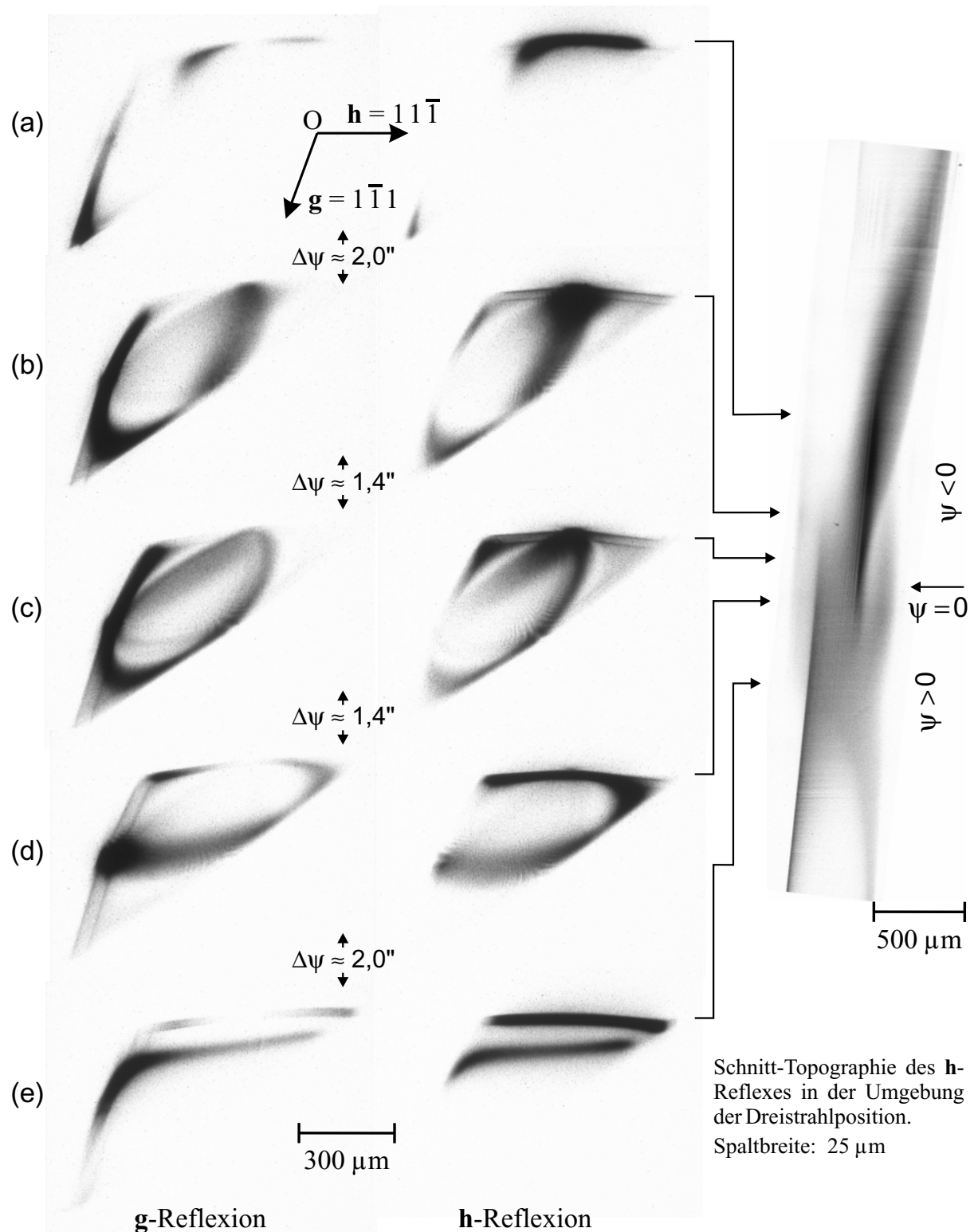


Abb. 38 Pinhole-Topographien der **h** und **g** Reflexe in der Umgebung des Dreistrahlfalles:

$$\mathbf{h} = 11\bar{1} / \mathbf{g} = 1\bar{1}1 / \mathbf{h} - \mathbf{g} = 02\bar{2}$$

Dazu wurde eine planparalleler Siliziumkristall mit (1 1 1)-Oberflächenorientierung und einer Dicke von 2 mm benutzt. Der monochromatische Primärstrahl mit einer Wellenlänge von $\lambda = 0.6919\text{\AA}$ war auf einen Querschnitt von $40 \times 30 \mu\text{m}^2$ ($h \times v$) eingeschränkt. Die Aufnahmen erfolgten auf einer Kernspurplatte bei einer Belichtungszeit von jeweils 5 min.

Projektionen auf die Kernspurplatte. Die Aufnahmen in den Zeilen (a) bis (e) unterscheiden sich in ihrem Abstand ψ zur geometrischen Dreistrahlposition; in der Abbildung ist jeweils die Änderung $\Delta\psi$ zwischen zwei aufeinanderfolgenden Aufnahmepositionen eingetragen. Um die begrenzte Winkelauflösung des Diffraktometers in ψ an der Strahllinie ID19 zu umgehen (die minimale Schrittweite betrug 1.4 arcsec), wurden die Variationen in diesem Winkel durch Translationen des Spaltsystems realisiert (vgl. Gl. (49) zur Äquivalenz von Spaltposition und ψ -Wert im dispersiven Primärstrahl). Bei der Verschiebung der Spalte wurde darauf geachtet, daß der **h**-Reflex immer optimal angeregt war, d.h. die Winkelposition von θ dem Maximum der Reflexionskurve entsprach. Im Modellbild des reziproken Raumes bedeutet dies, daß **h** bei der Aufnahmeserie auf der Ewaldkugel festgehalten wurde, während **g** schrittweise von innerhalb der Kugel nach außerhalb bewegt wurde.

Zur Bestimmung der geometrischen Dreistrahlposition $\psi = 0$ bzw. der Absolutwerte von ψ für die einzelnen Topogramme wurde das Experiment an der Strahllinie ID22 mit einem sehr präzisen 6-Kreis Diffraktometer wiederholt werden. Neben Topogrammen geringerer Auflösung auf SR-Film wurden hier vor und nach der Aufnahmeserie jeweils Renniger-Scans aufgenommen. Durch Vergleich dieser Scans mit Simulationsrechnungen der Intensitätsprofile wurde der Nullpunkt für ψ festgelegt (vgl. Abb. 39). Die Berechnung der Scanprofile erfolgte mit dem Programm 'dreist' (Weckert, 1996).

Die Drift der Anregungsbedingungen während der Aufnahme einer solchen Serie von Pinhole-Topogrammen mit einer Belichtungszeit von einigen Minuten führt zu einer Verschiebung zwischen den beiden Renninger-Scans und damit zu einem Fehler bei der Zuordnung der Topogramme zu dem ψ -Wert. Vergrößert wird dieser Fehler noch durch die Schrittweite der Meßpunkte im Scan und die Faltung der gemessenen Intensität mit den Strahleigenschaften. Gegenüber den Fehlerbalken aus Abb. 39 für die Absolutwerte von ψ , ist die Ungenauigkeit der Winkelangaben für den Relativabstand zwischen zwei aufeinanderfolgenden Aufnahmen in einer Serie viel geringer, weshalb in den zugehörigen Abbildungen auch nur diese Relativwerte $\Delta\psi$ angegeben sind.

Betrachtet man zunächst die Intensitätsverteilung im **h**-Reflex in der mittleren Spalte von Abb. 38, so erkennt man, daß für Werte $\psi < 0$ (vgl. Zeile (a) und (b)) die Intensität vornehmlich in der Mitte der Linie $\tilde{O}\tilde{H}$ (vgl. Abb. 37) konzentriert ist. Nahe der exakten Dreistrahlposition in Zeile (c) wird die Intensitätsverteilung ellipsenförmig. In Zeile (d) und (e) mit positivem ψ -Wert findet man Intensität außer entlang der Linie $\tilde{O}\tilde{H}$ noch in einem Streifen unterhalb aber nahezu parallel zu dieser Linie. Dieser Streifen läuft mit zunehmendem ψ nach oben, d.h. in Richtung auf $\tilde{O}\tilde{H}$ zu.

Im **g**-Reflex ergibt sich das gleiche Verhalten, wenn man der Richtung des Beugungsvektors folgt und $\tilde{O}\tilde{H}$ durch $\tilde{O}\tilde{G}$ ersetzt. Allerdings kehrt sich, wie es auch schon in den Schnitt-Topographien im letzten Abschnitt beobachtet und durch Gleichung (50) begründet wurde, das Vorzeichen von ψ für die Kontrasteffekte gerade um, d.h. die Intensitätsverteilung vom **g**-Reflex in Zeile (a) entspricht Zeile (e) der **h**-Reflexion; (b) entspricht (d) usw.. Mit zunehmendem Betrag von ψ sinkt die Beugungsintensität im **g**-Reflex, da der reziproke Gittervektor **g** im Gegensatz zu **h** während des ψ -Scans seinen Abstand zur Ewaldkugel ändert.

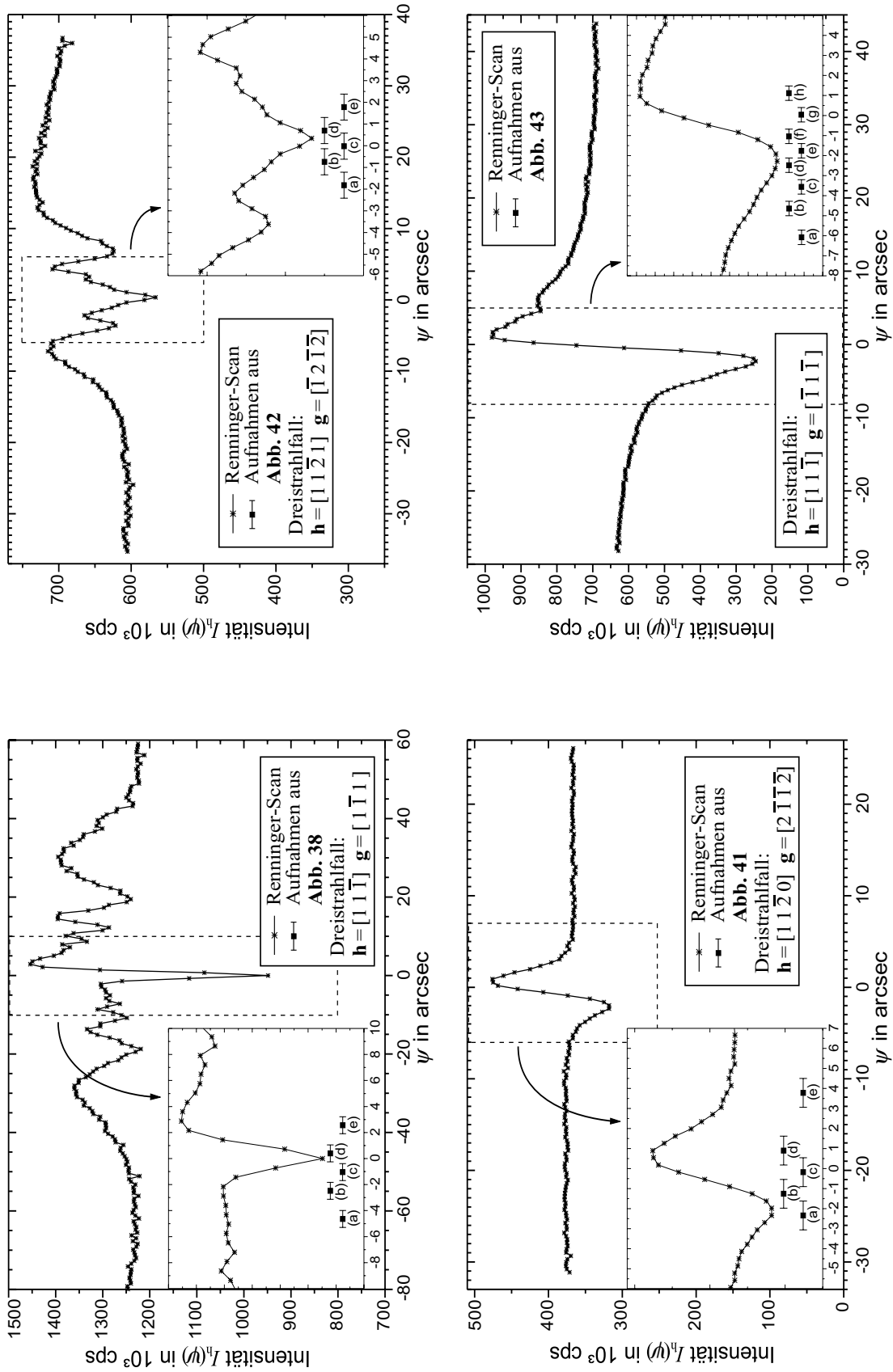


Abb. 39 Darstellung des Intensitätsverlaufs in den Renninger-Scans für die Dreistrahlfälle, von denen in den Abb. 38, 41, 42 und 43 Pinhole-Topographien angegeben sind. Die Messung erfolgte an der Strahllinie ID22. In den Diagrammen der Topographien sind die ψ -Positionen der Fehlerbalken für die ψ -Positionen werden wesentlich durch die Drift der Anregungsbedingungen während der Aufnahme der jeweiligen Serie von Topogrammen bestimmt.

