

Technische Universität Berlin
Fakultät II - Mathematik und Naturwissenschaften
Institut für Optik und Atomare Physik



Bachelorarbeit zur Erlangung des akademischen Grades Bachelor of Science im
Studiengang Physik

Pulsgetriggerte Detektion resonanter magnetischer Kleinwinkelstreuung an einer Laser-getriebenen Röntgenquelle

vorgelegt von
Leonid Lunin
geboren am 16.01.1999
Matrikelnummer: 402920

Berlin, 31. Juli 2022

Erstgutachter: Prof. Dr. Stefan Eisebitt

Zweitgutachter: Prof. Dr. Michael Lehmann

Betreuer: Dr. Bastian Pfau

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und eigenhändig sowie ohne unerlaubte fremde Hilfe und ausschließlich unter Verwendung der aufgeführten Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe.

Berlin, 31.07.2022
Ort, Datum

Leonid Lunin, 
Vollständiger Name, Unterschrift

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Prinzipien der resonanten Röntgenstrahlung	3
2.1	Magnetische Dünnschichtsysteme	6
2.2	Probenherstellung	7
2.3	Probencharakterisierung	8
3	Laser-getriebenes Instrument für resonante Streuung mit weichen Röntgenstrahlen	11
4	Röntgen-Detektor	15
4.1	CCD-Sensor	15
4.2	CMOS-Sensor	16
4.3	MÖNCH-Detektor	17
4.3.1	Rauschcharakteristik	17
4.3.2	Responsecharakteristik	19
4.4	Detektion einzelner Photonen	21
4.4.1	Schwellenwert-Algorithmus	21
4.4.2	Clustering-Algorithmus	21
5	Experimenteller Aufbau	23
6	Ergebnisse	25
6.1	Dunkelbild-Analyse	26
6.2	Energiekalibration	27
6.3	Punktspreizfunktion einzelner Photonen-Ereignisse	28
6.4	Auswertung der Streubilder mit Schwellenwert-Algorithmus	30
6.4.1	Signal-zu-Rausch-Verhältnis	31
6.5	Resonante Röntgenkleinwinkelstreuung	33
6.5.1	Auswertung des Streusignals	35
6.5.2	Nicht-resonante Messung	38
6.6	Auswertung mit Clustering-Algorithmus	39
7	Diskussion und Zusammenfassung	44
	Literatur	47

1 Einleitung

Die Weiterentwicklung der Wissenschaft im Bereich Magnetismus in Theorie und Experiment im 20. Jahrhundert führte Entdeckung und zur theoretischen Erklärung der Magnetisierungsverteilung in Festkörpern auf mikroskopischem Niveau. So können zum Beispiel alternierende lokale Magnetisierungen (*magnetische Domänen*) aufgrund von konkurrierenden Wechselwirkungen entstehen. Zur Bildung der magnetischen Domänen und deren Charakteristiken tragen zahlreiche Faktoren bei, wie die Zusammensetzung und innere Struktur des Materials sowie Proben temperatur und äußeres angelegtes Magnetfeld.

Heutzutage werden statische und dynamische Eigenschaften der Domänenbildung in Festkörpern und insbesondere in Dünnschichtsystemen in Bezug auf die Variation der äußeren Bedingungen erforscht. Solche Prozesse können innerhalb von einigen Pikosekunden ablaufen. Daher sind Messmethoden mit einer entsprechenden zeitlichen Auflösung gefragt [1], um die Dynamik des Prozesses zu untersuchen.

Unter anderem betragen die charakteristischen Domänengrößen je nach Dünnschichtsystem einige 10 Nanometer bis zu Mikrometern. So ist die räumliche Auflösung in Höhe von einigen Nanometern gefragt. Es gibt mehrere Messverfahren, die den Zugang zur Erforschung der magnetischen Effekte auf solchen Zeit- und Längenskalen ermöglichen. Ich möchte mich allerdings auf diejenigen fokussieren, denen die magneto-optischen Wechselwirkungen zugrunde liegen, und zwar auf die Beugungsmethoden. Solche Untersuchungsmethoden sind sehr praktisch, da sie den direkten physischen Kontakt mit der Probe vermeiden und dadurch eine bessere Anpassung der Experimentalbedingungen ermöglichen.

Zum Durchführen der Beugungsexperimente an Dünnschichtsystemen wird weiche Röntgenstrahlung verwendet, weil die Resonanzenergien der oft benutzten Übergangs- und Seltenerdmetallatome wie Fe, Co, Pt und Gd in diesem Teil des Spektrums liegen. Außerdem ist eine Wellenlänge der Strahlung dieser Größenordnung für die gewünschte räumliche Auflösung erforderlich. Die Anforderungen an die Kohärenz und Brillanz der Quelle konnten bisher nur mithilfe von speziellen Anlagen wie Synchrotronstrahlungsquellen oder Freie-Elektronen-Lasern (FEL) erfüllt werden.

Im Gegensatz zu der guten räumlichen Auflösung, welche die Synchrotronstrahlungsquellen anbieten, ist die zeitliche Auflösung für die Pikosekunden-Prozesse nicht hoch genug. So beträgt die Röntgenpulsdauer, also die Zeitauflösung, am Synchrotron PETRA III 100 ps (FWHM) und wird mit einer Frequenz von ca. 5–125 MHz emittiert [2].

Die wesentlich kürzeren Pulsdauern sind mit einem FEL erreichbar. Als Beispiel einer der modernsten FELs wird der European XFEL betrachtet. Die Pulsdauern können in unterschiedlichen Betriebsmodi von 25 fs bis zu 10 fs (FWHM) eingestellt werden [3]. Die Pulsfrequenz beträgt 4,5 MHz. So eine hohe Frequenz ist für manche Prozesse nicht erforderlich und kann zur unerwünschten Veränderung durch zu hohe Energiezufuhr oder eben zur Zerstörung der zu untersuchenden Probe

führen.

