

# Strukturuntersuchungen an lasermodifizierten Kristallbereichen in Quarz

## **Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades  
doctor rerum naturalium

vorgelegt dem Rat der Physikalisch-Astronomischen Fakultät  
der Friedrich-Schiller-Universität Jena

von Diplomphysiker Frank Wunderlich  
geboren am 16. November 1973 in Gera

**Gutachter:**

1. Prof. Dr. K. Goetz
2. Prof. Dr. A. Tünnermann
3. Prof. Dr. U. Glatzel

**Tag der letzten Rigorosumsprüfung:** 19.12.2003

**Tag der öffentlichen Verteidigung:** 27.1.2004

# Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis.....	3
1. Einleitung .....	5
1.1. Motivation .....	5
1.2. Stand der Literatur zu Beginn dieser Arbeit .....	8
1.3. Herstellung .....	9
2. Untersuchungsmethoden .....	11
2.1. Optische Messungen.....	11
2.1.1 Wellenleiter in Silikatgläsern .....	11
2.1.2 Wellenleiter in Kristallen .....	12
2.1.3 Wellenleiter in Phosphatgläsern.....	16
2.2. Transmissions-Elektronenmikroskopie .....	17
2.3. Weitere Verfahren .....	20
3. Überlegungen zum Strukturmodell .....	21
3.1. Modellvorstellungen.....	21
3.2. Überlegungen zu den Untersuchungsmethoden.....	24
3.2.1. Berechnung des Verschiebungsfeldes.....	25
3.2.2. Auswirkungen des Verschiebungsfeldes im reziproken Raum.....	31
3.2.3. Charakterisierung mittels Röntgentopographie.....	34
3.2.4. Charakterisierung mittels Röntgendiffraktometrie.....	36
4. Diffraktometrische Experimente .....	42
4.1. Beschreibung der Experimentieranordnung .....	42
4.2. Diffraktometrische Messungen.....	44
4.2.1. Messwerte.....	44
4.2.2. Schlussfolgerungen .....	46
4.2.3. Anwendbarkeit der Näherung .....	48
5. Topographische Experimente.....	49
5.1. Beschreibung der Experimentieranordnung .....	49
5.2. Topographische Messungen.....	53
5.2.1. Erwartungen .....	53
5.2.2. Voruntersuchungen .....	54

5.2.3.	Hochauflösende Topographie .....	55
5.2.4.	Überprüfung der geometrischen Näherung .....	57
5.2.5.	Variation der Anregungspunkte .....	59
5.2.6.	Densiometrie .....	60
5.2.7.	Vergleich mit den Vorüberlegungen .....	63
6.	Simulation .....	67
6.1.	<i>Finite-Elemente-Methode</i> .....	67
6.2.	<i>Diskussion des verwendeten Finite-Elemente-Modells</i> .....	69
6.2.1.	Reduktion auf ein ebenes Problem .....	69
6.2.2.	Modellierung .....	71
6.3.	<i>Ergebnisse der Simulation</i> .....	75
6.3.1.	Anpassung an die Messgeometrie .....	75
6.3.2.	Gridding .....	77
6.3.3.	Resultate .....	79
7.	Auswertung .....	83
7.1.	<i>Vergleich der Simulation mit den topographischen Messungen</i> .....	83
7.2.	<i>Berechnung der Indikatrix</i> .....	89
7.3.	<i>Vergleich mit den optischen Messungen</i> .....	91
8.	Zusammenfassung .....	93
9.	Ausblick .....	94
	Literaturverzeichnis .....	95
	Liste der verwendeten Symbole und Abkürzungen .....	100
	Danksagung .....	102
	Ehrenwörtliche Erklärung .....	104
	Lebenslauf .....	105

# 1. Einleitung

## 1.1. Motivation

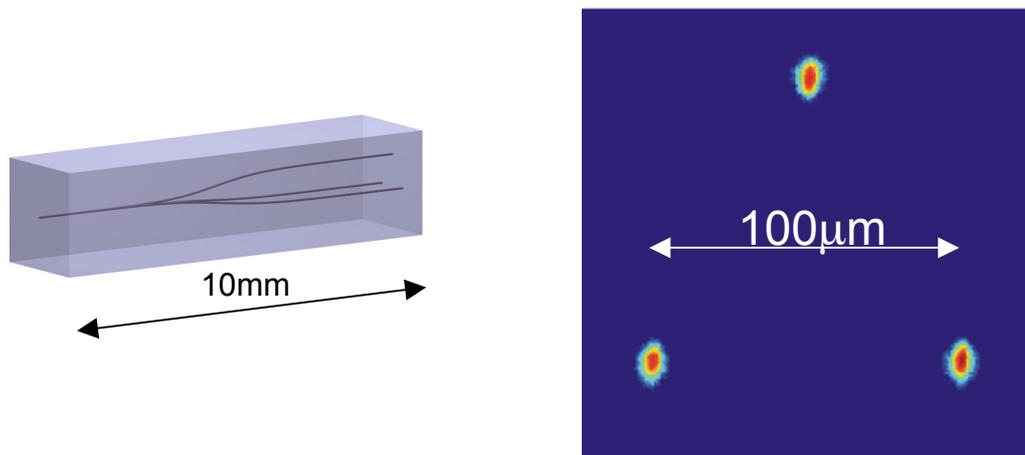
Laserinduzierte Materialveränderungen sind seit einigen Jahrzehnten Gegenstand intensiver Forschung. Mit der breiteren Verfügbarkeit von Femtosekunden-Lasern in den letzten Jahren ist auch das Interesse an der Wechselwirkung dieser Pulse mit Materie stark gewachsen.

Zur Untersuchung der Möglichkeit definierte Veränderungen in transparenten Materialien mittels Femtosekunden-Lasern hervorzurufen, wurden in Jena Herstellung und Diagnostik dieser Strukturen im Rahmen des Sonderforschungsbereiches 196 "Physik und Chemie optischer Schichten" gebündelt. In diesen Rahmen ist auch die vorliegende Arbeit einzuordnen.

Neben dem physikalischen Interesse an diesen Phänomenen sind bereits einige Anwendungen vorgeschlagen worden. Ein Vorschlag besteht in der dreidimensionalen Speicherung von Informationen [Glaezer 1996]. Bei bisherigen Versuchen wurden auf diesem Gebiet Photopolymere eingesetzt [Strickler 1991], in denen mittels Zweiphotonenabsorption lokale Brechzahländerungen im Bereich von 1% erzeugt wurden. Ähnliche Versuche gab es bei photorefraktiven Materialien [Kawata 1995] [Ueki 1996], bei denen lineare Absorption ausgenutzt wurde. Hier konnten lokale Brechzahländerungen im Bereich von  $10^{-6}$  erzeugt werden. Mittels Femtosekundenlasern ist es möglich, solche punktuellen Veränderungen bei einer großen Anzahl von Materialien hervorzurufen. Hierzu zählen neben diversen Kristallen wie Quarz und Saphir auch recht preiswerte Materialien wie Quarzglas und diverse Polymere [Schaffer 1998]. Beispielsweise konnten in Quarzglas Brechzahländerungen in der Größenordnung von  $3 \cdot 10^{-3}$  [Will 2002] erzeugt werden. Das Auslesen der so gespeicherten Information ist hier mit einem Standartmikroskop möglich. Die Datenspeicherung konnte hier mit einem Punktabstand von  $2\mu\text{m}$  lateral und einem Abstand der Speicherebenen von  $15\mu\text{m}$  gezeigt werden [Glaezer 1996].

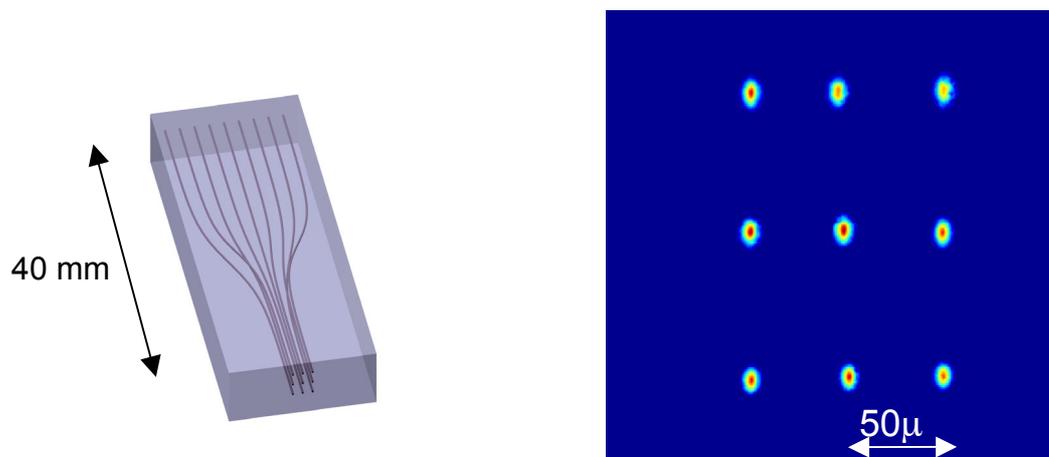
Eine weitere mögliche Anwendung der durch Femtosekundenlaser induzierten Materialveränderungen ist die Aneinanderreihung von Einzelschüssen zu einer Linie. Diese Strukturen sind unter bestimmten Umständen in der Lage, Licht zu führen [Korte 2000]. Bei der integrierten Optik werden bisher in der Regel flächenhafte Strukturen verwendet. Dies liegt im wesentlichen in den Herstellungsprozessen begründet. Bisher werden integrierte optische Bauteile vorwiegend mittels Ionenaustausch hergestellt [Rottschalk 1997]. Hierzu wird für

jedes Basismaterial ein eigener Prozess des Ionenaustausches entwickelt. Die Strukturierung erfolgt in der Regel mittels eines Lithographieverfahrens. Eine Strukturierung auch in die Tiefe des Basismaterials hinein ist mit diesen Verfahren kaum möglich. Bei der Herstellung der Wellenleiter durch Femtosekundenlaser werden die Strukturen aber prinzipbedingt im Volumen des Materials erzeugt. Dies ermöglicht die Herstellung dreidimensionaler Strukturen. Das räumliche Verzweigen eines Wellenleiters in drei nichtplanare Äste konnte bereits gezeigt werden [Nolte 2003].



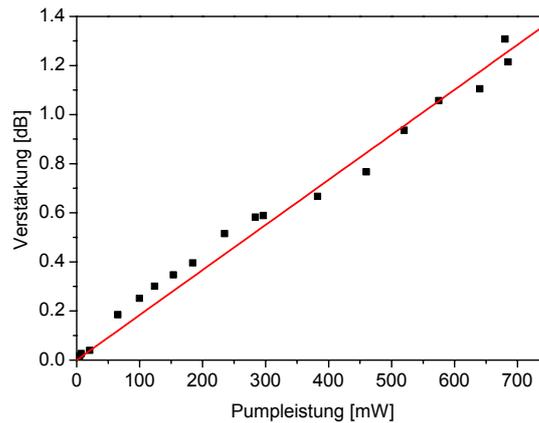
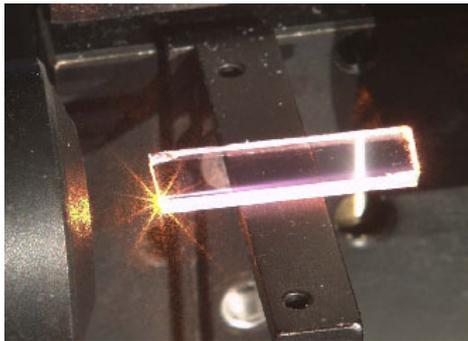
**Abb. 1.1.1:** Räumliches Verzweigen eines Wellenleiters in drei nichtplanare Äste, demonstriert in Quarzglas (nach [Burghoff 2003])

Für Anwendungen der integrierten Optik sind neben Verzweigungen auch die flexible Weiterleitung in verschiedenen Konfigurationen von Interesse. In [Burghoff 2003] konnte ein Konverter gezeigt werden, der neun planare Wellenleiter in eine Matrix aus  $3 \times 3$  Wellenleitern überführt.



**Abb. 1.1.2:** Optischer Umsetzer von neun planaren Wellenleitern in eine Matrix von  $3 \times 3$  Wellenleitern auf Basis von Quarzglas (nach [Burghoff 2003])

Die Eigenschaft dieser Strukturen, Licht zu führen, wird nicht durch Ionenaustausch verursacht. Damit ist es denkbar die Wellenleiter zusätzlich zu dotieren, ohne dass sie ihre wesentlichen Eigenschaften einbüßen. Wird ein Teil eines Wellenleiters geeignet dotiert und gepumpt, so kann mittels stimulierter Emission eine Verstärkung erreicht werden. Am Beispiel von Neodym - dotiertem Glas konnte dies bereits demonstriert werden. [Burghoff 2003]



**Abb. 1.1.3:** Rein optische Signalverstärkung in Neodym-dotiertem Quarzglas (nach [Burghoff 2003])

Die Möglichkeit, eine derartige rein optische Signalverstärkung zu erreichen, ist für Kommunikationsanwendungen von großem Interesse.

Wie im folgenden noch beschrieben wird, ist der Mechanismus der Wellenleiterherstellung durch Femtosekundenlaser noch nicht vollständig verstanden worden. Die vorliegende Arbeit soll durch direkte Charakterisierung des modifizierten Gebietes einen Beitrag zum Verständnis dieser Materialmodifikationen leisten.

## **1.2. Stand der Literatur zu Beginn dieser Arbeit**

Zu Beginn dieser Arbeit existierte bereits eine große Zahl von Arbeiten, die sich mit der Wechselwirkung der schon länger verfügbaren Pikosekunden-Laserpulsen mit Materie beschäftigten. Auch für den Bereich der Femtosekundenlaser lagen einige Arbeiten vor. Es zeigte sich, dass der Übergang von Pikosekunden- zu Femtosekundenpulsqualitäten qualitativ andere Veränderungen im Material bewirkt [Sokolowski-Tinten 1995].

Im Falle von Femtosekundenpulsqualitäten wird das Dichteprofil im Material diskontinuierlich [Inogamov 1999]. Es treten große Dichtegradienten auf. Bei Metallen und Halbleitern wird die Strahlung hauptsächlich von den Elektronen im Leitungsband absorbiert. Dominant für die Erzeugung freier Elektronen ist die Multiphotonenabsorption [Lenzner 1998]. Hierbei kommt es oberhalb einer gewissen Schwelle der Laserintensität zur Ausbildung eines Plasmas, dessen explosionsartige Expansion eine Schockwelle im Material erzeugt [Maaz 2000]. Bei hinreichend kurzen Pulsen ( $\sim 100$ fs) kann es allerdings schon vor dem Einsetzen der Plasmabildung zur Überschreitung der Zerstörschwelle des Materials kommen [von der Linde 2000].

Die physikalischen Hintergründe dieser Vorgänge waren allerdings nicht vollständig geklärt. In der Literatur wurden hierzu gegensätzliche Standpunkte vertreten [Sokolowski-Tinten 1998].

Bei den Materialveränderungen durch Femtosekundenlaser sind hauptsächlich deren Auswirkungen auf die lokale Brechzahl des Materials von Interesse. Diese Brechzahländerungen waren bereits bei verschiedenen Materialien demonstriert worden [Glazer 1996]. Hierzu gehörten verschiedene Gläser, Saphir und Acryl-Kunststoff. Die notwendigen Pulsenergien für die Strukturveränderungen bei diesen Materialien sind sehr ähnlich.

Verdichtungseffekte in Glas durch UV-Bestrahlung wurden von [Borelli 1997] mit dem auch in der vorliegenden Arbeit verwendeten Programm ANSYS simuliert. In der Annahme der Vergleichbarkeit mit der UV-Bestrahlung wurde von [Homoelle 1999] die Auswirkungen von Femtosekunden-Pulsqualitäten auf Glas berechnet. Bei den verwendeten Randbedingungen konnten nur 10% der Brechzahländerung auf den elastooptischen Effekt zurückgeführt werden.

Kristalliner Quarz wird bei [Schaffer 1998] mittels Transmissions-Elektronenmikroskopie untersucht. Hierbei ergibt sich eine scharfe Grenze zwischen einer ovalen Region in Mikrometergröße und dem umgebenden Material. Das Innere der Ellipse ist für die Elektronen

transparenter, wobei hier nicht zwischen geringerer Dichte, Porosität oder stärkerer Abdünnung an dieser Stelle unterschieden werden kann. Im Beugungsbild ist ersichtlich, dass der ovale Bereich aus amorphem Material besteht. Die Umgebung ist dagegen noch kristallin, wenn auch sehr verspannt. Von der Struktur gehen Risse aus.

Insgesamt konnte zu Beginn dieser Arbeit als gesichert gelten, dass die Bereiche, in denen die Mikroexplosionen stattgefunden haben, gegenüber ihrer Umgebung einen deutlich veränderten Brechungsindex aufweisen. Um diese Bereiche herum existieren stark verspannte Gebiete in denen das Material verdichtet ist. In [Glezer 1997] wird die Notwendigkeit betont, die verdichteten Gebiete strukturell zu charakterisieren. Die vorliegende Arbeit soll einen Beitrag hierzu leisten.

### **1.3. Herstellung**

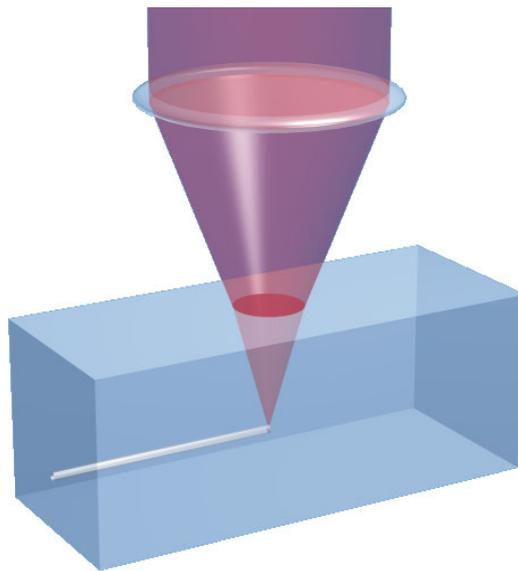
Die vorliegende Arbeit befasst sich mit Wellenleitern, die in Quarz-Substraten erzeugt wurden. Bei den Substraten handelt es sich um einkristallinen  $\alpha$ -Quarz. Die Abmessungen der Substrate sind  $10\text{mm}\times 10\text{mm}\times 2\text{mm}$ . Die  $10\text{mm}\times 10\text{mm}$  große Begrenzungsfläche, die in Richtung des einschreibenden Lasers zeigte, wird im folgenden als Oberfläche bezeichnet. Die  $10\text{mm}\times 2\text{mm}$  großen Flächen werden Seitenflächen genannt. Die Substratoberflächen fallen für die Proben X004 und X007 mit der (11.0)-Ebene des Kristallgitters zusammen, bei der Probe Z010 mit der (00.1)-Ebene.

Die Qualität der Kristalle wurde vor der Herstellung der Wellenleiter mittels Lang-Topographie überprüft. Das Kristallvolumens kann als perfekt bezeichnet werden. Die Seitenflächen weisen allerdings oberflächliche Bearbeitungsspuren auf.

Die Wellenleiter wurden im Institut für Angewandte Physik (IAP) der Friedrich-Schiller-Universität hergestellt.

Zur Strukturierung wurde ein Titan-Saphir-Lasersystem (Spectra-Physics, Spitfire) eingesetzt. Die Pulsdauer dieses Systems liegt bei 120fs. Es hat eine *Repetitionrate* von 1kHz und eine Wellenlänge von 780nm. Mittels Absorber wurde für die Strukturierung die Pulsenergie auf ca.  $0,4\mu\text{J}$  verringert.

Die Laserstrahlung wurde mittels einer achromatischen Linse in das Material hinein gebündelt. Die fokale Länge betrug hierbei 16mm. Der Brennpunkt lag in einer Tiefe von ca. 500 $\mu$ m. Hierzu ist zu bemerken, dass bis zu einer Tiefe von ca. 100 $\mu$ m durch die hohe Leistungsdichte die Probenoberfläche stark geschädigt wird. Die Strukturierung liefert hier nicht die gewünschten Ergebnisse. Analog gilt dies für den Abstand zur Austrittsfläche der Strahlung. Auch hier kann es zu Schädigungen bis hin zur *Ablation* kommen.



**Abb. 1.3.1:** Prinzip der Wellenleiterherstellung: Ein Titan-Saphir-Laser wird in das Volumen der Probe hinein fokussiert. Die Aneinanderreihung der Einzelschüsse ergibt eine linienhafte Struktur. (nach [Korte 2000])

Zur Erzeugung linienhafter Strukturen wurde der Probenstisch senkrecht zur Einstrahlrichtung bewegt. Dies geschah mit einer Geschwindigkeit von 250 $\mu$ m/s, so dass ein theoretischer Punktabstand von 0,25 $\mu$ m im Kristall erzeugt wurde.

Die Achsen der so erzeugten Wellenleiter fallen für die Probe Z010 mit der [10.0]-Richtung des Kristallgitters zusammen. Bei der Probe X004 zeigen die Wellenleiterachsen in [00.1]-Richtung und für die Probe X007 in [10.0]-Richtung.

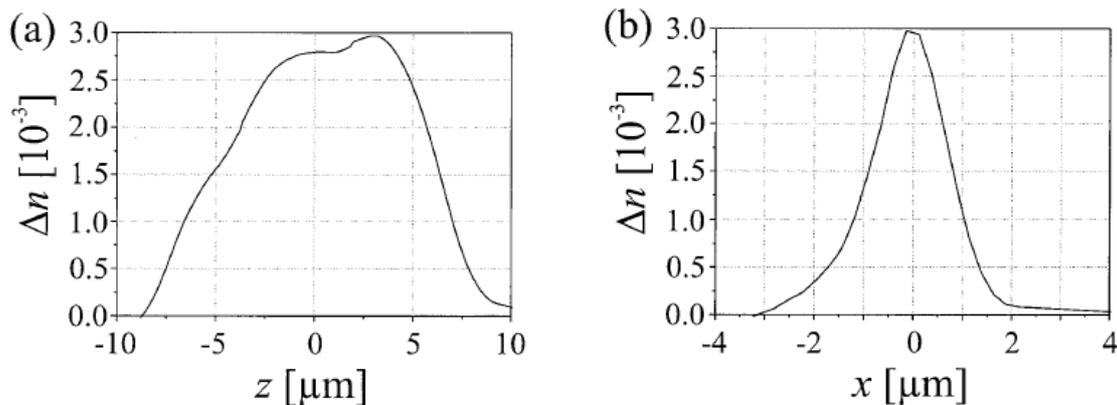
## 2. Untersuchungsmethoden

### 2.1. Optische Messungen

#### 2.1.1 Wellenleiter in Silikatgläsern

Wie bereits beschrieben, ist es mit Femtosekunden-Lasern möglich, Wellenleiter in den verschiedensten Materialien zu erzeugen. Für spätere Anwendungen ist besonders Quarzglas als Basismaterial von Interesse.

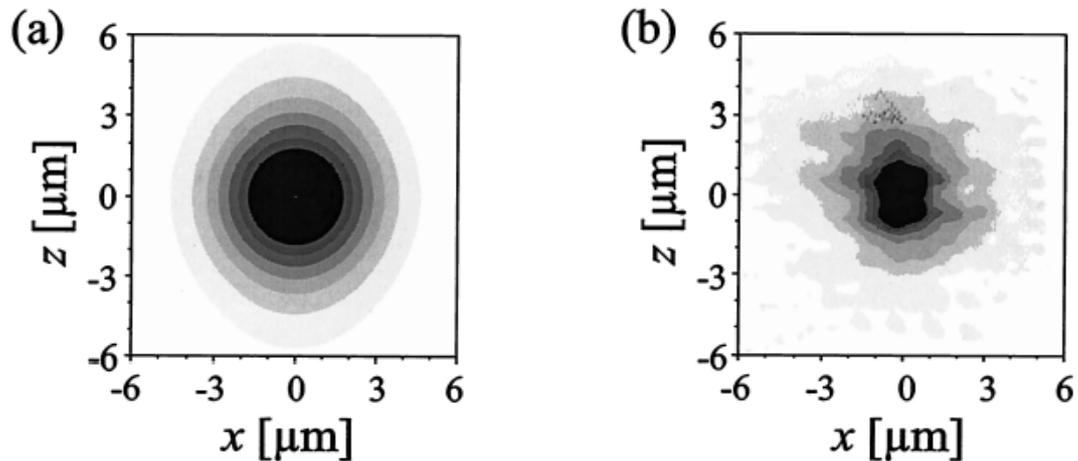
Die optische Charakterisierung wurde im Institut für angewandte Physik (IAP) der Friedrich-Schiller-Universität durchgeführt. Es zeigt sich, dass die erzeugten Strukturen in der Lage sind Licht zu führen. Verantwortlich hierfür ist die räumliche Verteilung des Brechungsindexes.



**Abb. 2.1.1:** Gemessene Brechzahlprofile in Quarzglas bei einer Wellenlänge von 514nm (nach [Will 2002])

Wie aus den Abbildungen (Abb. 2.1.1 a und 2.1.1 b) ersichtlich, erfolgt die Wellenleitung offenbar in einem zentralen Bereich, der sich mit dem durch Laserbeschuss modifizierten Bereich identifizieren lässt. Die Brechzahlverteilung wurde mit der Strahlung eines Argon-Ionenlasers (514nm) gemessen. Die Dämpfung des Wellenleiters bei dieser Wellenlänge ist kleiner als ein Dezibel pro Zentimeter.

Bei der Herstellung wird mit der Einstellung der Bewegungsgeschwindigkeit der Probe der Abstand der Einschlüsse vorgegeben. Hierdurch kann das Vermögen des Wellenleiters, bestimmte Wellenlängen zu führen, verändert werden.



**Abb. 2.1.2:** Nahfeldintensitäten für Wellenleiter in Quarzglas bei der für Kommunikationsanwendungen wichtigen Wellenlänge von  $1,54\mu\text{m}$  (nach [Will 2002])  
a) Simulation  
b) Messung

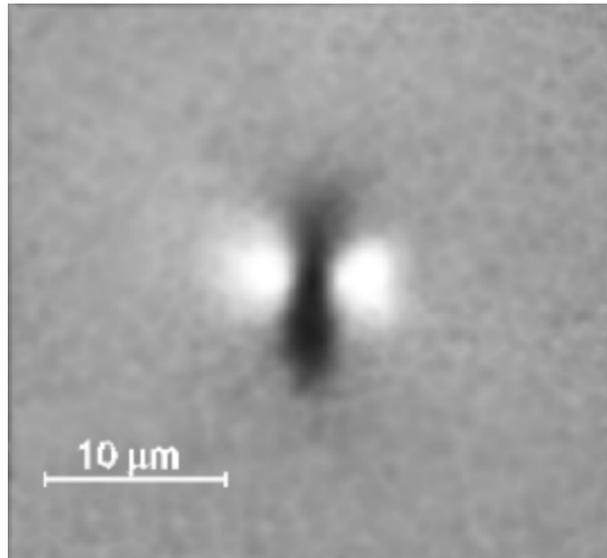
Wie aus den Abbildungen ersichtlich, ist es sogar möglich, die für Kommunikationsanwendungen wichtige Wellenlänge von  $1,54\mu\text{m}$ , einmodig zu führen. Die thermische Stabilität der Wellenleiter wurde geprüft, indem die Proben über mehrere Stunden einer Temperatur von  $500^\circ\text{C}$  ausgesetzt wurden. Die Brechungsindexverteilung änderte sich dabei nicht.

## 2.1.2 Wellenleiter in Kristallen

Wellenleiter in Kristallen lassen sich nach dem gleichen Prinzip herstellen, das auch bei den Gläsern angewandt wurde. Die optischen Eigenschaften der erzeugten Strukturen unterscheiden sich allerdings fundamental. Nach [Schaffer 1998] ist es möglich, eine Reihe von kristallinen Materialien zur Erzeugung großer Brechzahländerungen zu nutzen. Für die vorliegenden Untersuchungen wurde  $\alpha$ -Quarz als Modellmaterial ausgewählt.

Optisch wurden die Proben wiederum im Institut für Angewandte Physik (IAP) der Friedrich-Schiller-Universität charakterisiert.

Koppelt man auf einer Seite des Wellenleiters Licht ein und betrachtet die andere Seite mit einem Polarisationskontrastmikroskop, so ergibt sich folgendes Bild (Abb. 2.1.3).

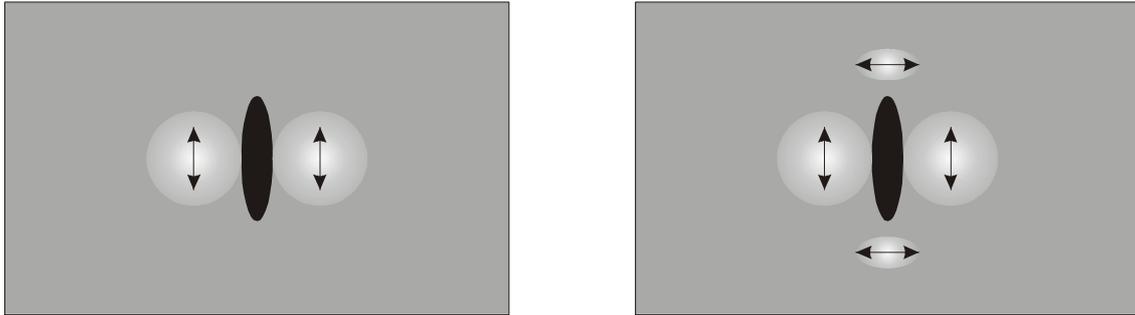


**Abb. 2.1.3:** Aufnahme der Stirnfläche eines Wellenleiters im Polarisationskontrastmikroskop: Der Wellenleiter wurde in kristallinem Quarz hergestellt und mit Licht einer Wellenlänge von 514nm beleuchtet. Die kristallographische Orientierung der Probe und des Wellenleiters entsprechen der in dieser Arbeit untersuchten Probe X007. (nach [Korte 2000])

Der qualitative Unterschied zum Verhalten bei Quarzglas ist offensichtlich. Die Wellenleitung erfolgt hier nicht in einem zentralen Bereich. Tatsächlich ist dieser Bereich sogar dunkel abgebildet. Offenbar wird das Licht hier besonders schlecht geführt. Dem gegenüber sind seitlich neben dem zentralen Bereich zwei symmetrische, helle Gebiete erkennbar [Will 2002].

Die Führung des Lichtes ist polarisationsabhängig. Unabhängig von der kristallographischen Orientierung der Wellenleiter wird in den seitlichen Gebieten nur die vertikale Polarisation geführt. Dies gilt auch für die drei in dieser Arbeit untersuchten Proben.

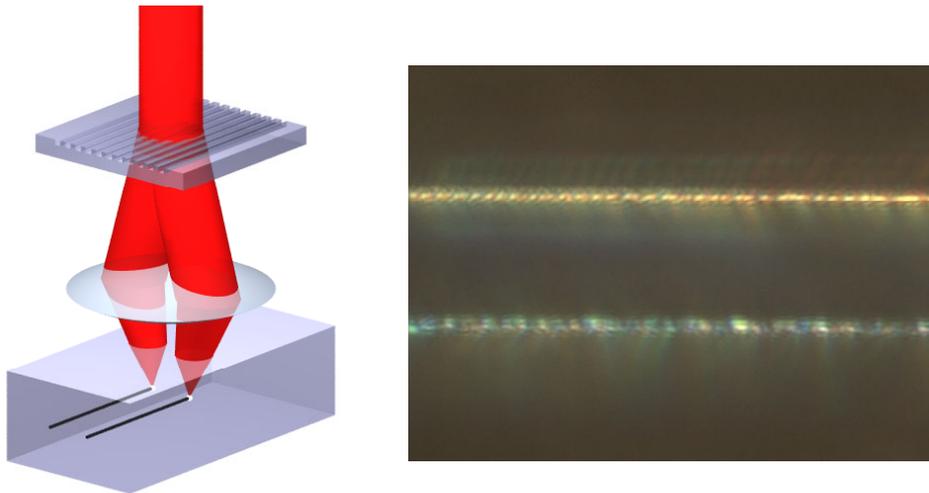
Nur Proben, deren Wellenleiter eine kristallographische Orientierung analog denen bei Probe X007 aufweisen, waren in der Lage, zusätzlich ober- und unterhalb des Kernes Licht zu führen. Hier wurde allerdings die horizontale Polarisation geführt. Die Probe X007 selbst war dazu allerdings nicht in der Lage.



**Abb. 2.1.4:** Prinzipdarstellung der lichtführenden Bereiche bei Wellenleitern auf Basis von kristallinem Quarz:  
 Die Pfeile geben jeweils die geführte Polarisationsrichtung an. Den "Normalfall" stellen zwei symmetrische Bereiche dar, die horizontal neben dem Kern liegen (linke Abbildung). Nur wenn die [00.1]-Richtung des Kristallgitters horizontal liegt tritt zusätzlich Lichtführung in kleinen Bereichen ober- und unterhalb des Kernes auf (Abbildung rechts).

Auch die Wellenleiter in kristallinem Quarz sind thermisch sehr stabil. Nachdem eine Probe für mehrere Stunden einer Temperatur von 1200°C ausgesetzt war, wurden an den Wellenleitern keine Veränderungen festgestellt.