Auf der rechten Seite in Abb. 38 ist zum Vergleich das Schnitt-Topogramm vom \mathbf{h} -Reflex des betrachteten Dreistrahlfalls angegeben. Für die Schnitt-Topographie wurde das Spaltsystem vertikal vollständig geöffnet. Die ψ -Positionen im Schnitt-Topogramm, die den dargestellten Pinhole-Topographien entsprechen, sind jeweils mit einem Pfeil gekennzeichnet.

Die beschriebenen Kontraständerungen in den Pinhole-Topogrammen lassen sich auf den Verlauf der Dispersionsfläche im reziproken Raum zurückführen, da der Energiefluß im Kristall immer senkrecht zu dieser Fläche gerichtet ist. In Abb. 40 sind zwei zueinander senkrechte Schnitte durch die Dispersionsfläche im reziproken Raum gezeichnet. Der Schnitt von Skizze **A** verläuft entlang der Richtung $\mathbf{K}(\mathbf{0})+\mathbf{K}(\mathbf{h})$ und entspricht in der Ordinate etwa einem ψ -Scan um \mathbf{h} . Die ψ -Positionen der Pinhole-Topographien aus Abb. 38 sind auf der rechten Seite markiert. Die Schnittebene in Teilbild **B** ist so gewählt, daß die dargestellten Punkte mit den angeregten Punkten der Dispersionsschalen bei $\psi = -2.5$ arcsec in der Topographie übereinstimmen, d.h. die Verhältnisse für Topogramm (b) wiedergeben. Die Farbintensität der Linien entspricht der Komponente $|\mathbf{D}(\mathbf{h})|^2 \cdot e^{4\pi \text{Im}(K(\mathbf{h}))t}$ des Energiestroms \mathbf{S} unter Berücksichtigung der Absorption im Kristall relativ zur einfallenden Intensität. Die Berechnungen erfolgten unter den vom Experiment vorgegebenen Randbedingungen aber ohne Einbeziehung der Strahleigenschaften des einfallenden Strahlenbündels.

Aufgrund der geringen Divergenz und guten Monochromasie des Primärstrahls wird bei der Aufnahme der Topogramme jeweils nur ein Teil der Dispersionsfläche in der Umgebung des Lorentz-Punktes $L_0(\mathbf{h})$ angeregt. Folgt man dem Verlauf der Schalen in Abb. 40, läßt sich daraus die Intensitätsverteilung im \mathbf{h} -Reflex ableiten. Für Werte $\psi < 0$ wird die gebeugte Intensität im Dreistrahlfall wesentlich durch die Dispersionsschale (c) bestimmt. Anhand von Schnitt **A** wird deutlich, daß die Schale in diesem Bereich senkrecht zu $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ liegt, d.h. daß der Energiestrom der von diesem Teil der Dispersionsfläche ausgeht, auf Punkte der Linie $\tilde{\mathbf{O}}\tilde{\mathbf{H}}$ auf der Austrittsfläche gerichtet ist. In dem dazu senkrechten Schnittbild **B** wird das Verhalten im wesentlichen durch den Wendepunkt \mathbf{W} mit einer Normalenrichtung parallel zu $\mathbf{K}(\mathbf{0})+\mathbf{K}(\mathbf{h})$ bestimmt. Im Topogramm bildet sich dadurch aus analogen Gründen wie im Margineffekt in Schnitt-Topogrammen ein Intensitätsmaximum in der Mitte zwischen $\tilde{\mathbf{O}}$ und $\tilde{\mathbf{H}}$ heraus, d.h. es wird ein größerer Winkelbereich der einfallenden Strahlung in diese Richtung gebeugt.

Für positive Werte von ψ trägt neben der Dispersionsschale (e), die gekrümmte Schale (d) signifikant zur gebeugten Intensitätsverteilung bei, wie man aus dem oberen Teil von Abb. 40-A erkennt. Der Energiestrom, der von der Dispersionsschale (e) ausgeht, führt zur Intensität innerhalb der Verbindungslinie $\tilde{\mathbf{O}}\tilde{\mathbf{H}}$, während für (d) die Austrittspunkte unterhalb dieser Linie liegen. Mit steigenden Werten für ψ folgt der Energiestrom der Krümmung dieser Schale und die Austrittspunkte bewegen sich in Richtung auf $\tilde{\mathbf{O}}\tilde{\mathbf{H}}$ zu. Das entspricht dem beobachteten Verhalten des zu $\tilde{\mathbf{O}}\tilde{\mathbf{H}}$ parallelen Kontraststreifens in den Topogrammen Abb. 38-d und e.

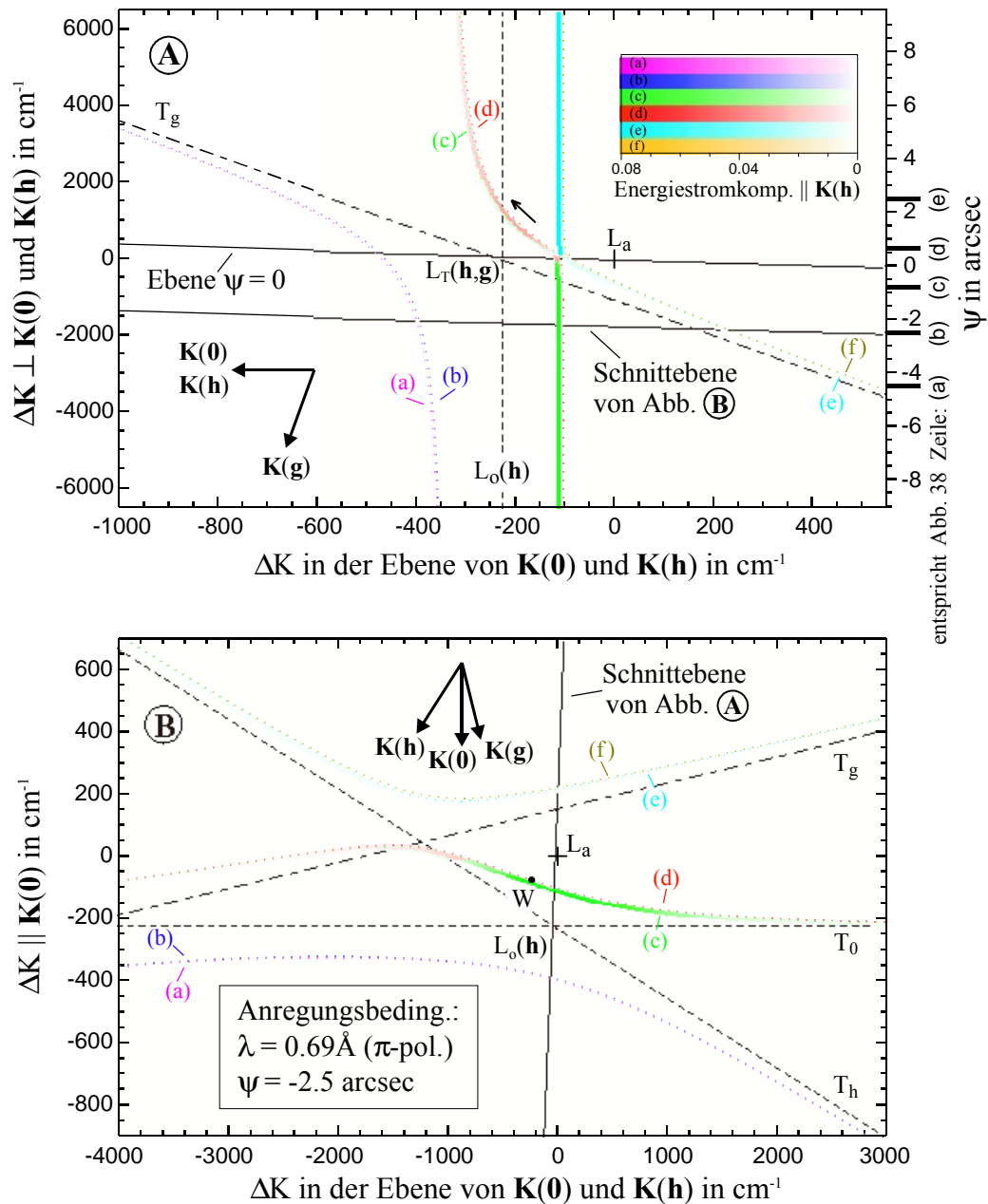


Abb. 40 Zwei zueinander senkrechte Schnitte durch den reziproken Raum eines Siliziumkristalls mit den Dispersionschalen in der Umgebung der $[\mathbf{h} = 11\bar{1} / \mathbf{g} = 1\bar{1}1 / \mathbf{h} - \mathbf{g} = 02\bar{2}]$ -Dreistahlposition. Der Schnitt von Skizze A verläuft entlang der Richtung $\mathbf{K}(\mathbf{0}) + \mathbf{K}(\mathbf{h})$ und entspricht in der Ordinate einem ψ -Scan um \mathbf{h} . In Abb. B wird die Schnittebene durch $\mathbf{K}(\mathbf{0})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ für $\psi = -2.5 \text{ arcsec}$ aufgespannt. Die verschiedenen Schalen der Dispersionsfläche sind von (a) bis (f) numeriert und farblich unterschieden. Die Farbintensität der einzelnen Punkte auf der Dispersionsfläche entspricht der Komponente $|\mathbf{D}(\mathbf{h})|^2 \cdot e^{4\pi \text{Im}(\mathbf{K}(\mathbf{h}))t}$ des Energiestroms \mathbf{S} im Kristall unter Berücksichtigung der Absorption relativ zur Gesamtintensität. Zur Kennzeichnung des vollständigen Verlaufs der Dispersionschalen ist zusätzlich jeweils noch eine dünne gepunktete Linie eingezeichnet. Die gestrichelten Linien T_0 , T_h und T_g sind die Asymptotenlinien der Hyperbelflächen der ungestörten Zweistrahlfälle. In Abb. B ist die Position der Lorentz-Punkte $L_0(\mathbf{h})$ vom Zweistrahlfall ebenfalls als gestrichelte Linie eingezeichnet. Markiert sind auch der Dreistahl-Lorentz-Punkt $L_T(\mathbf{h}, \mathbf{g})$, die Projektion des Laue-Punktes L_a sowie die Lage des Wendepunktes W. Die Pfeile geben die Richtung der Projektion von $\mathbf{K}(\mathbf{0})$, $\mathbf{K}(\mathbf{h})$ und $\mathbf{K}(\mathbf{g})$ auf die Schnittebenen an.

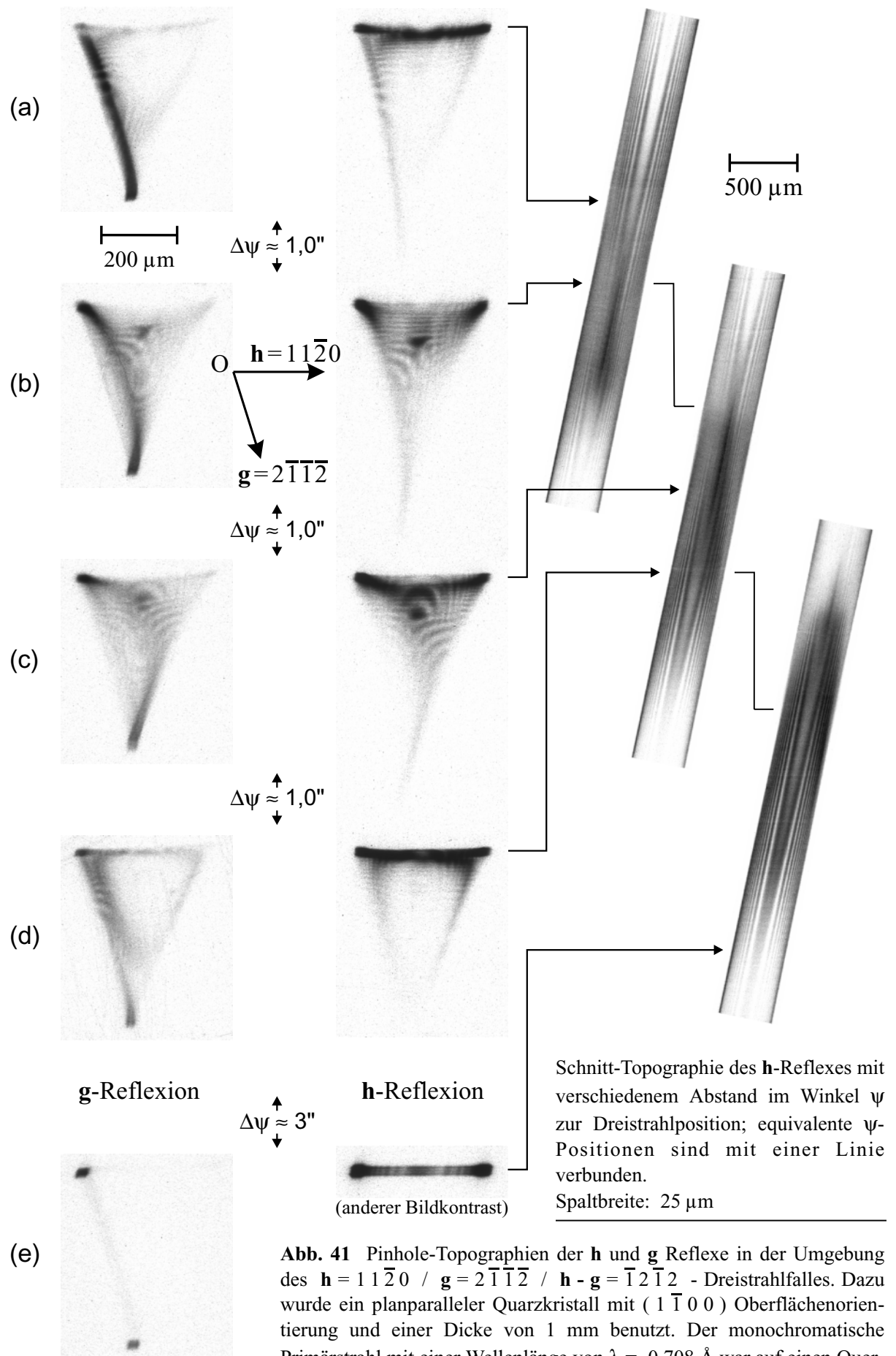


Abb. 41 Pinhole-Topographien der **h** und **g** Reflexe in der Umgebung des $\mathbf{h} = 11\bar{2}0 / \mathbf{g} = 2\bar{1}1\bar{2} / \mathbf{h} - \mathbf{g} = \bar{1}2\bar{1}2$ - Dreistrahlalles. Dazu wurde ein planparalleler Quarzkristall mit $(1\bar{1}00)$ Oberflächenorientierung und einer Dicke von 1 mm benutzt. Der monochromatische Primärstrahl mit einer Wellenlänge von $\lambda = 0.708 \text{ \AA}$ war auf einen Querschnitt von $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ (H x V) eingeschränkt. Die Aufnahmen erfolgten auf einer Kernspurplatte.