Ein großer Nachteil liegt an den stark limitierten Messzeiten an FELs, was die Anpassung der experimentellen Umgebung erschwert und die Möglichkeit der häufigen, regelmäßigen Messungen ausschließt.

Eine bevorzugte Alternative wäre, diese Art von Experimenten im Labor durchzuführen. Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Röntgenquelle benutzt, in der Röntgenstrahlung aus dem mit einem Pikosekundenlaser angeregten Plasma erzeugt wird. Sie bietet eine mit FEL vergleichbare Zeitauflösung mit der Pulsdauer in Höhe von 10 ps (FWHM) und viel niedrigerer Pulsfrequenz von 100 Hz [4], wodurch die dynamischen Messungen auf dem längeren Zeitintervall ohne Probenzerstörung möglich sind. Nichtsdestotrotz hat so eine Röntgenquelle deutlich geringeren Photonenfluss, was viele technische Herausforderungen beim Mess- und Auswertungsverfahren mit sich bringt.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, experimentell nachzuprüfen, ob ein Beugungsexperiment an einer Dünnschichtsystemprobe mit der gegebenen Röntgenquelle realisierbar ist. Im Hinblick auf den extrem geringeren emittierten Photonenfluss der Röntgenquelle wird ein Prototyp des MÖNCH-Detektor eingesetzt [5], dessen hohe Bildrate synchronisierte Aufnahmen der gestreuten Photonen jedes einzelnen Röntgenpulses ermöglicht. So ist ein Mess- und Auswertungsverfahren zu entwickeln, in dem die einzelnen Photonen in der Einzelpulsaufnahme mit bestmöglicher Selektivität in Bezug auf das Detektorrauschen erkannt werden können.

Alle benutzten `.ipynb` Auswertungsscripte sowie der $\text{\LaTeX}$ -Quellcode dieses Dokuments werden in die entsprechenden GitHub-Repositories* hochgeladen.

*https://github.com/lrlunin/bachelorarbeit_python_notebooks_and_data
https://github.com/lrlunin/bachelorarbeit_lunin_tu_berlin

2 Prinzipien der resonanten Röntgenstrahlung

Die in dieser Arbeit durchgeführten Experimente basieren auf den Effekten der resonanten Röntgenstreuung. Die Darstellung der Zusammenhänge orientiert sich hauptsächlich an [6].

Die resonante Röntgenstreuung wird durch den elementspezifischen atomaren Streufaktor

$$f(h\nu) = (\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{f}}^* \cdot \hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{0}})f_c - i(\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{f}}^* \times \hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{0}}) \cdot \hat{\mathbf{m}}f_{m1} + \dots \quad (2.1)$$

beschrieben, wobei $\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{f}}$ und $\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{0}}$ - die einfallenden und auslaufenden normierten Polarisationsvektoren, $\hat{\mathbf{m}}$ - der Einheitsvektor entlang der Magnetisierungsachse und $f_c(h\nu), f_{m1}(h\nu), f_{m2}(h\nu) \in \mathbb{C}$ - die energieabhängigen Streukoeffizienten des Atoms. Letztere werden auch häufig durch die Paare von reellen Koeffizienten

$$\begin{aligned} f_c(h\nu) &= f_{c,1}(h\nu) + if_{c,2}(h\nu) \\ f_{m1}(h\nu) &= f_{m1,1}(h\nu) + if_{m1,2}(h\nu) \end{aligned} \quad (2.2)$$

gegeben.

Die normierten Polarisationsvektoren sind in der Basis von *Jones-Vektoren* gegeben. D.h., dass der Wellenvektor der einlaufenden Welle $\mathbf{k}_0 = \mathbf{e}_z$ ein z -Einheitsvektor ist und die lineare Polarisation in x - bzw. y -Richtung durch die Vektoren

$$\hat{\mathbf{e}}_{\text{lin } x} = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \text{ bzw. } \hat{\mathbf{e}}_{\text{lin } y} = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

beschrieben wird, wobei die rechts bzw. links zirkulare Polarisation sich durch die Vektoren

$$\hat{\mathbf{e}}_+ = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ +i \end{pmatrix} \text{ bzw. } \hat{\mathbf{e}}_- = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ -i \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

darstellen lässt. Unter anderem gilt die folgende Beziehung zwischen den Vektorenpaaren:

$$\hat{\mathbf{e}}_{\text{lin } x} = \frac{1}{\sqrt{2}}(\hat{\mathbf{e}}_+ + \hat{\mathbf{e}}_-) \text{ bzw. } \hat{\mathbf{e}}_{\text{lin } y} = \frac{-i}{\sqrt{2}}(\hat{\mathbf{e}}_+ - \hat{\mathbf{e}}_-) \quad (2.5)$$

Die Streukoeffizienten lassen sich nach der physikalischen Natur der Streuung voneinander unterscheiden. Der Streuung, die mit dem Koeffizienten f_c beschrieben wird, liegt die Streuung an den gebundenen Elektronen des Atoms zugrunde. Für die Beschreibung der Streuung, die auf den magnetischen Effekten basiert, dienen die Koeffizienten f_{m1} und f_{m2} .

Für die Photonenfrequenz $\nu_{\text{nichtresonant}}$, die weit von der Resonanzabsorptionsfrequenz der Elektronen im Atom entfernt liegt, ist der magnetische Streukoeffizient f_{m1} annähernd gleich Null. Aus diesem Grund hängt der Streufaktor $f(h\nu_{\text{nichtresonant}})$ lediglich vom ersten Summand in Gl. (2.1) ab.