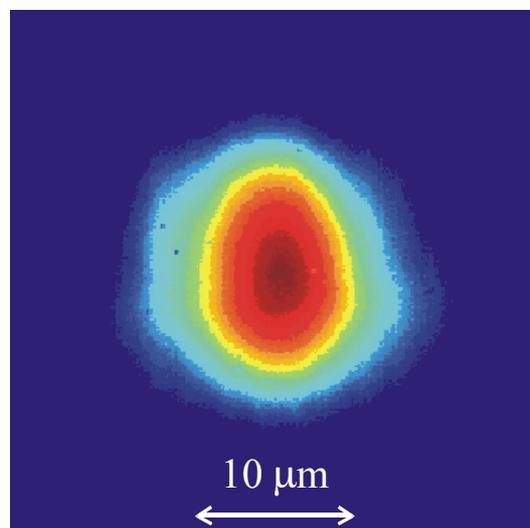
Die Wellenleiter im kristallinen Quarz wiesen eine relativ hohe Dämpfung auf. Sie lag für 514nm bei 5db/cm. Dies lässt sich mit der starken Lichtstreuung im Bereich des Kernes erklären. Um diesen Effekt zu vermeiden, wurden mittels eines Strahlteilers (Abb. 2.1.5) die Linien doppelt in das Substrat eingeschrieben. Das Resultat ist ein einzelner Wellenleiter, der zwischen den eingeschriebenen Linien liegt. Die Dämpfung liegt hier nur noch bei 1,5 dB/cm für Licht mit 1060nm (Abb. 2.1.6).



**Abb. 2.1.5:** Herstellung eines Wellenleiters durch Doppelfokusanordnung (nach [Burghoff 2003]):

Links: Prinzip des Doppelfokus: mittels eines Liniengitters wird der Laserstrahl in zwei Teilstrahlen aufgespalten, die dann wieder durch ein Mikroskopobjektiv in die Probe hinein fokussiert werden.

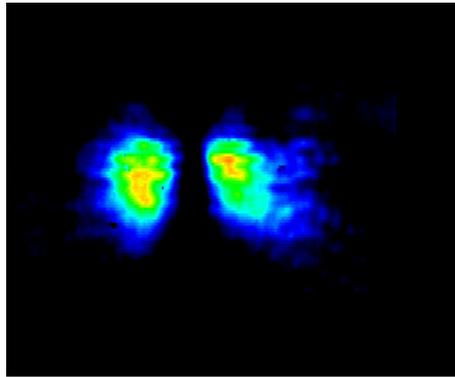
Rechts: Resultierende Struktur, betrachtet durch ein Polarisationskontrastmikroskop



**Abb. 2.1.6:** Resultierender Wellenleiter im Quarzkristall bei Herstellung mittels Doppelfokus-Anordnung: Abgebildet ist die Intensitätsverteilung an der Stirnfläche bei der Einkopplung von Licht mit einer Wellenlänge von 1060nm. Der Wellenleiter hat eine Dämpfung von 1,5dB pro Zentimeter. (nach [Burghoff 2003])

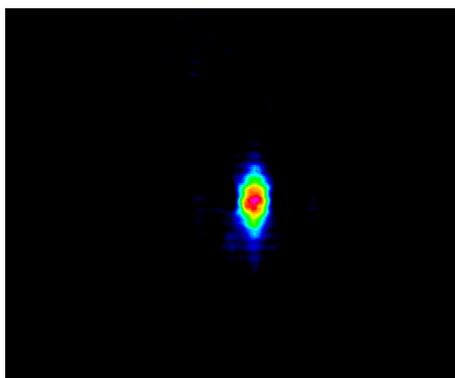
### 2.1.3 Wellenleiter in Phosphatgläsern

Beim Vergleich der Lichtführung im Quarzglas und im Quarzkristall drängt sich die Frage auf, ob die Unterschiede auf die atomare Struktur des Ausgangsmaterials zurückzuführen sind. Am Institut für Angewandte Physik wurde versucht Wellenleiter auch in Phosphatglas zu erzeugen.



**Abb. 2.1.7:** Intensitätsverteilung an der Stirnfläche eines einfachen Wellenleiters im Phosphatglas (nach [Burghoff 2003])

Es zeigt sich, dass das Licht hier auch in zwei annähernd symmetrischen Bereichen neben dem Kern geführt wird. Es scheint somit die Schlussfolgerung gerechtfertigt, dass die Wellenleitung beim Phosphatglas auf dem gleichen Effekt beruht wie beim Quarzkristall. Gestützt wird diese These durch eine weitere Analogie zum Kristall. Es lässt sich auch hier durch paarweises Einschreiben ein einzelner Wellenleiter erzeugen.



**Abb. 2.1.8:** Intensitätsverteilung an der Stirnfläche eines doppelten Wellenleiters im Phosphatglas (nach [Burghoff 2003])

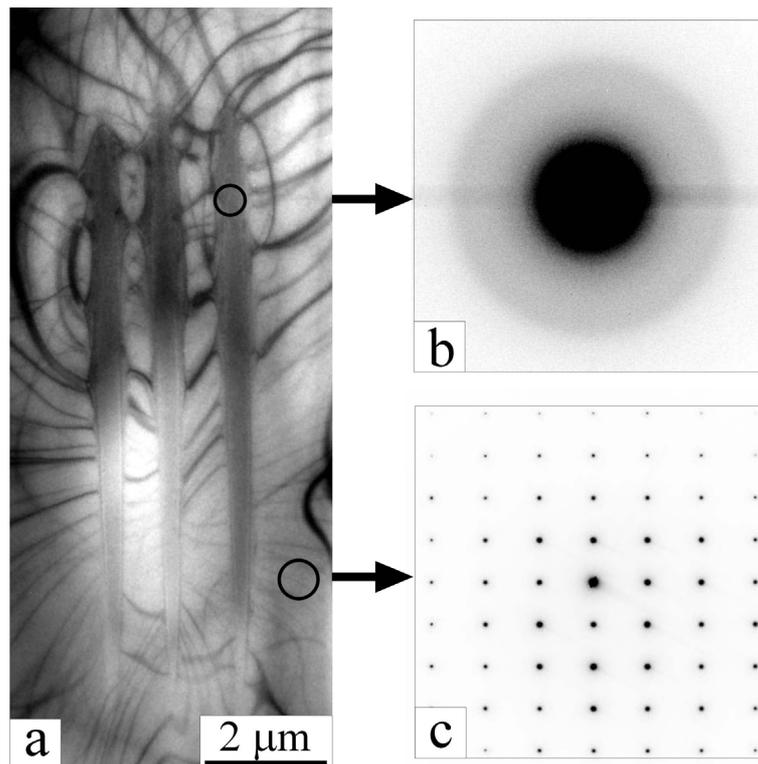
## 2.2. *Transmissions-Elektronenmikroskopie*

Im Rahmen des Sonderforschungsbereiches 196 der Deutschen Forschungsgemeinschaft wurde zur Charakterisierung der Wellenleiter auch Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) eingesetzt [Gorelik 2003]. Die Messungen erfolgten mittels eines JEOL JEM-3010 Mikroskops. Die Beschleunigungsspannung lag bei 300kV. Das Mikroskop verfügt über einen energiedispersiven Röntgendetektor (EDX), der zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung (Konzentrationsverhältnis von Silizium und Sauerstoff) des untersuchten Gebietes eingesetzt wurde. Bei der Probenpräparation erfolgte zunächst ein Schnitt der Proben senkrecht zur Wellenleiterachse. Nach der mechanischen Politur erfolgte das „*dimpeln*“. Hierbei wird eine kreisförmige Vertiefung in der Probe erzeugt. Der letzte Materialabtrag erfolgte durch Ionenätzung.

Anschließend wurde auf die Probenoberfläche eine dünne Kohlenstoffschicht "*aufgesputtert*", um die elektrische Aufladung der Probe während der Messung zu reduzieren.

Untersucht wurden zwei Kategorien von kristallinen Proben. Bei einer Gruppe hatte der einschreibende Laser eine Pulsenergie im Bereich von 50nJ bis 80nJ. Hier wurden sowohl einzelne Lasereinschüsse (Abb. 2.2.1) als auch überlappende Einschüsse untersucht. Die zweite Gruppe ist den Proben vergleichbar, die mittels Röntgendiffraktometrie und Röntgentopographie untersucht wurde (Abb. 2.2.2). Die Pulsenergie lag hier bei 14 $\mu$ J.

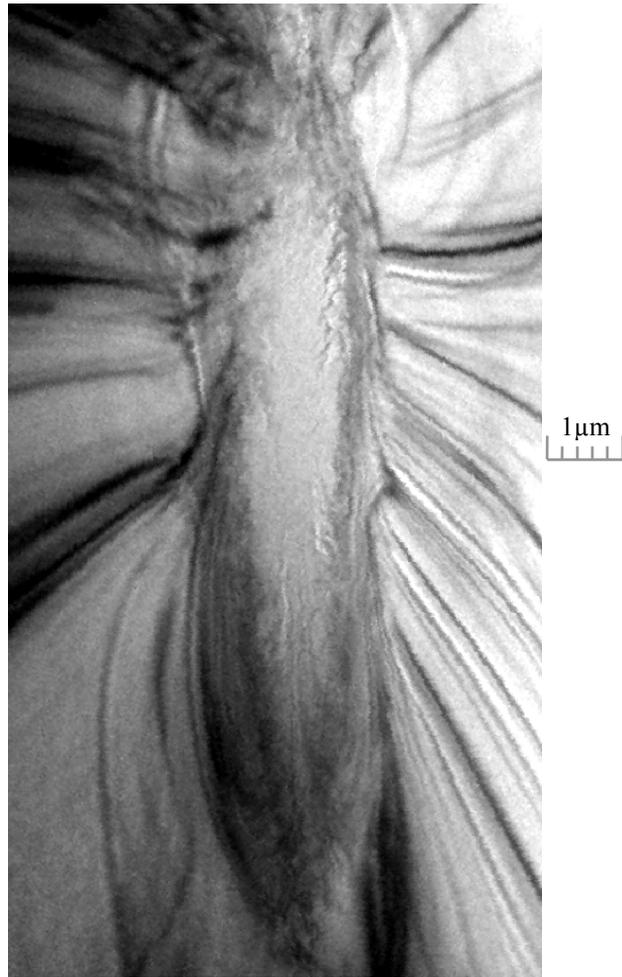
Bereits die Proben der ersten Gruppe zeigen bei den Einzelschüssen einen amorphen Kern mit elliptischer Form. Die umgebende Matrix zeigt eine große Anzahl von Biegelinien, was auf starke elastische Verspannungen in diesem Gebiet hinweist. Bei den überlappenden Einschüssen mit dieser geringen Pulsenergie ist der amorphe Kern wesentlich kleiner. An ihn schließt sich auch nicht direkt die verspannte Matrix an, sondern er ist noch von einem Bereich umgeben, der eine stark gestörte kristalline Struktur aufweist.



**Abb. 2.2.1:** Transmissions-Elektronenmikroskopie an kristallinem Quarz: Es wurden Einzelschüsse untersucht. Die Pulsenergien bei der Herstellung lagen jeweils bei 50nJ. (nach [Gorelik 2003])

- a) TEM-Aufnahme
- b) Beugungsbild des Kerns: der Kern ist amorph.
- c) Beugungsbild der Umgebung: Die Umgebung ist kristallin.

Im Vergleich hierzu ändern sich die Befunde bei den Proben, die mit hoher Pulsleistung hergestellt wurden. Bei den Einzelschüssen ist der Übergang vom amorphen Kern zu der verspannten kristallinen Matrix nicht mehr scharf. Es schließen sich insbesondere im oberen und unteren Bereich zunächst Gebiete an, die stark gestört beziehungsweise sehr stark deformiert sind. Dieser Befund ändert sich nicht wesentlich bei den überlappenden Pulsen mit dieser Pulsenergie (Abb. 2.2.1). Die stark gestörten Regionen haben hier insgesamt eine Ausdehnung von ca.  $1\mu\text{m}\times 5\mu\text{m}$ .



**Abb. 2.2.2:** Transmissions - Elektronenmikroskopie an kristallinem Quarz:  
Es wurde eine Linie aus Einzelschüssen untersucht. Die Pulsenergien bei der Herstellung lagen jeweils bei  $14\mu\text{J}$ .  
(nach [Gorelik 2003])

### 2.3. Weitere Verfahren

In [Taylor 2003] wird die Kombination von *selektivem chemischem Ätzen* mit *Atomkraftmikroskopie* beschrieben. In der Arbeit wird Silikatglas, welches durch Femtosekundenlaser modifiziert wurde, untersucht. Durch Ätzen mit einer wässrigen Lösung von Fluorwasserstoff wird die Oberflächentopographie verändert. Durch Vergleichsexperimente wird empirisch ein linearer Zusammenhang zwischen Ätzrate und Brechzahländerung hergestellt. Die Untersuchung der Oberflächentopographie erfolgte mittels Atomkraftmikroskopie. Das Ergebnis wird von den Autoren als Brechzahlprofil interpretiert. Problematisch hierbei ist allerdings, dass der Zusammenhang zwischen Ätzrate und Brechzahländerung noch nicht verstanden ist.

Die Strukturänderungen im Silikatglas wurden auch mittels *Raman-Spektroskopie* untersucht. In [Chan 2003] wird eine Erhöhung der relativen Anzahl der 3- und 4-fach Ringstrukturen im Glasnetzwerk gegenüber der Anzahl der normalerweise vorherrschenden 5- und 6-fachen Ringstrukturen im ungestörten Quarzglas beschrieben. Hieraus wird eine Verringerung des mittleren Bindungswinkels und eine Verdichtung des Glases abgeleitet. Die Autoren leiten hieraus die Veränderung des Brechungsindex ab.

Mittels *Photolumineszenz* wird in [Kucheyev 2003] bei durch Femtosekundenlaser modifiziertem Quarzglas die Erzeugung einer großen Anzahl von Farbzentren nachgewiesen.

### 3. Überlegungen zum Strukturmodell

#### 3.1. Modellvorstellungen

Aus dem Herstellungsprozess ergeben sich erste Hinweise über die erzeugte Struktur. Da sich der Laserfokus unter der Oberfläche relativ zum Kristall entlang einer Linie bewegt, ergibt sich die Vorstellung einer in erster Näherung linienhaften Struktur. In der Richtung dieser Linie ist die Struktur in der Lage Licht zu führen.

Im Gegensatz zu Quarzkristallen führen die Wellenleiter im Quarzglas das Licht in einem zentralen Bereich (Bereich I). Offensichtlich erhöht sich hier durch den Laserbeschuss dessen Brechzahl gegenüber dem ungestörten Material (Bereich II). Qualitativ unterschiedlich hierzu sind die Effekte im Quarzkristall. Der direkt modifizierte Bereich (Bereich I) ist hier nicht in der Lage, Licht zu führen. Dieses Gebiet wird im folgenden als Kern bezeichnet. Die Führung des Lichtes erfolgt hier vielmehr im Bereich III, seitlich der Einschüsse. Dies zeigt, dass hier, anders als beim Quarzglas eine indirekte Modifikation die Lichtführung ermöglicht.

Da durch die Aufheizung im Laserfokus das dortige Material expandiert, stehen die Nachbarbereiche tendenziell unter hydrostatischem Druck. Für die Erklärung der zur Wellenleitung nötigen lokalen Brechzahlerhöhung bietet sich daher der elasto-optische Effekt an.



**Abb. 3.1.1:** Veranschaulichung der unterschiedlichen Konfiguration der Wellenleiter: Im Quarzglas (links) wird das Licht im Bereich I geführt, wogegen die Führung im Quarzkristall (rechts) im Bereich III erfolgt.

Der Bereich II stellt den ungestörten Kristall dar. Gegenüber seiner Brechzahl ist die Brechzahl des Bereiches III durch die Druckspannungen erhöht. Die Expansion des Bereiches I führt zu einer Verdünnung des Materials und damit zu einer Verringerung der Brechzahl.

Die aus dem elastooptischen Effekt resultierende Brechzahländerung ergibt sich nach [Born 1999] und [Kleber 1998] aus:

$$\Delta n_i = -\frac{1}{2} n_{0j}^3 \Delta \beta_{ij} = -\frac{1}{2} n_{0j}^3 p_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \quad (3.1.1)$$

wobei  $p_{ijkl}$  die elastooptischen Konstanten des Materials darstellen. Die richtungsabhängige Brechzahl des ungestörten Kristalls wird hier mit  $n_{0j}$  und ihre Änderung als  $\Delta n_i$  bezeichnet.

Hieraus wird klar, dass für die Brechungsindexänderung nicht die Verschiebungen  $u_i$ , sondern nur deren räumliche Ableitungen relevant sind:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left\{ \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right\} \quad (3.1.2)$$

Die absolute Bestimmung der Verschiebungen  $u_i$  wäre durchaus möglich. Ein denkbares Verfahren hierfür ist beispielsweise die Röntgeninterferometrie [Authier 2001].

Für die hier zu bestimmenden Dehnungskomponenten  $\varepsilon_{ij}$  genügt allerdings die Messung des wesentlich einfacher zugänglichen lokalen reziproken Gittervektors  $\vec{q}$ . Wie im Abschnitt 3.2.2. noch beschrieben wird, ergibt sich dieser aus:

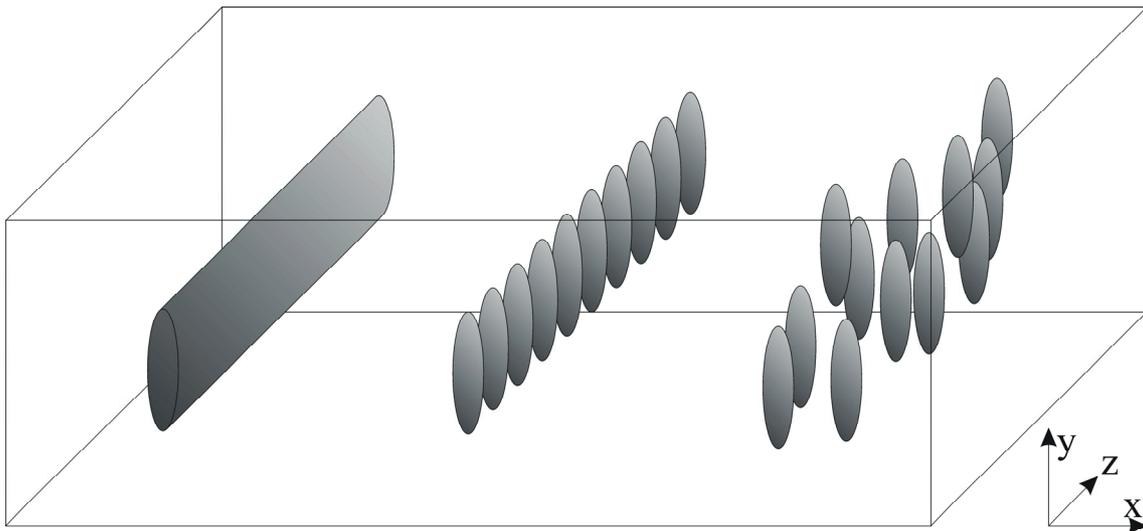
$$\vec{q} = -\text{grad}(\vec{Q} \cdot \vec{u}) \quad (3.2.14)$$

Zunächst soll hier aber die Ursache des Verschiebungsfeldes, der Kern, diskutiert werden. Sein Verständnis ist die Voraussetzung für das Verständnis des Deformationsfeldes und damit der Wellenleitung insgesamt.

Bei der Beschreibung des Kernes drängt sich zunächst die Idealvorstellung eines Zylinders mit unendlicher Länge auf (Modell I). Dieser Zylinder besitzt keinerlei Struktur in Längsrichtung und ist homogen gefüllt. Ausgehend von den TEM-Messungen wird die Grundfläche des Zylinders hier als Ellipse angenommen.

Um dem Herstellungsverfahren Rechnung zu tragen, lässt sich dieses Modell verfeinern. Die einzelnen Einschüsse des Lasers erzeugen jeweils einzelne modifizierte Volumina, die exakt auf einer Linie, der Wellenleiterachse angeordnet sind (Modell II).

Beim Modell III wird auch die Idealisierung der Anordnung aufgehoben. Hier wird eine Streuung der Einzeldefekte sowohl um die Wellenleiterachse, als auch entlang dieser Achse zugelassen.



**Abb. 3.1.2:** Modellvorstellungen für den Kern:  
 Links: Modell I der Kern hat keine Struktur in z-Richtung  
 Mitte: Modell II regelmäßige Aneinanderreihung von Einzeldefekten  
 Rechts: Modell III unregelmäßige Verteilung der Einzeldefekte

Aus der Verschiedenheit der Modellvorstellungen ergeben sich sofort Fragen, die experimentell zu klären sind:

- (1) Verhalten sich die Komponenten des Deformationsfeldes senkrecht zur Wellenleiterachse ( $x$ - $y$ -Ebene) analog zu eindimensionalen Versetzungen? Wenn dies der Fall wäre, so könnte das Deformationsfeld analytisch berechnet werden.
- (2) Um die Frage nach der Ursache der Brechzahländerung  $\Delta n$  zu beantworten, ist es notwendig, zumindest die Deformationen  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  und  $\epsilon_{xy}$  quantitativ und ortsaufgelöst zu bestimmen.
- (3) Im Gegensatz zum Modell I müssten sich bei den Modellen II und III längs des Wellenleiters ( $z$ -Richtung) eine Oszillation der Verschiebungen  $u_z$  und damit auch der Deformationen  $\epsilon_{zz}$  zeigen. Eine zumindest qualitative Aussage in dieser Frage ist für die Suche nach der Ursache für die relativ hohe Dämpfung bei den Einzelwellenleitern wichtig.
- (4) Bei den Modellen II und III wird davon ausgegangen, dass die Einschüsse jeweils gleichartige Veränderungen hervorrufen. Ist diese Annahme berechtigt?
- (5) Wie glatt ist die Oberfläche des Zylinders bzw. der Ellipsoide?
- (6) Welche Materialmodifikation erzeugt der Laser innerhalb des Zylinders bzw. der Einzeldefekte?

### **3.2. Überlegungen zu den Untersuchungsmethoden**

Die oben aufgeworfenen Fragen lassen sich mit verschiedenen Methoden der Röntgenbeugung beantworten. Röntgenbeugung bietet sich als zerstörungsfreies Verfahren an, da es sich bei den zu untersuchenden Gebieten um tief (ca. 500 $\mu\text{m}$ ) vergrabene Bereiche handelt. Da die Konfiguration der Wellenleiter auf einen anhaltenden Spannungszustand um den Kern hinweist, sind aufwendige Präparationen an diesen Proben zu vermeiden, da der Spannungszustand dabei geändert werden kann. Diese Maßgabe ist bei der Röntgenbeugung erfüllbar.

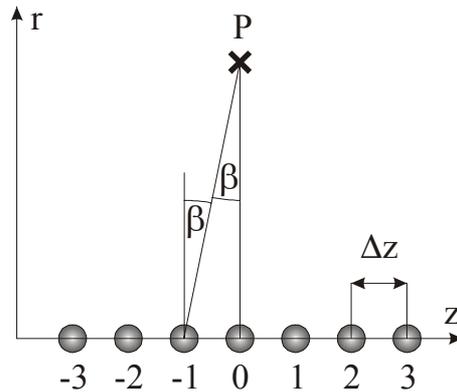
Zur Beantwortung der Fragen (1) bis (3) eignen sich Verfahren der Röntgentopographie (siehe Abschnitt 3.2.3.). Die Fragestellungen (4) bis (6) lassen sich mittels Röntgendiffraktometrie beantworten (siehe Abschnitt 3.2.4.).

Im folgenden sollen zunächst die zu erwartenden Ergebnisse für das Modell II bei den verschiedenen Methoden betrachtet werden.

Zunächst wird das Modell II weiter idealisiert. Die Einzeldefekte werden als Kugeln angenommen und das Ausgangsmaterial als isotrop.

### 3.2.1. Berechnung des Verschiebungsfeldes

Ausgangspunkt der Überlegungen ist die resultierende Verschiebung  $u$  in einem Aufpunkt P, der sich in einem gewissen Abstand  $x$  vom Kern befindet. Da das Medium als isotrop angesetzt wurde, sind die Deformationen radialsymmetrisch um  $z$ . Zunächst wird  $u_r$  diskutiert.



**Abb. 3.2.1:** Für den Aufpunkt P wird die Summe der Einzelverschiebungen errechnet.

Die Summe der radialen Einzelverschiebungen in P ist:

$$u_r = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{A}{r^2 + z^2} \cos \beta \quad (3.2.1)$$

mit  $\cos \beta = \frac{x}{\sqrt{r^2 + z^2}}$  ergibt sich:

$$u_r = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{Ar}{(r^2 + z^2)^{3/2}}$$

Für die spezielle  $z$ -Koordinate des Aufpunktes über dem Einzeldefekt 0 (Abb. 3.2.1) ergibt sich:

$$z = n \Delta z$$

Für eine beliebige Lage von P gilt:

$$z = (n + \Delta n) \Delta z \text{ mit } -\frac{1}{2} < \Delta n \leq \frac{1}{2} \quad (3.2.2)$$

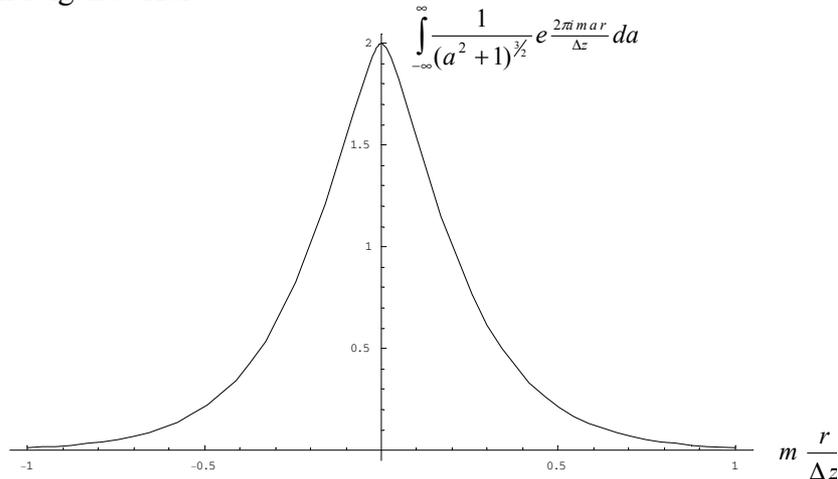
hieraus folgt:

$$u_r = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{Ar}{(\{n \Delta z + \Delta n \Delta z\}^2 + r^2)^{3/2}} = \frac{A}{r^2} \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{1}{\left(\frac{\Delta z}{r} (n + \Delta n)\right)^2 + 1)^{3/2}}$$

Durch Anwendung der Poissonschen Summenformel lässt sich dieser Ausdruck umformen:

$$u_r = \frac{A}{r \Delta z} \sum_{m=-\infty}^{\infty} e^{2\pi i m \Delta n} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da \quad (3.2.3)$$

Die Lösung dieses Ausdruckes ist nicht trivial. Trägt man  $\int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da$  über  $m \frac{r}{\Delta z}$  auf, so ergibt sich folgende Kurve:



**Abb. 3.2.2:** Auftragung von  $\int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da$  über  $m \frac{r}{\Delta z}$

Es zeigt sich, dass die Kurve schon bei  $\left| m \frac{r}{\Delta z} \right| = 1$  auf  $\approx 0,012$  abgefallen ist.  $\Delta z$  stellt den Abstand der Einzeldefekte voneinander dar. Bei den hier diskutierten Proben lag dieser Abstand bei  $0,25\mu\text{m}$ . Das bedeutet, dass schon bei einem Abstand vom Kern von  $r = 0,25\mu\text{m}$  die Summanden für  $m = \pm 1$  nur noch jeweils zu  $1,2\%$  zur Deformation beitragen. Wie sich bereits aus den optischen Messungen ergibt, ist die Diskussion von Abständen  $r$ , die deutlich unter einem Mikrometer liegen nicht notwendig. Die für die topographischen Messung relevanten  $r$  sind durch das Ortsauflösungsvermögen des Filmes bestimmt. Feinstrukturfilme haben bestenfalls ein Ortsauflösungsvermögen von einigen Mikrometern, so dass bei relevanten Abständen sicher von  $\frac{r}{\Delta z} > 10$  ausgegangen werden kann. Bei  $\left| m \frac{r}{\Delta z} \right| = 10$  ist der Integralausdruck in (3.2.3) schon auf  $\approx 10^{-26}$  abgefallen. Dies bedeutet, dass für die relevanten Abstände bei der Messung nur der Summand für  $m = 0$  berücksichtigt werden muss. Hieraus ergibt sich:

$$u_r = \frac{A}{r \Delta z} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{(a^2 + 1)^{3/2}} da = \frac{2A}{r \Delta z} \sim \frac{1}{r} \quad (3.2.4)$$

Dies entspricht der Lösung für einen homogenen Zylinder nach [Landau 1989].

Völlig analog zu  $u_r$  ergibt sich im Aufpunkt P:

$$u_z = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{A}{r^2 + z^2} \sin \beta \quad (3.2.5)$$

mit  $\sin \beta = \frac{z}{\sqrt{r^2 + z^2}}$  ergibt sich hier:

$$u_z = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{Az}{(r^2 + z^2)^{3/2}}$$

Wie oben wird die beliebige Lage von P beschreiben durch:

$$z = (n + \Delta n) \Delta z \text{ mit } -\frac{1}{2} < \Delta n \leq \frac{1}{2}$$

somit ist:

$$u_z = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{A(n + \Delta n) \Delta z}{(\{n \Delta z + \Delta n \Delta z\}^2 + r^2)^{3/2}} = \frac{A}{r^2} \sum_{n=-\infty}^{\infty} \frac{(n + \Delta n) \frac{\Delta z}{r}}{\left(\left\{\frac{\Delta z}{r}(n + \Delta n)\right\}^2 + 1\right)^{3/2}}$$

Wiederum lässt sich der Ausdruck durch Anwendung der Poissonschen Summenformel umformen:

$$u_z = \frac{A}{r \Delta z} \sum_{m=-\infty}^{\infty} e^{2\pi i m \Delta n} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da \quad (3.2.6)$$

Wegen

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} da = 0$$

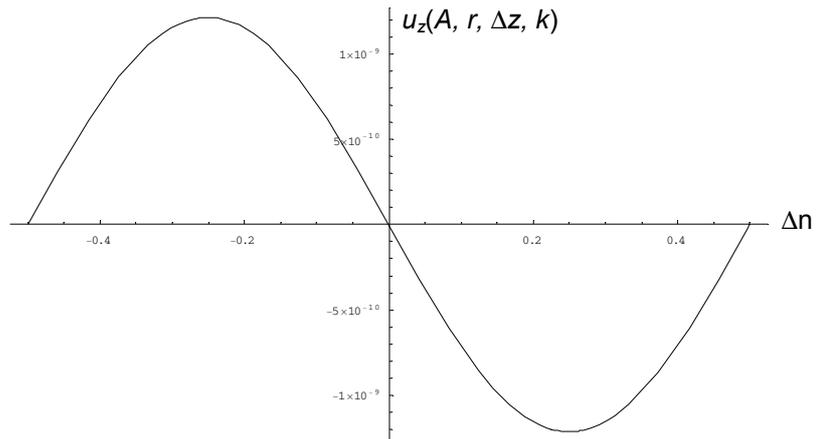
verschwindet für  $m = 0$  auch

$$e^{2\pi i m \Delta n} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da$$

Im folgenden soll

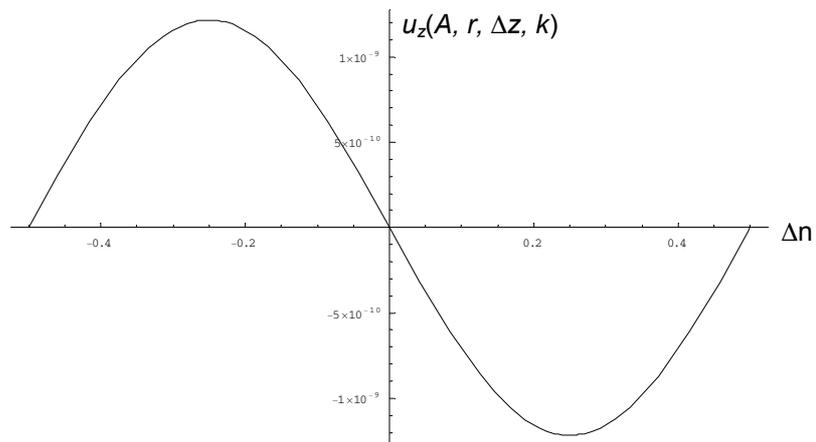
$$\frac{u_z}{A} = \frac{1}{r \Delta z} \sum_{m=-k}^k e^{2\pi i m \Delta n} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da \quad (3.2.7)$$

für relevante Werte von  $r$  auf seine Abhängigkeit von  $k$  und  $\Delta n$  hin untersucht werden.



**Abb. 3.2.3:** Die Auftragung von  $u_z(A, r, \Delta z, k)$  für  $A = 1$ ,  $r = 1\mu\text{m}$ ,  $\Delta z = 0,25\mu\text{m}$  und  $k = 1$  über  $\Delta n$  zeigt erwartungsgemäß Nullstellen bei  $\Delta n = 0$  und  $|\Delta n| = 0,5$ .