Abb. 41 zeigt die Pinhole-Topogramme eines perfekten 1 mm dicken α -Quarzkristalls in der Umgebung der $\mathbf{h}/\mathbf{g}/\mathbf{h}-\mathbf{g} = (11\bar{2}0)/(2\bar{1}\bar{1}\bar{2})/(\bar{1}2\bar{1}2)$ Dreistrahlinterferenz. Das Verfahren zur Bildaufnahme und die Präsentation in der Abbildung entsprechen der vorangegangenen Darstellung. Der wesentliche Unterschied zu den Topogrammen des Siliziumkristalls aus Abb. 38 liegt in der Tripletphase Φ_T und in der Absorption. Für den Quarzkristall ist $\Phi_T = -99^\circ$ und $\mu_0 t \approx 1.1$; für den Siliziumkristall ist $\Phi_T = 0$ und $\mu_0 t \approx 2.8$.

Durch die geringere Absorption bleiben beim Quarz die Interferenzmuster zwischen den internen Wellenfeldern in der Borrmannpyramide auf der Austrittsfläche sichtbar. Dominiert wird die Intensitätsverteilung durch einen intensiven Spot, der dem Austrittspunkt des Energiestroms aus dem Bereich der Wendepunkte der Dispersionsfläche zugeordnet werden kann. Für eine Tripletphase nahe $\pm 90^\circ$ wird die Dispersionsfläche zentrosymmetrisch zum Dreistrahl-Lorentz-Punkt L_T und der Abstand der Wendepunkte von Schale (c) und (d) zu L_T wird minimal (vgl. Abb. 13). Damit werden die Resonanzterme groß und die Anregung der Dispersionsflächen im Bereich der Wendepunkte steigt.

In Abb. 42 sind die Pinhole-Topographien des Quarzkristalls in der Umgebung des Dreistrahlfalls $\mathbf{h}/\mathbf{g}/\mathbf{h}-\mathbf{g} = (11\bar{2}0)/(\bar{1}2\bar{1}\bar{2})/(2\bar{1}\bar{1}2)$ dargestellt. Die Aufnahmen erfolgten an Strahllinie ID22 auf SR-Film. Im Vergleich zu den Topographien des letzten Beispiels ist hier in der Umgebung der exakten Dreistrahlposition die Intensität entlang der Linie $\tilde{O}\tilde{H}$ im \mathbf{h} -Reflex und entlang $\tilde{O}\tilde{G}$ im \mathbf{g} -Reflex verstärkt; aus dem intensiven Spot wird eine dreiecksförmige Intensitätsverteilung. Die verwendeten Dreistrahlfälle in den beiden Aufnahmeserien besitzen identische Reflex- und Beugungsgeometrie sowie gleiche Beträge der beteiligten Strukturformfaktoren, nur die Werte für die Phasenwinkel der Strukturformfaktoren und die Tripletphasen sind verschieden, wie die folgende Tabelle zeigt:

	Abb. 41	Abb. 42
Reflexe: $\mathbf{h}/\mathbf{g}/\mathbf{h}-\mathbf{g}$	$(11\bar{2}0)/(2\bar{1}\bar{1}\bar{2})/(\bar{1}2\bar{1}2)$	$(11\bar{2}0)/(\bar{1}2\bar{1}\bar{2})/(2\bar{1}\bar{1}2)$
Probe:	$\mathbf{n} = (\bar{1}100)$; α -Quarz; $t = 1\text{mm}$	$\mathbf{n} = (1\bar{1}00)$;
Wellenlänge:	$\lambda = 0.708\text{\AA}$	$\lambda = 0.749\text{\AA}$
$F(\mathbf{h}); F(\mathbf{g}); F(\mathbf{h}-\mathbf{g})$ als (Betrag, Phase)	$(18.3, 200.7^\circ); (24.9, 351.0^\circ),$ $(24.9, 111.0^\circ)$	$(18.3, 200.7^\circ), (24.9, 231.1^\circ),$ $(24.9, 351.1^\circ)$
$\angle(\mathbf{K}_0, \mathbf{K}_h); \angle(\mathbf{K}_0, \mathbf{K}_g);$ $\angle(\mathbf{K}_h, \mathbf{K}_g)$	$17.5^\circ; 23.8^\circ; 23.8^\circ$	$16.6^\circ; 22.5^\circ; 22.5^\circ$
$\gamma_0; \gamma_h; \gamma_g$	$35.6^\circ; 35.6^\circ; 55.7^\circ$	$35.2^\circ; 35.2^\circ; 56.4^\circ$
Tripletphase: $\Phi_T(\mathbf{h})$	-99°	21°

Die beschriebenen Änderungen in der Intensitätsverteilung können damit eindeutig auf die unterschiedliche Tripletphase zurückgeführt werden.

Als letztes Beispiel ist in Abb. 43 eine Serie von Pinhole-Topogrammen eines 1 mm dicken planparallelen Siliziumkristalls in der Umgebung des $\mathbf{h}/\mathbf{g}/\mathbf{h}-\mathbf{g} = (11\bar{1})/(\bar{1}\bar{1}\bar{1})/(200)$ Dreistrahlfalls angegeben. In diesem Fall ist der Kopplungsreflex $\mathbf{h}-\mathbf{g}$ ein sogenannter verbotener Reflex, bei dem der Strukturformfaktor nur noch durch die nichtzentrosymmetrisch verteilte Elektronendichte gegeben ist und damit sehr klein wird. Dadurch verschwindet auch

die Änderung des effektiven Strukturfaktors in der weiteren Umgebung der Dreistrahlposition und im Renninger-Scan entfallen die Intensitätsschwankungen in diesem Bereich (vgl. Abb. 39 rechts unten). Trotzdem wird die Dispersionsfläche beim Durchgang durch den Dreistrahlfall verändert; wie die Intensitätsverteilung in den Topogrammen beweist. An der Dreistrahlposition ist die Beugungsintensität vollständig über die Basis der Borrmannpyramide verteilt.

Die vorgestellten Aufnahmeserien von Pinhole-Topographien zeigen, daß sich diese Art von Topographie sehr gut zur systematischen Untersuchung der Beugung in Vielstrahlfällen eignet. Durch die Reduktion des Strahlquerschnittes der einfallenden Strahlung nahezu auf einen Punkt, ist es möglich, den Energiestrom im Kristall vollständig aufzuzeichnen und damit auch die Dispersionsfläche abzubilden. Voraussetzung für diese Art der Pinhole-Topographie ist ein gut monochromatisiertes Primärstrahlenbündel mit geringer Divergenz, denn zum Studium der Kontraständerung in Abhängigkeit vom Abstand zur geometrischen Dreistrahlposition ist es notwendig, jeweils nur einen Teil der Dispersionsfläche anzuregen.

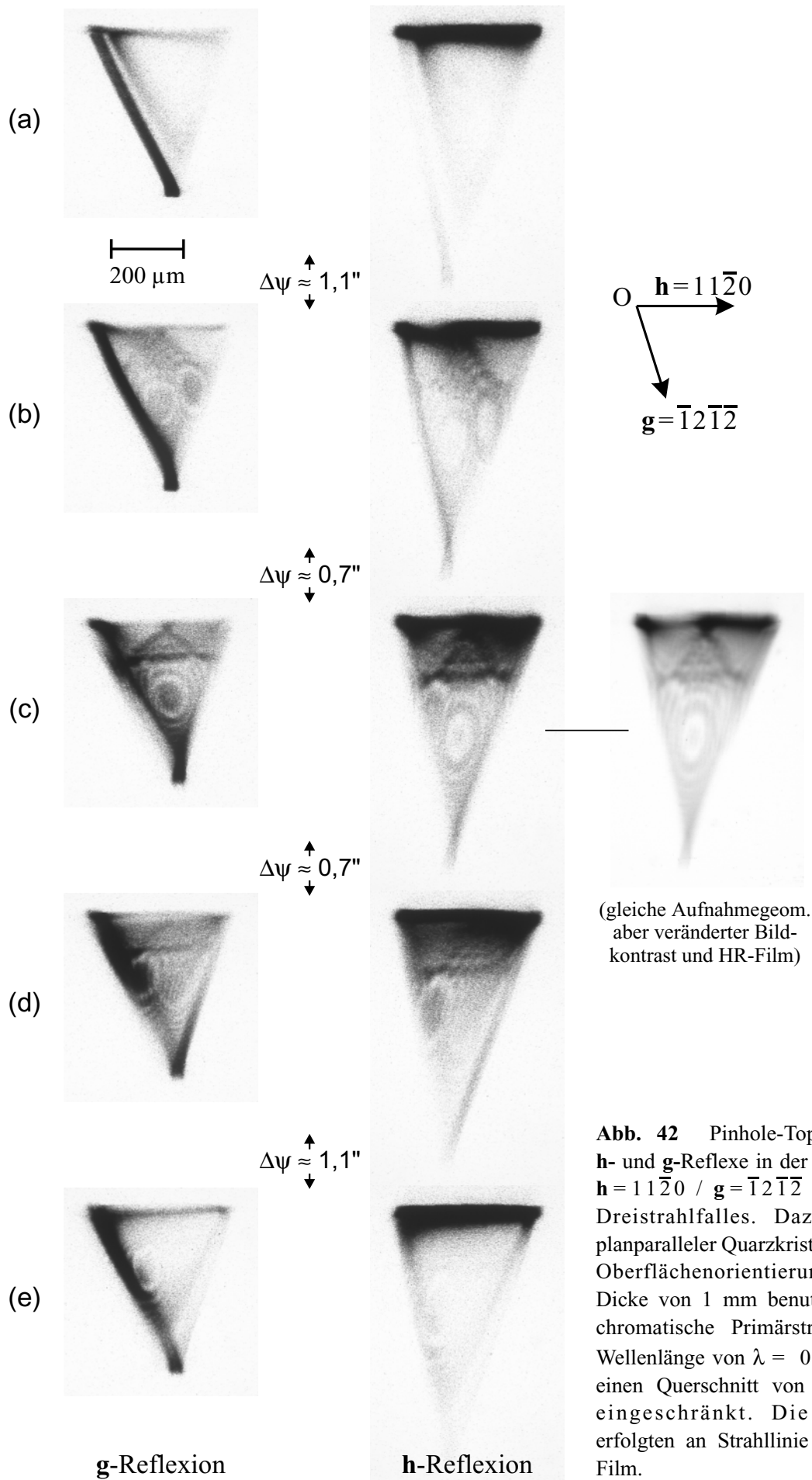


Abb. 42 Pinhole-Topographien der **h**- und **g**-Reflexe in der Umgebung des $\mathbf{h} = 11\bar{2}0 / \mathbf{g} = \bar{1}2\bar{1}\bar{2} / \mathbf{h} - \mathbf{g} = 2\bar{1}\bar{1}2$ Dreistrahlalles. Dazu wurde ein planparalleler Quarzkristall mit $(\bar{1}100)$ Oberflächenorientierung und einer Dicke von 1 mm benutzt. Der monochromatische Primärstrahl mit einer Wellenlänge von $\lambda = 0,749 \text{ \AA}$ war auf einen Querschnitt von $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ eingeschränkt. Die Aufnahmen erfolgten an Strahllinie ID22 auf SR-Film.