Im Photonenfrequenzbereich ν_{resonant} , der nah an der Resonanzabsorptionsfrequenz der Elektronen im Atom liegt, nimmt der Streukoeffizient f_{m1} zu und leisten einen wesentlichen Beitrag zum Gesamtwert des Streufaktors f . Es ist auch wichtig zu beachten, dass der Streufaktor $f(h\nu_{\text{resonant}})$ nun sowohl von den Polarisationsvektoren $\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{f}}$ und $\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{0}}$, als auch von der räumlichen Ausrichtung der Atommagnetisierungsachse $\hat{\mathbf{m}}$ in Bezug auf $\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{f}}$ und $\hat{\mathbf{e}}_{\mathbf{0}}$ abhängt. Dieser Effekt heißt Röntgenzirkulardichroismus (XMCD, engl. *X-ray magnetic circular dichroism*) und wird grundsätzlich für zirkular polarisiertes Licht beobachtet.

Für diese Arbeit wird insbesondere der Fall betrachtet, wenn die Magnetisierung in der Probe lateral periodisch ist, und zwar mikroskopische magnetische Domänen senkrecht zur Probenfläche bildet.

Die Transmissionsgeometrie der Streuung an einer Probe mit der senkrechten Ausrichtung der magnetischen Domänen ist in Abb. 1 dargestellt.

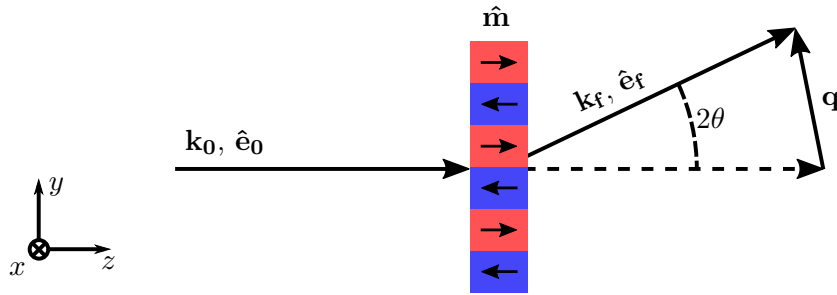


Abbildung 1: Der einlaufende Wellenvektor $\mathbf{k}_0$ mit dem Polarisationsvektor $\hat{\mathbf{e}}_0$ und der auslaufende Wellenvektor $\mathbf{k}_f$ mit dem Polarisationsvektor $\hat{\mathbf{e}}_f$, sowie der Streuvektor $\mathbf{q}$.

Die vektorielle Differenz zwischen den auslaufenden und einlaufenden Wellenvektoren $\mathbf{k}_f$ und $\mathbf{k}_0$ wird zunächst als Streuvektor $\mathbf{q}$ bezeichnet.

Betrachtet man den Fall von zirkular polarisierter ein- und auslaufender Strahlung, ergibt sich aus den Gleichungen (2.1) und (2.3) die Beziehung

$$f_{\pm}(h\nu) = f_c \mp \mathbf{k}_0 \hat{\mathbf{m}} f_{m1} = f_c \mp \hat{m}_{\perp} f_{m1} \quad (2.6)$$

Nach der *Bornschen Näherung* lässt sich die Streuamplitude an den N -Atomen als die Summe phasen der Streuungen an jedem n -ten Atom darstellen. Die Streuung am n -ten Atom, das am Ort $\mathbf{r}_n$ liegt, wird als Produkt dessen Streufaktors $f_{\pm}^n$ mit dem Phasenfaktor $e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}_n}$ bezeichnet. Die Streuintensität berechnet sich dann aus dem Betragsquadrat der Amplitude:

$$I_{\pm} \propto \left| \sum_n f_{\pm}^n e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}_n} \right|^2 \stackrel{(2.6)}{\propto} \left| \sum_n (f_c^n \mp \hat{m}_{\perp}^n f_{m1}^n) e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}_n} \right|^2 \quad (2.7)$$

Man führt die Strukturfaktoren F_c und F_m ein, die als

$$\begin{aligned} F_c(\mathbf{q}) &= \sum_n f_c^n e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}_n} \\ F_m(\mathbf{q}) &= \sum_n \hat{m}_{\perp}^n f_{m1}^n e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}_n} \end{aligned} \quad (2.8)$$

definiert werden. Somit lässt sich Gl. (2.7) wie folgt umschreiben:

$$I_{\pm} \propto |F_c \mp F_m|^2 = |F_c|^2 \mp 2\text{Re}(F_c^* F_m) + |F_m|^2, \quad (2.9)$$

wobei $\text{Re}(z)$ der reelle Teil der komplexen Größe ist.

Nach Gl. (2.5) kann die Intensität der Streuung des linear polarisierten Lichtes I_{lin} als die Summe

$$I_{\text{lin}} \propto I_+ + I_- \propto |F_c|^2 + |F_m|^2 \quad (2.10)$$

bestimmt werden, wobei die Mischterme $\pm 2\text{Re}(F_c^* F_m)$ einander ausgleichen. Das Ergebnis, dass der XMCD-Effekt sowohl für zirkular als auch für linear polarisierte Strahlung zu beobachten ist, ist insbesondere im Kontext dieser Arbeit wichtig, weil die benutzte Röntgenquelle Strahlung ohne bevorzugte Polarisation emittiert.