Wie zu erwarten war, ist  $u_z$  periodisch in  $\Delta n$ . Insbesondere ist  $u_z$  sowohl bei  $\Delta n = 0$  als auch bei  $|\Delta n| = 0,5$  Null. Dies ist verständlich, wenn man sich klar macht, dass sich die Deformationen an diesen Stellen aufheben.



**Abb. 3.2.4:** Bei der Auftragung von  $u_z(A, r, \Delta z, k)$  für  $A = 1$ ,  $r = 1\mu\text{m}$ ,  $\Delta z = 0,25\mu\text{m}$  und  $k = 2$  über  $\Delta n$  fällt auf, dass sich die Kurve praktisch nicht von der Auftragung für  $k = 1$  unterscheidet.

Offensichtlich sind schon beim Abstand  $r = 1$  die Summanden für  $|m| = 2$  nicht mehr relevant.

Bei der Betrachtung von

$$u_z = \frac{A}{r \Delta z} \sum_{m=-\infty}^{\infty} e^{2\pi i m \Delta n} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da \quad (3.2.8)$$

fällt auf, dass

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da \quad (3.2.9)$$

die Fourier-Transformierte der ungeraden Funktion

$$\frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}}$$

ist. Somit gilt:

$$\int_{-\infty}^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} e^{\frac{2\pi i m a r}{\Delta z}} da = -2i \int_0^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(\frac{2\pi a m r}{\Delta z}\right) da$$

und wegen

$$\int_0^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(\frac{2\pi a r}{\Delta z}\right) da = -\int_0^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(\frac{-2\pi a r}{\Delta z}\right) da$$

wird

$$u_z = \frac{A}{r \Delta z} \sum_{m=-1}^1 e^{2\pi i m \Delta n} \left\{ -2i \int_0^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(\frac{2\pi a m r}{\Delta z}\right) da \right\}$$

für  $m = \pm 1$  nach einigen Umformungen zu

$$u_z = \frac{4A}{r \Delta z} \sin(2\pi \Delta n) \int_0^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(2\pi a \frac{r}{\Delta z}\right) da = A \cdot B(r, \Delta z) \cdot \sin(2\pi \Delta n) \quad (3.2.10)$$

Für ein gegebenes  $\frac{r}{\Delta z}$  wird

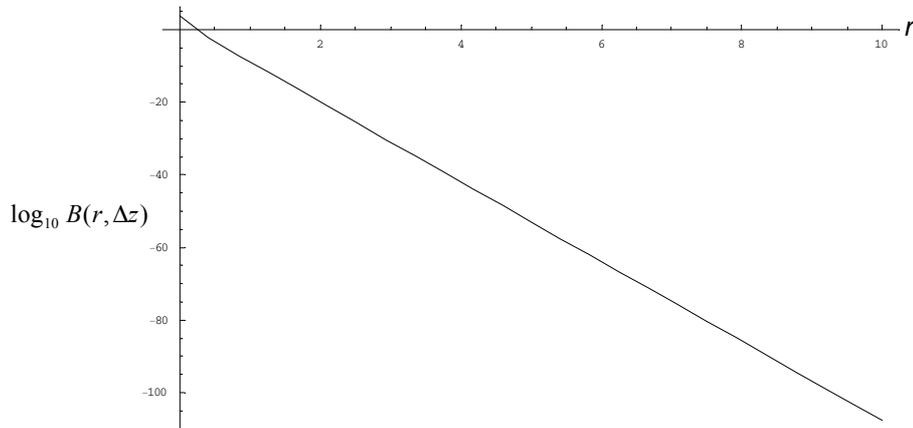
$$\int_0^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(2\pi a \frac{r}{\Delta z}\right) da$$

eine reelle Zahl. Die gesamte Abhängigkeit von  $\Delta n$  geht damit auf  $\sin(2\pi \Delta n)$  zurück. Allein dieser Term ist für die oben gezeigte Periodizität in  $\Delta n$  verantwortlich. Sie ist somit unabhängig von  $r$ .

Die gesamte Abhängigkeit von  $r$  lässt sich schreiben als:

$$B(r, \Delta z) = \frac{4}{r \Delta z} \int_0^{\infty} \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(2\pi a \frac{r}{\Delta z}\right) da \quad (3.2.11)$$

Für ein festes  $\Delta z$  ergibt sich folgende Abhängigkeit:



**Abb. 3.2.5:** Bei der Auftragung von  $\log_{10} B(r, \Delta z)$  über  $r$  in Mikrometern für  $\Delta z=0,25\mu\text{m}$  ergibt sich näherungsweise ein linearer Zusammenhang.

Für  $r \gg \Delta z$ ,  $\Delta n = \pm \frac{1}{4}$  und  $\Delta z = 0,25$  lässt sich näherungsweise schreiben:

$$\frac{u_z}{A} \approx 10^{-10 \frac{r}{1\mu\text{m}}} \quad (3.2.12)$$

Es zeigt sich ein extrem schnelles Abklingen der Verschiebungskomponente  $u_z$  mit wachsendem Radius.

In [Landau 1989] wird ein ähnliches Exponentialgesetz beschrieben. Hier wird das Spannungsfeld einer unendlichen Anzahl von parallelen linienhaften Stufenversetzungen berechnet. Dieses Problem besitzt eine gewisse Analogie zu der hier vorliegenden Aneinanderreihung von kugelförmigen Einzeldefekten.

Insgesamt lässt sich aus dem berechneten Verschiebungsfeld schlussfolgern, dass sich das Modell II schon in sehr geringem Abstand von der Wellenleiterachse nicht mehr vom Modell I, dem homogenen Zylinder, unterscheiden lässt.

### 3.2.2. Auswirkungen des Verschiebungsfeldes im reziproken Raum

Um die in Abschnitt 3.1. geforderten quantitativen Aussagen über das Deformationsfeld zu gewinnen, ist eine theoretische Beschreibung der Auswirkungen dieser Deformationen im reziproken Raum notwendig. Diese Beschreibung bietet sich an, da hieraus direkte Rückschlüsse auf die Experimente abgeleitet werden können [Pinsker 1978], [Laue 1960].

Unter der Voraussetzung, dass die Verschiebungen  $\vec{u}$  klein sind, lässt sich das Konzept des lokalen reziproken Gitters anwenden [Bowen 1998]. Hierbei wird das Kristallvolumen in Teilbereiche zerlegt, innerhalb derer das Gitter jeweils durch einen lokalen reziproken Gittervektor  $\vec{Q}'$  beschrieben wird.

Mit dem reziproken Gittervektor des perfekten Kristalls  $\vec{Q}$  wird ein Differenzvektor  $\vec{q}$  definiert:

$$\vec{Q}' = \vec{Q} + \vec{q} \quad (3.2.13)$$

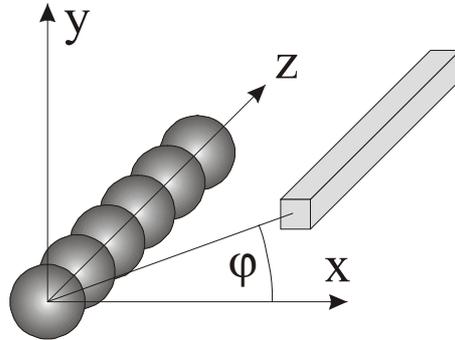
wobei  $Q \gg q$  ist. Nach [Bowen,1998] gilt dann:

$$\vec{q} = -grad(\vec{Q} \cdot \vec{u}) \quad (3.2.14)$$

Wenn die Volumenelemente, denen jeweils ein lokaler reziproker Gittervektor zugeordnet werden kann, groß genug sind, lässt sich die Beugungsverbreiterung ihrer abgelenkten Strahlung vernachlässigen. Dieser Fall wird als Stokes-Willson-Näherung bezeichnet [Trinkaus 1973]. Die Anwendbarkeit dieser Näherung ist jeweils für die gegebenen experimentellen Bedingungen, insbesondere für den jeweils verwendeten Röntgenreflex, zu überprüfen (siehe Abschnitt 4.2.3.).

Nun soll  $\vec{q}$  für die zwei grundlegenden Lagen des reziproken Gittervektors  $\vec{Q}$  parallel und senkrecht zur Wellenleiterachse betrachtet werden.

Für  $\vec{Q} \perp \vec{e}_z$  ist  $\vec{Q} \cdot \vec{u}$  und damit auch  $\vec{q}$  für  $r \gg \Delta z$  unabhängig von  $z$  (Gleichung 3.2.4). Somit lassen sich die Volumenelemente mit einheitlichem lokalem reziproken Gitter zu in  $z$ -Richtung unendlich ausgedehnten stangenförmigen Volumina zusammenfassen.



**Bild 3.2.6:** Es wird ein dünnes, in  $z$ -Richtung unendlich ausgedehntes Volumenelement definiert. Für  $\vec{Q} \perp \vec{e}_z$  und relevante Abstände  $r$  vom Kern lässt sich diesem Volumenelement ein lokales reziprokes Gitter zuordnen.

Mit  $\vec{Q} = Q\vec{e}_x$  wird  $\vec{Q} \cdot \vec{u}$  zu  $Q \cdot u_x$ . Wegen

$$u_x = u_r \cos \varphi = \frac{2A}{r \Delta z} \cos \varphi \text{ und } r = \sqrt{x^2 + y^2}$$

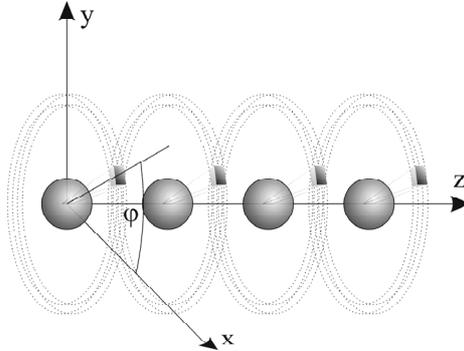
wird

$$\vec{q} = -\text{grad}(Q \cdot u_x) = -\text{grad}\left(Q \cdot \frac{2A}{r \Delta z} \cos \varphi\right) \quad (3.2.15)$$

zu

$$\vec{q} = -\frac{2QA}{\Delta z} \left\{ \frac{\partial}{\partial x} \frac{x}{x^2 + y^2} \vec{e}_x + \frac{\partial}{\partial y} \frac{x}{x^2 + y^2} \vec{e}_y \right\} = \frac{2QA}{r^2 \Delta z} \{ \cos 2\varphi \vec{e}_x + \sin 2\varphi \vec{e}_y \} \quad (3.2.16)$$

Für  $\vec{Q} \parallel \vec{e}_z$  unterscheidet sich das lokale reziproke Gitter für Volumenelemente nicht, deren  $z$ -Koordinate sich bei gegebenem Winkel  $\varphi$ , nur um ganzzahlige Vielfache von  $\Delta z$  unterscheidet.



**Bild 3.2.7:** Für  $\vec{Q} \parallel \vec{e}_z$  bilden die äquivalenten Punkte in  $z$  periodische, jeweils um  $\Delta z$  verschobene Volumina. Innerhalb von Ringen um die  $z$ -Achse unterscheidet sich die  $z$ -Komponente des Verschiebungsfeldes nicht. Diese äquivalenten Ringe haben einen Abstand von  $\Delta z$  zueinander.

Für  $\vec{Q} \parallel \vec{e}_z$  wird  $\vec{Q} \cdot \vec{u}$  zu  $Q \cdot u_z$ . Somit ist:

$$\vec{q} = -\text{grad}(Q \cdot u_z) = -\text{grad}(Q A B(r, \Delta z) \sin(2\pi \Delta n)) \quad (3.2.17)$$

dies lässt sich mit

$$\Delta n = \frac{z}{\Delta z} - n \quad \text{und} \quad r = \sqrt{x^2 + y^2}$$

umformen zu:

$$\vec{q} = -Q A \left\{ \sin\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) \frac{\partial B(r, \Delta z)}{\partial r} \left( \frac{\partial r}{\partial x} \vec{e}_x + \frac{\partial r}{\partial y} \vec{e}_y \right) + B(r, \Delta z) \frac{2\pi}{\Delta z} \cos\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) \vec{e}_z \right\} \quad (3.2.18)$$

Wobei sowohl  $\frac{\partial B(r, \Delta z)}{\partial r} = C(r, \Delta z)$  als auch  $B(r, \Delta z)$  für definierte Abstände  $r$  reelle Zahlen werden.

$$\vec{q} = -Q A \left\{ C(r, \Delta z) \sin\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) (\cos \varphi \vec{e}_x + \sin \varphi \vec{e}_y) + B(r, \Delta z) \cos\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) \vec{e}_z \right\} \quad (3.2.19)$$

### 3.2.3. Charakterisierung mittels Röntgentopographie

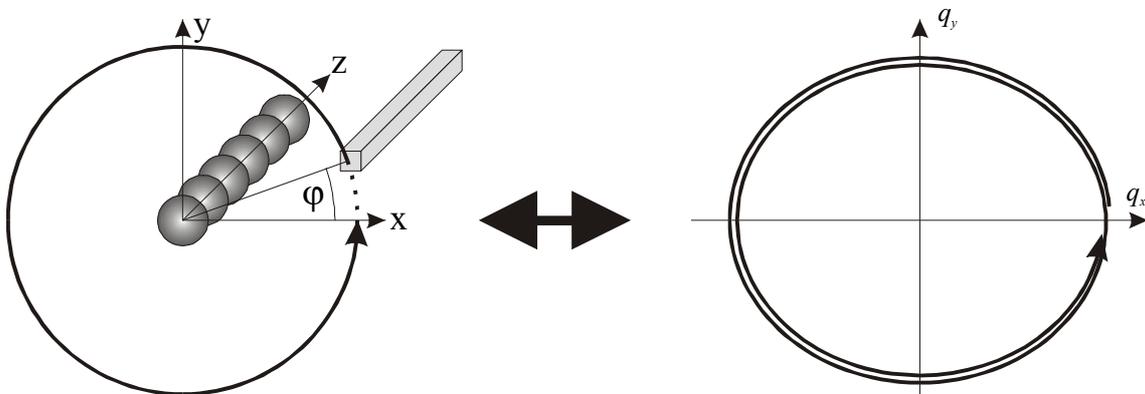
Bei der Röntgentopographie wird die gebeugte Strahlung ortsaufgelöst mittels eines Filmes registriert. Im Idealfall lassen sich hierbei den Variationen des lokalen reziproken Gittervektors  $\vec{q}$  Orte im Kristall zuordnen. Unter idealen Versuchsbedingungen ist die Ortsauflösung dabei im wesentlichen durch die Korngröße des Filmes limitiert.

Sehr leicht lassen sich mittels dieser Technik die in Frage kommenden Modellvorstellungen eingrenzen. Beispielsweise müssten bei Modell I (Abb. 3.1.2) bei einer Drehung des Beugungsvektors von  $\vec{Q} = Q\vec{e}_x$  auf  $\vec{Q} = Q\vec{e}_z$  die Kontraste auf dem Film wegen des Fehlens der Deformationen  $\varepsilon_{zz}$  völlig verschwinden. Ein analoges Verhalten ist für Modell II bei  $r \gg \Delta z$  zu erwarten. Für das noch analytisch berechenbare Modell II sollen im folgenden die zu erwartenden Ergebnisse betrachtet werden.

Wie im Abschnitt 3.2.2. beschrieben, ergibt sich für den Fall  $\vec{Q} = Q\vec{e}_x$

$$\vec{q} = \frac{2QA}{r^2 \Delta z} \{ \cos 2\varphi \vec{e}_x + \sin 2\varphi \vec{e}_y \} \quad (3.2.16)$$

Die Darstellung im reziproken Raum ergibt folgendes Bild:



**Abb. 3.2.8:** Zusammenhang der Volumenelemente im realen Raum (links) mit den zugehörigen lokalen reziproken Gittervektoren im reziproken Raum (rechts) für einen Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse (siehe auch Bild 3.2.7)

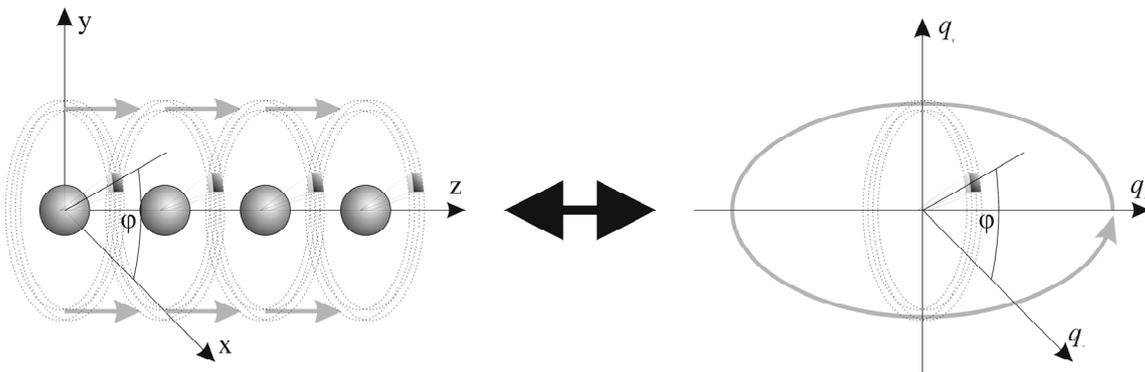
Es zeigt sich, dass sich bei einem Umlauf des Volumenelementes um die z-Achse des realen Raumes ein zweifacher Umlauf im reziproken Raum ergibt. Dies bedeutet: Wenn ein definierter reziproker Gittervektor angeregt wird, so sind bei Anwendbarkeit der Stokes-Willson-Näherung (siehe Abschnitt 4.2.3.) jeweils zwei im allgemeinen räumlich getrennte Volumina reflexionsfähig.

Wird der Beugungsvektor also senkrecht zur Wellenleiterachse eingestellt ( $\vec{Q} = Q\vec{e}_x$ ) und der Kristall mit einer ebenen Welle beleuchtet, so ergibt sich im Topogramm eine Doppellinie.

Für den Fall  $\vec{Q} = Q\vec{e}_z$  ergibt sich aus der Betrachtung von Modell II:

$$\vec{q} = -QA \left\{ C(r, \Delta z) \sin\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) (\cos\varphi \vec{e}_x + \sin\varphi \vec{e}_y) + B(r, \Delta z) \cos\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) \vec{e}_z \right\} \quad (3.2.19)$$

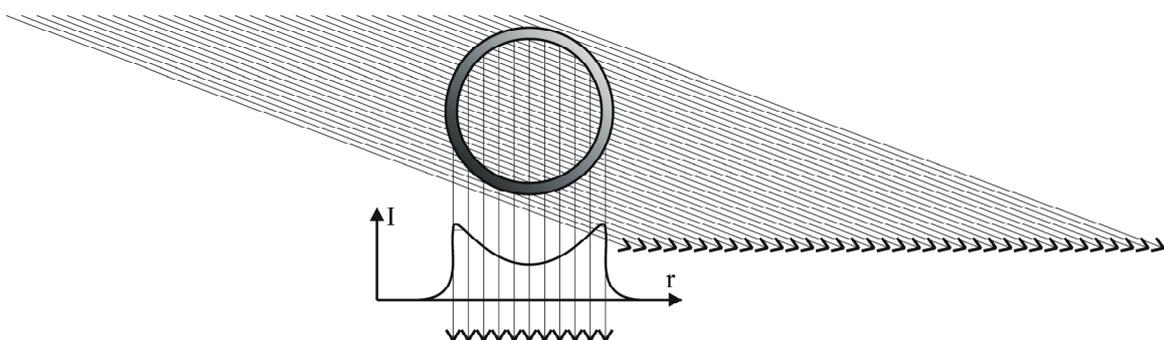
Für die Schar der jeweils reflexionsfähigen Volumina ergibt die Verschiebung ihrer  $z$ -Koordinate von  $z$  zu  $z+\Delta z$  einen Umlauf im reziproken Raum:



**Abb. 3.2.9:** Zusammenhang der Volumenelemente im realen Raum (links) mit den zugehörigen lokalen reziproken Gittervektoren im reziproken Raum (rechts) für einen Beugungsvektor parallel zur Wellenleiterachse

Ein vorgegebenes  $\vec{q}$  lässt sich durch eine Kombination aus  $\varphi$ ,  $\Delta n$  und  $r$  erzeugen.

Da die  $r$ -Abhängigkeit von  $C$  und  $B$  sehr stark ist (Gleichung 3.2.12) lässt bei gegebenem  $\vec{q}$  eine leichte Variation von  $r$  sehr viele Werte von  $\varphi$  und  $\Delta n$  möglich werden. Das resultierende Gebilde in realen Raum ist ein dünner, nahezu vollständiger Zylindermantel um den Kern. Ein solcher Zylinder bildet sich auf dem Topogramm als Doppellinie ab.



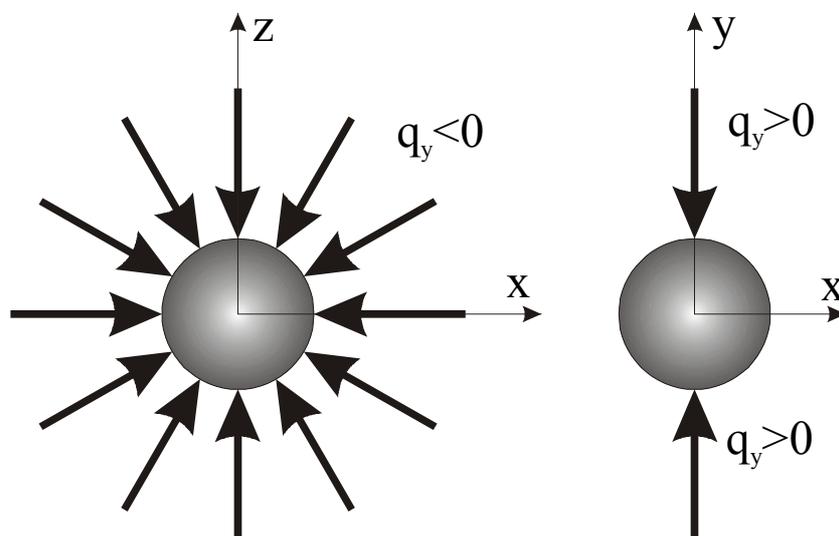
**Abb. 3.2.10:** Die von einem ringförmigen Volumenelement gebeugte Intensität ergibt im Topogramm eine Doppellinie.

### 3.2.4. Charakterisierung mittels Röntgendiffraktometrie

Bei der Röntgendiffraktometrie wird die vom Kristall abgebeugte Intensität in Abhängigkeit des Beugungsvektors registriert. Über den Strahlquerschnitt wird dabei integriert. Vereinfacht lässt sich dies als eine Zählung der Elementarzellen, die durch einen speziellen lokalen reziproken Gittervektor charakterisiert sind, auffassen. Den Idealfall stellt auch hier die Anwendbarkeit der Stokes-Willson-Näherung dar (siehe Abschnitt 3.2.2.). Hierbei entspricht eine Abtastung des reziproken Raumes einer Abtastung des Kristallraumes.

Bei den obigen Berechnungen wurde von Abständen  $r$  vom Kern ausgegangen, die für die Röntgentopographie aufgrund ihres Ortsauflösungsvermögens relevant sind. Die Einschränkungen bezüglich relevanter Abstände gelten für die Diffraktometrie bei der Stokes-Willson-Näherung nicht.

Bei der  $\omega$ - $2\theta$ -Abtastung mittels eines Diffraktometers mit Analysatorkristall vor dem Detektor, tragen zur Intensität nur Volumenelemente bei, deren Netzebenen nicht gegen den Beugungsvektor verkippt sind. Betrachtet man einen einzelnen, isolierten Defekt, so ist dies für den Beugungsvektor  $\vec{Q} = Q\vec{e}_y$ , nur entlang der  $y$ -Achse und in der  $x$ - $z$ -Ebene der Fall.



**Abb. 3.2.11:** Die  $\omega$ - $2\theta$ -Abtastung für  $\vec{Q} = Q\vec{e}_y$  im realen Raum:

Die reflexionsfähigen Volumenelemente für  $q_y < 0$  liegen in der  $x$ - $z$ -Ebene. Für  $q_y > 0$  sind nur Elemente auf der  $y$ -Achse reflexionsfähig. In beiden Fällen wird mit wachsendem  $|q|$  das beitragende Volumen kleiner, bis die Grenze des Defektes erreicht ist und die Intensität verschwindet.

Mit wachsendem Betrag von  $q$  liegen die reflexionsfähigen Volumenelemente immer näher am Defekt. Die Gebiete, die unmittelbar an die Oberfläche des Defektes angrenzen, haben ein minimales  $q_-$  beziehungsweise maximales  $q_+$ , so dass es für  $q < q_-$  und  $q > q_+$  keine reflexionsfähigen Bereiche gibt. Das  $\omega$ -2 $\theta$ -Diffraktogramm dürfte hier jeweils abrupt keine Intensität mehr zeigen.

Sollte es möglich sein, für die hier zu untersuchenden Proben, bei sehr großen Werten von  $|q|$  eine Einzeldefektnäherung anzuwenden, so dürften sich die  $\omega$ -2 $\theta$ -Diffraktogramme für  $\vec{Q} = Q\vec{e}_x$ ,  $\vec{Q} = Q\vec{e}_y$  und  $\vec{Q} = Q\vec{e}_z$  nicht unterscheiden.

Sei  $\vec{Q} = Q\vec{e}_x$ , für die Einzeldefektnäherung wird dann  $\vec{Q} \cdot \vec{u}$  zu  $Q \cdot \tilde{u}_x$ . Mit

$$\tilde{u}_r = \frac{A}{r^2} = \frac{A}{x^2 + y^2 + z^2} \quad (3.2.21)$$

wird analog zu  $u_x$

$$\tilde{u}_x = \frac{A}{r^2} \cos \varphi$$

und

$$\begin{aligned} \vec{q} &= -\text{grad}(Q \cdot \tilde{u}_x) = -\text{grad} \left( Q A \cdot \frac{x}{(x^2 + y^2 + z^2)^{3/2}} \right) \\ &= -Q A \left( \frac{1}{(x^2 + y^2 + z^2)^{3/2}} - \frac{3x^2}{(x^2 + y^2 + z^2)^{5/2}} \right) \vec{e}_x \end{aligned} \quad (3.2.22)$$

Wird bei der Messung ein Analysatorkristall verwendet, so ist für  $q > 0$   $y = z = 0$  und für  $q < 0$   $x = 0$ . Also gilt

$$\vec{q} = \frac{2QA}{x^3} \vec{e}_x = \frac{2QA}{r^3} \vec{e}_x \quad \text{für } q > 0 \quad (3.2.23)$$

und

$$\vec{q} = -\frac{QA}{(y^2 + z^2)^{3/2}} \vec{e}_x = -\frac{QA}{r^3} \vec{e}_x \quad \text{für } q < 0 \quad (3.2.24)$$

Beim Erreichen von  $r = R$  müsste die Kurve  $I\left(\frac{q}{Q}\right)$  jeweils einen Knick aufweisen. Dort gilt:

$$\frac{q_+}{Q} = \frac{2A}{R^3} \text{ für } q > 0 \quad (3.2.25)$$

und

$$\frac{q_-}{Q} = -\frac{A}{R^3} \text{ für } q < 0 \quad (3.2.26)$$

Ein Abknicken der Reflexionskurve würde zunächst bedeuten, dass eine Messung des deformierten Kristallgebietes, bis unmittelbar an die Defektgrenze heran, möglich ist.

Dort gilt:

$$u(R) = \frac{1}{2} \frac{q_+}{Q} R \text{ bzw. } u(R) = -\frac{q_-}{Q} R \quad (3.2.27)$$

Wenn der Intensitätsverlust bei  $q_-$  beziehungsweise  $q_+$  abrupt ist, so kann auf eine einheitliche Größe der Einzeldefekte geschlossen werden.

Geometrisch ist sofort klar, dass das Volumen der jeweils reflexionsfähigen Bereiche mit wachsendem  $|q|$  immer kleiner wird. Wie ohnehin empirisch zu erwarten ist, müsste die gebeugte Intensität mit wachsendem  $|q|$  fallen. Nach [Sztucki 2002] kann aus der Stärke des Abfalls auf die Defektstärke geschlossen werden.

Abhängig von der Defektstärke  $A$  lassen sich drei Fälle unterscheiden:

1. Der triviale Fall besteht darin, dass der Defekt seine Umgebung nicht verzerrt. In diesem Fall ist die Defektstärke  $A$  gleich Null.
2. Kleine Deformationen
3. Große Deformationen

Der erste Fall stellt den perfekten Kristall dar. Seine Betrachtung ist im vorliegenden Fall nicht von Interesse.

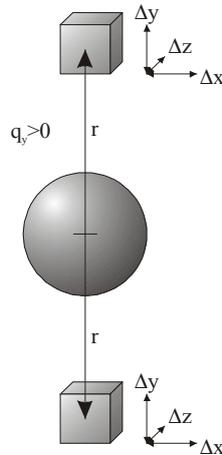
Im zweiten Fall wird die gebeugte Intensität durch die Huang-Streuung bestimmt [Holy 1999]. Es handelt sich um den Teil der Reflexionskurve des Kristalls, der sich unmittelbar an die Reflexionskurve des perfekten Kristalls anschließt. Hier liefert die Gesamtheit von Defekt und Umgebung im realen Raum, die Gesamtheit der Intensität im reziproken Raum. Eine wechselseitige Zuordnung von Volumenelementen im realen Raum und reziproken Raum ist nicht möglich.

Nach [Trinkaus 1971] lässt sich für den dritten Fall die Stokes-Wilson-Näherung anwenden, wenn das Deformationsfeld stetig ist. Bei dieser Näherung wird der Kristall in einzelne Volumenelemente zerlegt, wobei sich aus der Addition der abgebeugten Intensitäten die Gesamtintensität ergibt. Dies stellt den in den Abschnitten 3.2.3. und 3.2.4. beschriebenen Idealfall für Topographie und Diffraktometrie dar. Es ist hier möglich, Volumenelemente des reziproken Raumes und des realen Raumes einander zuzuordnen. Nach [Krivoglaz 1996] gilt in diesem Fall:

$${}^{int} I(\vec{q}) = 8\pi^3 \frac{|F|^2}{V_{EZ}^2} \int \delta[\vec{q} - \vec{q}'(\vec{r}')] d\vec{r}' \quad (3.2.28)$$

Dieser Zusammenhang drückt aus, dass die Integralintensität proportional dem Volumen des jeweils reflexionsfähigen Gebietes ist.

Für den Fall  $q_y > 0$  sind jeweils zwei symmetrische Volumina reflexionsfähig.



**Abb. 3.2.12:** Der Fall  $q_y > 0$  der  $\omega$ - $2\theta$ -Abtastung für  $\vec{Q} = Q \vec{e}_y$  im realen Raum:  
Für ein bestimmtes  $q_y > 0$  sind genau zwei Volumina reflexionsfähig.  
Diese liegen symmetrisch zum Defekt auf der  $y$ -Achse.

Ihr Gesamtvolumen ist gegeben durch:

$$V_{q>0} = 2 \Delta x \Delta y \Delta z \quad (3.2.29)$$

Wobei gilt:

$$\frac{1}{\Delta x} \sim \frac{\partial q}{\partial r}, \quad \frac{1}{\Delta y} \sim \frac{\partial q}{\partial r} \quad \text{und} \quad \frac{1}{\Delta z} \sim \frac{\partial q}{\partial r} \quad (3.2.30)$$

mit

$$q \sim \frac{1}{r^3} \quad \text{bzw.} \quad \frac{\partial q}{\partial r} \sim \frac{1}{r^4} \quad (3.2.31)$$

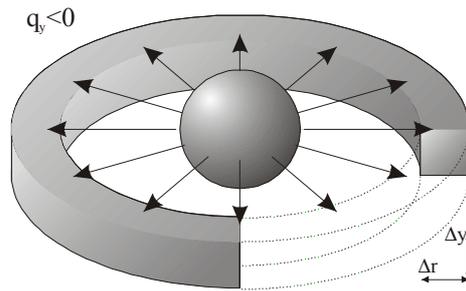
wird dann

$${}^{Int}I_{q>0}(q) \sim V_{q>0}(q) \sim r^{(4+4+4)} \sim \frac{1}{q^{\frac{12}{3}}} = \frac{1}{q^4} \quad (3.2.32)$$

In vorliegenden Fall erfolgte die Messung mittels eines Diffraktometers mit Analysatorkristall vor dem Detektor. Hierbei stellt das Signal nicht die Integralintensität der gebeugten Strahlung dar. Zum Detektor gelangt jeweils nur ein Teil der reflektierten Strahlung. Da es sich beim Analysatorkristall um einen perfekten Kristall handelt, ist sein Akzeptanzbereich  $\Delta q_A$  sehr klein. Für hinreichend große Beugungsvektoren  $Q$  kann man davon ausgehen, dass nur das Maximum erfasst wird. Die Maximalintensität hängt im Gegensatz zur Integralintensität quadratisch mit der Anzahl der Streuzentren und damit dem streuenden Volumen zusammen:

$${}^{Max}I_{q>0}(q) \sim V_{q>0}^2(q) \sim r^{2 \cdot 12} \sim \frac{1}{q^{\frac{2 \cdot 12}{3}}} = \frac{1}{q^8} \quad (3.2.33)$$

Im Falle  $q_y < 0$  stellt das reflexionsfähige Volumen einen Schlauch dar.