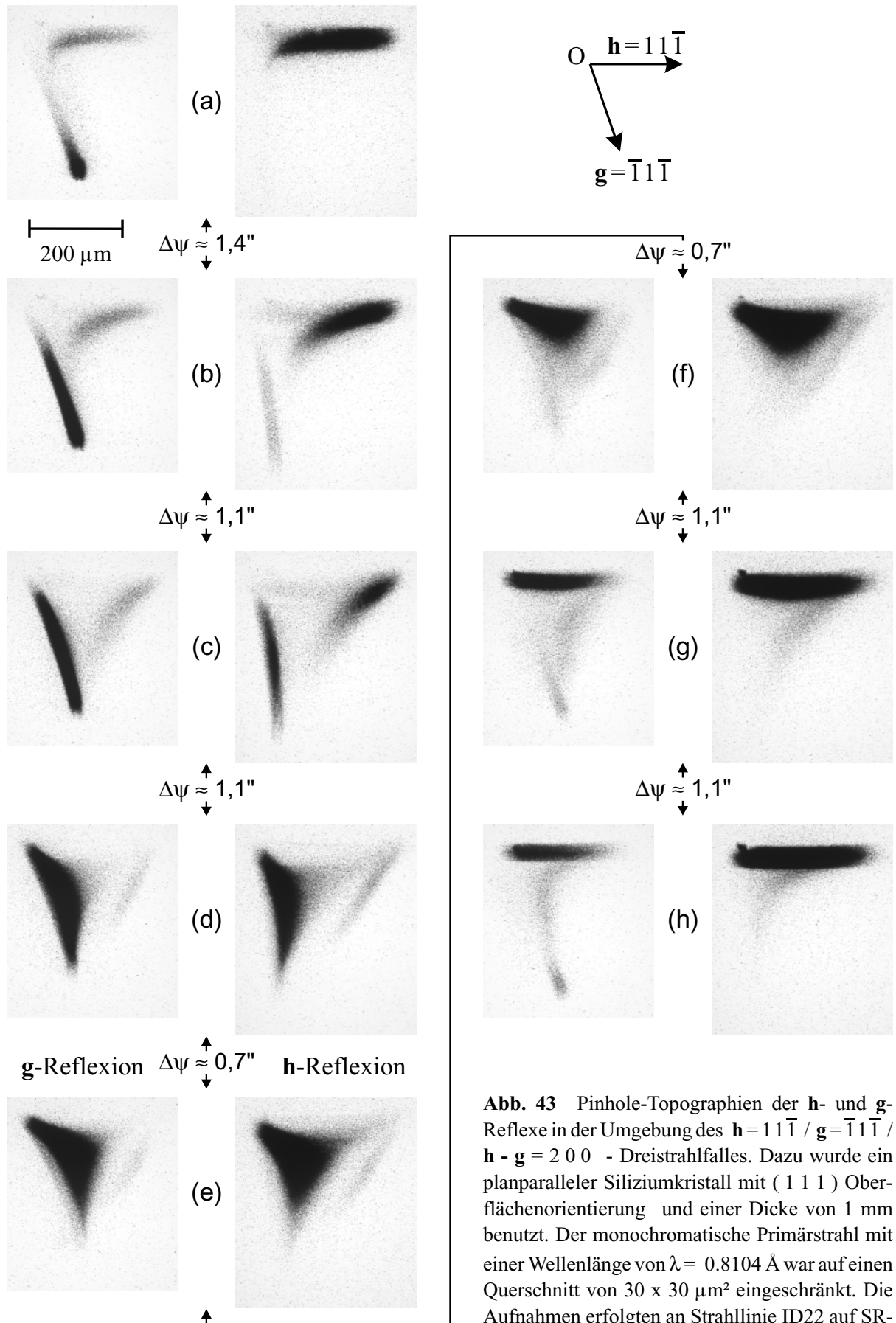


Abb. 43 Pinhole-Topographien der **h**- und **g**-Reflexe in der Umgebung des $\mathbf{h} = 11\bar{1} / \mathbf{g} = \bar{1}1\bar{1}$ / $\mathbf{h} - \mathbf{g} = 200$ - Dreistrahlfall. Dazu wurde ein planparalleler Siliziumkristall mit (111) Oberflächenorientierung und einer Dicke von 1 mm benutzt. Der monochromatische Primärstrahl mit einer Wellenlänge von $\lambda = 0.8104 \text{ \AA}$ war auf einen Querschnitt von $30 \times 30 \text{ \mu m}^2$ eingeschränkt. Die Aufnahmen erfolgten an Strahllinie ID22 auf SR-Film.

5.3 Extended-Beam Topographie

Bei der Aufnahme von Schnitt- und Pinhole-Topographien wurde der einfallende Strahl in mindestens einer Dimension stark eingeschränkt. Öffnet man die Spalte auf ein Vielfaches der Kristalldicke^[*] ergibt sich im vorwärts gebeugten Strahl (0-Strahl) bei Anregung der Dreistrahlinterferenz $\mathbf{h}/\mathbf{g}/\mathbf{h}-\mathbf{g} = (11\bar{1})/(1\bar{1}1)/(02\bar{2})$ das in Abb. 44 dargestellte topographische Bild. Als Probenkristall wurde eine 2 mm dicke perfekte Siliziumplatte verwendet und mit einem monochromatischen Primärstrahl der Wellenlänge $\lambda = 0.6919 \text{ \AA}$ angeregt. Aufgrund des Strahlengangs an der Topographie-Beamline ID19 unterscheiden sich die Anregungsbedingungen innerhalb des ausgedehnten Primärstrahls (vgl. Abschnitt 4.3.2 sowie Abb. 22). Dies ermöglicht zum einen die hohe Auflösung in den Topographien; zum anderen wird die Beugungsbedingung für die \mathbf{h} - und \mathbf{g} -Reflexion jeweils nur in einem streifenförmigen Bereich im Topogramm erfüllt. Im Schnittpunkt der Reflexstreifen, der dem Dreistrahlpunkt entspricht, ist deutlich ein Bereich verminderter Absorption, der sogenannte Super-Borrmann-Effekt, zu erkennen.

Der gewählte Dreistrahlfall wurde in der Literatur bereits ausführlich im Rahmen der Untersuchungen zur anomalen Absorption in den Schnittpunkten von Kosselkegeln in Weitwinkel-Diagrammen von Germaniumkristallen diskutiert (vgl. z.B. Borrmann & Hartwig, 1965; Hildebrandt, 1967 sowie Umeno & Hildebrandt, 1975). Die in diesen Arbeiten aufgeführten Berechnungen und experimentellen Ergebnisse werden durch das hochauflösende Topogramm in Abb. 44 ergänzt.

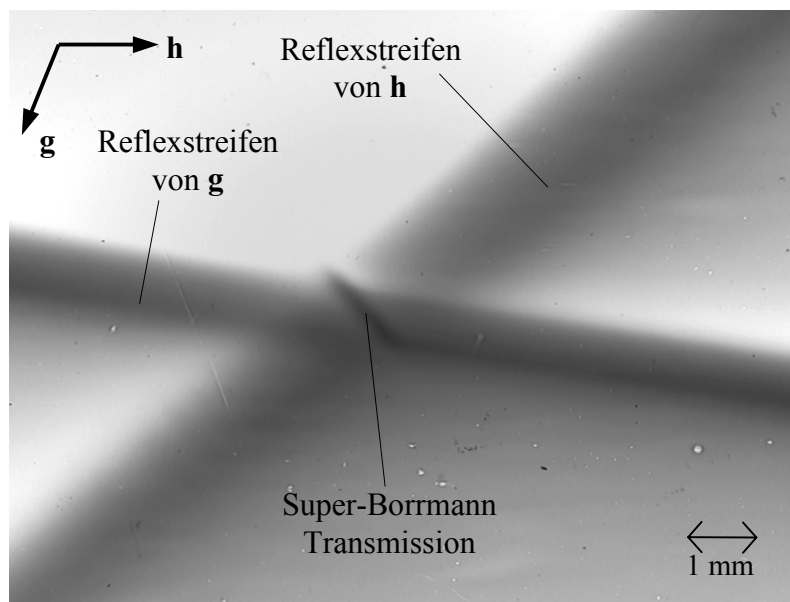


Abb. 44 Topographie der transmittierten Intensität (vorwärts gebeugte Welle bzw. 0-Strahl) in der Umgebung der Dreistrahlinterferenz:

$\mathbf{h} = 11\bar{1} / \mathbf{g} = 1\bar{1}1 / \mathbf{h}-\mathbf{g} = 02\bar{2}$.
Verwendet wurde ein 2 mm dicker Siliziumkristall mit (111) -Oberflächenorientierung und ein monochromatischer Primärstrahl der Wellenlänge $\lambda = 0.6919 \text{ \AA}$. Die lineare Absorption beträgt $\mu_0 t = 2.8$.

In den beiden folgenden Abschnitten wird der Kontrast von Kristallbaufehlern in einem ausgedehnten Strahl in der Umgebung von Dreistrahlinterferenzen am Beispiel von Stapelfehlern und Versetzungen untersucht. Der Schwerpunkt liegt dabei auf der Überprüfung der Kontrastregeln des Zweistrahlfalls für verschwindenden bzw. minimalen Kontrast aus Abschnitt 3.2.1 bei Anregung eines Dreistrahlfalls.

[*] Ausreichend ist im Prinzip eine Spaltöffnung mit dem Mehrfachen der Breite des Borrmannfächers auf der Strahlenaustrittsseite der Probe.

5.3.1 Topographischer Kontrast von Stapelfehlern

Abb. 46 zeigt die Kontraständerung eines sechseckigen Stapelfehlers beim Durchgang durch den Dreistrahlfall $\mathbf{h} / \mathbf{g} / \mathbf{h} - \mathbf{g} = (4\bar{2}\bar{2}) / (3\bar{3}\bar{1}) / (11\bar{1})$. Als Probe diente ein golddiffundierter Siliziumkristall mit (111) -Oberflächenorientierung, der im Rahmen der Dissertation von M. Hofmann (1971) präpariert und bezüglich der Defektstruktur charakterisiert worden war. Er enthält neben Versetzungen bei dem Diffusionsprozeß entstandene extrinsische Franksche Stapelfehler mit dem Fehlervektor $\mathbf{f} = a/3 [111]$.

In der linken Spalte der Abbildung sind die Topogramme des \mathbf{g} -Reflexes und in der rechten Spalte die des \mathbf{h} -Reflexes dargestellt. Da der Stapelfehler sich in der Mitte des Reflexstreifens von \mathbf{h} befindet, entsprechen die Anregungsbedingungen hier in etwa denen der Projektionstopographie. Zwischen den einzelnen Zeilen erfolgte jeweils eine kleine Drehung in ψ auf den angegebenen Wert. Die Zuordnung der Aufnahmepositionen zum Renninger-Scan erlaubt das Diagramm in Abb. 45.

Im Zweistrahlfall, der in Abb. 46-d angegeben ist, erzeugt der Stapelfehler im \mathbf{h} -Reflex keinen Flächenkontrast; nur die berandende Partialversetzung liefert einen Restkontrast. Dagegen ist für die beiden Umwegreflexe $\underline{n} = \mathbf{g}$ bzw. $\underline{n} = \mathbf{h} - \mathbf{g}$ im jeweiligen Zweistrahlfall die Sichtbarkeitsbedingung $\underline{n} \cdot \mathbf{f} \neq \text{ganzzahlig}$ erfüllt. Im einzelnen gilt:

Reflex \underline{n}	$\mathbf{h} = 4\bar{2}\bar{2}$	$\mathbf{g} = 3\bar{3}\bar{1}$	$\mathbf{h} - \mathbf{g} = 11\bar{1}$
$\underline{n} \cdot \mathbf{f}$	0	$-1/3$	$1/3$

Wird durch Hereindrehen des \mathbf{g} -Reflexes der Dreistrahlfall realisiert (Zeile b), so kommt es zu einem Intensitätstransfer von \mathbf{g} über den Koppelreflex $\mathbf{h} - \mathbf{g}$ und damit zu einer erhöhten Intensität innerhalb des Stapelfehlers im \mathbf{h} -Reflex. Qualitativ sieht man in der Topographie des \mathbf{g} -Reflexes eine Intensitätsabnahme des Flächenkontrastes. Zu beiden Seiten des Dreistrahlpunktes in Zeile (a) und (c) ist im \mathbf{h} -Reflex noch eine Verbreiterung des Versetzungskontrastes der berandenden Partialversetzung zu erkennen.

Verallgemeinernd läßt sich feststellen, daß die Kontrastregeln des Zweistrahlfalls für verschwindenden Kontrast bei Stapelfehlern durch Umweganregung im Dreistrahlfall außer Kraft gesetzt werden können.

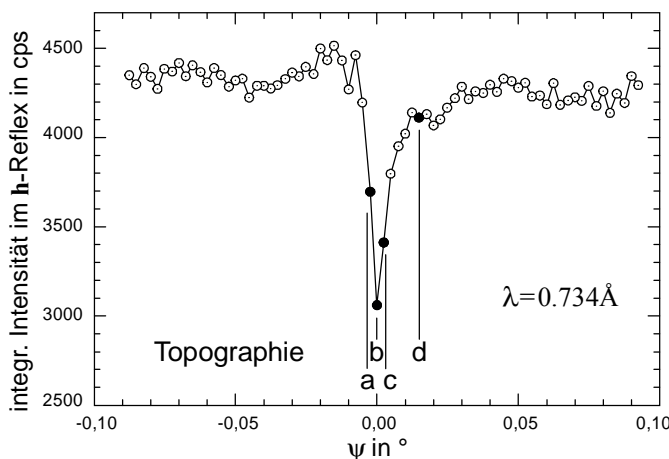


Abb. 45 Renninger-Scan durch den Dreistrahlfall von Abb. 46. Die ψ -Positionen der Topographien sind entsprechend gekennzeichnet.