Das Betragsquadrat vom Strukturfaktor $|F_m|^2$ kann in Hinblick auf die Gleichungen (2.2) und (2.8) umgeschrieben werden:

$$|F_m(\mathbf{q})|^2 = \left| \sum_n^N \hat{m}_{\perp}^n [f_{m1,1}^n + i f_{m1,2}^n] e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}_n} \right|^2 \quad (2.11)$$

Wird die Streuung unter der Resonanzbedingung für ein chemisches Element betrachtet, können die Koeffizienten $f_{m1,1/2}$ anderer chemischer Elemente als vernachlässigbar klein weggelassen werden, wenn diese spektral weit genug voneinander entfernt liegen. In dieser Arbeit werden somit die resonanten Photonenenergien der Fe L3-Absorptionslinie $h\nu_{\text{Fe, L3}} = 706,97 \text{ eV}$ und Gd M5-Absorptionslinie $h\nu_{\text{Gd, M5}} = 1184,79 \text{ eV}$ unabhängig voneinander betrachtet. Diese Annahme

$$f_{m1,1/2}^n = f_{m1,1/2} = \text{konst.} \quad \forall n \in N \quad (2.12)$$

lässt Gl. (2.11) weiter vereinfachen zu

$$|F_m(\mathbf{q})|^2 = |f_{m1,1} + i f_{m1,2}|^2 \cdot \left| \sum_n^N \hat{m}_{\perp}^n e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}_n} \right|^2 = (f_{m1,1}^2 + f_{m1,2}^2) S_m(\mathbf{q}), \quad (2.13)$$

wobei $S_m(\mathbf{q})$ das Betragsquadrat der Fourier-Transformierten der magnetischen Struktur der Probe ist.

Schließlich ergibt sich der folgende Zusammenhang für die Streuintensität:

$$I_{\text{lin}} \propto |F_c(\mathbf{q})|^2 + (f_{m1,1}^2 + f_{m1,2}^2) S_m(\mathbf{q}) \quad (2.14)$$

Analog zur Proportionalität des Betragsquadrats des Strukturfaktors $|F_m(\mathbf{q})|^2$ der Fourier-Transformierten der magnetischen Struktur $S_m(\mathbf{q})$ ist das Betragsquadrat des Strukturfaktors $|F_c(\mathbf{q})|^2$ proportional zur Fourier-Transformierten des Kristallgitters $S_c(\mathbf{q})$. Die magnetische Struktur verändert sich jedoch typischerweise auf einer Skala von 10 nm Mikrometer, wobei typische Atomabstände innerhalb eines Kristallgitters einige Ångström betragen. So ist der Beitrag von $S_c(\mathbf{q})$ zur gesamten Streuintensität nur bei deutlich größeren Beträgen von Streuvektoren q (größeren Streuwinkeln) zu beobachten.

So beschreibt der Faktor $S_m(\mathbf{q})$ die räumliche Streuintensitätsverteilung bei den kleinen Streuwinkeln. Im nächsten Abschnitt wird darüber diskutiert, wie sich der Faktor $S_m(\mathbf{q})$ in Bezug auf die Zusammensetzung der Probe verändert.

2.1 Magnetische Dünnschichtsysteme

In diesem Abschnitt werden physikalische Grundlagen betrachtet, die zur Bildung der magnetischen Domänen in Festkörpern, und zwar in Dünnschichtsystemen, führen. Solche Systeme bestehen häufig aus Dutzenden von alternierenden Schichten von 3d-Übergangsmetallen und schweren Metallen Seltenen Erden, die bis einige Ångström dick sind. In dieser Arbeit wird das Beispiel von einem Dünnschichtsystem aus Eisen und Gadolinium betrachtet.

Die Domänenbildung lässt sich auf die Balance von drei dominierenden Wechselwirkungen zurückführen: Austauschwechselwirkung, uniaxiale magnetische Anisotropie und magnetische Streufelder [7], [8]. Ihre Beiträge zur Gesamtenergie werden zunächst einzeln erfasst.

Die Austauschwechselwirkung ist sehr kurzreichweitig und ist zur Ausrichtung der Elektronenspins (Kopplung) entscheidend. Sind die Elektronenspins zueinander antiparallel orientiert, nennt man diese Art der Kopplung antiferromagnetisch (AFM). Sind sie parallel orientiert, heißt diese Kopplung ferromagnetisch (FM). Die Art der Kopplung wirkt sich unmittelbar auf die Gesamtmagnetisierung der Probe aus. Dies ist schematisch in Abb. 2 dargestellt. In einem Dünnschichtsystem aus Fe und Gd sind die magnetischen Momente innerhalb einer Schicht FM gekoppelt, wobei die benachbarten Schichten AFM gekoppelt sind. Die resultierende Magnetisierung des Dünnschichtsystems lässt sich als die Summe der Fe/Gd-Doppelschichtmagnetisierung darstellen, wobei die Doppelschichtmagnetisierung die Differenz der magnetischen Momente von Fe und Gd ist. Diese ist durch die AFM Kopplung relativ klein, aber nicht null, da der absolute Betrag des magnetischen Momentes von Gd bei Raumtemperatur höher als der von Fe ist [9]. Daher soll die Schichtenzahl sehr hoch sein, um eine höhere Gesamtmagnetisierung zu erhalten, welche durch die höheren Streufelder die Ausbildung von magnetischen Domänen begünstigt.

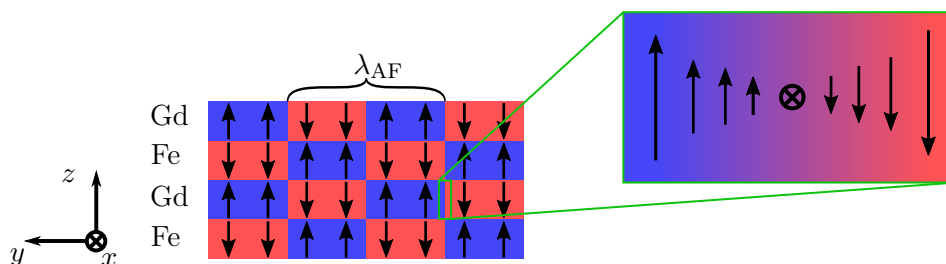


Abbildung 2: schematisch dargestellte AFM-gekoppelte Domänen zwischen den benachbarten Schichten am Beispiel von Gd/Fe. Die charakteristische Domänenbreite ist mit λ_{AF} bezeichnet. Im vergrößerten Bereich (rechts) ist die räumliche Drehung der Domänen dargestellt. Eine solche Anordnung heißt Bloch-Wand.