**Abb. 3.2.13:** Der Fall  $q_y < 0$  der  $\omega$ - $2\theta$ -Abtastung für  $\vec{Q} = Q \vec{e}_y$  im realen Raum:  
Für ein bestimmtes  $q_y < 0$  stellt das reflexionsfähige Volumen einen Ring um den Defekt dar.

Sein Volumen ist gegeben durch:

$$V_{q < 0} = 2\pi r \Delta r \Delta y \quad (3.2.34)$$

wobei analog zu  $q > 0$  gilt

$$\frac{1}{\Delta y} \sim \frac{\partial q}{\partial r} \quad \text{und} \quad \frac{1}{\Delta r} \sim \frac{\partial q}{\partial r} \quad (3.2.35)$$

mit

$$q \sim \frac{1}{r^3} \quad \text{bzw.} \quad \frac{\partial q}{\partial r} \sim \frac{1}{r^4}$$

Somit ergibt sich

$${}^{Int}I_{q < 0}(q) \sim V_{q < 0}(q) \sim r^{(1+4+4)} \sim \frac{1}{q^{\frac{9}{3}}} = \frac{1}{q^3} \quad (3.2.36)$$

und

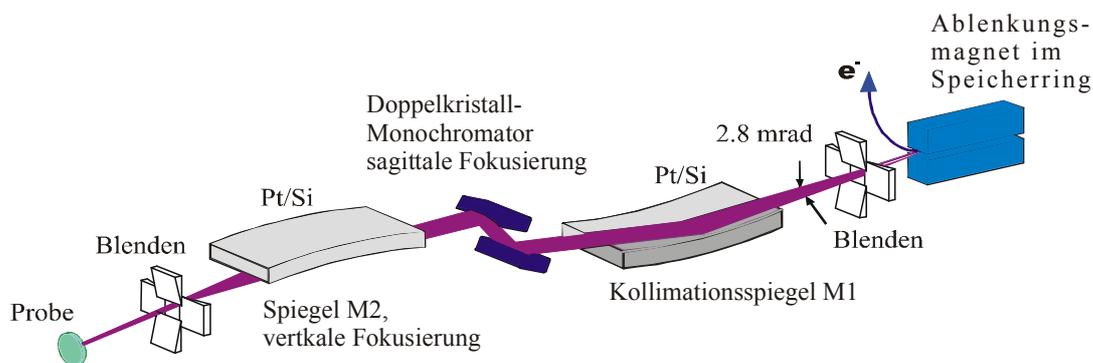
$${}^{Max}I_{q < 0}(q) \sim V_{q < 0}^2(q) \sim r^{2 \cdot 9} \sim \frac{1}{q^{\frac{2 \cdot 9}{3}}} = \frac{1}{q^6} \quad (3.2.37)$$

## 4. Diffraktometrische Experimente

### 4.1. Beschreibung der Experimentieranordnung

Die *Beamline* BM 20 an der *European Synchrotron Radiation Facility* (ESRF) wird vom Forschungszentrum Rossendorf betrieben. Sie ist in zwei Laborsysteme für völlig unterschiedliche Experimente geteilt. Im Radiochemie-Labor können mit Radionukliden kontaminierte Proben auf ihre Zusammensetzung hin untersucht werden. Hierzu werden Röntgen-Absorptions-Feinstruktur-Messungen (XAFS) durchgeführt. Im Materialwissenschafts-Labor können hochauflösende diffraktometrische Untersuchungen zur strukturellen Charakterisierung von Materialien vorgenommen werden. Dieses Labor wurde für die vorliegenden Untersuchungen genutzt.

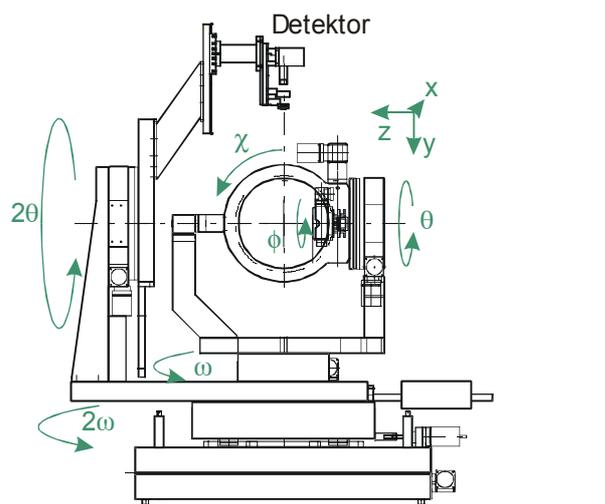
Die Strahloptik von BM20 ist für den Energiebereich 5 keV ( $\lambda = 0,25$  nm) bis 35 keV ( $\lambda = 0.035$  nm) ausgelegt. Die Röntgenstrahlung wird vom Ablenkmagneten BM 20 des Speicherrings erzeugt. Der erzeugte Röntgenstrahl wird am ersten Spiegel (M1) reflektiert, passiert anschließend den Silizium-Doppelkristallmonochromator und wird nochmals über einen Spiegel (M2) gelenkt.



**Abb. 4.1.1:** Strahlengang an der *Beamline* BM20 an der ESRF in Grenoble (nach [Matz 1999])

Die zwei Spiegel, auf die der Strahl mit einem Einfallswinkel von 2.5 mrad trifft, unterdrücken die höheren Harmonischen bis zu  $10^{-4}$ . Diese Spiegel sind mit parallelen Streifen aus Silizium bzw. Platin beschichtet. Silizium wird in dem Energiebereich von 5 keV – 12 keV eingesetzt, darüber Platin. Der erste Spiegel ist gekrümmt, um den Röntgenstrahl auf den ersten Monochromatorkristall zu kollimieren. Der Doppelkristallmonochromator befindet sich in einer Entfernung von 28.9m vom Ablenkmagnet. Er ist so konstruiert, dass der Röntgenstrahl unabhängig von seiner Energie den Monochromator immer auf gleicher Höhe verlässt (*fixed-exit*). Bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen diente der Silizium-(111)-Reflex zur Monochromatisierung.

Am Messplatz der Materialforschung steht ein Sechs-Kreis-Goniometer (HUBER) zur Verfügung. Zusätzlich zu den Probenkreisen  $\omega$ ,  $\phi$  und  $\chi$  ist noch ein weiterer Kreis  $\theta$  vorhanden. Der Detektor lässt sich durch seine zwei Kreise  $2\theta$  und  $2\omega$  innerhalb seiner geometrischen Grenzen an jede beliebige Position des Raumes bewegen.



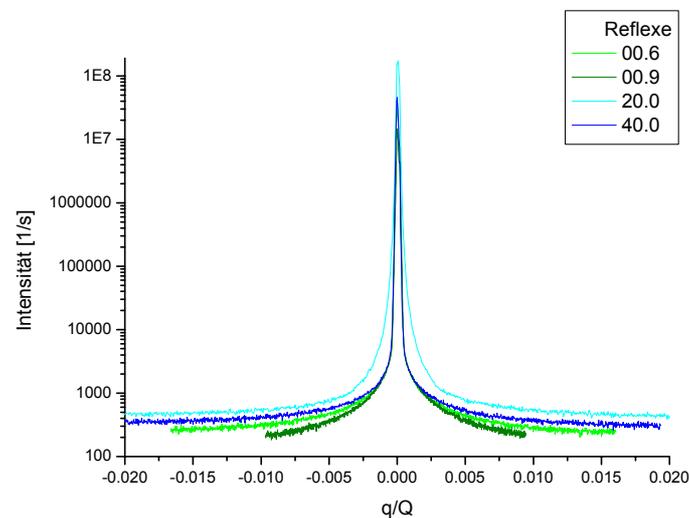
**Abb.4.1.2.:** Sechs-Kreis-Goniometer bei BM20.  
(nach [Matz 1999]) Probenkreise:  
 $\theta$ ,  $\omega$ ,  $\phi$  und  $\chi$ ;  
Detektorkreise  $2\theta$  und  $2\omega$ ;  
Translationen:  $x$ ,  $y$ ,  $z$

Das Sechs-Kreis-Goniometer erlaubt das Arbeiten sowohl mit horizontaler-, als auch mit vertikaler Dispersionsebene. Bei allen an dieser Beamline durchgeführten Messungen wurde das Goniometer in vertikaler Geometrie betrieben, d.h. der Röntgenstrahl war  $\sigma$ -polarisiert.

## 4.2. Diffraktometrische Messungen

### 4.2.1. Messwerte

Um zu Aussagen über den Kern und seine unmittelbare Umgebung zu gelangen, wurde die Probe X004 im  $\omega$ - $2\theta$ -Modus vermessen. Es wurde eine Wellenlänge, die etwa der  $\text{MoK}_{\alpha}$ -Linie entspricht, genutzt. Vier symmetrische Reflexe wurden vermessen. Für die Reflexe  $\text{SiO}_2(00.6)$  und  $\text{SiO}_2(00.9)$  waren Beugungsvektor und Wellenleiterachse parallel. Bei den Reflexen  $\text{SiO}_2(20.0)$  und  $\text{SiO}_2(40.0)$  standen die Vektoren senkrecht zueinander.

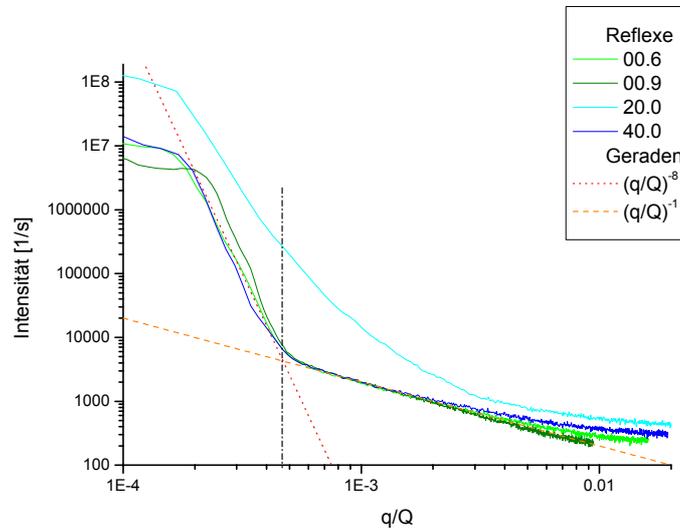


**Abb. 4.2.1:**  $\omega$ - $2\theta$ -Diffraktogramme der Reflexe (00.6), (00.9), (20.0) und (40.0). aufgenommen an der ESRF in Grenoble.

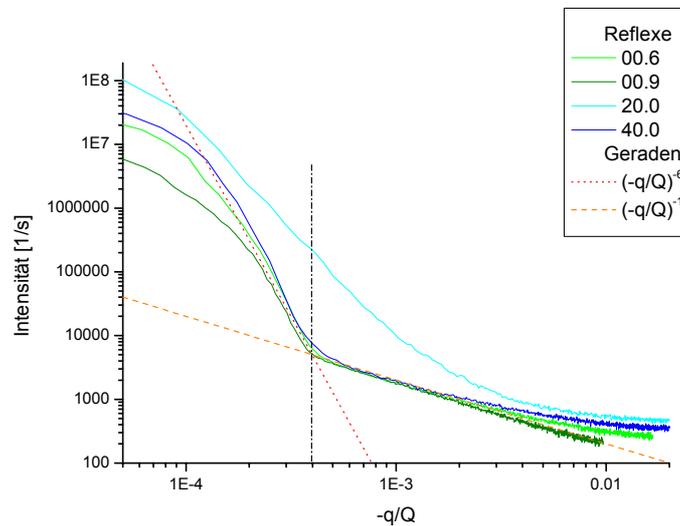
Für die Wellenlänge der  $\text{MoK}_{\alpha}$ -Linie haben die benutzten Reflexe nach [XOP 2.0] folgende Struktur Faktoren und Bragg-Winkel:

$\text{SiO}_2(00.6)$ :	$F_{00.6} = 14,4$	$\theta_{00.6} = 23,16^\circ$	$\Rightarrow$	$Q_{00.6} = 11,1\text{nm}^{-1}$
$\text{SiO}_2(00.9)$ :	$F_{00.9} = 19,2$	$\theta_{00.9} = 36,15^\circ$	$\Rightarrow$	$Q_{00.9} = 16,6\text{nm}^{-1}$
$\text{SiO}_2(20.0)$ :	$F_{20.0} = 18,1$	$\theta_{20.0} = 9,59^\circ$	$\Rightarrow$	$Q_{20.0} = 4,7\text{nm}^{-1}$
$\text{SiO}_2(40.0)$ :	$F_{40.0} = 13,5$	$\theta_{40.0} = 19,45^\circ$	$\Rightarrow$	$Q_{40.0} = 9,4\text{nm}^{-1}$

Von besonderem Interesse ist die Frage, in welchem Bereich die Stokes-Wilson-Näherung anwendbar ist.



**Abb. 4.2.2:** Vergleich der Großwinkelseite der  $\omega$ -2 $\theta$ -Diffraktogramme im doppelt logarithmischen Maßstab: Aufgrund der Sättigung des Detektors zeigen alle Kurven einen Knick bei sehr hohen Intensitäten. Mit Ausnahme des Reflexes (20.0) zeigen die Kurven einen ausgeprägten Bereich der Anwendbarkeit der Stokes-Wilson-Näherung, einen Abfall mit  $q^{-8}$  und einen weiteren ausgeprägten Knick der Intensität.



**Abb. 4.2.3:** Vergleich der Kleinwinkelseite der  $\omega$ -2 $\theta$ -Diffraktogramme im doppelt logarithmischen Maßstab: Auch hier zeigt sich der Bereich der Stokes-Wilson-Näherung mit einem ausgeprägten Knick der Intensität. Wiederum stellt der Reflex (20.0) einen Sonderfall dar.

## 4.2.2. Schlussfolgerungen

In den doppelt logarithmischen Diagrammen lassen sich die Voraussagen aus dem Kapitel 3.2.4. überprüfen und ein Teil der Fragen aus dem Kapitel 3.1. beantworten

- Das Diffraktogramm des Reflexes SiO<sub>2</sub>-40.0 ( $\vec{Q} = Q\vec{e}_x$ ) unterscheidet sich kaum von den Diffraktogrammen der Reflexe SiO<sub>2</sub>-00.6 und SiO<sub>2</sub>-00.9. Die Einzeldefektnäherung ist somit anwendbar. Das bedeutet, dass der Kern in  $z$ -Richtung nicht homogen ist. Dies könnte ein Grund für die relativ hohe Dämpfung der Lichtausbreitung im Wellenleiter sein.
- Die Diffraktogramme der Reflexe SiO<sub>2</sub>-40.0, SiO<sub>2</sub>-00.6 und SiO<sub>2</sub>-00.9 knicken sehr abrupt ab. Hieraus kann auf eine sehr schmale Größenverteilung der Einzeldefekte geschlossen werden.
- Wie im Kapitel 3.2.4. beschrieben, lassen sich aus der Position der Knicke Rückschlüsse auf das Verhältnis der Defektstärke zum Radius ziehen. Es gilt:

$$\frac{q_+}{Q} = \frac{2A}{R^3} \text{ für } q > 0 \text{ und } \frac{q_-}{Q} = -\frac{A}{R^3} \text{ für } q < 0 \quad (3.2.25) \text{ und } (3.2.26)$$

Aus den Diagrammen lässt sich ablesen:

$$\frac{q_+}{Q} = 4,7 \cdot 10^{-4} \qquad \frac{q_-}{Q} = -4,0 \cdot 10^{-4} \qquad (4.2.1)$$

- Die Voraussage  $q_+ = -2q_-$  ist relativ schlecht erfüllt. Die Annahme von kugelförmigen Einzeldefekten in einem isotropen Medium ist, wie zu erwarten war, eine relativ schlechte Näherung.
- Wie im Abschnitt 3.2.4. abgeschätzt, ist die registrierte Intensität im Bereich der Stokes-Wilson-Näherung proportional zu  $q^{-8}$  für  $q > 0$  und  $q^{-6}$  für  $q < 0$ .
- Die Berechnungen in 3.2.4. basierten auf der Annahme einer glatten Grenzfläche der Einzeldefekte. Durch die Proportionalität der Intensität zu  $q^{-8}$  bzw.  $q^{-6}$  kann diese Annahme als gesichert gelten.

- Aus dem Auftreten der vorhergesagten Anstiege kann auf die Richtigkeit der Annahme eines elastisch dominierten Deformationsfeldes um den Kern geschlossen werden.
- Das elastisch dominierte Deformationsfeld reicht bis unmittelbar an den Kern heran.
- Im Bereich von  $|q| = 1 \cdot 10^{-4} \cdot Q$  bis  $|q| \approx 4 \cdot 10^{-4} \cdot Q$  ist die Stokes-Wilson-Näherung gut erfüllt. In diesem Bereich ist es sinnvoll topographische Messungen durchzuführen. Für  $|q| < 1 \cdot 10^{-4} \cdot Q$  ist hierzu keine Aussage möglich, da der Detektor durch die hohen Intensitäten abgesättigt war.
- Die Kurve für den Reflex  $\text{SiO}_2$ -20.0 unterscheidet sich fundamental von allen anderen. Hier ist die Anwendbarkeit der Stokes-Wilson-Näherung zu überprüfen.

### 4.2.3. Anwendbarkeit der Näherung

Nach [Krivoglaz 1996] gilt Stokes-Wilson-Näherung für

$$\frac{1}{\sqrt{QA}} \ll q \ll \frac{QA}{R^3} \quad (4.2.2)$$

also

$$\frac{1}{\sqrt{Q^3 A}} \ll \frac{A}{R^3} \quad (4.2.3)$$

mit

$$\frac{q_+}{Q} = \frac{2A}{R^3} \quad \frac{q_-}{Q} = -\frac{A}{R^3} \quad (3.2.25) \text{ und } (3.2.26)$$

lässt sich schreiben:

$$\frac{1}{\sqrt{Q^3 \frac{q_+ R^3}{2Q}}} \ll \frac{1}{2} \frac{q_+}{Q} \quad \frac{1}{\sqrt{-Q^3 \frac{q_- R^3}{Q}}} \ll -\frac{q_-}{Q}$$

Dies vereinfacht sich zu:

$$Q \gg \frac{2}{\frac{q_+}{Q} R} \quad Q \gg -\frac{1}{\frac{q_-}{Q} R} \quad (4.2.4)$$

Aus den eingangs beschriebenen Untersuchungen mittels Transmissions-Elektronenmikroskopie (Abschnitt 2.2) lässt sich der Radius der Einzeldefekte grob abschätzen:

$$R \approx 1 \mu\text{m} = 10^3 \text{nm}$$

Die Diffraktogramme ergeben:

$$\frac{q_+}{Q} = 4,7 \cdot 10^{-4} \quad \frac{q_-}{Q} = -4,0 \cdot 10^{-4} \quad (4.2.1)$$

Als Untergrenze für  $Q$  ergibt sich jeweils:

$$Q \gg 4,3 \text{nm}^{-1} \quad \text{bzw.} \quad Q \gg 2,5 \text{nm}^{-1}$$

Die Reflexe  $\text{SiO}_2\text{-40.0}$ ,  $\text{SiO}_2\text{-00.6}$  und  $\text{SiO}_2\text{-00.9}$  liegen mit  $Q_{00.9} = 16,6 \text{nm}^{-1}$ ,  $Q_{00.6} = 11,1 \text{nm}^{-1}$  und  $Q_{40.0} = 9,4 \text{nm}^{-1}$  sehr nahe an der Gültigkeitsgrenze der Stokes-Wilson-Näherung. Klar ist allerdings, dass für den Reflex  $\text{SiO}_2\text{-20.0}$  mit  $Q_{20.0} = 4,7 \text{nm}^{-1}$  die Näherung mit Sicherheit nicht erfüllt ist.

## 5. Topographische Experimente

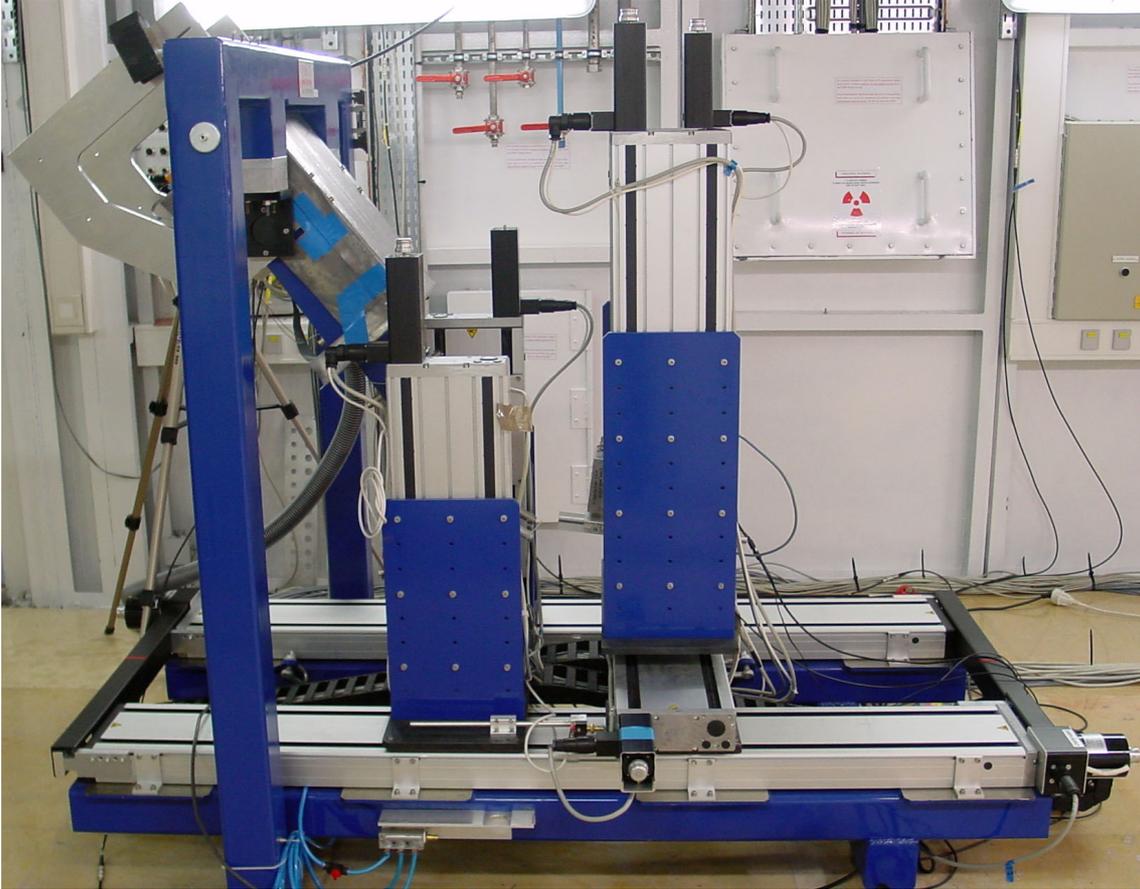
### 5.1. Beschreibung der Experimentieranordnung

Die *Beamline* ID 19 an der *European Synchrotron Radiation Facility* (ESRF) ist auf topographische Messungen spezialisiert. Die wesentliche Einschränkung bezüglich Topographie an den üblichen Messplätzen eines Synchrotrons ist der geringe Strahlquerschnitt. Aufgrund der geringen Divergenz der Synchrotronstrahlung erfordert die geometrische Aufweitung des Strahles einen sehr großen Abstand  $L$  von der Quelle. Dies ist an der ID 19 mit  $L=145\text{m}$  realisiert. An der Position der Probe hat der Strahl einen Querschnitt von  $45\text{mm} \times 15\text{mm}$ . Trotz dieser Größe ist der Strahl lateral und spektral homogen. Es ist möglich, mit Photonenenergien im Bereich von  $6\text{-}120\text{keV}$  zu arbeiten. Die Quellgröße  $s$  ist  $\approx 0,1\text{mm}$ . Hieraus resultiert eine effektive Divergenz von

$$\delta = \frac{s}{L} \approx 6,7 \cdot 10^{-7} \hat{=} 0,14'' . \quad (5.1.1)$$

Diese Größe lässt sich als scheinbare Größe der Quelle im Winkelraum, von der Probe aus gesehen, deuten. Im Gegensatz zur effektiven Divergenz liegt die Gesamtdivergenz bei einer Probengröße von  $10\text{mm}$  bei  $\approx 16''$ .

Zur Aufnahme der Topogramme wurde ein Zweikristall-Diffraktometer verwendet. Die beteiligten Netzebenen von Kollimator- und Probenkristall waren fast parallel. Die Bragg-Winkel der genutzten Reflexe waren nahezu gleich. Um die annähernde Analogie dieser  $(n,-m)$ -Geometrie zur  $(n,-n)$ -Geometrie beim Doppelkristalldiffraktometer hervorzuheben wird hier die Bezeichnung  $(n,-n')$ -Geometrie verwendet.



**Abb. 5.1.1:** Das Zweikristalldiffraktometer an der *Beamline* ID20 an der ESRF in Grenoble

Der erste Kristall war ein dünner Silizium-Einkristall. Es wurde die Si(444) Reflexion bei einer Wellenlänge, die etwa der MoK $_{\alpha}$ -Linie entspricht genutzt. Mit der Beziehung:

$$w_h^{\theta} = \frac{2|P|\sqrt{\chi_h\chi_{\bar{h}}}}{\sin^2\theta_B} \sqrt{\frac{|\gamma_0|}{\gamma_h}} \quad (5.1.2)$$

ergibt sich eine intrinsische Halbwertsbreite im Winkelraum von  $w_{444}^{\theta} = 0,58''$ .

Mit:

$$w_h^{\lambda} = w_h^{\theta} \lambda \cot\theta_B \quad (5.1.3)$$

erhält man entsprechend eine Halbwertsbreite im Wellenlängenraum von  $w_{444}^{\lambda} = 2,47 \cdot 10^{-4} \cdot \lambda$ .

Die Proben wurden im symmetrischen Laue-Fall (Transmission) vermessen. Hierbei wurden für die verschiedenen Kristallorientierungen der Proben jeweils die Reflexe (00.6), (60.0) bzw. (33.0) genutzt. Exemplarisch wird im folgenden der Reflex SiO $_2$ (00.6) besprochen. Seine intrinsische Halbwertsbreite im Winkelraum beträgt  $w_{00,6}^{\theta} = 0,33''$ . Entsprechend ergibt sich im Wellenlängenraum  $w_{00,6}^{\lambda} = 1,39 \cdot 10^{-4} \cdot \lambda$ .

Zwischen Quelle (*Wiggler*) und Diffraktometer wurden keine Monochromatoren verwendet, so dass das gesamte Spektrum des *Wigglers* auf den Siliziumkristall strahlte. Diese hohe thermische Belastung machte eine Kühlung dieses Kristalls nötig. Das Diffraktometer wurde in nichtdispersiver Anordnung betrieben.

Wegen:

$$w_{444}^{\theta} > w_{00.6}^{\theta} \quad (5.1.4)$$

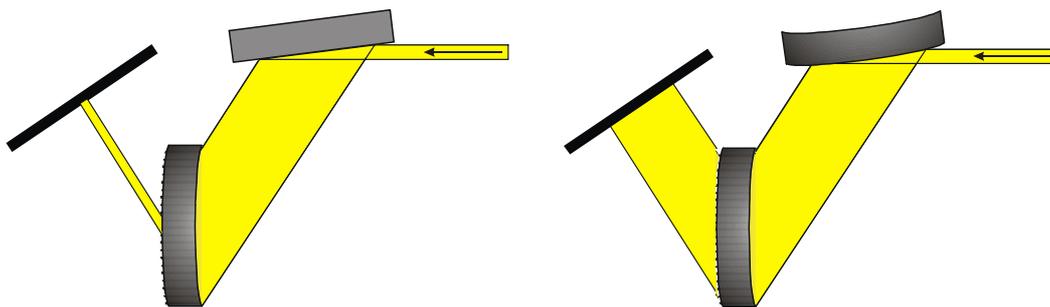
kann das Verfahren nicht als Planwellen-Topographie betrachtet werden, wenn es zur Charakterisierung des kristallinen Substrates eingesetzt wird. Zur Charakterisierung des Deformationsfeldes um den Kern sind aber nur Teile der diffusen Streuung für die Topographie von Interesse. Die diffraktometrischen Messungen zeigen, dass diese Teile der Reflexionskurve einen Anregungsfehler  $\Delta\omega$  im Bereich von 5 bis 100 Winkelsekunden aufweisen. Somit ist

$$w_{444}^{\theta} \ll |\Delta\omega| \quad (5.1.5)$$

erfüllt. Bei dem eingesetzten Verfahren handelt es sich demnach tatsächlich um Planwellen-Topographie

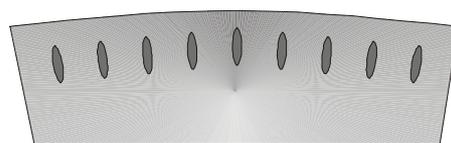
Ein Problem bei hochauflösenden topographischen Messungen ist im Allgemeinen die Krümmung des Probenkristalls. Diese Krümmung wird oft durch den Präparationsprozess (beispielsweise durch einseitige Politur) erzeugt. Im vorliegenden Fall sind die Proben durch das bewusste Einbringen von Verspannungen deformiert.

Eine Krümmung der Probe hat bei Nutzung eines ebenen Kollimatkristalls eine nur teilweise Reflexionsfähigkeit der Probe zur Folge. Dies kann durch entsprechende Krümmung des Kollimatkristalls kompensiert werden.



**Abb. 5.1.2:** Bei hochauflösender Topographie führt schon eine leichte Krümmung der Probe zu einer starken Reduktion der abgebildeten Fläche. Dieser Effekt kann durch Krümmung des Kollimatkristalls kompensiert werden.

Eine Krümmung der Probe ist auch im vorliegenden Fall zu erwarten. Durch die Vergrößerung des Volumens bei den Kernen der Wellenleiter weitet sich die Probe im "oberen" Bereich auf.



**Abb. 5.1.3:** Bei der hier vorliegenden Konfiguration der Wellenleiter im Kristall ist eine Krümmung der Probe durchaus zu erwarten.

Von der Möglichkeit diese Deformation zu kompensieren, wurde bei den Messungen an ID19 Gebrauch gemacht.

Als Filmmaterial wurde *Kodak Industrex SR* verwendet. Dieser Film hat eine Korngröße von 4-5 $\mu\text{m}$ .

## **5.2. Topographische Messungen**

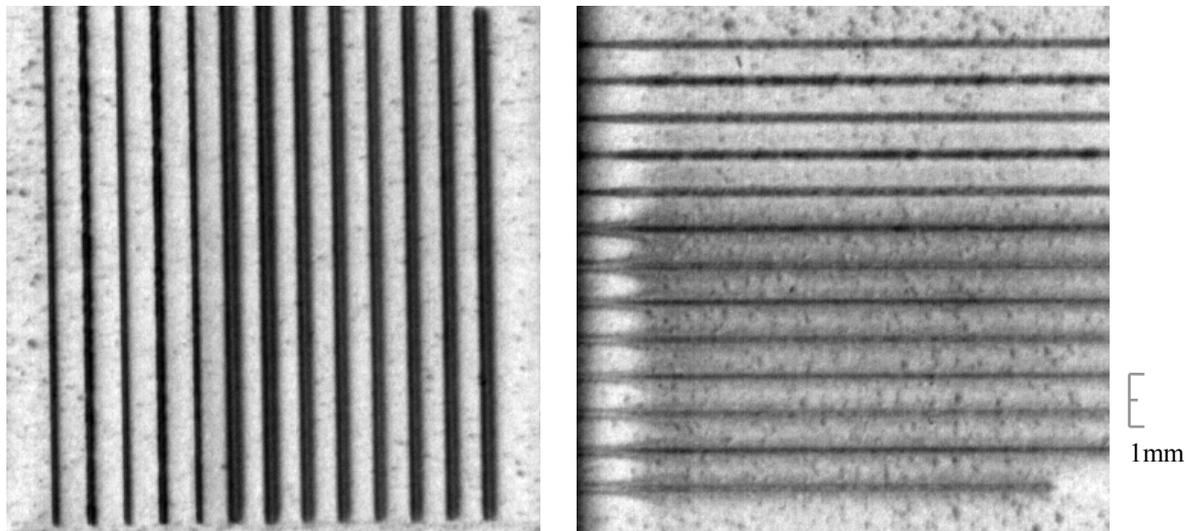
### **5.2.1. Erwartungen**

Abhängig von der Modellvorstellung über den Kern (siehe Abschnitt 3.1.) ergeben sich verschiedene Erwartungen bezüglich des Verhaltens dieser Kontraste bei Änderung der Richtung des Beugungsvektors (siehe Abschnitt 3.2.3.).

- Bei der Vorstellung eines unendlich ausgedehnten Schlauches, der in axialer Richtung keine Struktur aufweist (Modell I), dürfte ein Topogramm, dessen Beugungsvektor parallel zur Achse des Schlauches liegt, keine Kontraste liefern.
- Das Modell II, bei dem Einzeldefekte exakt äquidistant auf einer Achse angeordnet sind, liefert in diesem Fall Kontraste. Mit wachsendem Abstand vom Kern müsste deren Intensität aber drastisch abnehmen.
- Mit dem Modell III, bei dem die Einzeldefekte um eine Achse verteilt liegen, sind in größerem Abstand vom Kern auch stärkere Kontraste erklärbar. Hier gilt nicht mehr die strenge Korrelation zwischen den Einzeldefekten, die ja beim Modell II für den starken Abfall der Intensität verantwortlich ist.