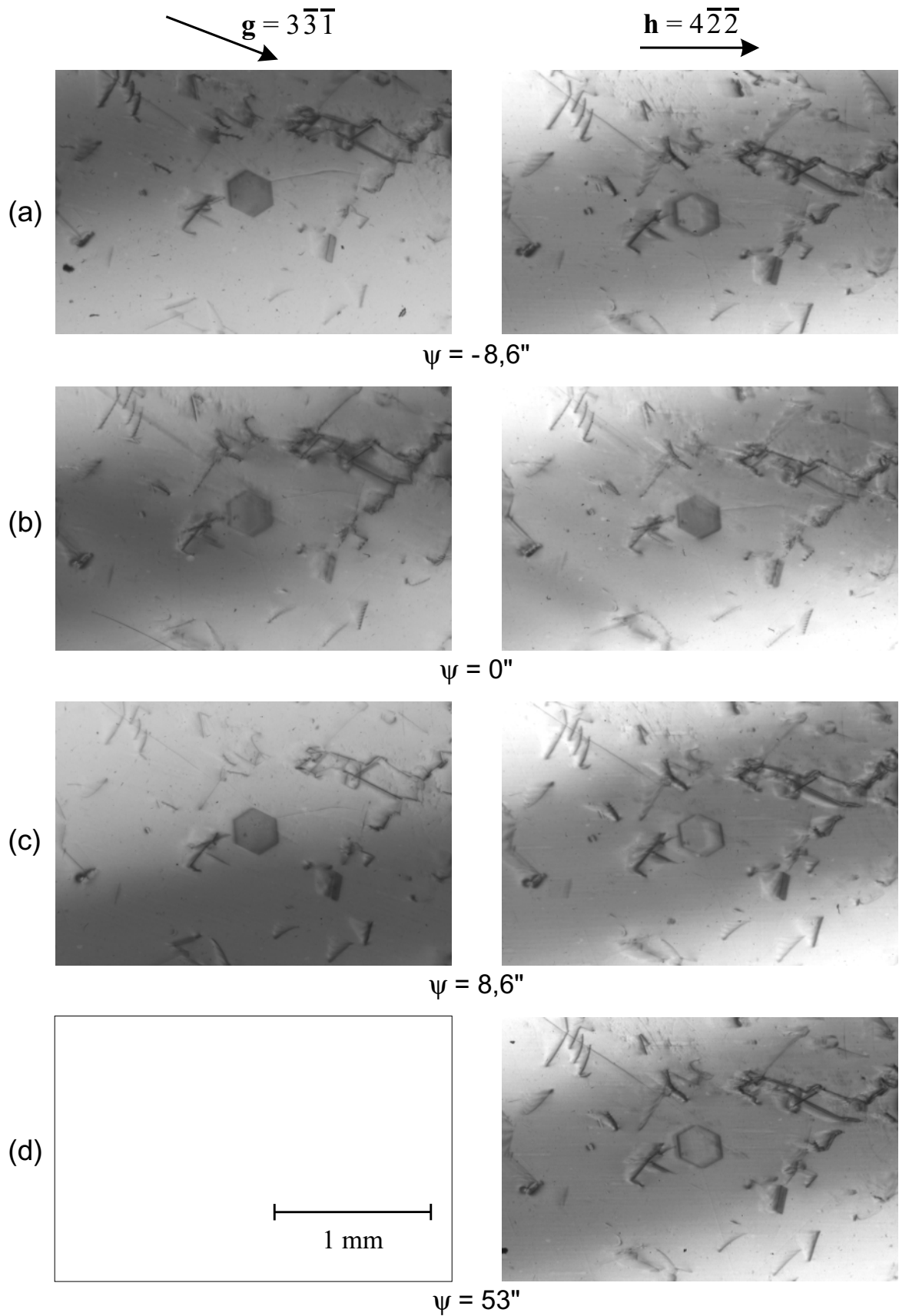


Abb. 46 Extended-Beam (Quasi-Projektions-) Topographien einer Siliziumplatte mit sechseckigem Stapelfehler in der Bildmitte. Es sind die Bilder vom h - (rechts) und g - Reflex (links) mit unterschiedlichem Abstand im Winkel ψ zum Dreistrahlfall: $h = 4\bar{2}\bar{2} / g = 3\bar{3}\bar{1} / h - g = 1\bar{1}\bar{1}$ dargestellt. Der Stapelfehler mit dem Fehlervektor $f = \frac{a}{3} [1\ 1\ 1]$ liegt parallel zur $(1\ 1\ 1)$ - Oberfläche des 300 μm dicken Siliziumkristalls. Zur Abbildung auf HR-Film wurde ein monochromatischer Primärstrahl mit der Wellenlänge $\lambda = 0.734 \text{ \AA}$ benutzt.

5.3.2 Topographischer Kontrast von Versetzungen

In Abb. 48 ist ein Beispiel für die Kontraständerungen von Versetzungen in der Umgebung des Dreistrahlfalls $\mathbf{h}/\mathbf{g}/\mathbf{h}-\mathbf{g} = (11\bar{1})/(1\bar{1}1)/(02\bar{2})$ in einem 0.97 mm dicken Siliziumkristall angegeben. Dargestellt sind die Topogramme des vorwärts gebeugten Strahls (0-Strahl) links oben sowie des \mathbf{h} - und \mathbf{g} -Reflexes (rechts oben bzw. links unten). Die Verzerrungen durch die unterschiedlichen Einfallswinkel der Strahlen auf den Film wurden in allen Teilbildern der Abbildung korrigiert.

Die Reflexstreifen von \mathbf{h} und \mathbf{g} unterteilen die Intensitätsverteilung in vier Bereiche (I) - (IV), wie man im 0-Strahl deutlich erkennen kann. Im Bereich (I) befinden sich die zu \mathbf{h} und \mathbf{g} gehörenden reziproken Gitterpunkte H und G innerhalb der Ewaldkugel, so daß der vorwärts gebeugte Strahl in beiden Reflexen anomal stark absorbiert wird. Liegen dagegen H und G außerhalb der Kugel, d.h. im Bereich (III), wird der Energiestrom im Kristall in beiden Reflexen vorwiegend anomal schwach absorbiert. In den Bereichen (II) und (IV) ist die Lage der Gitterpunkte und damit das Absorptionsverhalten von \mathbf{h} und \mathbf{g} jeweils einander entgegengesetzt.

Zur Bestimmung des Burgersvektors \mathbf{b} der Versetzungen des Probenkristalls wurden zahlreiche Projektionstopographien *im Zweistrahlfall* angefertigt. Zwei Ausschnitte aus diesen Aufnahmen, die etwa dem bestrahlten Kristallgebiet aus Abb. 48 entsprechen, sind in Abb. 47 dargestellt. Das obere Bild (a) zeigt die Topographie im $(11\bar{1})$ -Reflex (entspr. \mathbf{h} in Abb. 48), das untere Bild (b) die im $(1\bar{1}1)$ -Reflex (entspr. \mathbf{g} in Abb. 48). Um eine vollständige Ausleuchtung des Kristalls bei den Zweistrahltaufnahmen zu erreichen und den Bedingungen der Projektionstopographie zu entsprechen, oszillierte der Kristall während der Belichtung in der θ -Achse. Für die Versetzungen, die nur in der Topographie (b) sichtbar sind ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \neq 0$) und in (a) keinen^[*] Kontrast zeigen ($\mathbf{h} \cdot \mathbf{b} = 0$), wurde durch die Auswertung aller Projektionstopographien ein Burgersvektor von $\mathbf{b} = \pm a/2 [101]$ zugeordnet.

Neben den in Abb. 48 dargestellten Topographien wird die systematische Änderung der Versetzungskontraste *im Dreistrahlfall* besonders anhand der Serie topographischer Aufnahmen in der beigefügten Anlage A deutlich. Die Topogramme aus Abb. 48 entsprechen in etwa denen in der dritten Spalte der Anlage. Genauere Angaben zu dieser Serie und eine Zuordnung der innerhalb des Primärstrahls von Punkt zu Punkt verschiedenen Anregungsbedingungen können Anhang A entnommen werden.

Im einzelnen konnten in den Topogrammen des \mathbf{h} -Reflexes im Dreistrahlfall die folgenden, in Abb. 48 mit (a)-(d) gekennzeichneten, neuen Kontrasteffekte registriert werden:

- (a) Intensitätsvariationen im Reflexstreifen, die den Hakenkontrasten in den Schnitt-Topographien bzw. den Intensitätsänderungen im Renninger-Scan entsprechen und auf die Änderungen des effektiven Strukturfaktors beim Durchlaufen des Dreistrahlalles zurückzuführen sind.
- (b) eine Linie verminderter Intensität, hervorgerufen durch den Aufhellungseffekt im Dreistrahlpunkt. Sie ist gegenüber der Aufhellungslinie im \mathbf{g} -Reflex leicht verschoben.

[*] Nur die Restkontraste der Durchstoßpunkte der Versetzungen an der Strahl Austrittsfläche sind als helle Punkte sichtbar.

- (c) Kontraste von Versetzungen, die bei Anregung im Zweistrahlfall (vgl. Abb. 47-a) keinen Kontrast liefern und erst durch den Intensitätstransfer über die Umwegwelle im Dreistrahlfall sichtbar werden. Dieses Verhalten ist analog zu dem des Stapelfehlers, das im letzten Abschnitt betrachtet wurde. Die Versetzungskontraste entstehen dabei sowohl im Intensitätsmaximum des Reflexstreifens, d.h. im Maximum der Reflexionskurve von **h** als auch in den Flankenbereichen.
- (d) Im Bereich (I), in dem der Energiestrom im Kristall stark absorbiert wird, kommt es zu einer Kontrastinversion dieser Versetzungsbilder.

Als Orientierungspunkt beim Vergleich der Topogramme kann das in allen Bildern sichtbare Verzerrungsfeld eines bei der Kristallpräparation nur unvollständig abgeätzten Kratzers (in Abb. 48 mit (e) markiert) dienen. Der Streifen in der linken oberen Ecke aller Bilder wird durch die Kristallkante erzeugt.

Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß auch für Versetzungen die Kontrastregeln des Zweistrahlfalls für verschwindenden bzw. Minimalkontrast im Dreistrahlfall, bedingt durch die Umweganregung, ihre Gültigkeit verlieren.

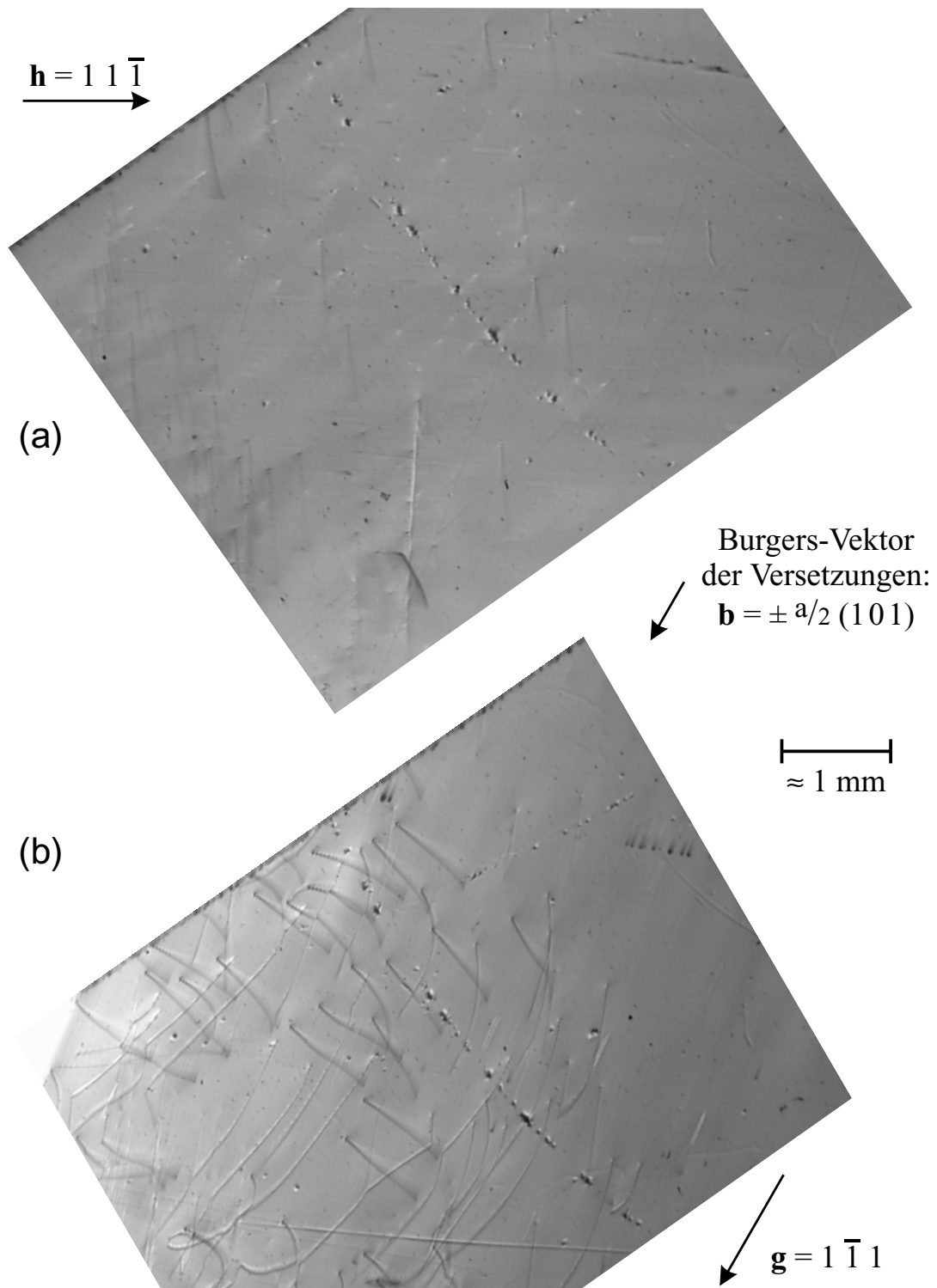


Abb. 47 Extended-Beam (Projektions-) Topographien des Siliziumkristalls aus Abb. 48 mit Versetzungen *im Zweistrahlfall*. Um eine vollständige Ausleuchtung des Kristalls zu erreichen, oszillierte der Kristall während der Belichtung in der θ -Achse um einige Winkelminuten. Das obere Bild (a) zeigt die Topographie des Zweistrahlfalls im $(11\bar{1})$ - Reflex (\mathbf{h}), das untere Bild (b) die im $(1\bar{1}1)$ - Reflex (\mathbf{g}). Die unterschiedliche Verzerrung und Orientierung der Bilder auf der Photoplatte durch verschiedene Einfallswinkel ist korrigiert und auf Abb. 48 angepaßt.