Die Anisotropie führt zum Entstehen der Vorzugsachsen der Magnetisierung innerhalb eines Mediums. Typischerweise liegen die Vorzugsachsen in der Materialebene. Im Falle des Mehrschichtsystems aus Schwermetallen, wo die Schichten nur wenige Ångström dick sind, überwiegen die Grenzschieffekte, wobei die Bahnmomente, als auch die Spinnomente aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung, an der Grenzschicht senkrecht zur Ebene ausrichten. Dies führt zur Ausbildung einer senkrechten Anisotropie.

Die Magnetisierung senkrecht zur Ebene erhöht jedoch die Streufeldenergie. Diese kann minimiert werden, indem sich Domänen mit entgegengesetzter magnetischer Polarisierung innerhalb des Sys-

tems bilden. Die Periodizität der Domänen und ihre Breite hängen von den Schichtdicken und der Schichtenzahl ab.

Die Bildung eines bestimmten Systemzustandes hängt von mehreren inneren und äußeren Faktoren ab. Zu denen gehören die bereits oben erwähnten Schichtdicken und Schichtenzahl, sowie die Temperatur, die Stärke des externen Magnetfeldes und dessen Historie. Auch Anregungen mit ultrakurzen Laserpulsen können zur Ausbildung von charakteristischen Domänenstrukturen führen [10].

2.2 Probenherstellung

Zur Optimierung des zu erwartenden Streusignals wurden zwei Multilagenproben hergestellt. Mit Hilfe des Programmpakets „*udkm1Dsim*“ [11] wird die Transmission und der magnetische Kontrast in Bezug auf die Wiederholungszahl N der $[\text{Fe}(0,41 \text{ nm})/\text{Gd}(0,45 \text{ nm})]$ Doppelschicht in einer Probe bei den Photonenenergien $h\nu_{\text{Fe}, \text{L3}} = 706,97 \text{ eV}$ und $h\nu_{\text{Gd}, \text{M5}} = 1184,79 \text{ eV}$ untersucht. Die Wahl dieser zwei Elemente wird später in Kapitel 3 thematisiert. Die Werte der Koeffizienten $f_{m1,1}$ und $f_{m1,2}$ von Fe und Gd wurden jeweils aus [12, Abb. 4] und [13, Abb. 2] abgeleitet. In der Zusammensetzung der Probe müssen auch ein 200 nm SiN-Substrat und zwei 3 μm bzw. 2 nm Schichten aus Tantal, die als Haft- bzw. Deckschicht dienen, mitberechnet.

Mit dem Programmpaket werden die Transmissionen T_+ und T_- für das rechts und links polarisierte Licht berechnet. Die Transmissionsrate T und der magnetische Kontrast P werden ermittelt über

$$T = \frac{T_+ + T_-}{2}; P = \frac{T_+ - T_-}{T} \quad (2.15)$$

und zur Bestimmung der Gütezahl der Streuungsintensität TP^2 verwendet. Die Gütezahl TP^2 ist ein Maß für die Streuungsintensität und muss maximiert werden. Die verfügbare Herstellungstechnologie von mehrschichtigen Systemen limitiert die maximale Schichtenzahl einer Probe. Ohne allzu große technische Herausforderungen könnte eine Probe mit 200 Wiederholungen erstellt werden. Aus diesem Grund wird das Maximum von TP^2 im Bereich der Wiederholungszahl N von 1 bis 200 gesucht.