## 5.2.2. Voruntersuchungen

Wie sich bereits im Labormaßstab bei der Lang-Topographie andeutete, hängen weder Stärke noch Position der Kontraste auf dem Film stark von der Richtung des Beugungsvektors ab.



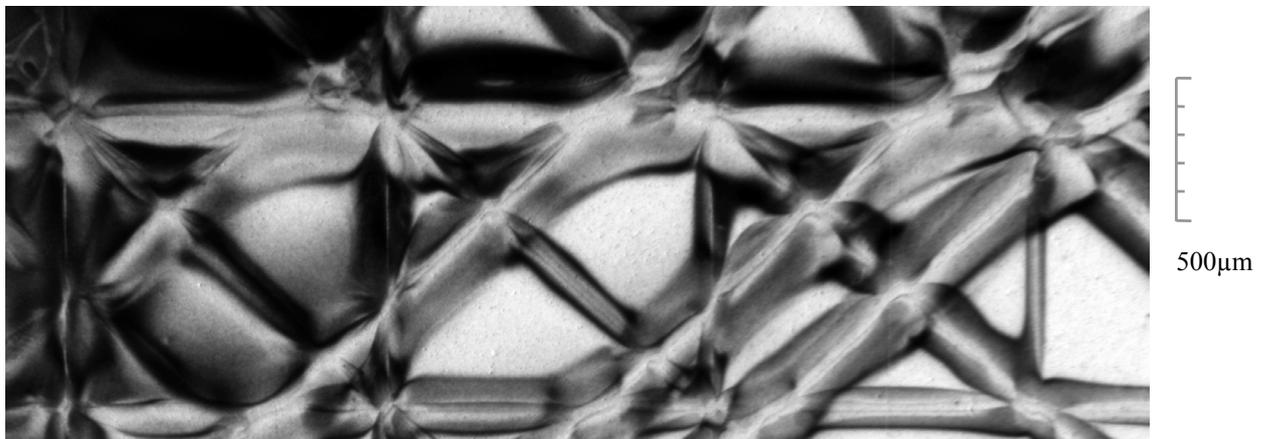
**Abb. 5.2.1:** Lang-Topogramme einer Quarzprobe mit parallelen Wellenleitern in verschiedenen Tiefen.  
Links: Beugungsvektor senkrecht zu den Linien  
Rechts: Beugungsvektor parallel zu den Linien

Schon bei diesen Topogrammen deutet sich für jeden Wellenleiter ein Doppelkontrast an. Naheliegender ist hier dessen Interpretation als langreichweitige Deformationsfelder um den Kern der Störung. Aufgrund des relativ geringen Auflösungsvermögens der Lang-Topographie lassen sich mit dieser Methode kaum quantitative Aussagen über die Deformationsfelder um den Wellenleiterkern machen.

### 5.2.3. Hochauflösende Topographie

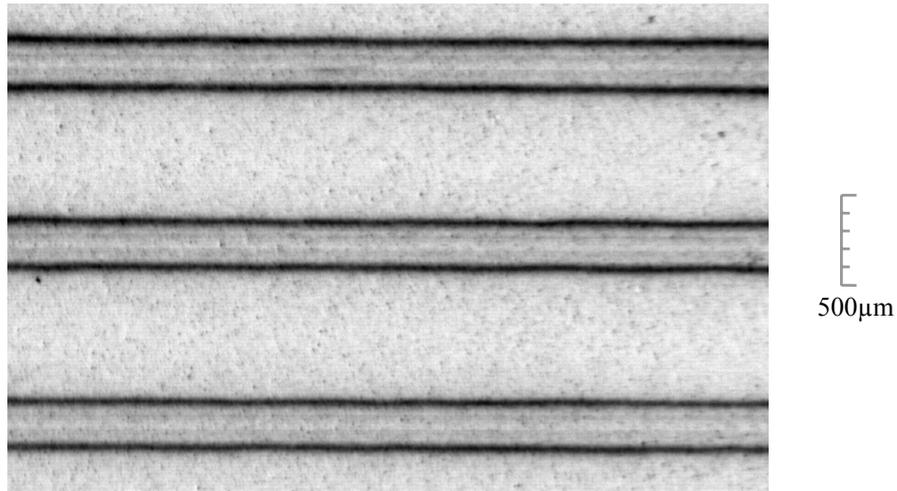
Um quantitative Aussagen über die Deformationsfelder zu erhalten, wurde an der oben beschriebenen *Beamline* ID 19 der ESRF hochauflösende Topographie angewandt. Die Topogramme wurden hierzu an verschiedenen Anregungspunkten der Reflexionskurve der Probe aufgenommen. Dies geschah in Transmissionsgeometrie mit symmetrischen Reflexen. Es wurden sowohl Beugungsvektoren senkrecht zur Wellenleiterachse, als auch parallel zu ihr verwendet.

Zunächst sei hier beispielhaft ein Topogramm gezeigt, dessen Braggwinkel nahezu mit dem des perfekten Kristalls übereinstimmt:



**Abb. 5.2.2:** Ausschnitt aus einem Planwellentopogramm der Probe X010 mit einer Verstimmung von  $\Delta\theta \approx 0$  vom Braggwinkel des (00.6)-Reflexes. Mehrere Wellenleiter in verschiedenen Richtungen erzeugen hier starke dynamische Kontraste. Eine direkte Zuordnung zwischen Orten auf dem Film und Positionen im Kristall ist nicht möglich. Eine vollständige Simulation von Defekt und Umgebung würde Aussagen über die äußeren Bereiche des Deformationsfeldes ermöglichen. Diese Bereiche sind für das hier vorliegende Problem nicht von Bedeutung.

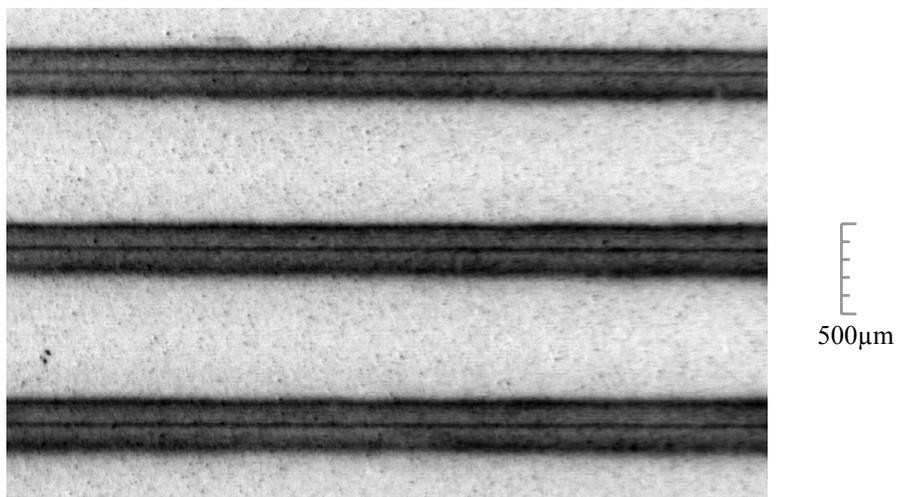
In den Topogrammen mit  $\Delta\theta \approx 0$  sind eine Reihe von dynamischen Effekten sichtbar. Beispielsweise lassen sich Pendellösungseffekte und entkoppelte Wellenfelder nachweisen. Die Kontraste befinden sich teilweise in sehr großem Abstand von der Wellenleiterachse (bis zu 0,5mm). Eine direkte Zuordnung der Kontraste auf dem Film zu Volumenelementen im Kristall ist nicht möglich. Diese Zuordnung ist nur bei größeren Anregungsfehlern erreichbar (siehe Abschnitt 3.2.4.). Im folgenden sollen entsprechende Topogramme diskutiert werden.



**Abb. 5.2.3:** Ausschnitt aus einem Planwellentopogramm der Probe X004 mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse und Verstimmung von  $\Delta\theta = -0,00234^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes.

Bei der Betrachtung des Topogramms fällt zunächst auf, dass die Schwärzungen wie erwartet linienhaft sind. Sie sind symmetrisch um eine gedachte Mittellinie. Innerhalb der zwei starken äußeren Linien deuten sich zwei schwache Linien an. Der mittlere Bereich ist hell.

Die Art der Kontraste ändert sich, wenn man den Anregungspunkt auf die Großwinkelseite der Reflexionskurve verschiebt.

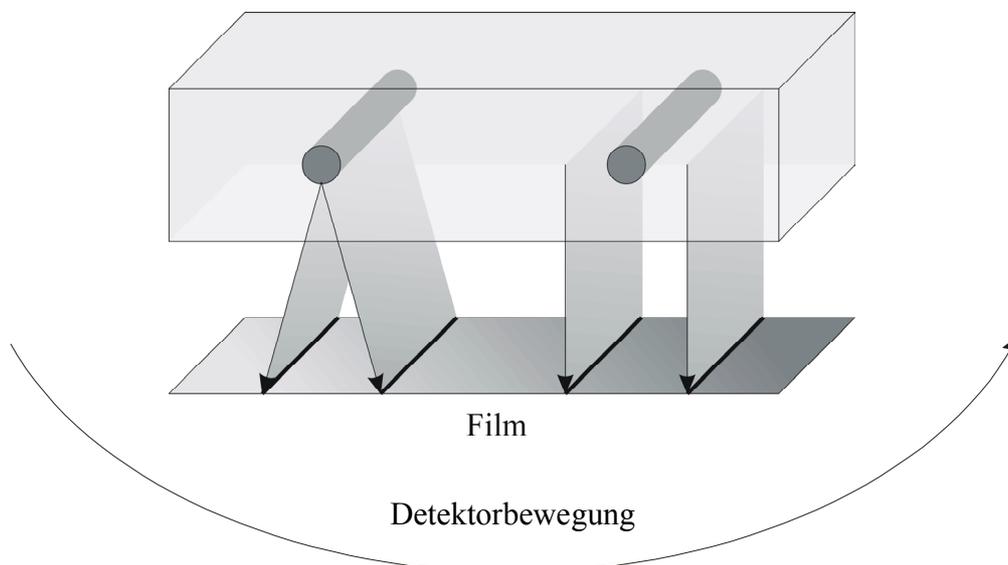


**Abb. 5.2.4:** Ausschnitt aus einem Planwellentopogramm der Probe X004 mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse und Verstimmung von  $\Delta\theta = +0,00314^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes.

Auch hier sind die Linien symmetrisch. Innerhalb der äußeren Linien gibt es aber nicht das Paar schwächerer Kontraste. Im Gegensatz zur Kleinwinkelseite ist hier ein intensiver Mittelkontrast sichtbar. Insgesamt zeigt der Bereich zwischen den äußeren Linien eine stärkere Schwärzung, als bei den Topogrammen von der Kleinwinkelseite der Reflexionskurve.

#### 5.2.4. Überprüfung der geometrischen Näherung

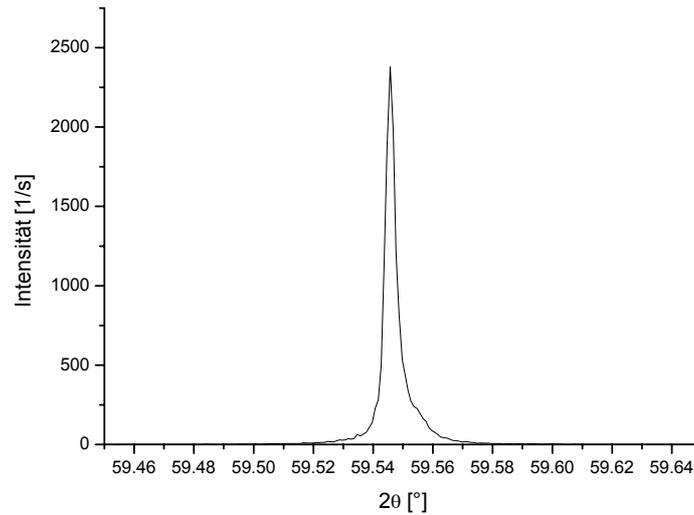
Wie bei jedem Röntgentopogramm stellt sich auch hier die Frage, ob bei den Kontrasten von einer Punkt-zu-Punkt-Abbildung ausgegangen werden kann. Prinzipiell ist es auch denkbar, dass der Linienabstand auf dem Film durch eine Winkeldifferenz der abgebeugten Strahlen zustande kommt.



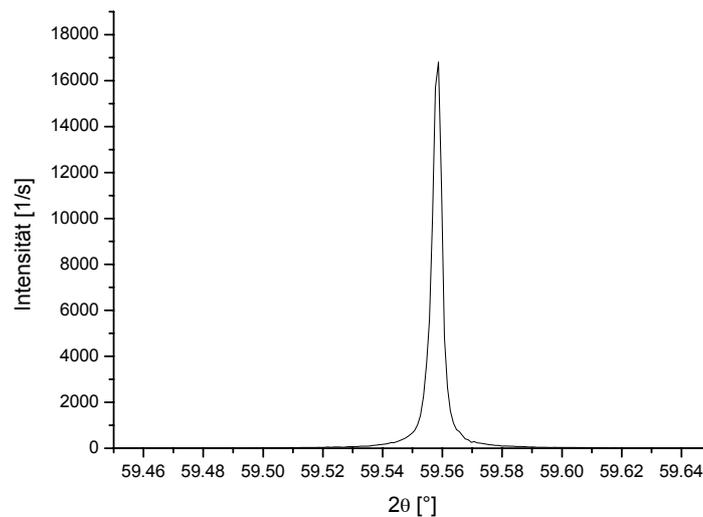
**Abb. 5.2.5:** Überprüfung der Punkt-zu-Punkt-Abbildung mittels Diffraktometrie: Da es denkbar ist, dass die Linienabstände auf dem Film durch divergierende Strahlen zustande kommen, die ihren Ursprung im gleichen Volumelement haben (linker Fall), wurde dieser Fall mittels Röntgendiffraktometrie untersucht und ausgeschlossen. Der Einfluss des Ausgangsortes der gebeugten Strahlung im Kristall dominiert (rechter Fall).

Um diese Möglichkeit zu untersuchen, wurden Röntgendiffraktogramme im reinen  $2\theta$ -Modus aufgenommen. Als Anregungspunkte wurden jeweils die gleichen  $\omega$ -Werte gewählt, bei denen auch die Topogramme aufgenommen wurden.

Bei den oben gezeigten Topogrammen lag der äußere Linienabstand bei ca.  $250\mu\text{m}$ . Bei dem genutzten Kristall-Film-Abstand von  $210\text{mm}$  wäre eine Winkeldifferenz von etwa  $0,07^\circ$  nötig, um die Kontraste zu erzeugen. Das Diffraktogramm müsste eine Aufspaltung des Reflexes in zwei intensitätsstarke Maxima zeigen.



**Abb. 5.2.6:** Hochauflösendes Röntgendiffraktogramm mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse und Verstimmung von  $\Delta\theta = -0,00234^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes. Dieses Diffraktogramm ist äquivalent zum Planwellentopogramm in Abb. 5.2.3.

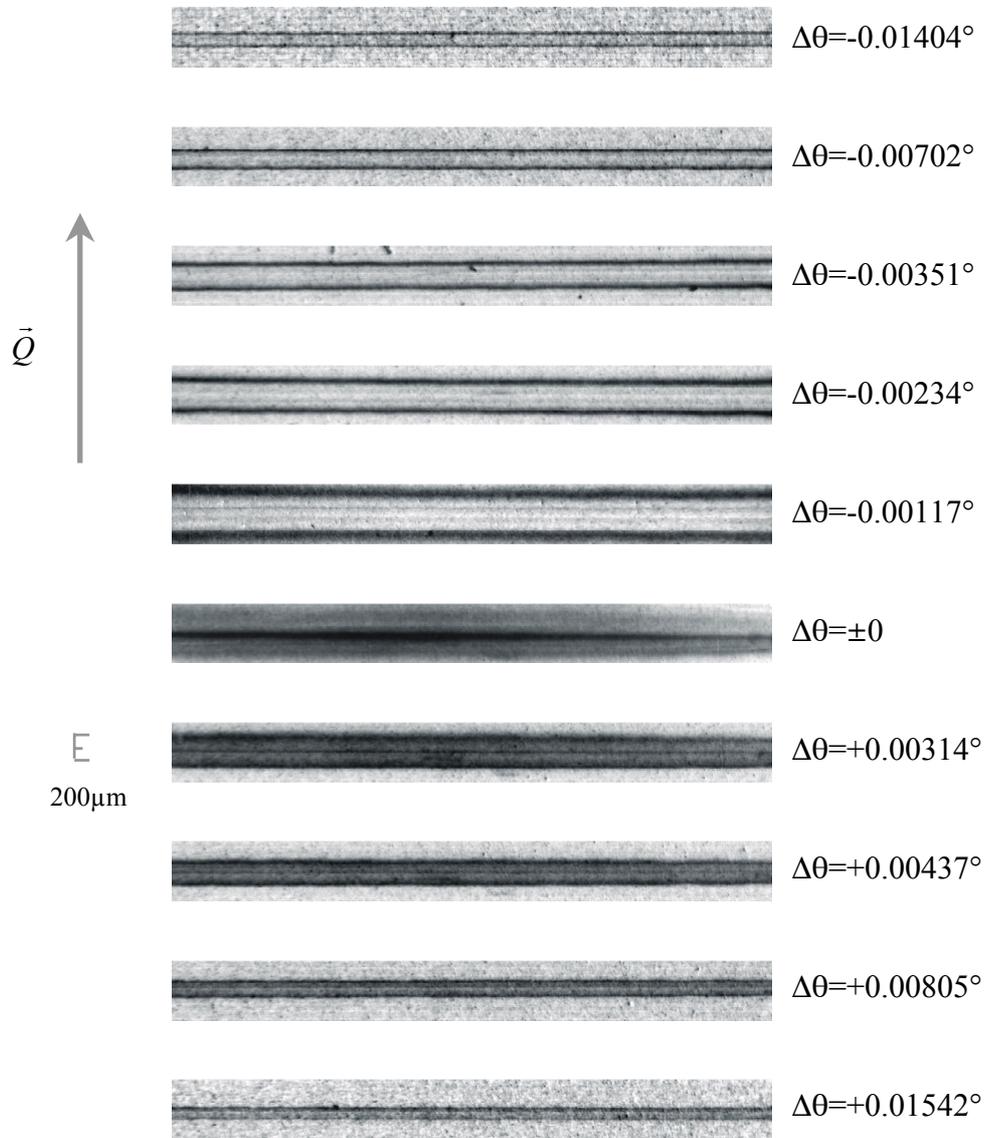


**Abb. 5.2.7:** Hochauflösendes Röntgendiffraktogramm mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse und Verstimmung von  $\Delta\theta = +0,00314^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes. Dieses Diffraktogramm ist äquivalent zum Planwellentopogramm in Abb. 5.2.4.

Offensichtlich ist die Winkeldifferenz einer eventuellen Reflexaufspaltung mindestens eine Größenordnung geringer als die berechneten  $0,07^\circ$ . Bei den Topogrammen kann somit in guter Näherung von einer Punkt-zu-Punkt-Abbildung ausgegangen werden.

### 5.2.5. Variation der Anregungspunkte

Wird die Position des Anregungspunktes auf der Reflexionskurve variiert, ergeben sich folgende Bilder für einen einzelnen Wellenleiter:



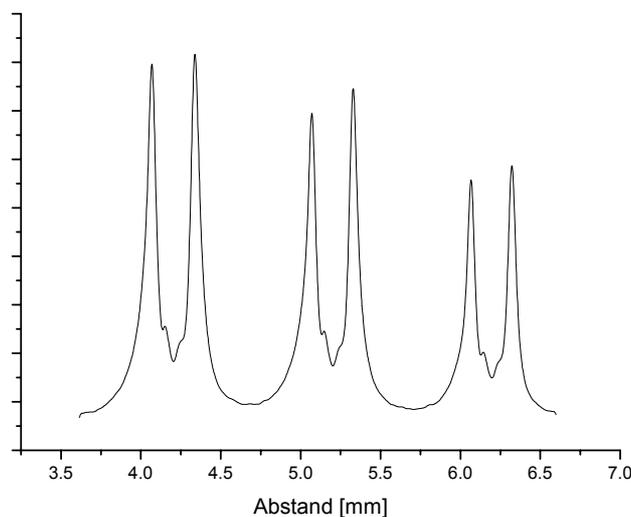
**Abb. 5.2.8:** Zusammenstellung der Planwellentopogramme mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse der Probe X004

Bei der Betrachtung wird zunächst klar, dass mit wachsender Verstimmung, die Kontraste immer enger beieinander liegen. Im Bild der Punkt-zu-Punkt-Abbildung ist dieses Verhalten anschaulich klar. Größere Verstimmungen des Bragg-Winkels bedeuten größere effektive Fehlorientierungen. Diese treten vorzugsweise in der Nähe der sie verursachenden Störung auf.

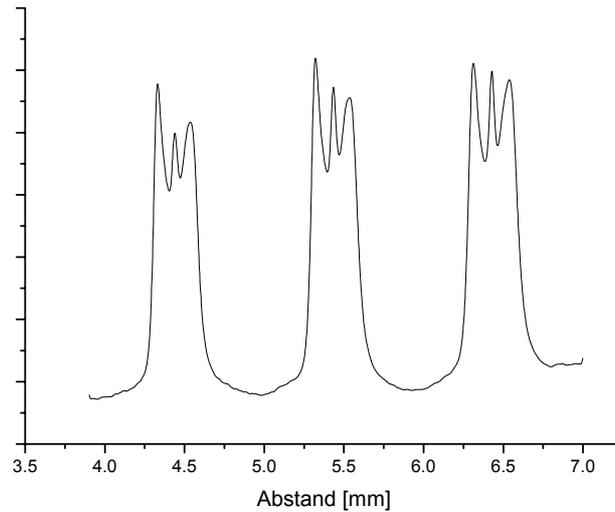
Deutlich wird außerdem, dass die Existenz des Mittelkontrastes tatsächlich vom Vorzeichen des Anregungsfehlers abhängig ist.

### 5.2.6. Densiometrie

Um das Verhalten der Kontraste in Abhängigkeit vom Anregungspunkt quantitativ untersuchen zu können, wurden die Topogramme densimetrisch ausgewertet. Dazu wurden die Schwärzungswerte des Topogramms längs der Richtung des Wellenleiters über dessen Gesamtlänge integriert. Die erhaltenen Werte wurden über der Koordinate senkrecht zur Integrationsrichtung aufgetragen.

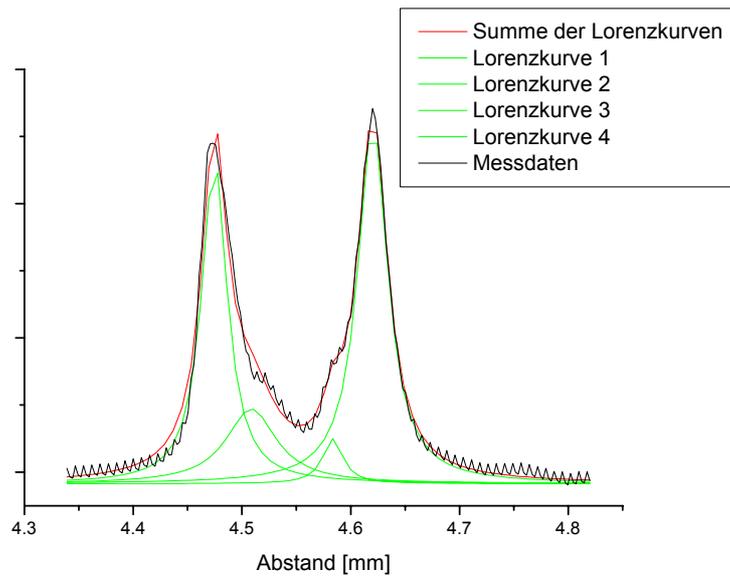


**Abb. 5.2.9:** Densimetrieurve eines Planwellentopogramms mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse der Probe X004 bei einer Verstimmung von  $\Delta\theta = -0,00234^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes. Der Maßstab der Ordinate ist willkürlich.

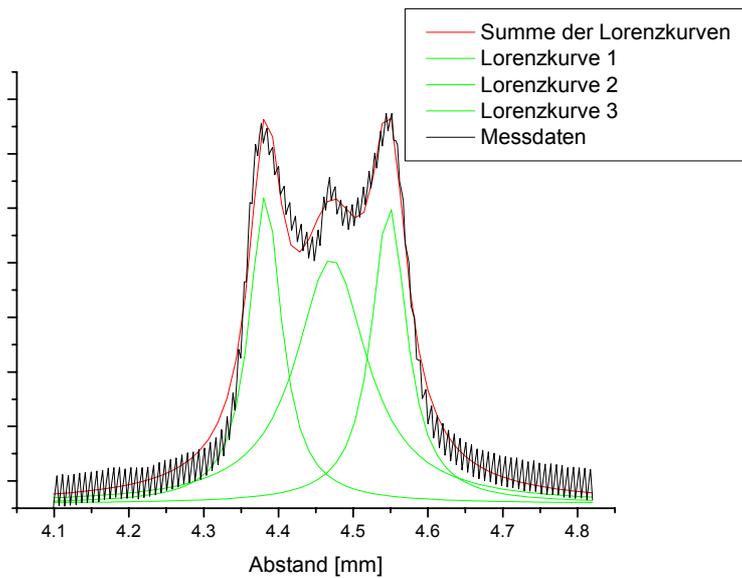


**Abb. 5.2.10:** Densitometrieurve eines Planwellentopogramms mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse der Probe X004 bei einer Verstimmung von  $\Delta\theta=+0,00314^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes. Der Maßstab der Ordinate ist willkürlich.

Um den Abstand der jeweils äußeren Kontraste voneinander zu bestimmen, wurden die Densitometrieurven angefitet. Als hierzu empirisch am besten geeignet erschienen Lorenzkurven. Es wurden pro Wellenleiter jeweils drei bzw. vier Lorenzkurven für den Fit genutzt. Experimentell wurde die Oberflächennormale des Filmes parallel zur abgebeugten Strahlung eingestellt. Der Weg der Strahlung durch die Filmemulsion war damit minimal, was dem Maximieren des Ortsauflösungsvermögens entspricht. Bei der Auswertung der Topogramme musste deshalb, insbesondere für den Fall des Beugungsvektors senkrecht zur Wellenleiterachse, eine geometrische Entzerrung durchgeführt werden.



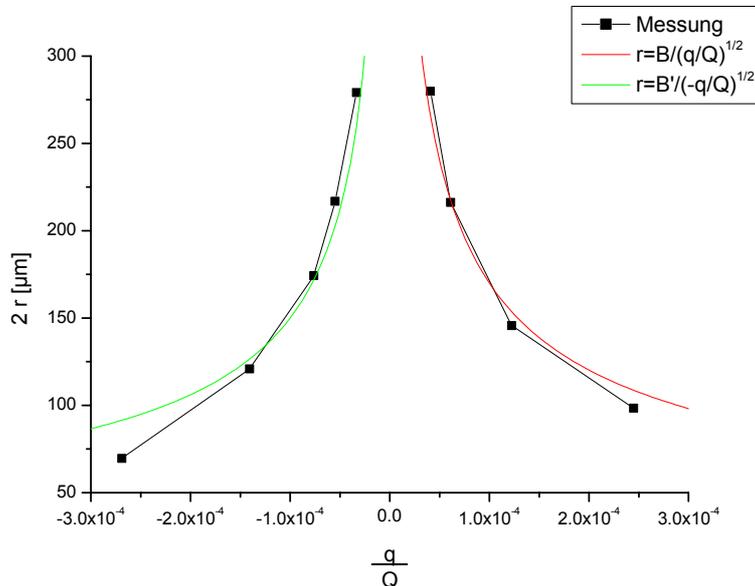
**Abb. 5.2.11:** Die Densitometrieurve in Abb. 5.2.9 wurde mittels vier Lorenzkurven *gefittet*. Der Maßstab der Ordinate ist weiterhin willkürlich.



**Abb. 5.2.12:** Die Densitometrieurve in Abb. 5.2.10 wurde mittels drei Lorenzkurven *gefittet*. Der Maßstab der Ordinate ist weiterhin willkürlich.

### 5.2.7. Vergleich mit den Vorüberlegungen

Trägt man den Abstand der äußeren Linien gegen  $\frac{q_x}{Q}$  auf, so ergibt sich folgendes Bild:



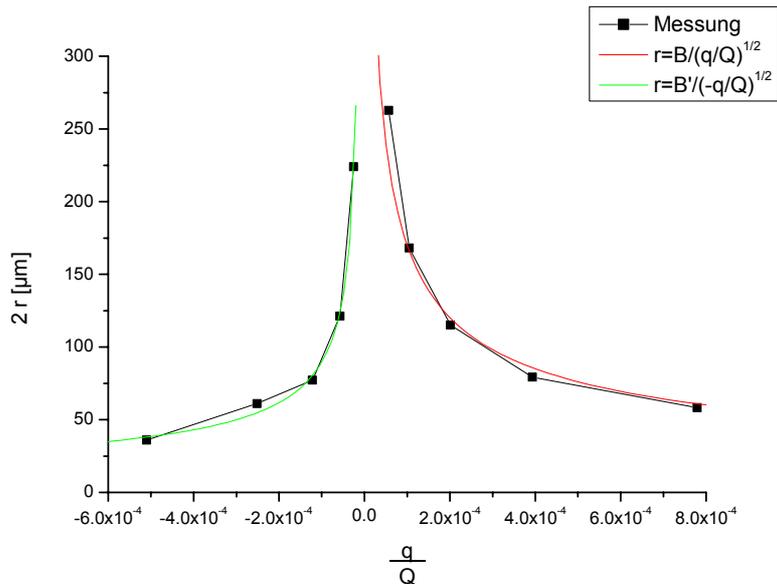
**Abb. 5.2.13:** Der Abstand der jeweils äußeren Linien wurde für alle Planwellentopogramme mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse der Probe X004 aufgetragen. Als Abszisse dient der normierte Beugungsvektor.

Wie zu erwarten war, konvergieren die Linienabstände für  $\frac{q_x}{Q} \rightarrow 0$  gegen unendlich. Der aus dem oben beschriebenen Modell II folgende Zusammenhang

$$r \sim \frac{1}{\sqrt{\frac{q_x}{Q}}} \quad (5.2.1)$$

ist gut erfüllt. Für die im Diagramm eingefügten Kurven gilt sogar  $B \approx B'$ . Es sei hier noch einmal auf die für das Modell II geltenden Idealisierungen hingewiesen:

- kugelförmige Einzeldefekte
- identische Einzeldefekte
- äquidistante Anordnung auf einer Linie
- isotropes Medium



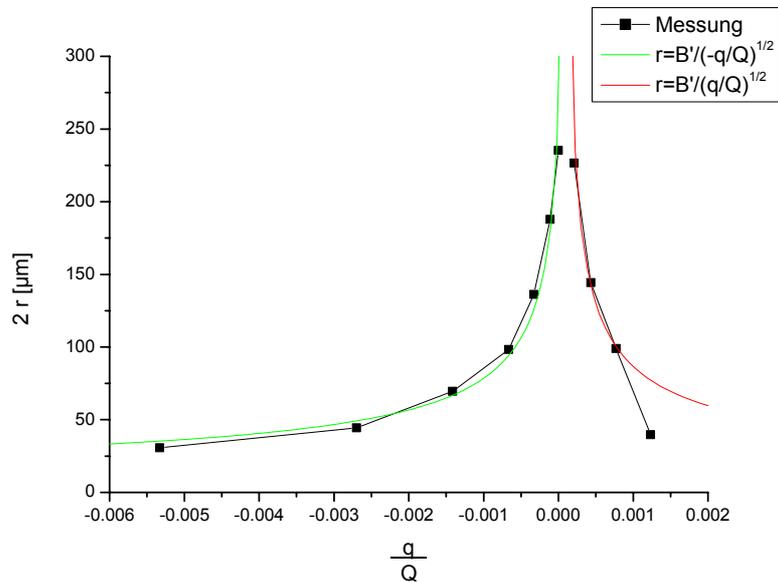
**Abb. 5.2.14:** Der Abstand der jeweils äußeren Linien wurde für alle Planwellentopogramme mit Beugungsvektor senkrecht zur Wellenleiterachse der Probe Z010 aufgetragen. Als Abszisse dient der normierte Beugungsvektor.

Auch hier ist der Zusammenhang

$$r \sim \frac{1}{\sqrt{\frac{q_x}{Q}}} \quad (5.2.1)$$

sehr gut erfüllt. Für die Vorfaktoren  $B$  und  $B'$  gilt aber  $B \approx 2 B'$ . Verständlich wird dieses Verhalten, wenn man sich die kristallographische Orientierung der Proben vor Augen führt. Bei der Probe X004 liegt die Wellenleiterachse parallel zur kristallographischen  $[00.1]$ -Richtung. Maßgeblich für die Topographie sind somit die Terme des Deformationstensors in der  $(00.1)$ -Ebene. In dieser Ebene sind die elastischen Konstanten des Quarzes tatsächlich isotrop. Für die Probe Z010 ist dies nicht der Fall. Hier liegt der Wellenleiter parallel zur  $[10.0]$ -Richtung. Die  $(10.0)$ -Ebene stellt die Ebene maximaler Anisotropie bezüglich der elastischen Konstanten im Quarz dar. Von den Idealisierungen des Modells II ist hier also zumindest die Annahme der Isotropie nicht haltbar.