Für die Versetzungen, die nur in der Topographie (b) sichtbar sind ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = \pm 1$) und in (a) keinen Kontrast zeigen ($\mathbf{h} \cdot \mathbf{b} = 0$), wurde ein Burgersvektor von $\mathbf{b} = \pm a/2 [101]$ bestimmt. Zur Abbildung auf HR-Film wurde ein monochromatischer Primärstrahl mit der Wellenlänge $\lambda = 0.692 \text{ \AA}$ verwendet.

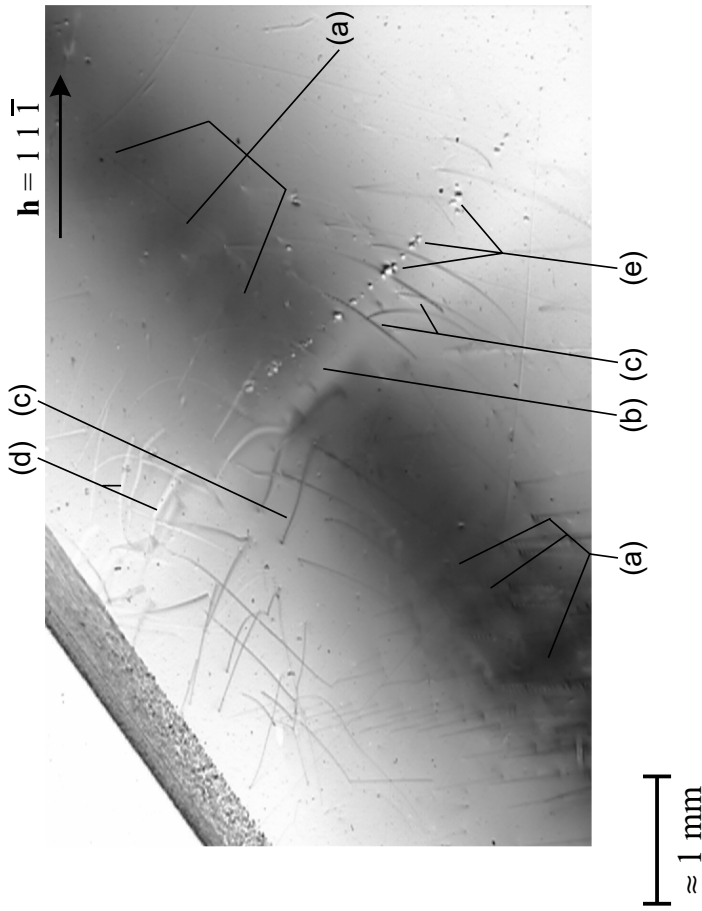
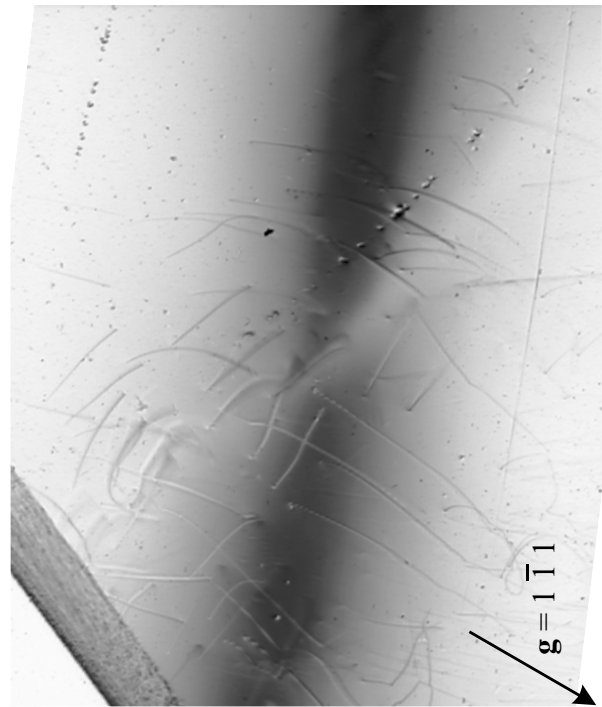


Abb. 48 Extended-Beam Topographien eines planparallelen Siliziumkristalls mit Versetzungen. Es sind die Bilder vom vorwärts gebeugten Strahl (O-Strahl) sowie vom h - und g - Reflex in der Umgebung des Dreistrahlfalltes:

$$h = 1 \ 1 \ \bar{1} / g = 1 \ \bar{1} \ 1 / h - g = 0 \ 2 \ \bar{2}$$

dargestellt. Die unterschiedliche Verzerrung der Topographien auf der Photoplatte durch verschiedene Einfallswinkel ist korrigiert. Zur Abbildung auf HR-Film wurde ein monochromatischer Primärstrahl mit einer Wellenlänge von $\lambda = 0.692 \text{ \AA}$ verwendet.

Der Siliziumkristall besitzt eine $(1 \ 1 \ 1)$ - Oberflächenorientierung und eine Dicke von 0.97 mm. Für den überwiegenden Teil der Versetzungen im dargestellten Bereich wurde ein Burgers-Vektor von $b = \pm a/2 (1 \ 0 \ 1)$ bestimmt.



6 Zusammenfassung und Ausblick

Die Entdeckung der Röntgenbeugung am Atomgitter führte in den vergangenen Jahrzehnten zur Entwicklung von zahlreichen, heute aus den Naturwissenschaften nicht mehr wegzudenkenden Methoden zur Kristallstrukturbestimmung. Dazu zählt auch die Röntgentopographie, die den zerstörungsfreien Nachweis und die Identifikation von Kristallbaufehlern im kompakten Kristallmaterial ermöglicht. Mit ihrer Hilfe können kleinste Verzerrungen des Gitters über eine Fläche von mehreren Quadratzentimetern und bei Materialdicken bis zu einigen Millimetern aufgezeichnet werden.

Zur Abbildung in der Topographie werden, wie auch sonst bei den Untersuchungen mit Röntgenbeugung, im allgemeinen Zweistrahlfälle verwendet. Der Zweistrahlfall ist die einfachste Approximation für das räumliche Interferenzphänomen der Beugung. Hierbei wird davon ausgegangen, daß im Kristall nur zwei Wellenfelder (je Polarisationsrichtung) angeregt werden, d.h. daß im reziproken Raum neben dem Ursprung nur ein weiterer reziproker Gitterpunkt zu berücksichtigen ist. Die reale Wechselwirkung zwischen Röntgenstrahl und Kristall ist aber ein Vielstrahlfall. Ein erster Schritt zum Verständnis dieses allgemeineren Falls ist die Untersuchung des Dreistrahlfalls. Die Röntgentopographie kann, bedingt durch die hohe Informationsdichte in ihren Experimenten, dazu einen Beitrag liefern.

Über eine topographische Abbildung im Dreistrahlfall wurde in der Literatur bisher nur sehr vereinzelt berichtet. In der vorliegenden Arbeit erfolgte erstmals eine systematische Untersuchung des Kontrastes in der Röntgentopographie bei Anregung eines Dreistrahlfalls der Interferenz in Laue-Laue Geometrie. Dazu wurden mit Synchrotronstrahlung hochauflösende Topographien in verschiedenen Dreistrahlfällen angefertigt und interpretiert.

Im ersten Teil wurde die Kontraständerung in den Pendellösungsstreifen von Schnitt-Topographien am Beispiel planparalleler Siliziumkristalle untersucht. Die erhaltenen Kontrastphänomene konnten auf Basis der dynamischen Theorie erklärt werden. Es zeigte sich, daß die Anwendung des Modellbildes der Dispersionsfläche im reziproken Raum auf Dreistrahlfälle übertragen werden kann und hier, wie auch bei den Zweistrahlinterferenzen, eine anschauliche Möglichkeit zur Interpretation der Kontraste in der Umgebung des geometrischen Dreistrahlpunktes liefert. Im Gegensatz zum Zweistrahlfall treten bei drei starken Wellen im Kristall Wendepunkte in den Dispersionschalen auf, die die Intensitätsverteilung in den topographischen Bildern entscheidend beeinflussen können. Durch die geringe Krümmung in der Umgebung der Wendepunkte kommt es, (wenn dieser Teil der Dispersionsfläche entsprechend der Randbedingungen angeregt ist,) zu einer Intensitätserhöhung der Wellen im Kristall, deren Wellenvektoren von diesen Punkten im reziproken Raum ausgehen.

Neben der Analyse des Verlaufs der gesamten Dispersionsfläche ist zur Interpretation der Topogramme auch die Verwendung von effektiven Größen, die den Dreistrahlfall als Störung des Zweistrahlfalls beschreiben, möglich. Damit lassen sich die Kontrasteffekte des Zweistrahlfalls parametrisiert direkt auf den Dreistrahlfall übertragen. Die Schnitt-Topographien, aufgenommen im polychromatischen Strahl, zeigen anschaulich die Möglichkeiten und Grenzen dieses Vorgehens am Beispiel des effektiven Strukturfaktors.

Durch einen Vergleich mit den Topographien war es möglich, die Intensitätsschwankungen in den Renninger-Scans (ψ -Scans durch den Dreistrahlfall mit Integration der Intensität in θ) in der weiteren Umgebung des Dreistrahlpunktes auf die Änderung des effektiven Struktur-faktors in diesem Bereich zurückzuführen. Die Berechnung des Verlaufs der Dispersionsflächen und die Simulation der aufgenommenen Topographien auf Basis des effektiven Struktur-faktors erfolgte mit Hilfe eines im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Computerprogramms.

Schränkt man die Ausdehnung des einfallenden Strahles horizontal und vertikal auf einen Punkt (von etwa $30 \times 30 \mu\text{m}^2$) ein, entfällt im Topogramm die Integration der Intensität über den Primärstrahl entlang der Spaltöffnung aus den Schnitt-Topographien. Mit dieser hier als Pinhole-Topographie bezeichneten Anordnung war es erstmals möglich, den Energiestrom im Dreistrahlfall vollständig aufzuzeichnen. Da die Dispersionsfläche stets senkrecht zum Energiestrom im Kristall verläuft, sind die Pinhole-Topographien gleichzeitig auch ein Abbild der Dispersionsfläche. Am Beispiel von Silizium mit seiner zentrosymmetrischen Struktur und Quarz mit nicht-zentrosymmetrischer Struktur konnte der Einfluß der Triplettphase auf die Interferenzerscheinungen in diesen Topogrammen demonstriert werden.

Parallel zu den Effekten im perfekten Kristall wurde auch der Einfluß von Kristalldefekten auf den Kontrast im Dreistrahlfall am Beispiel von Versetzungen und Stapelfehlern in Silizium untersucht. In den Schnitt-Topographien einer Einzelversetzung konnte zum ersten Mal der Intensitätstransfer über die Umwegwelle direkt experimentell sichtbar gemacht werden, und an Hand von Extendend-Beam Topographien wurde nachgewiesen, daß durch diesen Intensitätstransfer die Kontrastregeln des Zweistrahlfalls bei einer Dreistrahlinterferenz nicht mehr gültig sind. Für die detaillierte Klärung der beobachteten Änderungen in den Feinheiten des Versetzungskontrasts sind zukünftig weitere Simulationsrechnungen erforderlich, insbesondere die vollständige numerische Lösung der Takagischen Gleichungen des Dreistrahlfalls im reellen Raum unter Einbeziehung des dreidimensionalen Deformationsfeldes der Defekte.

Bei topographischen Experimenten wird häufig nicht darauf geachtet, ob neben der zur Abbildung eingestellten Zweistrahlinterferenz zufällig noch weitere Reflexe angeregt sind. Die Untersuchungen im Dreistrahlfall zeigen deutlich, daß dann unerwartete Kontrastphänomene auftreten können.

Im Zweistrahlfall wird entsprechend dem Brewsterschen Gesetz unter einem Beugungswinkel von $2\theta_B = 90^\circ$ und bei einer Polarisation des Primärstrahls parallel zur Beugungsebene keine Intensität mehr gestreut. Dies gilt nicht mehr für den allgemeinen Dreistrahlfall. Verwendet man zur Polarisationsmessung imperfekte Kristalle mit breiten Reflexionskurven, kann es durch die Anregung von Mehrstrahlinterferenzen zu Fehlern kommen. Hier bietet sich, ausgehend von den Ergebnissen dieser Arbeit eine weitergehende tiefgründige Untersuchung an.

Weiterhin ist im Bereich des Polarisationsverbotes oder bei Dreistrahlfällen mit einer im Vergleich zur direkten Welle sehr starken Umwegwelle eine Art Dunkelfeldtopographie von Kristallfehlern im Dreistrahlfall denkbar.