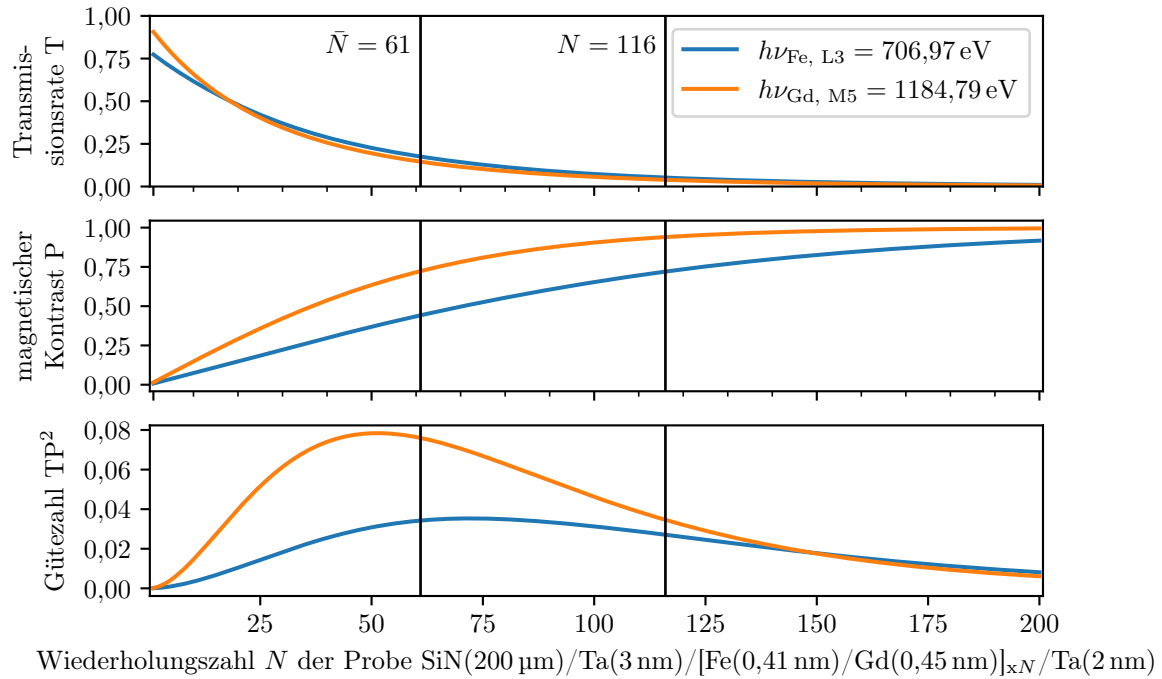


Abbildung 3: Die Abhängigkeit der Transmissionsrate T und der Gütezahl TP^2 einer Probe ist in Bezug auf die Wiederholungszahl N abgebildet. Die Maxima der Gütezahl TP^2 werden bei dem Wert $N_{\text{Fe, L3}} = 72$ für die Photonenenergie $h\nu_{\text{Fe, L3}} = 706,97 \text{ eV}$ (orange Linie) bzw. bei dem Wert $N_{\text{Gd, M5}} = 52$ für die Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, M5}} = 1184,79 \text{ eV}$ (blaue Linie) erreicht.

In Abb. 3 sind die Ergebnisse aufgetragen. Die Extrema der Gütezahl TP^2 liegen bei den Werten $N_{\text{Fe, L3}} = 72$ bzw. $N_{\text{Gd, M5}} = 52$ für die Photonenenergien $h\nu_{\text{Fe, L3}} = 706,97 \text{ eV}$ bzw. $h\nu_{\text{Gd, M5}} = 1184,79 \text{ eV}$. Außerdem ist es wichtig, dass der absolute Betrag des Gütezahlmaximums TP^2 bei der Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, M5}}$ ca. doppelt so groß ist wie bei der Photonenenergie $h\nu_{\text{Fe, L3}}$.

Als Schlussfolgerung werden insgesamt zwei Proben hergestellt: die erste Probe, die weiter unter dem Namen **DS211221** bezeichnet wird, wurde auf $200 \mu\text{m}$ SiN-Substrat gewachsen und besteht aus 61 Doppelschichten $[\text{Fe}(0,41 \text{ nm})/\text{Gd}(0,45 \text{ nm})]$ mit einer Haftschrift aus Ta(3 nm) und einer Deckschicht aus Ta(2 nm). Die Wiederholungszahl $\bar{N} = 61$ wurde als mittlerer Wert zwischen den Werten $N_{\text{Fe, L3}} = 72$ und $N_{\text{Gd, M5}} = 52$ genommen.

Die zweite zu produzierende Probe, die folgend unter dem Namen **DS220126** bezeichnet wird, wurde auf demselben Substrat gewachsen und besteht aus 116 Doppelschichten $[\text{Fe}(0,41 \text{ nm})/\text{Gd}(0,45 \text{ nm})]$. Die Haft- und Deckschicht sind jeweils Ta(3 nm) und Ta(2 nm). Für die Wahl der Wiederholungszahl $N = 116$ wurde [14, Abschnitt „Sample Preparation“] als Referenz genommen.

2.3 Probencharakterisierung

Eines der Messgeräte, das die magnetische Struktur dünner Schichten mit nm-Auflösung abbilden kann, ist ein Magnetkraftmikroskop (MFM, *engl. magnetic force microscope*). Die mit dem MFM aufgenommenen Domänenmuster der beiden Proben und das Betragsquadrat der Fourier-

Transformierten in logarithmischer Darstellung sind in Abb. 4 dargestellt.

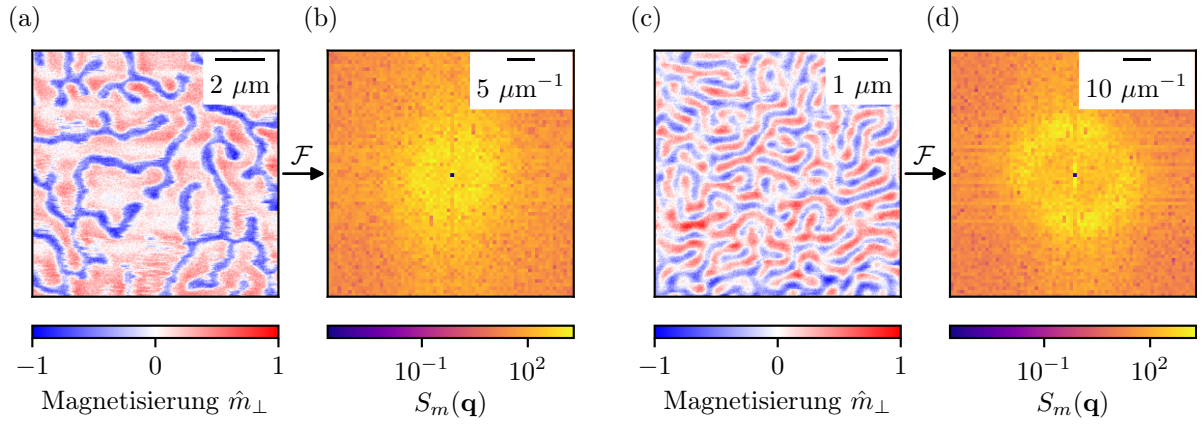


Abbildung 4: Die aufgenommenen Domänenmuster der Probe (a) **DS211221** und (c) **DS220126**, und (b),(d) - die absoluten Beträge der Fourier-Transformierten von gegebenen Mustern in logarithmischer Skala. Die Domänenmuster wurden mit dem Bruker Dimension Icon[®] Rastermikroskop im MFM-Modus aufgenommen. Die hellere Farbe entspricht dem größeren Signalwert. Die Farbskala kann nicht in die absoluten physikalischen Werte umgerechnet werden. Die absoluten Magnetisierungsstärken verschiedener Proben sind nicht miteinander vergleichbar.