Dreht man die Probe, so dass Beugungsvektor und Wellenleiterachse parallel sind, ergibt sich folgendes Bild:



**Abb. 5.2.15:** Der Abstand der jeweils äußeren Linien wurde für alle Planwellentopogramme mit Beugungsvektor parallel zur Wellenleiterachse der Probe X004 aufgetragen. Als Abszisse dient der normierte Beugungsvektor.

Beim Vergleich mit den Messungen für  $\vec{Q} \perp \vec{e}_z$  fällt auf, dass die Linienabstände bei  $\vec{Q} \perp \vec{e}_z$  und  $\vec{Q} \parallel \vec{e}_z$  in der gleichen Größenordnung liegen.

Für das Modell II gilt aber:

$$\vec{q} = \left\{ C \sin\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) \vec{e}_r + D \cos\left(\frac{2\pi z}{\Delta z}\right) \vec{e}_z \right\} \text{ für } \vec{Q} \parallel \vec{e}_z \text{ mit} \quad (3.2.19)$$

$$D(r, \Delta z) = \frac{8\pi}{r \Delta z^2} \int_0^\infty \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(2\pi a \frac{r}{\Delta z}\right) da$$

$$C(r, \Delta z) = \frac{\partial}{\partial r} \left\{ \frac{4}{r \Delta z} \int_0^\infty \frac{a}{(a^2 + 1)^{3/2}} \sin\left(2\pi a \frac{r}{\Delta z}\right) da \right\}$$

Wie bereits beschrieben ist die Abhängigkeit der Funktion  $D(r, \Delta z)$  von  $r$  exponentiell. Damit hängt auch  $C(r, \Delta z)$  exponentiell von  $r$  ab.

Offensichtlich stehen diese Überlegungen im Widerspruch zum Experiment. Auch die Annahme, die Deformationen seien so groß, dass sich eine Einzeldefektnäherung anwenden ließe, führt zum Widerspruch. Für die Einzeldefektnäherung gilt ja unabhängig von der Richtung des Beugungsvektors (Gleichungen 3.2.23 und 3.2.24):

$$q \sim \frac{1}{r^3} \quad (5.2.2)$$

Das Verhalten ähnelt qualitativ dem Fall  $\vec{Q} \perp \vec{e}_z$  für das Modell II (Gleichung 3.2.16), bei dem gilt:

$$q \sim \frac{1}{r^2} \quad (5.2.3)$$

Folgt man dieser Analogie, so lässt sich die Vermutung formulieren, dass die Einzeldefekte eine starke Streuung um die Wellenleiterachse aufweisen. Vorstellbar wäre, dass sich die Einzeldefekte zu kurzen Linien zusammenballen, die einen gewissen Winkel zur  $z$ -Achse aufweisen. In diesem Fall würde das Gesamtgebilde sowohl für  $\vec{Q} \perp \vec{e}_z$ , als auch für  $\vec{Q} \parallel \vec{e}_z$  ein Verhalten, wie die Modelle I und II für  $\vec{Q} \perp \vec{e}_z$  zeigen.

Insgesamt lässt sich aus den topographischen Messungen schlussfolgern, dass das Modell I eine zu starke Idealisierung darstellt. Durch die experimentellen Ergebnisse kann dieses Modell als widerlegt gelten. Auch das Modell II beschreibt die Resultate nur unzureichend. Das Modell III lässt keine analytische Lösung, sondern nur statistische Aussagen zu.

Die gemessenen halben Linienabstände und damit die Positionen der charakterisierten Volumenelemente reichen bis etwa  $15\mu\text{m}$  an den Kern heran (Abb. 5.2.13, 5.2.14 und 5.2.15). Dies kommt den Bereichen, in denen die Wellenleitung stattfindet schon recht nahe, deckt diese aber noch nicht ab.

Mittels der Röntgendiffraktometrie lässt sich sehr gut die unmittelbare Umgebung des Kernes charakterisieren (siehe Abschnitt 4.2.2.). Die optisch relevanten Gebiete liegen allerdings unmittelbar zwischen den beschriebenen Bereichen. Durch diese beidseitige Eingrenzung bietet es sich an, den Zwischenraum durch eine Simulation abzudecken.

## 6. Simulation

### 6.1. Finite-Elemente-Methode

Nach [Jung 2001] fand die erste Anwendung einer Finite-Elemente-Methode (FEM) 1941 durch Hrennikoff statt. Für die allgemeine Kontinuumsmechanik wurde das Verfahren 1956 durch Turner, Clough, Martin und Topp [Turner 1956] vorgestellt. Der Begriff des finiten Elementes wurde 1960 von Prof. Clough (Berkeley) eingeführt. Klassische Einsatzbereiche der FEM sind mechanische Belastungssimulationen beispielsweise im Automobilbau. Inzwischen sind FEM-Rechnungen zu einem Standardwerkzeug für die Untersuchung komplizierter Vorgänge in den Naturwissenschaften geworden.

Das Verhalten eines Körpers beispielsweise unter mechanischer Beanspruchung wird im Allgemeinen durch Differenzialgleichungen beschrieben. Für einfache Geometrien ist es möglich, diese Gleichungen analytisch zu lösen und so zu sogenannten exakten Lösungen zu kommen. Exakt bedeutet hierbei lediglich, dass die Lösung unter den gegebenen Randbedingungen vollständig der Theorie entspricht.

Ab einer gewissen Kompliziertheit der Strukturen ist es nicht mehr möglich, exakte Lösungen zu erhalten. Hier bietet es sich an, numerische Methoden anzuwenden. Klassische numerische Methoden versuchen mittels einer geeigneten Ansatzfunktion für die gesamte Struktur die Differenzialgleichungen zu lösen. Die Finite-Elemente-Methode benutzt im Gegensatz dazu Ansatzfunktionen, die sich nur über Teilbereiche (Elemente) der Struktur erstrecken.

Das Vorgehen dabei lässt sich grob in drei Schritte unterteilen [Schlüter 1999]:

1. Das vorliegende zu untersuchende Gebiet  $G$  wird in kleine Teilgebiete unterteilt. Diese Teilgebiete nennt man Finite Elemente. Sie können bei zweidimensionalen Gebieten Dreiecke oder Vierecke sein. Je feiner die Unterteilung (Diskretisierung) von  $G$  ist, desto genauer ist theoretisch das Ergebnis.
2. In jedem der Teilgebiete werden Ansatzfunktionen gewählt, die die gesuchte Funktion so gut wie möglich approximieren sollen. Für eindimensionale Probleme kommen Polynome ersten, zweiten und dritten Grades in Frage. Die Erhöhung des Grades der Ansatzfunktion ist die zweite Möglichkeit zur Verbesserung des Ergebnisses und hat z. B. den Vorteil, dass die Diskretisierung von  $G$  nicht mehr geändert werden muss.
3. Die Ansatzfunktionen werden in das vorliegende Extremalprinzip eingesetzt und man erhält ein lineares Gleichungssystem zur Berechnung der unbekanntenen Größen.

Bei mechanischen Problemen wird im Allgemeinen der Verschiebungsvektor  $\vec{u}(x_1, x_2, x_3)$  gesucht. Für diesen Verschiebungsvektor wird nun ein Ritz-Ansatz [Ritz 1909] aus bekannten Funktionen  $\varphi_n$  und dazugehörigen unbekanntenen Koeffizienten (Knotenverformungen)  $a_n$  verwendet.

$$\vec{u}(x_1, x_2, x_3) \approx \vec{u}'(x_1, x_2, x_3) = \sum_{n=1}^N a_n \vec{\varphi}_n(x_1, x_2, x_3) = \vec{\Phi} \vec{a} \quad (6.1.1)$$

Das System der Ansatzfunktionen  $\vec{\Phi}$  besteht aus sogenannten Formfunktionen, die die Knotenverschiebungen interpolieren. Die Auswahl der Ansatzfunktionen erfolgt in der Praxis mit der Wahl des Elementes, mit dem die Diskretisierung durchgeführt wird.

Als Koeffizienten für die Ansatzfunktion werden mechanisch deutbare Größen genutzt, für die vorausgesetzt wird, dass sie an den Berührungsstellen der Elemente (den Knoten) stetig sind.

In der Praxis wird mit der Auswahl eines Elementtyps die Art und Anzahl der Ansatzfunktionen vorgegeben.

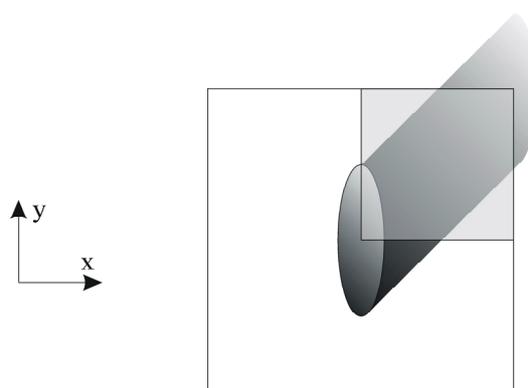
## 6.2. Diskussion des verwendeten Finite-Elemente-Modells

### 6.2.1. Reduktion auf ein ebenes Problem

Durch die röntgendiffraktometrischen Messungen konnte bewiesen werden, dass das Deformationsfeld bis an die Oberfläche des Kernes heran elastisch ist. Es ist somit sinnvoll, bei der Simulation des gesamten deformierten Bereiches ein rein elastisches Modell zu verwenden.

Zunächst stellt sich für die Simulation die Frage nach dem zu verwendenden Modell. Es sollen hier quantitative Aussagen über das die Wellenleitung ermöglichende Deformationsfeld errechnet werden. Es erscheint somit sinnvoll, die Strukturänderungen in  $z$ -Richtung analog zur optischen Betrachtung als effektives Medium zu behandeln. Das Modell I, bei dem der zerstörte Bereich als unendlich ausgedehnter Schlauch betrachtet wird, scheint geeignet zu sein.

In einem isotropen Medium vereinfacht sich das Modell I sofort zu einem ebenen Problem in der  $x$ - $y$ -Ebene. In diesem Fall ist der Ansatz eines ebenen Deformationszustandes gerechtfertigt. Es genügt sogar, die Simulation nur für einen Quadranten dieser Ebene durchzuführen. Wird für den Schlauch ein elliptischer Querschnitt angesetzt, so ist anschaulich klar, dass die Achsen der Ellipse Symmetrieebenen darstellen. Da sich leicht Randbedingungen für solche Symmetrieelemente angeben lassen, eignen sich diese Achsen gut als Begrenzung des zu berechnenden Quadranten.



**Abb. 6.2.1:** Bei der Annahme von Modell I (vergl. Abb. 3.1.2) lässt sich die Simulation auf ein ebenes Problem in der  $x$ - $y$ -Ebene reduzieren. Im Falle von isotropem Material genügt für die Simulation aus Symmetriegründen ein Quadrant dieser Ebene.

Der Ansatz des ebenen Deformationszustandes bedeutet, dass alle Deformationskomponenten in  $z$ -Richtung verschwinden. Dies steht offensichtlich im Widerspruch zu den experimentellen Ergebnissen. Laut der topographischen Messungen liegen die effektiven Fehlorientierungen in Richtung der Wellenleiterachse und senkrecht zu ihr in der gleichen Größenordnung. Offensichtlich ist das Material in der Lage, auch in  $z$ -Richtung die auftretenden Spannungen abzubauen und in Deformation umzusetzen. Demnach eignet sich für die Idealisierung des vorliegenden Problems der ebene Spannungszustand gut. Ebener Spannungszustand bedeutet, dass alle Spannungskomponenten, die nicht in der  $x$ - $y$ -Ebene liegen, verschwinden.

Das Basismaterial für die hier zu betrachtenden Proben ist  $\alpha$ -Quarz. Die  $\alpha$ -Phase von Quarz hat eine trigonale Struktur. Die Annahme der Isotropie ist hier nicht mehr sinnvoll.

Auch im anisotropen Fall ist es aber nicht immer notwendig, auf die Vereinfachungen als ebenes Problem zu verzichten. Die oben beschriebene Struktur hat eine zweizählige Symmetrie. Wenn das umgebende und das eingeschlossene Material jeweils auch eine geradzählige Symmetrie aufweisen, deren Symmetrieachsen mit den Achsen der Ellipse zusammenfallen, so genügt weiterhin sogar die Berechnung in dem oben beschriebenen Quadranten.

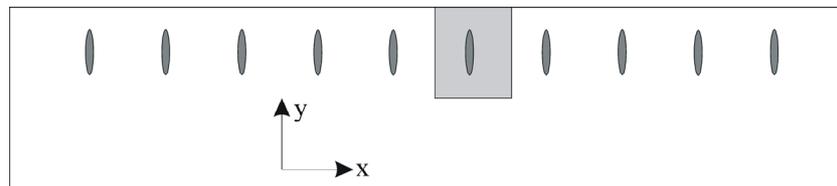
Aufgrund der Dreizähligkeit der Struktur des  $\alpha$ -Quarzes ist die Reduktion des dreidimensionalen auf ein zweidimensionales Problem aber nicht mehr streng gerechtfertigt.

Mit der für die vorliegende Arbeit verfügbaren Lizenz von ANSYS ist es nicht möglich, eine beliebige Anzahl von Knotenpunkten zu berechnen. Die Grenze für diese Lizenz liegt bei 128000 Knoten. Diese Restriktion stellte durchaus eine Einschränkung für die Simulation des vorliegenden Problems dar. Auf eine dreidimensionale Modellierung, wie sie aufgrund der Anisotropie notwendig erscheint, musste verzichtet werden. Statt dessen wurde die oben beschriebene Ebene zweidimensional betrachtet.

## 6.2.2. Modellierung

Ziel der Modellierung war zunächst, in dem Bereich, der zum Kontrast auf dem Topogramm beiträgt, eine möglichst genaue Simulation durchzuführen. Genau bedeutet hierbei, dass der Knotenabstand maximal bei der erreichbaren Ortsauflösung des für die Topographie verwendeten Filmmaterials liegt. Die Kontraste auf den Transmissions-Topogrammen liegen in einem Bereich von bis zu  $300\mu\text{m}$  Breite. Das Ortsauflösungsvermögen des Filmmaterials beträgt einige Mikrometer.

Weiterhin sollte der Bereich, der für die Wellenleitung interessant ist, mit einer Ortsauflösung im Mikrometerbereich erfasst werden. Die Größe dieses Bereiches liegt bei ca.  $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ .



**Abb. 6.2.2:** Prinzipdarstellung des Querschnittes einer Probe:  
Der Kristall hat eine Dicke von 2mm. Um möglichst realistische Randbedingungen vorgeben zu können wurde die Simulation für eine Fläche von  $1\text{mm} \times 1\text{mm}$  durchgeführt.

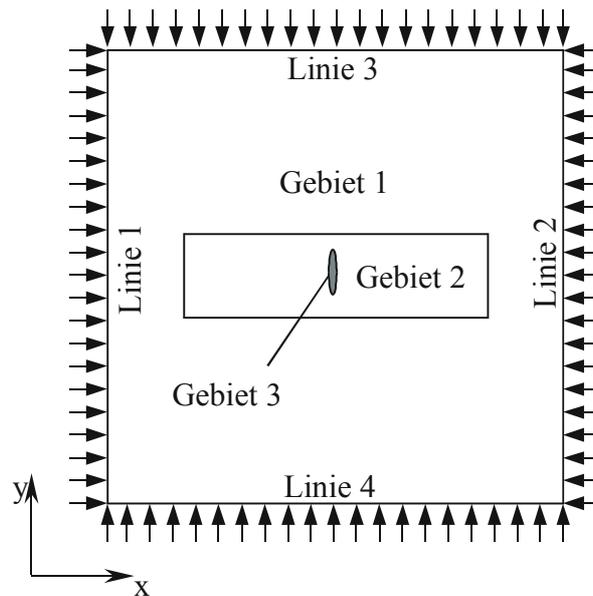
Die Randbedingungen und die Größe des zu simulierenden Bereiches sollten so gewählt werden, dass die Wechselwirkung mit der Umgebung möglichst gering ist.

Wie eingangs erwähnt, handelte es sich bei den verfügbaren Proben um Quarz-Platten mit einer Dicke von 2mm. Die eingeschriebenen Wellenleiter befanden sich in einer Tiefe von ca. 0,5mm. Sie hatten einen Abstand von 1mm.

Die obigen Forderungen wurden folgendermaßen erfüllt: die Modellierung erstreckte sich auf einen Bereich von  $1\text{mm} \times 1\text{mm}$  (Gebiet 1). Einzige Randbedingungen:

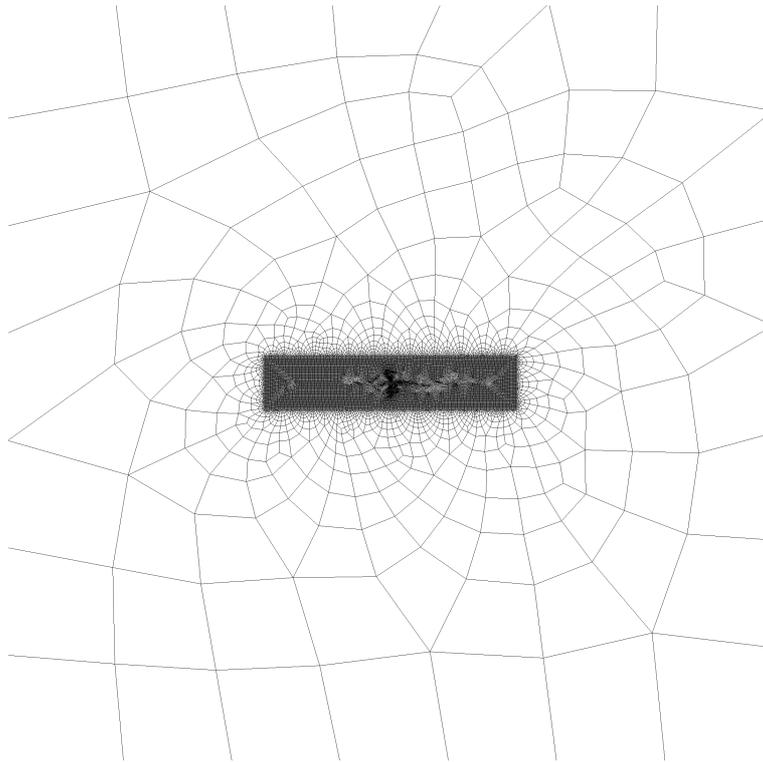
- Die Knoten auf den Linien 1 und 2 dürfen sich nicht in  $y$ -Richtung verschieben
- Die Knoten auf den Linien 3 und 4 dürfen sich nicht in  $x$ -Richtung verschieben

Die Knotendichte in diesem großen Gebiet ist relativ gering. Auf den äußeren Begrenzungslinien liegen jeweils nur sechs Knoten. Dies entspricht einem Abstand von  $143\mu\text{m}$ .



**Abb. 6.2.3:** Bezeichnungen der Gebiete und Linien innerhalb des Simulationsgebietes (vergl. Abb. 6.2.2)

Eingebettet in das Gebiet 1 ist das Gebiet 2. In diesem Bereich ist die Knotendichte wesentlich höher. Auf den Begrenzungslinien befinden sich Knoten im Abstand von jeweils  $2\mu\text{m}$ . Das Gebiet 2 hat eine Größe von  $660\mu\text{m} \times 140\mu\text{m}$ . Die ungewöhnlichen Längen ergeben sich aus dem Versuch, trotz der Begrenzung der Knotenzahl, ein möglichst großes Gebiet mit der relativ hohen Genauigkeit zu untersuchen. Außer dem stetigen Übergang aller Parameter zwischen den Gebieten 1 und 2 gelten für die Knoten auf den äußeren Begrenzungslinien von Gebiet 2 keine Randbedingungen.



**Abb. 6.2.4:** Darstellung des Elementnetzes des gesamten Simulationsgebietes

Wiederum in das Gebiet 2 eingebettet ist das Gebiet 3. Es stellt den durch Laserbeschuss zerstörten Kern des Wellenleiters dar. Auf den Begrenzungslinien seiner elliptischen Fläche liegen 15 Knoten in unregelmäßigem Abstand. Dem Programm ANSYS wurde hier nur die Anzahl vorgegeben. Die Positionen wurden durch die Software selbst optimiert, um in den Bereichen mit hohen Spannungsgradienten möglichst viele Knoten zur Verfügung zu haben. Die großen Halbachsen der elliptischen Begrenzungslinie haben die Längen  $1,2\mu\text{m}$  und  $7,2\mu\text{m}$ , was einem Aspektverhältnis von 1:6 entspricht.

Für die Gebiete 1 und 2 wurden die gleichen elastischen Konstanten angegeben. Es handelt sich dabei um die Steifigkeitsmatrix für  $\alpha$ -Quarz im jeweiligen Kristallschnitt.

Für den Fall, dass  $x \parallel [11.0]$ ,  $y \parallel [10.0]$  und  $z \parallel [00.1]$  gilt, besitzt  $\alpha$ -Quarz nach [Landolt-Börnstein 1979] folgende Elastizitätsmatrix:

$$C = \begin{pmatrix} 86,60 & 6,70 & 12,60 & -17,80 & 0 & 0 \\ 6,70 & 86,60 & 12,60 & 17,80 & 0 & 0 \\ 12,60 & 12,60 & 106,10 & 0 & 0 & 0 \\ -17,80 & 17,80 & 0 & 57,80 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 57,80 & -17,80 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -17,80 & 39,95 \end{pmatrix} \text{ GPa}$$

Für andere Lagen des Koordinatensystems lässt sich diese Matrix entsprechend umformen.

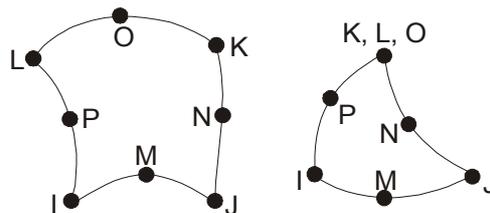
Das Gebiet 3 wurde als isotrop angesetzt. Hierfür wurden die Materialkonstanten von Silikatglas verwendet. Silikatglas hat nach [Newport 2002] einen E-Modul von 73 GPa.

Die Dichte von  $\alpha$ -Quarz und von Silikatglas beträgt  $2,6 \frac{g}{cm^3}$  bzw.  $2,2 \frac{g}{cm^3}$ . [Newport 2002]

Dies entspricht einem Dichteverhältnis von 1,18. Eine Umwandlung von  $\alpha$ -Quarz in Silikatglas entspricht dem nach einer Ausdehnung von 1,055 in jede Raumrichtung.

Die Differenz 0,055 wurde bei der Modellierung als Differenz der lineareren Ausdehnungskoeffizienten zwischen dem Material von Gebiet 3 und dem Material der Gebiete 1 und 2 angesetzt. Bei der Simulation wurde dann die Temperatur vom fiktiven Wert 0 auf den Wert 1 erhöht.

Wie oben beschrieben ist die Wahl des Element-Typs sehr entscheidend für die Simulation. Für das vorgegebene Problem wurde das Element *PLANE 183* gewählt. Es handelt sich um ein zweidimensionales Element mit acht Knoten. Die Formfunktion für dieses Element ist quadratisch.



**Abb. 6.2.5:** Prinzipdarstellung eines Elementes vom Typ *PLANE 183*: Die acht Knotenpunkte sind mit den Buchstaben I bis P bezeichnet.

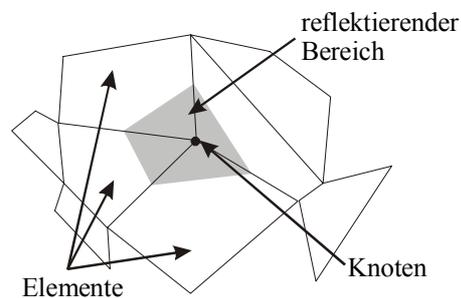
Jeder Knoten kann sich in  $x$ - und  $y$ -Richtung bewegen. Das Element eignet sich für irreguläre Knoten-Netze und kann sowohl viereckige als auch dreieckige Gestalt haben. Für jeden Knoten können u.a. folgende Größen ausgegeben werden:  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$ ,  $\epsilon_{zz}$ ,  $\epsilon_{xy}$ ,  $\epsilon_{xz}$ ,  $\epsilon_{yz}$ ,  $\sigma_{xx}$ ,  $\sigma_{yy}$ ,  $\sigma_{zz}$ ,  $\sigma_{xy}$ ,  $\sigma_{xz}$ ,  $\sigma_{yz}$ . Aufgrund des Ansatzes eines ebenen Spannungszustandes verschwinden folgende Komponenten:  $\epsilon_{xz}$ ,  $\epsilon_{yz}$ ,  $\sigma_{xz}$ ,  $\sigma_{yz}$ ,  $\sigma_{zz}$ .

## 6.3. Ergebnisse der Simulation

### 6.3.1. Anpassung an die Messgeometrie

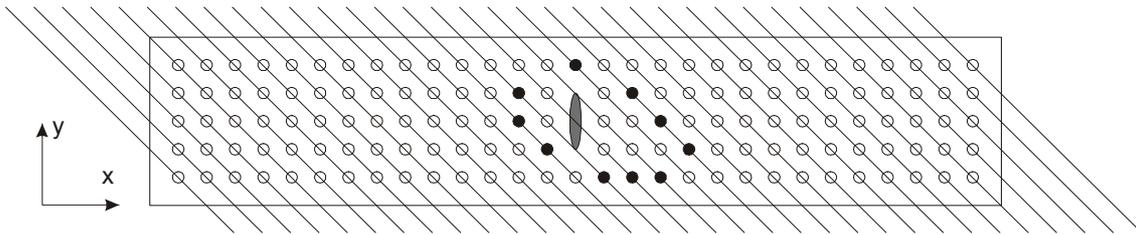
Um weitere Berechnungen mit den FEM-Ergebnissen anstellen zu können, wurden für jeden Knoten die  $x$ - und  $y$ -Koordinate und die drei berechneten Komponenten des Deformationstensors ( $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$ ,  $\epsilon_{xy}$ ) ausgelesen. Zur weiteren Verarbeitung wurden nur die Daten aus dem Gebiet 2 genutzt.

Es sollten die Knotenpunkte gezählt werden, die für den entsprechenden Einstrahlwinkel reflexionsfähig sind. Tatsächlich trägt zur Reflexion das Gebiet um den Knoten herum bei. Bei genügend feiner Vernetzung, unterscheidet sich der Deformationstensor eines Knotens von dem eines benachbarten Knotens nur "wenig". Wenig bedeutet hierbei, dass die Änderungen im Reflexionsverhalten zwischen benachbarten Knoten im Experiment nicht auflösbar sind. In diesem Fall ist es sinnvoll, den reflektierenden Bereich analog einer Wigner-Seitz-Zelle im Kristall zu begrenzen.



**Abb. 6.3.1:** Da im folgenden die Simulationsergebnisse an den Knotenpunkten ausgewertet werden, ist es notwendig, diesen Punkten ein Volumen zuzuordnen. Dies erfolgt analog zu einer Wigner-Seitz-Zelle.

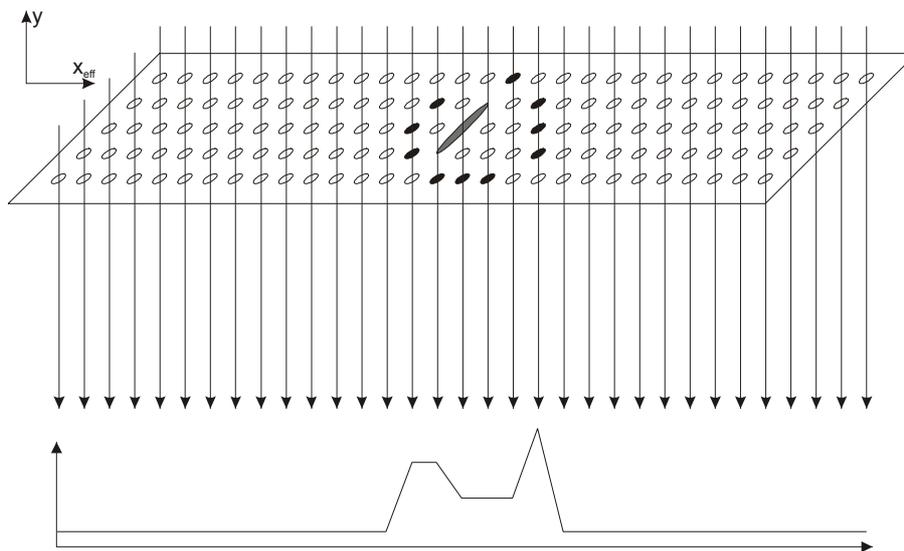
Diese Zählung sollte entlang der reflektierten Strahlen erfolgen. So ist die Anzahl der Knoten auf dieser Linie ein Maß für die Schwärzung des Filmes.



**Abb. 6.3.2:** Prinzipdarstellung der topographischen Messung bezogen auf das Gebiet 2: Dargestellt sind die äquidistanten Knotenpunkte und schwarz eingefärbt, die reflexionsfähigen Elemente. Die Linien stellen die Richtung der reflektierten Strahlung dar.

Aus rechnerischen Gründen ist es vorteilhaft, das Koordinatensystem für die Ergebnisse zu verzerren, um die Knotenpunkte jeweils entlang von Geraden, die parallel zur Ordinate liegen, zu zählen.

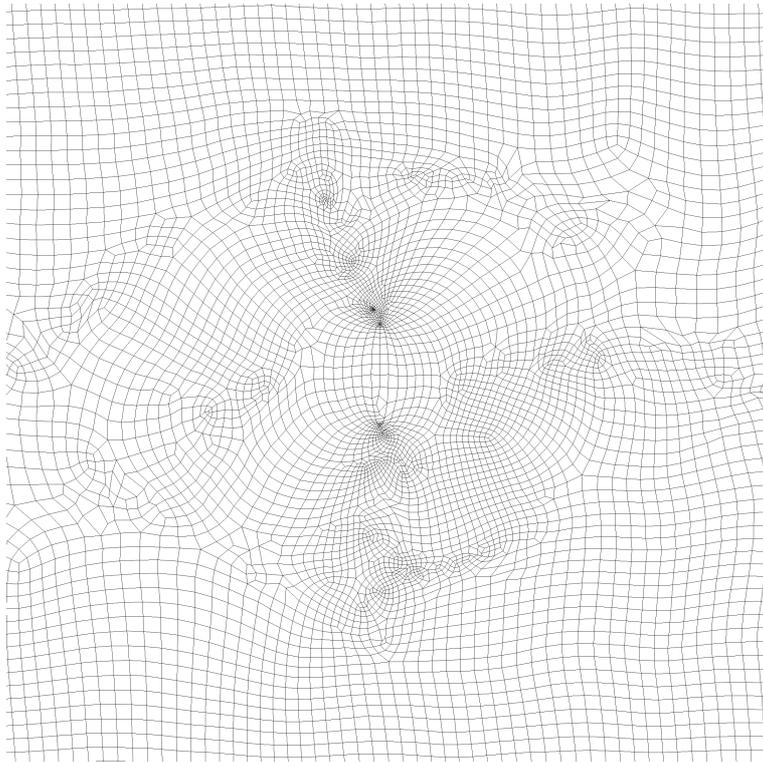
Die Verzerrung erfolgt um den Winkel, der dem Austrittswinkel der reflektierten Strahlung aus dem Kristall entspricht. Die Knoten erhalten somit eine neue  $x$ -Koordinate, die hier  $x_{eff}$  genannt wird. Für die Zählung der reflexionsfähigen Bereiche entlang der reflektierten Strahlen genügt es nun, die Bereiche mit gleichem  $x_{eff}$  zu betrachten.



**Abb. 6.3.3:** Berechnung der Intensitätsverteilung für die topographischen Messungen: Oben: Das Koordinatensystem wird entsprechend des Reflexionswinkels verzerrt. Unten: Intensitätsverteilung im reflektierten Strahl

### 6.3.2. Gridding

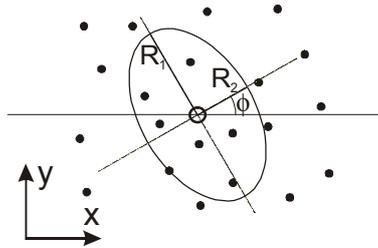
Als Problem hierbei stellte sich die Fluktuation der Knotendichte im Gebiet 2 heraus. Im Ergebnis der selbständigen Optimierung des Elementnetzes durch ANSYS entstehen um die kleinen Radien des Gebietes 3 herum in großer Zahl sehr kleine Elemente. Die Dichte der Knoten schwankt stark.



**Abb. 6.3.4:** Darstellung des Elementnetzes für das Gebiet 3 und seine Umgebung:  
Die Knotenpunkte sind sehr unregelmäßig verteilt. In der näheren Umgebung des Kernes liegen sie auch wesentlich dichter als in den äußeren Bereichen. Eine reine Zählung der Volumenelemente würde so eine Überbetonung der starken Deformationen um den Kern bedeuten.

Um dies zu kompensieren, wurde das unregelmäßige Netz der Elemente in ein regelmäßiges Netz umgewandelt. Diese Umwandlung wird in der jüngeren Literatur als *Gridding* bezeichnet [Davis 1986]. Es existiert eine große Anzahl etablierter *Gridding*-Methoden. Beispielfhaft seien hier die Shepard-Methode [Franke 1980], die *Kriging*-Methode [Cressie 1990], die Methode der natürlichen Nachbarn [Sibson 1981], die Polynomial-Methode [Draper 1981] und die Triangulation [Lee 1980] genannt.