Literaturverzeichnis

- Aristov, V.V., Kohn, V.G., Polovinkina, V.I. & Snigirev, A.A. (1982). „Change of interference pattern in the X-ray section topography of single crystals with increasing dimensions of an incoherent source“, *phys. stat. sol. (a)* **72**, 483-491.
- Authier, A. (1960). „Mise en évidence expérimentale de la double réfraction des rayons X“, *Compt. Rend. Acad. Sci. Paris.* **251**, 2003-2005.
- Authier, A. (1967). „Contrast of dislocation images in X-ray transmission topographs“, *Adv. X-ray Analysis* **10**, 9-31.
- Authier, A. (1968). „Contrast of a stacking fault on X-ray topographs“, *Phys. Stat. Sol.* **27**, 77-93.
- Authier, A. (1970). *Advances in structure research by diffraction methods vol. 3*, edited by Brill, R. & Mason, R.; Seite 1-51 Braunschweig: Vieweg.
- Azároff, L.V., Kaplow, R., Kato, N., Weiss, R.J., Wilson, A.J.C. & Young, R.A. (1974). *X-Ray Diffraction*. New York: McGraw-Hill.
- Bethe, H. (1928). „Theorie der Beugung von Elektronen an Kristallen“, *Ann. Phys. (Leipzig)* **87**, 55-129.
- Borrmann, G. (1941). „Über Extinktionsdiagramme von Quarz“, *Physikal. Z.* **42**, 157-162.
- Borrmann, G. (1950). „Die Absorption von Röntgenstrahlung im Fall der Interferenz“, *Z. Physik* **127**, 297-323.
- Borrmann, G., Hildebrandt, G. & Wagner, H. (1955). „Röntgenstrahl-Fächer im Kalkspat“, *Z. Physik* **142**, 406-414.
- Borrmann, G. & Hartwig, W. (1965). „Die Absorption der Röntgenstrahlen im Dreistrahlfall der Interferenz“, *Z. Kristallogr.* **121**, 401-409
- Bowen, D.K. & Tanner, B.K. (1998). *High resolution X-ray Diffractometry and Topography*. S. 180f. London: Taylor & Francis.
- Bragg, W.H. & Bragg, W.L. (1913). „The reflection of X-rays by crystals, I“, *Proc. Roy. Soc.* **A88**, 428.
- Busing, W. R. & Levy, H. A. (1967). „Angle calculation for 3- and 4- circle X-ray and Neutron Diffractometers“, *Acta Cryst.* **22**, 457-464.
- Campos, C. & Chang, S.-L. (1986). „Experimental Observation of the Borrmann Pyramid - the Borrmann Fan for Four-Beam Transmission of X-rays“, *Acta Cryst.* **A42**, 348-352.
- Chang, S.-L. (1984). „Multi-Beam X-ray Topography“ in *Multiple Diffraction of X-Rays in Crystals*. Berlin, Heidelberg, New York: Springer Verlag.
- Cloetens, P., Guigay, J.P., De Martino, C. & Baruchel, J. (1997). „Fractional Talbot imaging of phase gratings with hard x-rays“, *Optics Letters* **22**, 1059-1061.
- Cloetens, P. (1999). „The response of photographic films to high energy X-rays can be accurately described by a simple analytical model including the photo-electron contribution“, Universität Brussel.
- Colella, R. (1974). „Multiple diffraction of X-rays and the phase problem“, *Acta Cryst.* **A30**, 413-423.

- Epelboin, Y. (1974) „Simulation de Topographies en Pose Fixe par la Méthode de Lang au moyen d'un ordinateur. Influence du Vecteur de Burgers“, *J. Appl. Cryst.* **7**, 372-377.
- Epelboin, Y. & Lifchitz, A. (1974). „Visualisation de photographies sur une imprimante rapide d'ordinateur. Application à la simulation de topographies en pose fixe par la méthode de Lang“, *J. Appl. Cryst.* **7**, 377-382.
- Epelboin, Y. (1987). „The Simulation of X-Ray topographic images“, *Prog. Crystal Growth and Charact.* **14**, 465-506.
- Ewald, P. (1917). „Zur Begründung der Kristalloptik. Teil III: Die Kristalloptik der Röntgenstrahlen“, *Ann. Phys.* **54**, 519-597.
- Ewald, P. P. (1958). „Group velocity and phase velocity in X-ray crystal optics“, *Acta Cryst.* **11**, 888-891.
- Ewald, P. P. & Heno, Y. (1968). „X-ray Diffraction in the Case of Three Strong Rays. I. Crystal Composed of Non-Absorbing Point Atoms“, *Acta Cryst.* **A24** 5-15.
- Friedrich, W., Knipping, P. & Laue von, M. (1912). „Interferenz-Erscheinungen bei Röntgenstrahlen“, *Sitzungsber. Bayer. Akad. Wiss.* 303 & 363. reprinted in: *Naturwiss.* **39** (1952), 361.
- Hart, M. & Lang, A. R. (1961). „Direct determinations of X-ray reflection phase relationships through simultaneous reflections“, *Phys. Rev. Letts.* **7** 120-121.
- Hart, M. & Milne, A. D. (1969). „An accurate absolute scattering factor for silicon“, *Acta Cryst.* **A25**, 134-138.
- Härtwig, J. (1987). „Comments on absorption in Takagi-Taupin equations“, *Acta Cryst.* **A43**, 522-525.
- Heyroth, F. (1995). „Analyse von polarisierter Röntgenstrahlung“, *Diplomarbeit*, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg.
- Hildebrandt, G. (1967). „Röntgenwellenfelder in einem Dreistrahlfall“, *Phys. Stat. sol.* **24**, 245-261.
- Hirth, J. P. & Lothe, J. (1982). *Theory of dislocations.*:New York: John Wiley & Sons, Ausgabe:2.
- Hofmann, M. (1971). „Röntgentopographische Untersuchungen zur Diffusion von Gold in Silizium.“, *Dissertation*, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg.
- Høier, R. & Aanestad, A. (1981). „Three-Beam Effects in Pendellösung Fringes“, *Acta Cryst.* **A37**, 787-794.
- Hümmer, K. & Billy, H. (1982). „Theoretical considerations on phase determination by three-beam interference“, *Acta Cryst.* **A38**, 841-848.
- Hümmer, K. & Billy, H. (1986). „Experimental determination of triplet phase and enantiomorphs of non-centrosymmetric structures. I. Theoretical considerations“, *Acta Cryst.* **A42**, 127-133.
- Hümmer, K. & Weckert, E. (1996). „Determination of reflection phases by three-beam diffraction“, *X-Ray and Neutron Dynamical Diffraction: Theory and Applications*, edited by Authier *et al.*, p. 345-367 New York: Plenum Press.
- Kato, N. (1958). „The flow of X-ray and material waves in ideally perfect single crystals“, *Acta Cryst.* **11**, 885-887.

- Kato, N. & Lang, A.R. (1959). „A study of Pendellösung fringes in X-ray diffraction“, *Acta Cryst.* **12**, 787-794.
- Kato, N. (1961) „A theoretical study of Pendellösung fringes. Part 2. Detailed discussion based upon a spherical wave theory“, *Acta Cryst.* **14**, 627-636.
- Kohn, V. & Samoiloa, L. (1992). „On the Possibility of Layer-by-Layer Analysis of Near-Surface Crystal Structure by the Method of Three-Beam X-Ray Diffraction“, *phys. stat. sol.(a)* **133**, 9-16.
- Lang, A.R. (1959). „The projection topograph: a new method in X-ray diffraction micro-radiography“, *Acta Cryst.* **12**, 249-250.
- Lang, A.R. (1959b). „Studies of Individual Dislocations in Crystals by X-Ray Diffraction Microradiography“, *J. appl. Phys.* **30**, 1748-1755.
- Larsen, H. B. (1997). „Dynamical effects in the scattering of X-rays from perfect and imperfect finite crystals“, *Dissertation*, NTNU Trondheim.
- Laue von, M. (1931). „Die dynamische Theorie der Röntgenstrahlinterferenzen in neuer Form“, *Ergebn. exakt. Naturwiss.* **10**, 133-158.
- Laue von, M. (1945 / 1960). *Röntgenstrahl-Interferenzen*. Frankfurt/Main: Akademische Verlagsgesellschaft m. b. H.
- Miltat, E. A. & Bowen, D. K. (1975). „On the width of dislocation images in X-ray topography under low absorption conditions“, *J. Appl. Cryst.* **8**, 657-669.
- Penning, P. & Polder, D. (1961) „Anomalous transmission of X-rays in elastically deformed crystals“ *Philips Res. Rep.* **16**, 419-440.
- Pinsker, Z. (1978). *Dynamical Scattering of X-rays in Crystals*. Berlin: Springer-Verlag.
- Post, B. (1975). „Comments on Multiple diffraction of X-rays and the phase problem by R. Colella“, *Acta Cryst.* **A31**, 153-155.
- Post, B. (1979). „A Solution of the X-ray ‘Phase Problem’“, *Acta Cryst.* **A35**, 17-21.
- Renninger, M. (1937). „Röntgenometrische Beiträge zur Kenntnis der Ladungsverteilung im Diamandgitter“, *Z. Kristallogr.* **97**, 107
- Scherz, W. & Hildebrandt, G. (1981). „X-ray three beam cases and the influence of lattice defects“, *Z. Naturforsch.* **36a**, 921-928.
- Schroer, K. (1998) „Phasenempfindliche Röntgenbeugung an Oberflächen und Schichtsystemen“, *Dissertation*, Universität Karlsruhe (TH).
- Schwegle, W. (1993). „Theoretische und Experimentelle Untersuchungen an Mehrstrahlinterferenzen“, *Dissertation*, Universität Karlsruhe (TH).
- Shen, Q. & Finkelstein, K. D. (1992). „Complete determination of x-ray polarization using multiple-beam Bragg diffraction“, *Phys.Rev.* **B45**, 5075-5078.
- Takagi, S. (1962). „Dynamical theory of diffraction applicable to crystals with any kind of small distortion“, *Acta Cryst.* **15**, 1311-1312.
- Takagi, S. (1969). „A Dynamical Theory of Diffraction for a Distorted Crystal“ *J. Phys. Soc. Jap.* **26**, 1239-1253.
- Taupin, D. (1964). „Théorie dynamique de la diffraction des rayons X les cristaux déformés“ *Bull. Soc. Fr. Minér. Crist.* **87**, 69.

- Taupin, D. (1967). „Prévision de quelques images de dislocations par transmission des rayons X (cas de Laue symétrique)“ *Acta Cryst.* **23**, 5-35.
- Thorkildsen, G. & Larsen, H. B. (1998). „Three-Beam Diffraction in Finite Perfect Crystals. I. Exploring Laue-Laue and Bragg-Laue Scattering Using a Series-Expansion Approach for the Solution of the Tagaki-Taupin Equations“, *Acta Cryst.* **A54**, 120-128.
- Umeno, M. & Hildebrandt, G. (1975). „A study of simultaneous diffraction by (111) and $(1\bar{1}\bar{1})$ in germanium“, *phys. stat. sol.* **A31**, 583-594
- Weckert, E. & Hümmer, K. (1990). „On the Quantitative Determination of Triplet Phases by X-Ray Three Beam Diffraction“, *Acta Cryst.* **A46**, 387-393.
- Weckert, E. & Hümmer, K. (1997). „Multiple-Beam X-ray Diffraction for Physical Determination of Reflection Phases and its Applications“, *Acta Cryst.* **A53**, 108-143.
- Weckert, E. (1996). „Programm dreist zur Berechnung von Reflexionskurven im Dreistrahlfall der Interferenz unter Tangentennäherung“, *private communication*.
- Weckert, E. (1997). „Grundlagen und Anwendungen von Mehrstrahlinterferenzen: ein neuer Ansatz zur röntgenographischen Bestimmung von Kristallstrukturen“, *Habilitation*, Universität Karlsruhe (TH).
- Weitkamp, T. (1999). „ID 22 Beamline Manual“, http://www.esrf.fr/exp_facilities/ID22/manual.html.
- Zachariasen, W.H. (1945). *Theory of X-ray diffraction in crystals*. 3.Aufl. 1951, New York: John Wiley & Sons.

Anhang A - Serie von Extended-Beam Topographien

In der beiliegenden Anlage A ist eine vollständige Serie von Extended-Beam Topographien im Dreistrahlfall $\mathbf{h} / \mathbf{g} / \mathbf{h-g} = (1\ 1\ \bar{1}) / (1\ \bar{1}\ 1) / (0\ 2\ \bar{2})$ angegeben.

Untersucht wurde ein 0.97 mm dicker planparalleler Siliziumkristall mit einer (111)-orientierten Oberfläche. Die Aufnahme erfolgte auf HR-Film mit einem monochromatisierten Primärstrahl der Wellenlänge $\lambda = 0.692\ \text{\AA}$. Für die Versetzungen in der Bildmitte wurde ein Burgersvektor $\mathbf{b} = \pm \frac{a}{2}(1\ 0\ 1)$ bestimmt.

Die Serie der Topographien zeigen systematisch die Veränderung der Versetzungskontraste im 0-Strahl (obere Zeile), im h-Strahl (mittlere Zeile) und im g-Strahl (untere Zeile). Zwischen den Aufnahmen in den einzelnen Spalten erfolgte jeweils eine kleine Drehung in ψ von $\Delta\psi = 2.9\ \text{arcsec}$. In Abb. 49 sind die, durch die Winkel ($\Delta\theta_{\text{tot}}(\mathbf{h})$, $\Delta\psi_{\text{tot}}(\mathbf{h})$) in Gleichung (49) gegebenen, Anregungsbedingungen maßstabsgetreu über dem Ort im topographischen Bild aufgetragen.

Eine Diskussion der Kontraste kann Abschnitt 5.3.2 entnommen werden. Die Topographien aus Abb. 48 entsprechen in etwa denen in der dritten Spalte.