Es ist leicht zu sehen, dass die Domänenbreite der Probe **DS211221** in Abb. 4a wesentlich größer als die Domänenbreite der Probe **DS220126** in Abb. 4c ist. Darüber hinaus ist die Periodizität von Domänen in der Probe **DS211221** deutlich niedriger als in der Probe **DS220126**. Das spiegelt sich in den Fourier-Transformierten der Domänenmuster beider Proben (Abb. 4b und 4d) wider, die proportional dem $S_m(\mathbf{q})$ sind. In der Fourier-Transformierten des Domänenmusters von **DS220126** ist ein viel schärferes Ringmuster zu sehen, das im Endeffekt bei dem Streuexperiment an der gegebenen Probe zu erwarten ist. Die Domänenbreite der Probe **DS220126** lässt sich mit 300 nm abschätzen, die ca. $20 \mu\text{m}^{-1}$ im reziproken Raum entsprechen.

Für das Streuexperiment wurde die Probe **DS220126** wegen der stabilen Domänenperiodizität gewählt, obwohl sie der anderen Probe in der erwarteten Transmissionsrate T und Gütezahl TP^2 unterlegen ist. Für die Probe wurde zusätzlich eine Hysteresekurve mit Hilfe des magneto-optischen Kerr-Effekts (MOKE) aufgenommen. Das Messgerät bietet keinen Zugang zur Domänenstruktur, da weder eine optische Abbildung der Probe gemacht wird, noch die Strahlgröße klein genug ist, um die sub- μm -Strukturen aufzulösen. Die Hysteresekurve $\chi(\mu_0 H)$ in Abb. 5 lässt anhand ihres Kurvenverlaufs - ohne nachweisbare Remanenz - erwarten, dass die Domänen in der Probe ohne äußeres magnetisches Feld präsent sind. Bei magnetischen Feldern mit Beträgen größer als 120 mT ist die Probe gesättigt und es existieren keine Domänen mehr.

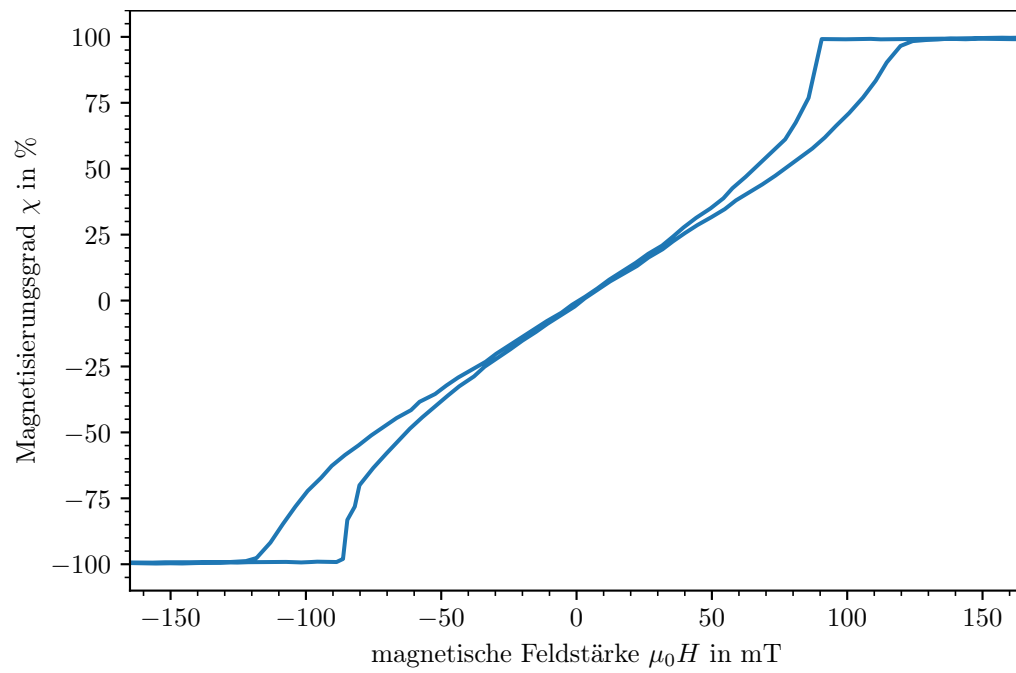


Abbildung 5: Die Hysteresekurve der Probe **DS220126**, aufgenommen mit MOKE. Das magnetische Feld $\mu_0 H$ wird senkrecht zu der Probenfläche angelegt.

3 Laser-getriebenes Instrument für resonante Streuung mit weichen Röntgenstrahlen

Typischerweise werden resonante Streuexperimente an Synchrotronstrahlungsquellen oder FELs durchgeführt. Wegen der kleinen magnetischen Streuquerschnitte wird ein hoher Photonenfluss benötigt. Die Photonenenergie muss frei durchstimmbare sein und eine Kontrolle über die Polarisation ist vorteilhaft. Die Strahllinie P04 an der Synchrotronstrahlungsquelle PETRA III soll hier als Beispiel solcher Röntgenquellen dienen [15].