Für die vorliegenden Daten wurde im Rahmen dieser Arbeit die Methode der lokalen Polynome angewandt. Bei dieser Methode werden die Funktionswerte für die regelmäßigen Netzpunkte durch eine gewichtete Kleinste-Quadrate-Methode gewonnen. Hierbei werden nur Punkte des unregelmäßigen Gitters beachtet, die sich innerhalb eines elliptischen Bereiches um den zu berechnenden Knotenpunkt befinden. Dieses Gebiet wird als Suchellipse bezeichnet.



**Abb. 6.3.5:** Prinzipdarstellung der Suchellipse für das *Gridding*: Die Werte an den Knotenpunkten innerhalb der Suchellipse werden entsprechend ihres Abstandes vom Zentrum gewichtet.

Der Funktionswert für jeden zu bestimmenden Punkt  $(x_0, y_0)$  wird durch ein Polynom dritten Grades berechnet:

$$F(x, y) = a + bx + cy + dxy + ex^2 + fy^2 + gx^2y + hxy^2 + ix^3 + jy^3 \quad (6.3.1)$$

Die Suchellipse wird durch die Parameter  $R_1$ ,  $R_2$  und  $\phi$  charakterisiert. Die Wichtung der Daten innerhalb der Ellipse ist relativ komplex. Man definiert:

$$T_{xx} = \frac{\cos(\phi)}{R_1}, \quad T_{xy} = \frac{\sin(\phi)}{R_1}, \quad T_{yx} = \frac{-\sin(\phi)}{R_2} \quad \text{und} \quad T_{yy} = \frac{\cos(\phi)}{R_2}. \quad (6.3.2)$$

Hieraus ergeben sich:

$$A_{xx} = T_{xx}^2 + T_{yx}^2, \quad A_{xy} = 2(T_{xx}T_{xy} + T_{yx}T_{yy}) \quad \text{und} \quad A_{yy} = T_{yy}^2 + T_{xy}^2, \quad (6.3.3)$$

welche ausschließlich von der Wahl der Suchellipse abhängen und somit für alle Knoten gleich sind. Als Abstände in  $x$ - und  $y$ -Richtung für den Knoten des regulären Netzes bei  $(x_0, y_0)$  zu dem Knoten des Ausgangsnetzes bei  $(x_i, y_i)$  ergeben sich:

$$dx = x_i - x_0 \quad dy = y_i - y_0$$

Hieraus ergibt sich eine gewichtete Entfernung zwischen den beiden Knoten von:

$$R_i = \sqrt{A_{xx}dx^2 + A_{xy}dxdy + A_{yy}dy^2} \quad (6.3.4)$$

Die noch einmal durch die Potenz  $p$ , für welche hier der Wert 2 gewählt wurde, modifiziert wird:

$$W_i = (1 - R_i)^p \quad (6.3.5)$$

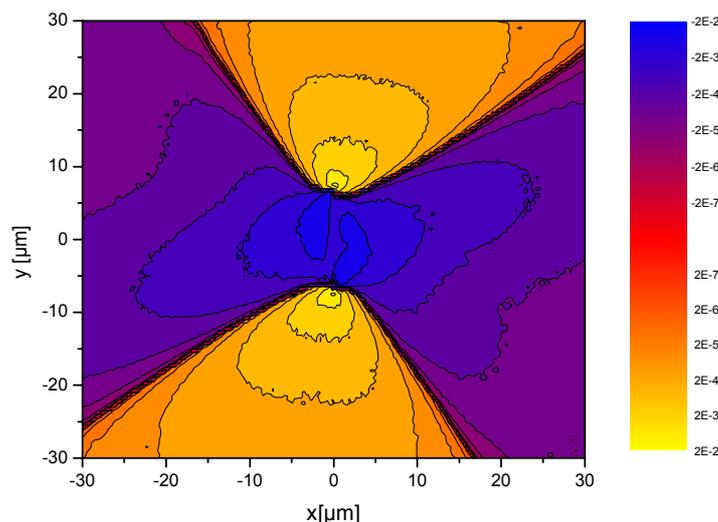
Die Berechnung des Funktionswertes  $f$  für den Knoten bei  $(x_0, y_0)$  erfolgt durch Minimierung des folgenden Ausdruckes:

$$\sum_{i=1}^N W_i [F(x_i, y_i) - f_i]^2 \quad (6.3.6)$$

Das berechnete Netz hatte eine Maschenweite in  $x$ - und  $y$ -Richtung von jeweils  $2\mu\text{m}$ . Als Parameter für die Suchellipse wurden  $R_1=R_2=8\mu\text{m}$  und  $\phi=0$  gewählt. Die Berechnungen erfolgten mit dem Programm SURFER 8.01.

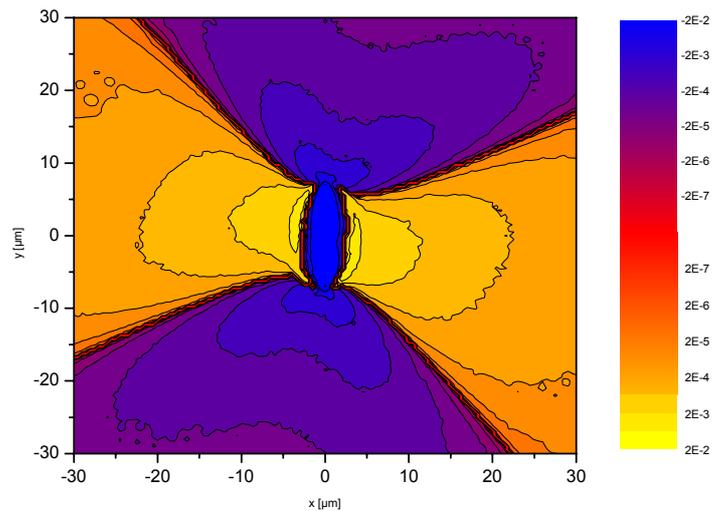
### 6.3.3. Resultate

Im folgenden sollen zunächst die Komponenten  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$ ,  $\epsilon_{zz}$  und  $\epsilon_{xy}$  des Deformationstensors dargestellt und auf ihre Plausibilität untersucht werden.



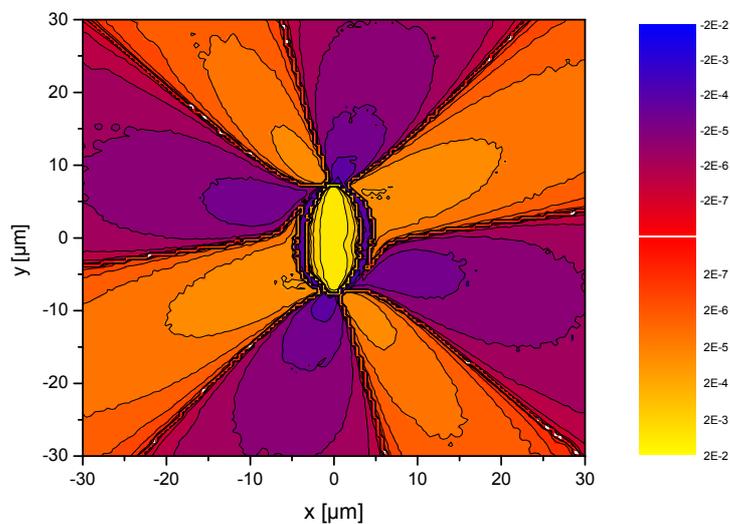
**Abb. 6.3.6:** Darstellung des Simulationsergebnisses für die Probe X004:  
Räumliche Verteilung der Deformationskomponente  $\epsilon_{xx}$

Die Werte für die Deformationskomponente  $\epsilon_{xx}$  liegen im Bereich von  $\pm 2\%$ . Unverständlich sind zunächst die Strukturen im Übergangsbereich zum Kern. Hier zeigt sich ein Artefakt des *Griddings*. Die Aufweitung des Gitters ober- bzw. unterhalb des Kernes und die Kompression in den seitlichen Bereichen sind anschaulich verständlich.



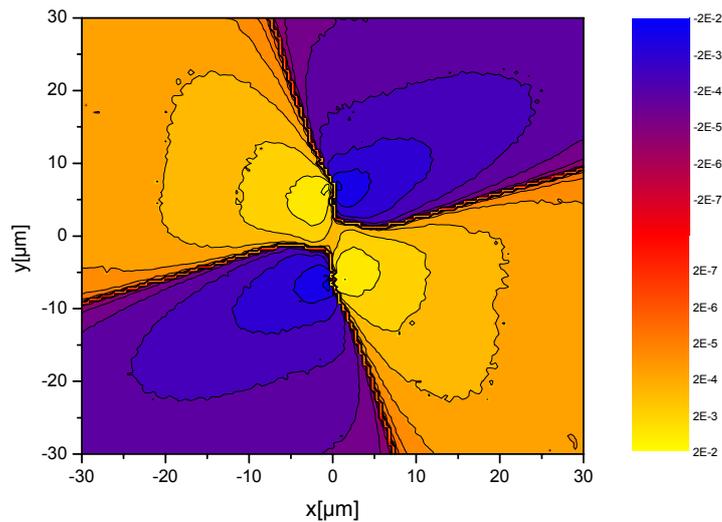
**Abb. 6.3.7:** Darstellung des Simulationsergebnisses für die Probe X004:  
Räumliche Verteilung der Deformationskomponente  $\epsilon_{yy}$

Die Verteilung der Werte für die Deformationskomponente  $\epsilon_{yy}$  ist ebenso plausibel wie für die Komponente  $\epsilon_{xx}$ . Analog zu  $\epsilon_{xx}$  treten im Bereich des Kernes selbst Druckzustände auf.



**Abb. 6.3.8:** Darstellung des Simulationsergebnisses für die Probe X004:  
Räumliche Verteilung der Deformationskomponente  $\epsilon_{zz}$

Die Verteilung von Aufweitung und Kompression für die  $\epsilon_{zz}$ -Komponente erscheint weniger plausibel als die obigen. Da die Geometrie als ebenes Problem aufgefasst wurde, was eine sehr grobe Näherung darstellt, sollte über diese Komponente nicht versucht werden, aus dem Modell Rückschlüsse auf die dritte Dimensionen zu ziehen.



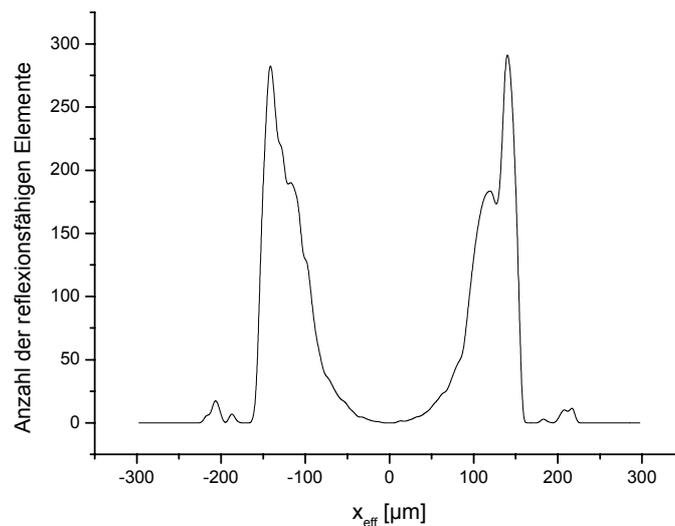
**Abb. 6.3.9:** Darstellung des Simulationsergebnisses bei der Probe X004:  
Räumliche Verteilung der Deformationskomponente  $\epsilon_{xy}$

Die Werteverteilung für die Scherkomponente  $\epsilon_{xy}$  ist wiederum erwartungsgemäß. Bezüglich der Deformation des Kernes sei hier noch einmal auf die Ausgangsannahmen hingewiesen. Dass der Kern bezüglich  $\epsilon_{xx}$  und  $\epsilon_{yy}$  komprimiert ist bedeutet nicht, dass er eine größere Dichte aufweist als der unmodifizierte Kristall. Für den Kern wurden als Ausgangswerte die Dichte von Quarzglas verwendet. Nur bezüglich dieser Werte ist der Kern komprimiert.

Wie im folgenden beschrieben stellt die weitere Auswertung im wesentlichen eine Auswahl und Zählung der reflexionsfähigen Volumenelemente, die hier durch die Knoten des Netzes repräsentiert sind, dar. Um für diese Auswahl und Zählung genügend Ausgangsdaten zur Verfügung zu haben, wurden zwischen den Daten des ausgeglichenen Netzes weitere Werte interpoliert. Durch bilineare Interpolation wurden jeweils vier zusätzliche Werte in  $x$ - und  $y$ -Richtung berechnet.

Zunächst stellt sich die Frage, welche Bereiche bei einem gewissen Einfallswinkel der Röntgenstrahlung reflexionsfähig sind. Als reflexionsfähig für den Einfallswinkel  $(\theta + \Delta\theta)$  wurden Bereiche erachtet, deren effektive Fehlorientierung [Authier 2001] in dem Intervall  $(\Delta\theta \pm 0,0004^\circ)$  liegt.

Die reflexionsfähigen Bereiche wurden nach ihrem jeweiligen  $x_{eff}$  geordnet. Die  $x_{eff}$  wurden dann in Gruppen eingeteilt, wobei jede Gruppe einer Breite von  $x_{eff} = 10\mu\text{m}$  entsprach. Abschließend wurde die Anzahl der reflexionsfähigen Bereiche pro Gruppe gezählt und über dem mittleren  $x_{eff}$  der Gruppe aufgetragen. Die resultierende Kurve entspricht dem Querschnitt der Intensitätsverteilung des reflektierten Strahles auf der Austrittsseite des Kristalls. Durch die Nichtparallelität der reflektierten Strahlung weicht die Intensitätsverteilung auf dem Film von dieser Verteilung ab. Es lässt sich leicht abschätzen, dass diese Abweichung bei dem experimentellen Kristall-Film-Abstand von 210mm maximal einige Mikrometer beträgt. Tatsächlich kompensieren sich die Einflüsse sogar weitgehend. Für die weiteren Betrachtungen wurde deshalb auf eine Korrektur dieses Effektes verzichtet.



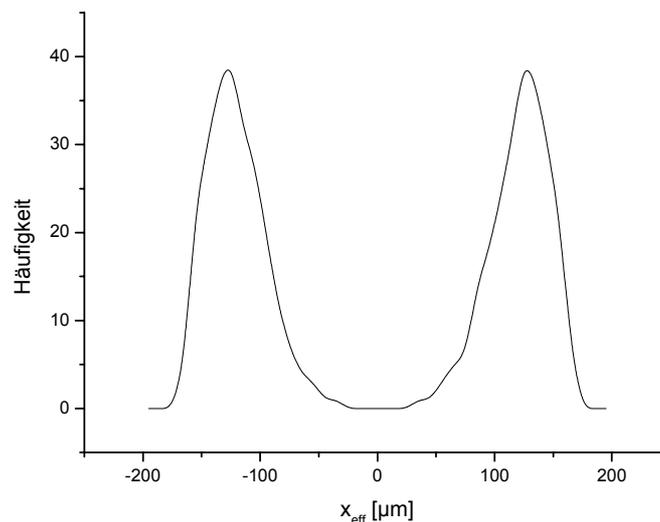
**Abb. 6.3.10:** Aus den Simulationsergebnissen wird eine Intensitätsverteilung auf dem Topogramm errechnet: Das Beispiel zeigt die Zählung der reflexionsfähigen Elemente für eine Verstimmung von  $\Delta\theta = -0,003^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes bei der Probe X004.

## 7. Auswertung

### 7.1. Vergleich der Simulation mit den topographischen Messungen

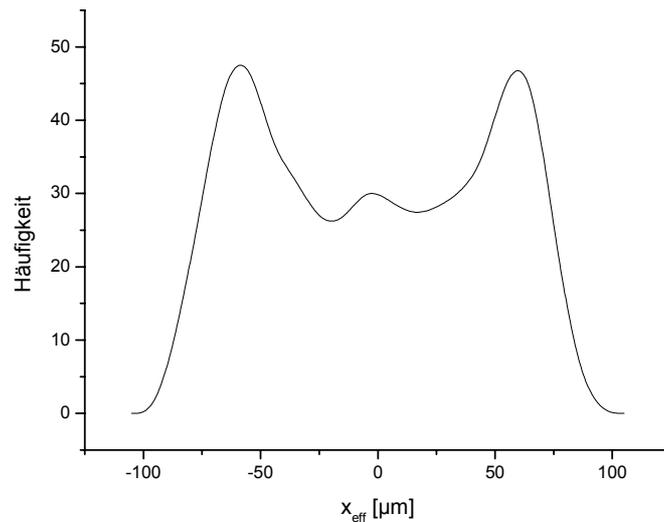
Um quantitative Aussagen über den Deformationszustand des Kristallgitters zu gewinnen wurden die topographischen Messungen mit den FEM-Rechnungen verglichen.

Zunächst ist allerdings zu klären, inwieweit die FEM-Ergebnisse qualitativ mit den Messungen übereinstimmen. Wie im Abschnitt 5.2.3. beschrieben, unterscheiden sich die Kontraste auf der Kleinwinkelseite und der Großwinkelseite der Rockingkurve deutlich. Auf der Kleinwinkelseite zeigen sich auch in der Simulation zwei deutliche, symmetrische Maxima der Intensität.



**Abb. 7.1.1:** Simulierte Intensitätsverteilung auf dem Topogramm für eine Verstimmung von  $\Delta\theta = -0,0033^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes bei der Probe X004. Das Beispiel zeigt (im Vergleich mit Abb. 6.3.10) auch, dass die Wahl des Intervalls in  $\Delta\theta$  (hier  $\pm 0,001^\circ$ ), welches als reflexionsfähig angesehen wird, keinen signifikanten Einfluss auf die Lage der Maxima hat.

Zwischen den Maxima fällt die Intensität auf Null ab. Es stellt sich nun die Frage, ob auch die Existenz des Mittelkontrastes bei den Topogrammen von der Großwinkelseite der Rockingkurve mit den FEM-Ergebnissen zu erklären ist.

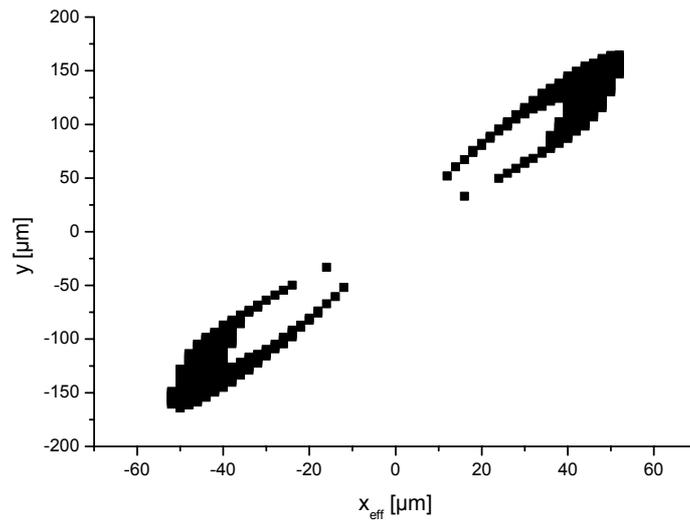


**Abb. 7.1.2:** Simulierte Intensitätsverteilung auf dem Topogramm für eine Verstimmung von  $\Delta\theta=+0,0033^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes bei der Probe X004

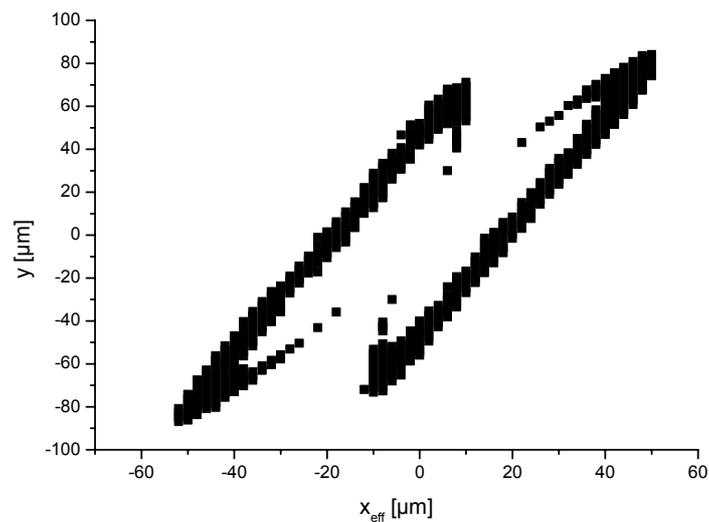
Tatsächlich tritt auch bei der Simulation in der Mitte zwischen den äußeren Maxima eine erhöhte Intensität auf.

Zum Verständnis dieses Effektes sei noch einmal auf die Ursache der räumlichen Aufspaltung der gebeugten Intensität verwiesen. Wie im Abschnitt 6.3.1. dargestellt, wird zur Beschreibung des Kristalls ein Koordinatensystem benutzt, bei dem die  $y$ -Richtung parallel zur abgebeugten Strahlung liegt und die Achse  $x_{eff}$  parallel zum Film ist. Die Anzahl der reflexionsfähigen Bereiche in der Projektion auf die  $x_{eff}$ -Achse ist dann ein Maß für die Schwärzungsverteilung auf dem Film.

Trägt man für einen bestimmten Anregungsfehler die räumliche Verteilung der nun reflexionsfähigen Bereiche in diesen Koordinaten auf, so ergeben sich die folgenden Abbildungen (Abb. 7.1.4 und 7.1.5).

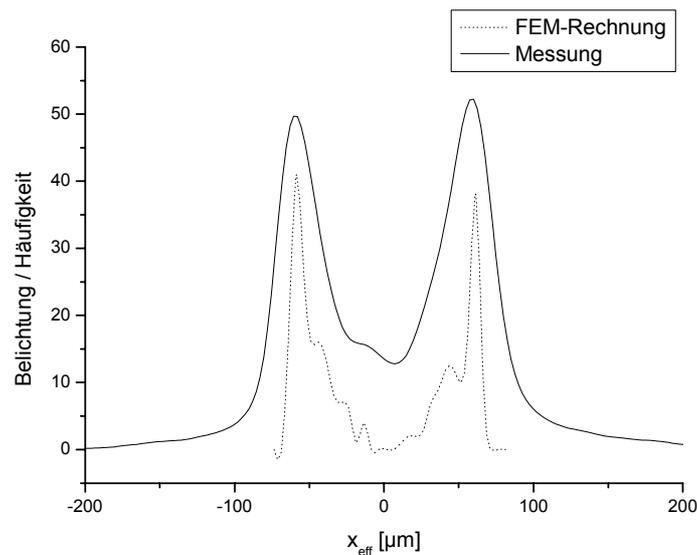


**Abb. 7.1.3:** Räumliche Verteilung der reflexionsfähigen Volumenelemente für eine Verstimmung von  $\Delta\theta = -0,0033^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes bei der Probe X004



**Abb. 7.1.4:** Räumliche Verteilung der reflexionsfähigen Volumenelemente für eine Verstimmung von  $\Delta\theta = +0,0033^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes bei der Probe X004

Beim Vergleich der Abbildungen fällt sofort auf, dass sich die im zweiten Bild dargestellten Gebiete bei  $x_{eff}=0$  in  $y$ -Richtung überlappen. In der Projektion auf  $x_{eff}$  ergibt sich hier somit ein Maximum. Beim ersten Bild, das die Verhältnisse bei einem negativen Anregungsfehler darstellt, ist dies nicht der Fall. Hier existieren für  $x_{eff}=0$  keine reflexionsfähigen Bereiche. Qualitativ zeigt sich somit eine gute Übereinstimmung zwischen der Simulation und den experimentellen Ergebnissen. Im folgenden sollen nun Simulation und Messung quantitativ verglichen werden.

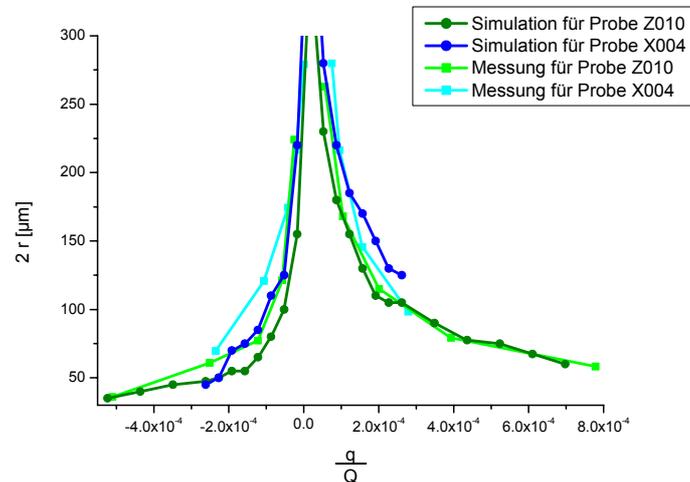


**Abb. 7.1.5:** Vergleich der simulierten Intensitätsverteilung mit dem Experiment:  
Verstimmung von  $\Delta\theta=-0,0033^\circ$  vom Braggwinkel des (60.0)-Reflexes bei der Probe Z010

Abbildung 7.1.5 zeigt exemplarisch einen solchen Vergleich bei einem gewissen Anregungspunkt. Um das FEM-Modell mit den Messungen zu vergleichen, sollte dies aber möglichst für alle gemessenen Densimetriekurven geschehen. Hierzu wurden sowohl die gemessenen als auch die simulierten Kurven angefitet. Als Ausgangsfunktion haben sich empirisch Lorenzkurven als am besten geeignet erwiesen. Die Densimetriekurven wurden für einen Wellenleiter jeweils mit drei beziehungsweise vier Lorenzkurven angefitet.

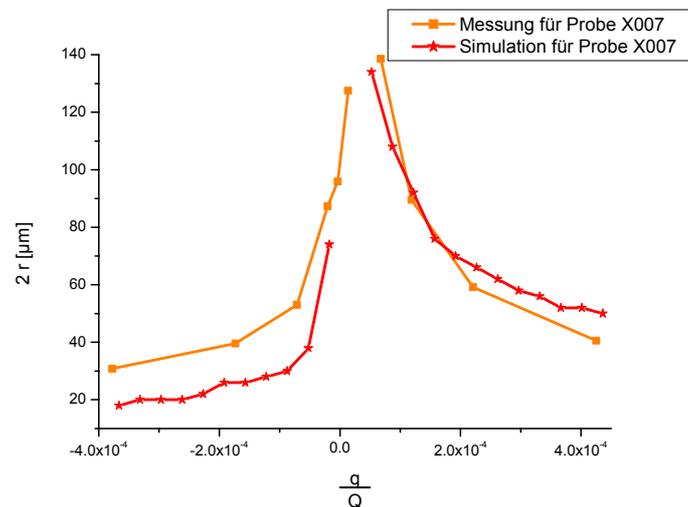
Die gewonnenen Ergebnisse wurden verglichen. Daraufhin wurde versucht, durch Modifizierung des FEM-Modells, eine jeweils bessere Übereinstimmung zu erreichen. Hierbei blieb die prinzipielle Form der Geometrie erhalten. Auch der Volumenunterschied zwischen dem Kernmaterial und der Umgebung von 18% wurde nicht verändert. Lediglich die Größe (Fläche) der Ellipse und deren Aspektverhältnis wurden angepasst. Die beste Überein-

stimmung bei den Proben X004 und Z010 wurde bei einer Länge der Halbachsen der Ellipse von  $1,2\mu\text{m}$  beziehungsweise  $7,2\mu\text{m}$  erreicht. Dies entspricht einem Aspektverhältnis von 1:6. Im folgenden sollen die Ergebnisse dieser "besten" Simulation mit den Messungen verglichen werden.



**Abb. 7.1.6:** Vergleich der simulierten Linienabstände mit dem Experiment für die Proben X004 und Z010

Die Kurven zeigen eine gute Übereinstimmung. Für die Probe X007 wurde die beste Übereinstimmung zwischen Messung und Simulation bei anderen Parametern erreicht.

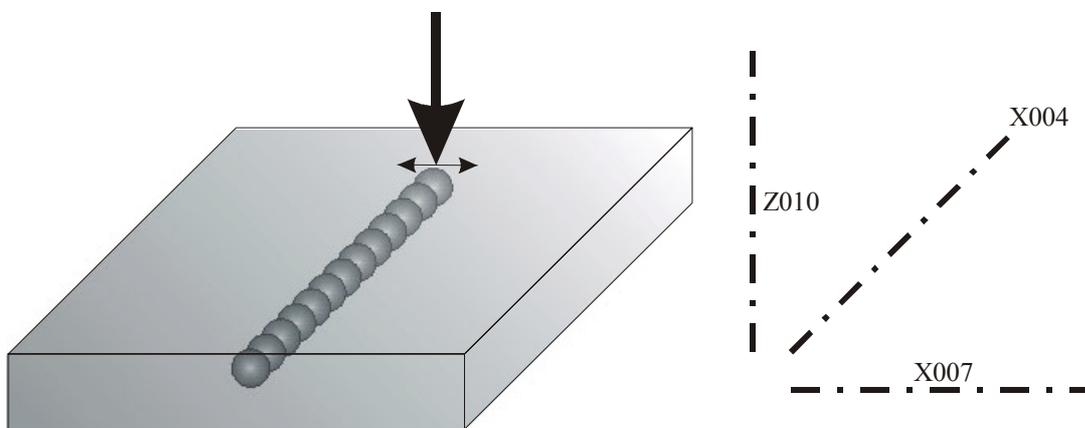


**Abb. 7.1.7:** Vergleich der simulierten Linienabstände mit dem Experiment für die Probe X007

Der Kern wurde bei dieser Konfiguration mit einer Länge der Halbachsen der Ellipse von  $0,8\mu\text{m}$  beziehungsweise  $4,8\mu\text{m}$  angenommen. Da die Herstellungsparameter für alle drei

Proben identisch waren, muss diese Abweichung auf eine veränderte Wechselwirkung des Lasers mit der Probe zurückzuführen sein.

Der Grund liegt in der kristallographischen Orientierung der Probe. Quarz ist ein optisch einachsiger Kristall. Die optische Achse liegt in  $[00.1]$ -Richtung. Die Strahlung des Lasers bei der Wellenleiterherstellung war linear polarisiert. Die Polarisationsrichtung lag senkrecht zur Wellenleiterachse. Sowohl bei der Probe X004 als auch bei Z10 standen die Laserpolarisation und die optische Achse des Quarzes senkrecht aufeinander. Nur bei der Probe X007 war die Strahl-Polarisation parallel zur optischen Achse gerichtet. Somit ist bei der Probe X007 aufgrund des Herstellungsprozesses eine andere Laser-Kristall-Wechselwirkung zu erwarten als bei den Proben X004 und Z10.



**Abb. 7.1.8:** Polarisation der Laserstrahlung bei der Herstellung (links) im Vergleich zu den optischen Achsen bei den verschiedenen Proben (rechts)

## 7.2. Berechnung der Indikatrix

Im folgenden sollen aus den in Kapitel 6 beschriebenen Simulationsergebnissen Rückschlüsse auf die Änderung des Brechungsindex der untersuchten Proben gezogen werden. Hierzu werden auf die errechneten Deformationen die elastoptischen Konstanten des Quarzes angewandt und die Ergebnisse ortsaufgelöst dargestellt. Die Änderung des Brechungsindex ergibt sich aus:

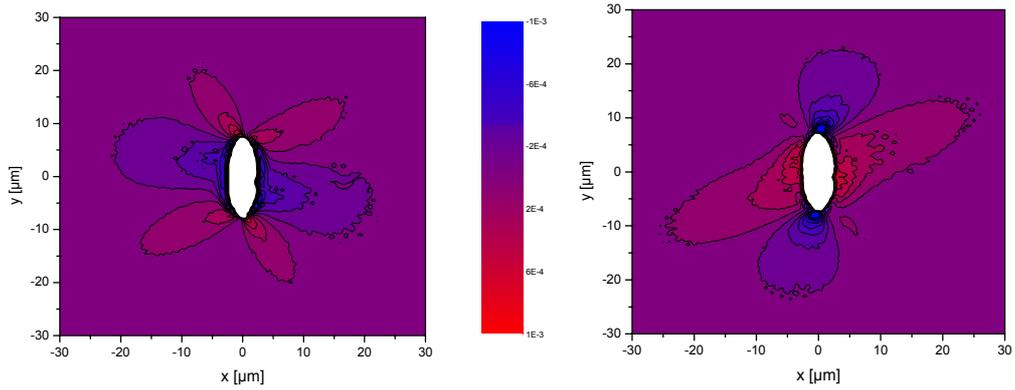
$$\Delta n_i = -\frac{1}{2} n_{0j}^3 \Delta \beta_{ij} \quad (7.2.1)$$

wobei für  $x \parallel (11.0)$ ,  $y \parallel (10.0)$  und  $z \parallel (00.1)$  nach [Landolt-Börnstein 1979] gilt:

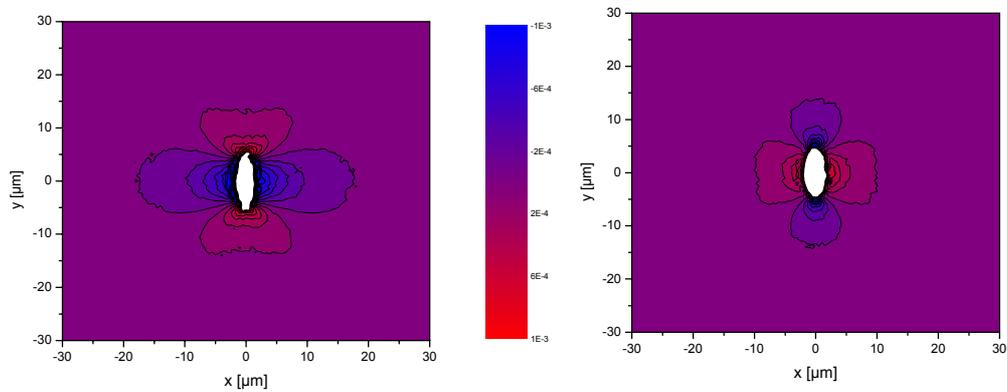
$$\begin{pmatrix} \Delta \beta_{xx} \\ \Delta \beta_{yy} \\ \Delta \beta_{zz} \\ \Delta \beta_{yz} \\ \Delta \beta_{xz} \\ \Delta \beta_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0,138 & 0,250 & 0,259 & -0,029 & 0 & 0 \\ 0,250 & 0,138 & 0,259 & 0,029 & 0 & 0 \\ 0,259 & 0,259 & 0,098 & 0 & 0 & 0 \\ -0,029 & 0,029 & 0 & -0,0685 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -0,0685 & -0,058 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -0,058 & 0,334 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (7.2.2)$$

Im folgenden sollen für die jeweiligen Proben die Brechzahländerungen  $\Delta n_x$  und  $\Delta n_y$  diskutiert werden. Wie in Kapitel 2.1.2. beschrieben, führen die seitlichen Wellenleiter nur Licht, welches eine vertikale Polarisation aufweist. Erklärbar wäre dieses Verhalten, wenn in den entsprechenden Bereichen  $\Delta n_y$  gegenüber der Umgebung erhöht wäre  $\Delta n_x$  aber nicht.