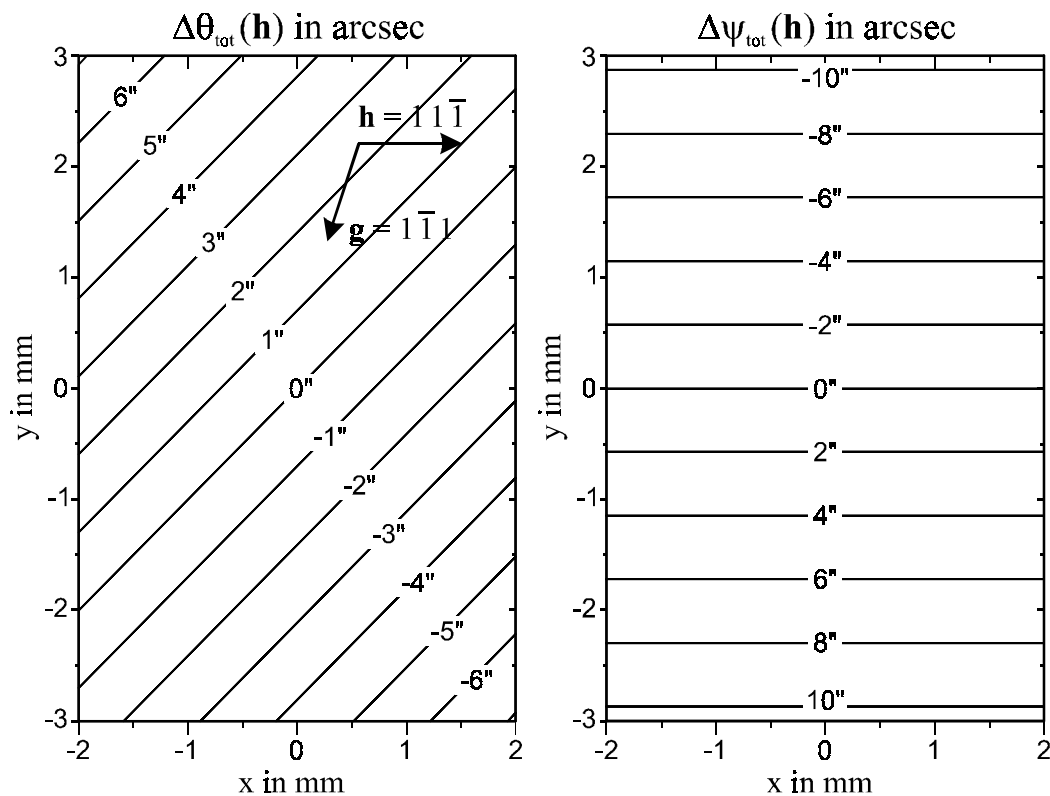


Abb. 49 Konturdiagramm der Anpassung zwischen der Aufnahmegeometrie, gegeben durch die Position (x, y) in den Topogrammen der beiliegenden Anlage A, und der Beugungsgeometrie mit den Koordinaten $(\Delta\theta_{\text{tot}}(\mathbf{h}), \Delta\psi_{\text{tot}}(\mathbf{h}))$ entsprechend Gleichung (49). Der Maßstab in den Diagrammen entspricht dem in den Fotoaufnahmen.

Anhang B - häufig verwendete Symbole

- Physikalische Größen innerhalb des Kristalles werden mit Großbuchstaben, außerhalb des Kristalls mit Kleinbuchstaben bezeichnet.
- Physikalische Größen im gestörten Kristall werden mit gestrichenen Formelzeichen gekennzeichnet, im perfekten Einkristall sind sie ungestrichen.
- Zu $\mathbf{D}(\mathbf{h}_n)$ wird abkürzend auch \mathbf{D}_n verwendet. Dies gilt in gleicher Weise auch für F , \mathbf{K} , \mathbf{P} und \mathbf{E} .
- Vektorielle Größen sind fett gedruckt, skalare Größen nicht. (v ist der Betrag des Vektors \mathbf{v})
- c^{re} bezeichnet den Realteil und c^{im} den Imaginärteil einer komplexen Größe c

\tilde{A} Winkelverstärkung $d\alpha_s / d\theta$

$\alpha_{m,n}^{\sigma|\pi}$ geometrischer Kopplungsfaktor für die Polarisation z.B.: $\alpha_{m,n}^{\sigma,\sigma} = \sigma_m \cdot \sigma_n$ oder $\alpha_{m,n}^{\sigma,\pi} = \sigma_m \cdot \pi_n$

α_s Winkel zwischen \mathbf{S} und den reflektierenden Netzebenen

\mathbf{b} Burgersvektor einer Versetzung

$\beta'_n(\mathbf{r})$ Anregungsfehler: $\beta'_n(\mathbf{r}) = \beta_n - \frac{2}{k} \frac{\partial}{\partial \mathbf{e}_{\mathbf{K}_n}} [\mathbf{h}_n \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})]$; $\beta_n = \frac{\mathbf{K}_n^2 - K^2}{k^2}$

c Lichtgeschwindigkeit

χ_n Fourierkomponente der Suszeptibilität zu \mathbf{h}_n

$D_n^{\sigma|\pi}$ Amplitude der dielektrischen Verschiebung der Ewald-Bloch Partialwelle in σ bzw. π Polarisation

$\mathbf{D}_{m[n]}$ ist die Komponente der dielektrischen Verschiebung \mathbf{D}_m senkrecht zu \mathbf{K}_n

\mathbf{E} elektrischer Feldvektor der elektromagnetischen Welle im Kristall

\mathbf{e}_m Einheitsvektor in Richtung von \mathbf{m}

η komplexer Abweichungsparameter nach Authier

\mathbf{f} Fehlervektor eines Stapelfehlers

$F(\mathbf{h})$ Strukturfaktor des Reflexes \mathbf{h}

$\Gamma = r_e \lambda / \pi V_{EZ}$ Proportionalitätsfaktor zwischen Strukturfaktoren und Suszeptibilität

γ_n Kosinus des Winkels zwischen dem Wellenvektor \mathbf{k}_n und der Oberflächennormalen \mathbf{n}

\mathbf{h}, \mathbf{g} reziproke Gittervektoren zu den Reflexen / Fourierkomponenten h und g

$j \in \{1 \dots 2N\}$

\mathbf{k}_0 Wellenvektor des 0-Strahles außerhalb des Kristalls (im Vakuum); markiert Lauepunkt

$\mathbf{k}_0^{La} = -\mathbf{l}_{La}$ Vektor ausgehend vom Laue-Punkt zum Nullpunkt des reziproken Gitters; für diese Einstrahlrichtung ist die Bragg-Gleichung exakt erfüllt.

$\mathbf{k}_{h|g}$ Wellenvektor des h/g -Reflexes außerhalb des Kristalls (im Vakuum)

\mathbf{K}_n Wellenvektoren der Wellenfelder n im Kristall (komplex)

\mathbf{l} Linienvektor der Versetzung (Einheitsvektor)

l_{Source} Abstand des optischen Elements zur Quelle

$\lambda = k^{-1} = k_0^{-1}$ Wellenlänge des Primärstrahls

Λ_L Extinktionslänge im reziproken Raum; Λ_0 Extinktionslänge im symmetrischen Fall

$m, n \in \{0, h, g, \dots, N\}$ No. von Fourierkomponente bzw. Reflex

μ	Absorptionskoeffizient für die Wellenamplitude; μ_0 linearer / mittlerer Absorptionskf.
\tilde{n}	Brechzahl
$\vec{\nabla}$	Nablaoperator Gradient: $\vec{\nabla}$ Divergenz: $\vec{\nabla} \cdot$ Rotation: $\vec{\nabla} \times$ Vektorgradient: $\vec{\nabla} \circ$
\mathbf{h}_n	$\in \{\mathbf{0}, \mathbf{h}, \mathbf{g}, \dots, \underline{N}\}$ reziproker Gittervektor zu Fourierkomponente bzw. Reflex n
\mathbf{n}	Oberflächennormale der Kristallplatte (von der Eintrittsseite aus nach Innen gerichtet)
N	Zahl starker Reflexe
ν	Poissonzahl (Verhältnis von Querkontraktion zu Längsdehnung)
\mathbf{P}	dielektrische Polarisierung im Kristall
φ	Winkel zwischen \mathbf{n} und den Netzebenen
ψ	Rotation um die Netzebenennormale des primären Reflexes im Dreistrahlfall $\psi = 0$ entspricht der geometrischen Dreistrahlposition
$R(\mathbf{h})$	$= \mathbf{K}(\mathbf{h})^2 / (K^2 - \mathbf{K}(\mathbf{h})^2)$ Resonanzterm bzw. Kehrwert des Anregungsfehlers
\mathfrak{R}	Krümmungsradius der Dispersionsfläche
r_e	klassischer Elektronenradius
$\rho_e(\mathbf{r})$	Elektronendichte
R_n	Reflektivität (Verhältnis von eingestrahelter zu gebeugter Energie) im Reflex n
\mathbf{S}	Energiestromrichtung im Kristall
θ	in der Beugungsebene des einfallenden Strahls in der Beugungsebene; $\Delta\theta = \theta - \theta_B$
θ_B	Braggwinkel; Winkel entsprechend der Bragg-Gleichung
$\Delta\theta_0$	Verschiebung der Mitte des Reflexionsbereiches relativ zur geometr. Position θ_B
t	Kristalldicke
t_{ex}	Extinktionslänge im reellen Raum $1/\Lambda_L$
$\mathbf{u}(\mathbf{r})$	Verschiebung der Atome in einem gestörten Kristall gegenüber dem perfekten Gitter
$\Delta\nu$	vertikale Winkelabweichung bedingt durch die strahlwegseitige Divergenz y/l_{Source}
\mathbf{v}	Abweichung der Anregung vom kinematischen Wert
V_{EZ}	Volumen der Elementarzelle
W	Bildbreite des direkten Bildes einer Versetzung in der Projektionstopographie
x	Ortskoordinate (horizontal) eines Punktes im Primärstrahl
X	$\in \{-1 \dots 1\}$; relativer Abstand auf der Austrittsfläche zur Mitte des Borrmannfächers
X_{Offset}	Abstand einer beugenden Netzebene durch den Anregungspunkt zur Mitte des Borrmannfächers (nur von Beugungsgeometrie abhängig)
$\Delta\xi$	horizontale Winkelabweichung bedingt durch die strahlwegseitige Divergenz x/l_{Source}
y	Ortskoordinate (vertikal) eines Punktes im Primärstrahl
$\mathbf{Y}(j)$	Eigenvektor j bestehend aus $[D_0^\sigma(j), D_0^\pi(j), D_h^\sigma(j), D_h^\pi(j), D_g^\sigma(j), D_g^\pi(j)]$

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. H.-R. Höche für die interessante Themenstellung sowie die stetige Förderung meiner Arbeit.

Dr. Christian Eisenschmidt und allen Mitarbeitern des Kristall-Labors danke ich herzlich für die kameradschaftliche Zusammenarbeit.

Bedanken möchte ich mich bei der ganzen Crew der Beamline ID 19, insbesondere bei den beiden Beamline-Scientists Dr. Jürgen Härtwig und Dr. Jose Baruchel für die freundliche Aufnahme und die Möglichkeit manchen Trick beim Umgang mit Synchrotronstrahlung übernehmen zu können.

PD Dr. Edgar Weckert gilt mein Dank für die Unterstützung der Messungen an der Beamline ID22 der ESRF und manchen Diskussionen über Dreistrahlinterenzen sowie nicht zuletzt für die Überlassung seines Programms dreist.

Johannes Zellner und Michael Drakopoulos danke ich für die Hilfe bei den Experimenten an der Beamline ID22.

Unserer Laborantin Katrin Lehmann möchte ich für die Probenpräparation und allen Mitarbeitern der Werkstätten für die Fertigung der mechanischen Ergänzungen in der notwendigen Qualität danken.

Die finanzielle Unterstützung durch die EU mit der Gewährung zweier Stipendien war eine große Hilfe für das Entstehen dieser Arbeit.

Lebenslauf

Persönliche Daten:

Name: Frank Heyroth
Anschrift: Hallorenstraße 3
06122 Halle/Saale
Geburtstag / -ort: 08.04.1969 in Dresden
Familienstand: ledig

Schulausbildung:

1975-1985 Polytechnische Oberschule
1985-1987 Spezialklasse für Mathematik und Physik der
Martin-Luther-Universität in Halle-Wittenberg; Abitur

Wehrdienst:

11/87-4/89 Grundwehrdienst

Hochschulausbildung:

Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
9/89-2/95 Studium der Physik; Abschluß Diplom-Physiker
8/91 Hauptstudium mit dem Schwerpunkt Festkörperphysik
4/94-1/95 Diplomarbeit zur Polarisationsanalyse von Röntgenstrahlung

Beruflicher Werdegang:

seit 2/95 Promotion an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
zum Thema: „Röntgentopographischer Kontrast im Dreistrahlfall
der Interferenz“ Betreuer: Prof. Dr. H.-R. Höche
9/96-3/97 zwei „Marie Curie“ Stipendien aus dem Programm „Training and
& 10/97-3/98 Mobility of Researchers“ der EU zur Arbeit in der Gruppe der
Topographie-Beamline ID19 der European Synchrotron
Radiation Facility in Grenoble, Frankreich

Halle, den 5.10.1999

Erklärung

Hiermit erkläre ich, Frank Heyroth, an Eides statt, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig, ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus anderen Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Daten, Fakten und Konzepte sind unter Angabe der entsprechenden Quelle als solche gekennzeichnet.

Halle, den 5.10.1999