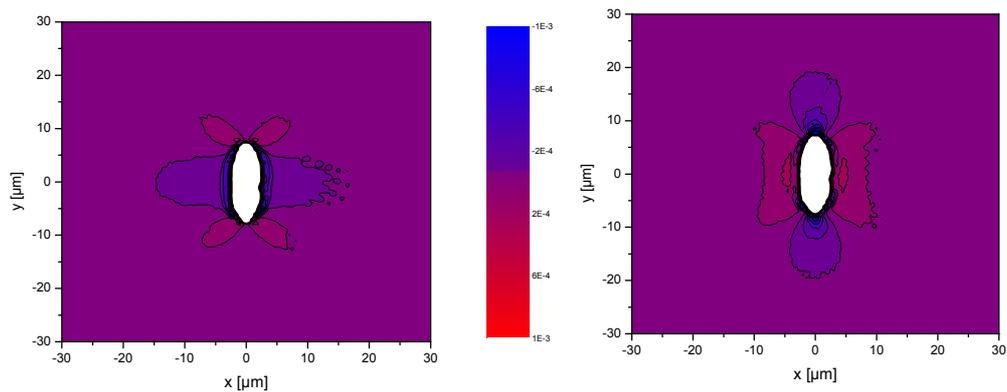
Für den Kernbereich wurde angenommen, dass der Brechungsindex deutlich niedriger liegt als die Umgebung. Aus der Annahme, der Kern bestehe aus einem Material, dessen Eigenschaften vergleichbar mit denen von Quarzglas sind, resultiert eine Änderung von  $\Delta n = -5...-6\%$  gegenüber den Brechungsindizes des Kristalls. Da die maximal errechneten Brechzahländerungen für die kristalline Umgebung jeweils um eine Größenordnung niedriger liegen als diese Werte, kann der Kern jeweils als Begrenzung für die Wellenleiter angenommen werden.



**Abb. 7.2.1:** Räumliche Verteilung der Brechungsindexvariationen bei der Probe X004:  
 Links: Änderung des Brechungsindexes in  $x$ -Richtung  $\Delta n_x$   
 Rechts: Änderung des Brechungsindexes in  $y$ -Richtung  $\Delta n_y$



**Abb. 7.2.2:** Räumliche Verteilung der Brechungsindexvariationen bei der Probe X007:  
 Links: Änderung des Brechungsindexes in  $x$ -Richtung  $\Delta n_x$   
 Rechts: Änderung des Brechungsindexes in  $y$ -Richtung  $\Delta n_y$



**Abb. 7.2.3:** Räumliche Verteilung der Brechungsindexvariationen bei der Probe Z010:  
 Links: Änderung des Brechungsindexes in  $x$ -Richtung  $\Delta n_x$   
 Rechts: Änderung des Brechungsindexes in  $y$ -Richtung  $\Delta n_y$

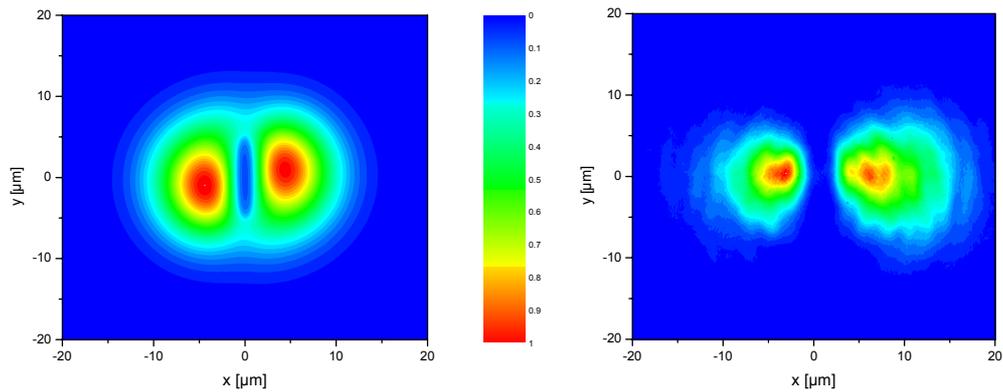
### **7.3. Vergleich mit den optischen Messungen**

Bei allen drei Proben stimmen die Simulationen des lokalen Brechungsindex gut mit den optischen Messungen überein. In den Bereichen neben dem Kern ist der Brechungsindex jeweils in  $y$ -Richtung erhöht und in  $x$ -Richtung gegenüber der Umgebung verringert. Auch die Sonderstellung der Probe X007 zeigt sich in den Simulationen. Nur für diese Probe zeigt die Brechzahlverteilung ober- und unterhalb des Kernes ein zusammenhängendes Gebiet (Abb. 7.2.2). Entsprechend den optischen Messungen kann hier nur Licht mit einer Polarisation in  $x$ -Richtung geführt werden (siehe Abschnitt 2.1.2.).

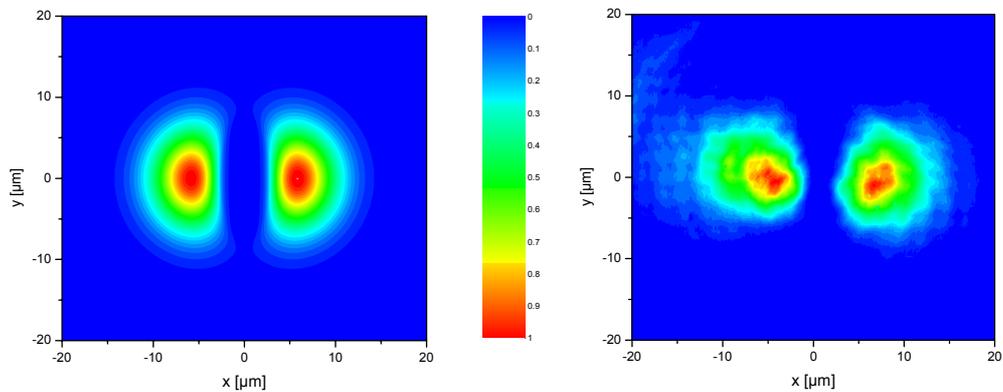
Am Institut für Angewandte Physik (IAP) der Friedrich-Schiller-Universität wurde die Lichtausbreitung in den Wellenleitern simuliert. Hierzu wurden die in dieser Arbeit ermittelten Brechzahlverteilungen (siehe Abschnitt 7.2.) genutzt. Mittels der *Beam Propagation Method* (BPM) konnten die zu erwartenden Intensitätsverteilungen auf der Austrittsfläche des Wellenleiters errechnet werden. Die Ergebnisse dieser Simulationen sind in den Abbildungen 7.3.1 bis 7.3.3 jeweils links dargestellt.

Der Vergleich mit den ebenfalls am Institut für Angewandte Physik durchgeführten optischen Nahfeldmessungen zeigt eine gute Übereinstimmung (Abb. 7.3.1 bis 7.3.3 jeweils rechts).

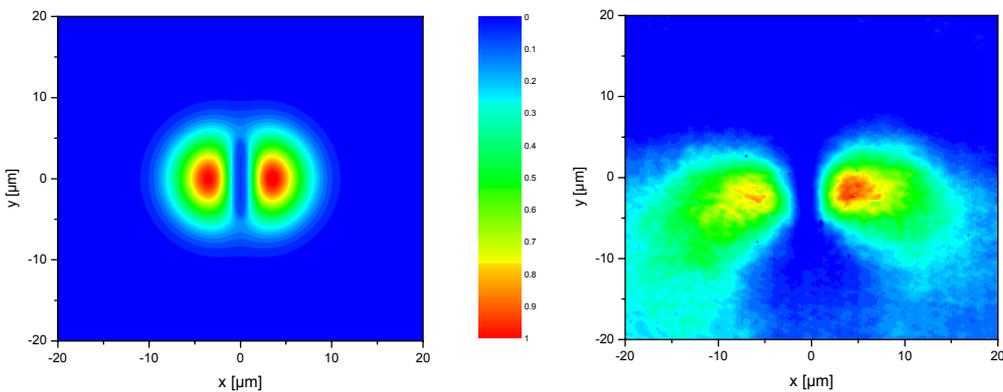
Die genannten Simulationen und Messungen beziehen sich jeweils auf die Führung von Licht mit einer Wellenlänge von 514nm und einer Polarisation parallel zur  $y$ -Richtung. Für die hierzu senkrechte Polarisationsrichtung (parallel zur  $x$ -Achse) konnte experimentell keine Lichtführung nachgewiesen werden. Dies ist für die Proben X004 und Z010 aufgrund der räumlich sehr kleinen Gebiete mit einer Brechzahlerhöhung für diese Richtung auch nicht zu erwarten. Einen zusammenhängenden Bereich mit positiver Brechzahländerung in  $x$ -Richtung zeigt nur die Probe X007. Hier ist allerdings sowohl das Deformationsfeld als auch die Brechzahländerung nicht so stark ausgeprägt, wie bei den anderen Proben.



**Abb. 7.3.1:** Räumliche Verteilung des Lichtintensität beim Durchgang durch eine Wellenleiter bei der Probe X004 [gemessen und berechnet von M. Will]  
 Dargestellt ist die senkrechte Polarisation ( $y$ -Richtung)  
 links: Simulation; rechts: Messung



**Abb. 7.3.2:** Räumliche Verteilung des Lichtintensität nach dem Durchgang durch einen Wellenleiter bei der Probe Z010 [gemessen und berechnet von M. Will]  
 Dargestellt ist die senkrechte Polarisation ( $y$ -Richtung)  
 links: Simulation; rechts: Messung



**Abb. 7.3.3:** Räumliche Verteilung des Lichtintensität nach dem Durchgang durch einen Wellenleiter bei der Probe X007 [gemessen und berechnet von M. Will]  
 Dargestellt ist die senkrechte Polarisation ( $y$ -Richtung)  
 links: Simulation; rechts: Messung

## 8. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden mit Femtosekunden-Lasern modifizierte Kristalle untersucht. Hierzu wurden hochauflösende Röntgentopographie und hochauflösende Röntgendiffraktometrie kombiniert. Die erforderlichen Messungen wurden an einem Synchrotron der dritten Generation, der ESRF in Grenoble durchgeführt. Mittels Finite-Elemente-Simulation wurde das Deformationsfeld und hieraus die Verteilung der lokalen Brechungsindizes bestimmt.

Das Funktionsprinzip der durch Femtosekunden-Laser erzeugten Wellenleiter in Quarzglas und in Quarzkristallen unterscheidet sich grundlegend. Bisher existierten über das Prinzip der Wellenleitung in Quarzkristallen nur begründete Vermutungen.

In der vorliegenden Arbeit konnte der Mechanismus der Wellenleitung in lasermodifizierten Quarzkristallen nun geklärt werden. Es handelt sich um eine Verdichtung des umgebenden Materials um einen expandierten Kern. Entscheidend für den Ort und die Art der Wellen die geführt werden, ist die Lage und Richtung des Kernes relativ zum Kristallgitter. Den grundlegenden Mechanismus der Brechzahlmodifikation stellt der elastooptische Effekt dar.

Die Herstellung der Wellenleiter durch Aneinanderreihung von Einzelschüssen führt nicht zu einem parallel zur Wellenleiterachse homogenen Gebilde. Vielmehr steht zu vermuten, dass sich die Einzeldefekte zu kurzen Linien zusammenballen, die nicht parallel zur Wellenleiterachse liegen. In Verbindung mit dem unstetigen Übergang vom verspannten Gebiet zum Kern sind diese Linien ein Grund für die gemessene, relativ hohe Dämpfung des Lichtes bei der Ausbreitung im Wellenleiter.

## 9. Ausblick

Die angewendeten zweidimensionalen Simulationen können naturgemäß die Effekte außerhalb der Simulationsebene nicht erklären. Mit der Verbesserung der Rechentechnik und einer erweiterten Lizenz von ANSYS wird es möglich werden dreidimensionale Simulationen mit der hier gezeigten Genauigkeit durchzuführen. Es steht zu vermuten, dass sich die Zusammenballung der Einzeldefekte hierdurch auch quantitativ erklären lässt. Mit dieser Erklärung könnte es möglich werden, diesen Effekt gezielt für die Verbesserung der Wellenleitereigenschaften auszunutzen.

Die Lasermodifikationen bei Phosphatglas und Quarzkristallen weisen analoge optische Eigenschaften auf. Man kann davon ausgehen, dass der Mechanismus der Wellenleitung bei beiden Materialien der gleiche ist. Die Erklärung der Brechzahländerung bei Quarzkristallen macht somit auch den Weg zum Verständnis der Phosphatgläser frei. Da das Deformationsfeld in Gläsern für Beugungsmethoden nur schwer zugänglich ist, kann nun mittels der Brechzahlverteilung auf die Deformation geschlossen werden.

Der Nachweis, dass die Wellenleitung bei Quarzkristallen auf dem elastooptischen Effekt beruht, führt sofort zur Erklärung der Wellenleiter, die mittels Doppelfokus hergestellt wurden. Mittels der Finite-Elemente-Methode können zukünftig auch die Eigenschaften dieser Wellenleiter simuliert werden.

Naturgemäß konnte durch die Röntgenbeugung nicht das amorphe Material im Kern direkt charakterisiert werden. Mit zunehmendem Verständnis der Vorgänge im Zusammenhang mit der Wellenleiterherstellung sollte auch die Charakterisierung des Kernes vorangetrieben werden. Neben der Transmissions-Elektronenmikroskopie und der Elektronenbeugung scheint es hierfür kaum geeignete Verfahren zu geben.

## Literaturverzeichnis

- AUTHIER, A.:** "Dynamical Theory of X-Ray Diffraction", Oxford Science Publications, (2001).
- BORELLI, N. F., SMITH, C., ALLAN, C., STEWARD III, T.P.:** „Densification of fused silica under 193-nm excitation“ Journal Optical Society of America 14, 1606 (1997)
- BORN, M., WILF, E.:** "Electromagnetic theory of propagation interference and diffraction of light" Cambridge University press, (1999)
- BOWEN, D. K., TANNER, B. K.:** "High Resolution X-ray Diffractometry and Topography", Taylor & Francis Ltd London, (1998).
- BURGHOFF, J., WILL, M., NOLTE, S., TÜNNERMANN, A.:** " Femtosecond waveguide writing in phosphate glasses using a bifocal setup" CLEO (2002)
- CHAN, J. W., HUSER, T. R., RISBUD, S. H., KROL, D. M.:** "Modification of the fused silica glass network associated with waveguide fabrication using femtosecond laser pulses" Appl. Phys. A 76, 367-372, (2003)
- CRESSIE, N. A. C.:** "The Origins of Kriging" Mathematical Geology, Vol. 22, 239-252, (1990)
- DAVIS, JOHN C.:** "Statistics and Data Analysis in Geology" John Wiley & Sons, Inc. Zweite Ausgabe (1986)
- DRAPER, N., SMITH, H.:** "Applied Regression Analysis" second edition, Wiley-Interscience, 709, (1981)
- FRANKE, R., AND NIELSON, G.:** "Smooth Interpolation of Large Sets of Scattered Data" International Journal for Numerical Methods in Engineering, Vol. 15, 1691-1704, (1980)

- GLAEZER, E. N., MILOSAVLJEVIC, M., HUANG, L., FINLAY, R. J., HER, T.-H., CALLAN, J. P., MAZUR, E.:** "3-D Optical Storage Inside Transparent Materials" Optics Letters Vol. 21, No. 724, (1996)
- GLAEZER, E. N., MAZUR, E.:** "Ultrafast-laser driven micro-explosions in transparent materials" Appl. Phys. Lett. 71, 882-884, (1997).
- GLAEZER, E. N., SCHAFFER, C. B., NISHIMURA, N., MAZUR, E.:** " Minimally disruptive laser-induced breakdown in water " Optics Letters Vol. 22, 1817-1820, (1997).
- GORELIK, T., WILL, M., NOLTE, S., TÜNNERMANN, A., GLATZEL, U.:** "Transmission electron microscopy studies of femtosecond laser induced modifications in quartz" Appl. Phys. A76, 309-311, (2003)
- HÄRTWIG, J.:** " X-ray diffraction imaging An Overview about Techniques and Applications " [www.esrf.fr/exp\\_facilities/ID19/homepage/DiffTopo/X-raytopography.htm](http://www.esrf.fr/exp_facilities/ID19/homepage/DiffTopo/X-raytopography.htm) (1999)
- HOLY, V., PIETSCH, U., BAUMBACH, T.:** "High Resolution X-Ray Scattering from Thin Films and Multilayers", Springer Berlin Heidelberg, (1999).
- HOMOELLE, D., WIELANDY, S., GAETA, A. L., BORELLI, N. F., SMITH, C.:** „Infrared photosensitivity in silica glasses exposed to femtosecond laser pulses“ Optical Letters 24, 1311, (1999)
- INOAMOV, N. A., PETROV, YU. V., ANISIMOV, S.I., OPARIN, A. M., SHAPOSHNIKOV, N. V., VON DER LINDE, D., MEYER-TER-VEN, J. :** „Expansion of matter heated by an ultrashort laser pulse“ JETP Letters 69, 310, (1999)
- JUNG, M., LANGER, U.:** "Methode der finiten Elemente für Ingenieure Eine Einführung in die numerischen Grundlagen und Computersimulation" B.G. Teubner GmbH, Stuttgart 2001
- KAWATA, Y., UEKI, H., HASHIMOTO, Y., KAWATA, S.:** "Three-dimensional optical memory with a photorefractive crystal" Appl. Optics Vol. 34, No. 20, 4105, (1995)

- KLEBER, W.:** "Einführung in die Kristallographie" Verlag Technik, Berlin, 1998
- KORTE, F., ADAMS, S., EGBERT, A., FALLNICH, C., OSTENDORF, A., NOLTE, S., WILL, M.,  
RUSKE, J.-P., CHICHKOV, B. N., TÜNNERMANN, A. :** „Sub-diffraction limited structuring of solid targets with femtosecond laser pulses“ Optics Exspress 41, (2000)
- KRIVOGLAZ, M. A.:** “X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals”, Springer Berlin Heidelberg, (1996).
- KUCHEYEV, S. O., DEMOS, S. G.:** "Optical defects produced in fused silica during laser-induced breakdown" Appl. Phys. Lett. Vol. 82, Nr. 19, 3230-3232, (2003)
- LANDAU, L. D., LIFSCHITZ, E. M.:** "Lehrbuch der Theoretischen Physik" Band VII, Akademie-Verlag Berlin, 1989
- LANDOLT-BÖRNSTEIN:** "Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaft und Technik", Neue Serie, Springer Verlag Berlin-Heidelberg-New York, 1979
- LAUE, M. v.:** „Röntgenstrahlinterferenzen“, 3. Aufl., Akademische Verlagsgesellschaft, Frankfurt am Main, (1960).
- LEE, D. T., AND SCHACHTER, B. J.:** "Two Algorithms for Constructing a Delaunay Triangulation" International Journal of Computer and Information Sciences, Vol. 9, Nr. 3, 219-242, (1980)
- LENZNER, M., KRÜGER, J., SARTANIA S CHENG Z SPIELMANN CH MOUROU G KAUTEK  
W KRAUSZ F.:** „Femtosecond Optical Breakdown in Dielectrics“ Physical Review Letters 80, 4076, (1998)
- LERCHE V.:** "Theoretische und experimentelle Untersuchungen zur anisotropen Deformation beim Einbau von Fremdstoffen in Quarz", Diplomarbeit, Friedrich-Schiller-Universität Jena, (1996)
- VON DER LINDE, D., SOKOLOWSKI-TINTEN, K.:** "The physical mechanismsos short-pulse laser ablation" Appl. Surface Science 154-155, (2000)

- MAAZ, G., HEISTERKAMP, A., LUBATSCHOWSKI, H., BARCIKOWSKI, S., FALLNICH, C., WELLING, H., ERTMER, W. :** „Chemical and physical side effects at application of ultrashort laser pulses for interastromal refractive surgery“ *Journal Optics A* 2, 59, (2000)
- MATZ W., SCHELL N., BERNHARD G., PROKERT F., REICH T., CLAUSSNER J., OEHME W., SCHLENK R., DIENEL S., FUNKE H., EICHHORN F., BETZL M., PRÖHL D., STRAUCH U., HÜTTIG G., KRUG H., NEUMANN W., BRENDLER V., REICHEL P., DENEKE M. A. & NITSCHKE H.:** “ROBL – a CGR beamline for radiochemistry and material research at the ESRF”, *Journal of Synchrotron Radiation*, **6**, 1076-1085, (1999)
- MÜLLER, G., REHFELD, I., KATHEDER, W.:** "FEM für Praktiker" Expert Verlag 1998
- NEWPORT CORPORATION:** "Optische Materialien"  
<http://www.newport.com/store/product.asp?id=3876&lang=3>, (2002)
- NOLTE, S., WILL, M., BURGHOFF, J., TÜNNERMANN, A.:** "Femtosecond waveguide writing: a new avenue to three-dimensional integrated optics", *Applied Physics A* 77,109-111, (2003)
- PINSKER Z. G.:** “Dynamical Scattering of X-Rays in Crystals”, Springer, Berlin, Heidelberg, New York, (1978).
- RITZ, W.:** "Über eine neue Methode zur Lösung gewisser Variationsprobleme der mathematischen Physik" *J. Reine und Angewandte Math.* 135, (1909)
- ROTSCHALK, M., RUSKE, J.-P., UNTERSCHÜTZ, B., RASCH, A., GRÖBER, V.:** "Single mode integrated-optical wide-band channel waveguides and junction splitters in KTiOPO4 for visible light" *J. Appl. Physics* Vol. 81, Nr. 6, 2504-2510, (1997)
- SCHAFFER, C. B., GLAEZER, E. N., NISHIMURA, N., MAZUR, E. :** „Ultrafast laser induced microexplosions: explosive dynamics and sub-micrometer structures“ *Proceedings of SPIE* 2369, 36, (1998)
- SCHLÜTER, H.-J:** "Finite-Elemente-Methode" Vorlesungsskript Duisburg 1999

- SIBSON, R.:** "A Brief Description of Natural Neighbor Interpolation" *Interpreting Multivariate Data*, V. Barnett editor, John Wiley and Sons, New York, 21-36, (1981)
- SOKOLOWSKI-TINTEN, K., BIALKOWSKI, J., VON DER LINDE, D.:** „Ultrafast laser-induced order-disorder transitions in semiconductors“ *Physical Review B* 51, 14, 186, (1995)
- SOKOLOWSKI-TINTEN, K., BIALKOWSKI, J., CAVALLERI, A., VON DER LINDE, D.:** "Time Resolved Studies of Femtosecond Laser Induced Ablation from Solid Surfaces" *Proc. ICUP*, (1998)
- STRICKLER, J. H., WEBB, W. W.:** "Three-dimensional optical data storage in refractive media by two-photon point excitation" *Opt. Letters* Vol. 16, No. 22, 1780, (1991)
- SZTUCKI, M., METZGER, T. H., KEGEL, I., TILKE, A., ROUVIERE, J. L., LÜBBERT, D., ARTUR, J., PATEL, J. R.:** "X-ray analysis of temperature induced defect structures in boron implanted silicon" *J. Applied Physics* 92, Nr. 7, (2002)
- TAYLOR, R. S., HNATOVSKY, C., SIMOVA, E., RAYNER, D. M., MEHANDALE, M., BHARDWAJ, V. R., CORKUM, P. B.:** "Ultra-high resolution index of refraction profiles of femtosecond laser modified silica structures" *Optics Express* Vol. 11, No. 7, (2003)
- TURNER, M. J.; CLOUGH, R. W.; MARTIN, H. C.; TOPP, L. J.:** "Stiffness and deflection analysis of complex structures" *J. Aeronaut. Sci.* 23, (1956)
- UEKI, H., KAWATA, Y., KAWATA, S.:** "Three-dimensional optical bit-memory recording and reading with a photorefractive crystal: analysis and experiment" *Appl. Optics* Vol. 35, No. 14, 2457, (1996)
- WILL, M., NOLTE, S., CHICHKOV, B. N., TÜNNERMANN, A. :** „Optical properties of waveguides fabricatet in fused silica by femtosecond laser pulses“ *Applied Optics* 41, 4360, (2002)
- ZACHARIASEN W. H.:** “Theory of X-Ray Diffraction in Crystals”, Dover Publications, New York, (1994).

## Liste der verwendeten Symbole und Abkürzungen

$\epsilon_{xx}, \epsilon_{yy}, \epsilon_{zz}, \epsilon_{xy}, \epsilon_{xz}, \epsilon_{yz}$	Komponenten des Deformationstensors
$\sigma_{xx}, \sigma_{yy}, \sigma_{zz}, \sigma_{xy}, \sigma_{xz}, \sigma_{yz}$	Komponenten des Spannungstensors
$x_{eff}$	Abszisse des in Strahlrichtung verzerrten Koordinatensystems
$R$	Durchmesser des Kernes
$r$	Radiale Koordinate im realen Raum
$\vec{u}(\vec{r})$	Verschiebungsvektor
$\lambda$	Wellenlänge
$\omega$	Winkel zwischen einfallendem Strahl und Probenoberfläche
$\theta$	Braggwinkel
$\Delta\theta$	Abweichung vom Braggwinkel
$\phi, \chi$	Eulersche Winkel
$F(x,y)$	Funktionswert am <i>Gridding</i> -Punkt $(x,y)$
$T_{ij}, A_{ij}, W_i$	Wichtungsfaktoren beim <i>Gridding</i>
$R_i$	Gewichtete Entfernung zwischen zwei Knoten
$\delta$	Effektive Divergenz
$s$	Quellgröße
$L$	Abstand zwischen der Quelle und der Probe
$w_h^\lambda$	Halbwertsbreite des Reflexes $h$ im Wellenlängenraum
$w_h^\theta$	Halbwertsbreite des Reflexes $h$ im Winkelraum
$\vec{Q}$	Beugungsvektor des ungestörten Kristalls
$\vec{Q}'$	Beugungsvektor des gestörten Kristalls, Vektor des lokalen reziproken Gitters
$\vec{q}$	Variation des lokalen Beugungsvektors
$A$	Defektstärke
$\vec{e}_x, \vec{e}_y, \vec{e}_z$	Einheitsvektoren des realen Raumes
$F_h$	Strukturfaktor des Reflexes $h$
$Int I$	Integralintensität
$Max I$	Maximalintensität
$V_{EZ}$	Volumen der Elementarzelle

$\Delta n_i$	Brechzahländerung
$n_{0j}$	Brechzahl des ungestörten Kristalls
$\Delta\beta_{ij}$	Komponenten der Indikatrix
$\Delta z$	Einzeldefektabstand
$\Delta n$	Variationsparameter für die $z$ -Koordinate des Aufpunktes
$\chi_h, \chi_{\bar{h}}$	Dielektrische Suszeptibilitäten
$\gamma_0, \gamma_h$	Geometriefaktoren
$P$	Polarisationsfaktor
$p_{ijkl}$	Elastooptische Koeffizienten

FEM	Finite-Elemente-Methode
BPM	Beam Propagation Method
TEM	Transmissions-Elektronenmikroskopie
EDX	Energiedispersiver Röntgendetektor
XAFS	Röntgen-Absorptions-Feinstruktur-Messungen
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility
FSU	Friedrich-Schiller-Universität
IAP	Institut für Angewandte Physik

## Danksagung

Herrn Prof. Dr. Goetz danke ich für die Möglichkeit, diese Arbeit am Institut für Optik und Quantenelektronik durchführen zu können. Besonders sein Verständnis für familiäre Randbedingungen und unsere vielen wissenschaftlichen Diskussionen haben erheblich zu meiner Motivation beigetragen.

Herrn Dr. Kräußlich danke für seine stete Hilfsbereitschaft, seine Diskussionsfreudigkeit, seine vielfältigen Anregungen zu dieser Arbeit und ganz besonders für seine Unterstützung bei den Messreisen nach Grenoble.

Für die ausgesprochen unproblematische Zusammenarbeit mit dem Institut für angewandte Physik möchte ich Herrn Prof. Dr. Tünnermann und Herrn Dr. Nolte danken. Besonders danke ich hierbei Herrn Will für die Herstellung der Proben und die Durchführung der optischen Messungen. Herrn Burghoff danke ich dafür, mir die Daten der Messungen an Phosphatgläsern zur Verfügung gestellt zu haben.

Frau Dr. Gorelik und Herrn Dr. Völkl danke ich für die Unterstützung bei der Programmierung der Simulationen in ANSYS. Bei meinen zahlreichen, unangemeldeten Besuchen bei Herrn Prof. Dr. Glatzel wurden viele anregende Diskussionen geführt, die erheblich zu meinem Verständnis des Werkstoffverhaltens beigetragen haben, hierfür möchte ich mich herzlich bedanken.

Herrn Bauer, Frau Neitzel und Herrn Schmidt danke ich für die vielfältige Unterstützung während meiner Dissertation. Insgesamt war die sehr angenehme Arbeitsatmosphäre innerhalb der Arbeitsgruppe Röntgenphysik eine stetige Motivation für mich.

Ich danke Herrn Dr. Hess für ihre Hilfe bei der Durchführung der Messungen an der ESRF in Grenoble.

Frau Dr. Wehrhahn danke ich für vielfältige Hilfestellungen im Bereich der Kristallographie.

Herrn Dr. Schell, Herrn Dr. Eichhorn vom Forschungszentrum Rossendorf danke ich für die Bereitstellung von Messzeit an der ROBL *Beamline* an der ESRF und zusammen mit Herrn Strauch für die Unterstützung bei der Durchführung von Messungen an dieser *Beamline*.

Ein besonderer herzlicher Dank geht an Herrn Dr. Härtwig von der ID19 an der ESRF für die Bereitstellung von Messzeit an seiner *Beamline*, der Unterstützung bei den Messungen und die vielen anregenden Diskussionen.

Ich danke der Deutschen Forschungsgemeinschaft, die im Rahmen des Sonderforschungsbereiches „Physik und Chemie optischer Schichten“ Teile dieser Arbeit finanziell unterstützt hat.

Ich danke meiner Frau Bettina, die mich auch wissenschaftlich stets unterstützt hat.

Schließlich danke noch meinen Söhnen Markus und Lukas dafür, dass sie mir immer wieder den Boden der Realität gezeigt haben.

## **Ehrenwörtliche Erklärung**

Ich erkläre hiermit ehrenwörtlich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig, ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel und Literatur angefertigt habe. Die aus anderen Quellen direkt oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quelle gekennzeichnet.

Weitere Personen waren an der inhaltlich-materiellen Erstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich hierfür nicht die entgeltliche Hilfe von Vermittlungs- bzw. Beratungsdiensten (Promotionsberater oder andere Personen) in Anspruch genommen.

Niemand hat von mir unmittelbar oder mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Die geltende Promotionsordnung der Physikalisch-Astronomischen Fakultät ist mir bekannt.

Ich versichere ehrenwörtlich, dass ich nach bestem Wissen die reine Wahrheit gesagt und nichts verschwiegen habe.

Jena, 30. September 2003

## Lebenslauf

Vor- und Zuname: Frank Wunderlich

Geburtsdatum: 16. November 1973

Geburtsort: Gera

Schulbildung: 1980-1990 26. POS Gera  
Abschluß: mittlere Reife  
1990-1992 Zabel-Gymnasium Gera  
Abschluß: allgemeine Hochschulreife

Studium: 1992-1998 Friedrich-Schiller-Universität Jena  
Abschluß am 2. Februar 1998: Diplomphysiker

Seit Februar 1998: Wissenschaftlicher Mitarbeiter an der  
Friedrich-Schiller-Universität Jena