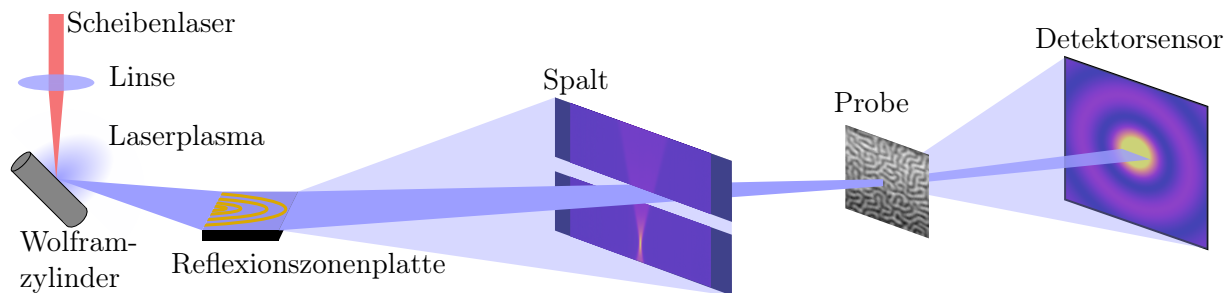


Abbildung 6: Schematische Skizze zur Versuchsgeometrie. Röntgenstrahlung (blauer Strahl) wird erzeugt, indem ein scharf fokussierter Laserstrahl (roter Strahl) auf einen Wolframzylinder gerichtet wird. Die erzeugte Röntgenstrahlung wird mit einer Reflexionszonenplatte gebündelt, wobei die Photonenenergien entlang der vertikalen Achse aufgelöst werden. So dient ein horizontaler Spalt zum Durchlass bestimmter Photonenenergien, die auf die Probe abgebildet werden. Der an der Probe gestreute Strahl wird mit einem Detektorsensor aufgenommen. Eine zu klein eingestellte Spalthöhe kann jedoch unerwünschte Beugungseffekte an den Spaltkanten erzeugen, welche sich am Detektorsensor beobachten lassen.

Als Quelle der weichen Röntgenstrahlung dient hingegen eine Laser-getriebene Plasma-Röntgenquelle (PXS, engl. *plasma X-ray source*), deren Aufbau und Eigenschaften in [4] detailliert beschrieben sind. Ihrem Funktionsprinzip liegt die Emission von Wolfram im weichen Röntgenbereich zugrunde, die durch die hochenergetischen Laserpulse getrieben wird [16]. So wird auch die Röntgenstrahlung an der PXS in Form von Pulsen emittiert. Im Vergleich zu PETRA III, wo die typische Pulsdauer 100 ps (FWHM), und Pulsperiode 192 ns betragen, ist die Pulsdauer der PXS mit 10 ps (FWHM) wesentlich kürzer, wobei ihre Pulsperiode mit 10 ms viel größer ist.

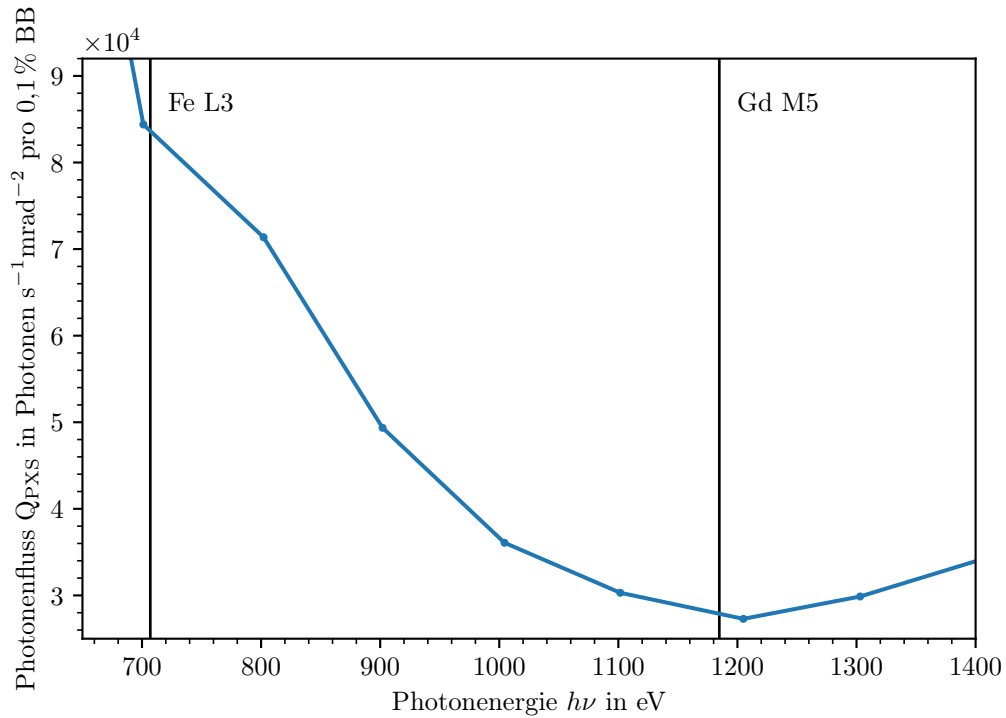


Abbildung 7: Das Spektrum der benutzten PXS. Unter der Abkürzung „BB“ ist die Bandbreite zu verstehen. Die schwarzen Hilfslinien mit den Titeln entsprechen den Photonenergien $h\nu_{\text{Fe, L3}} = 706,97 \text{ eV}$ bzw. $h\nu_{\text{Gd, M5}} = 1184,79 \text{ eV}$. Adaptiert von [4], mit Genehmigung von D. Schick.

Im Gegensatz zur hoch kollimierten Strahlung an der Strahllinie P04 strahlt die PXS die Photonen in einem breiten Spektrum (s. Abb. 7) und in alle Raum-Richtungen aus.

Nichtsdestotrotz ist es möglich, die Strahlung zu bündeln und einen bestimmten Photonenenergiebereich zu selektieren. Dafür wird die emittierte Strahlung mithilfe einer Reflexionszonenplatte (RZP, engl. *reflection zone plate*) fokussiert. Zur Verfügung stehen zwei RZP, die für die Zielphotonenenergien von Fe (705 eV) und Gd (1189 eV) konstruiert wurden. Der mit der RZP fokussierte Strahl wird in Form einer Sanduhr auf der Detektorfläche (s. Abb. 8) abgebildet, wobei die Zielphotonenenergie in der Sanduhrtaile liegt und die benachbarten Photonenenergien entlang der vertikalen Achse energetisch aufgelöst werden.

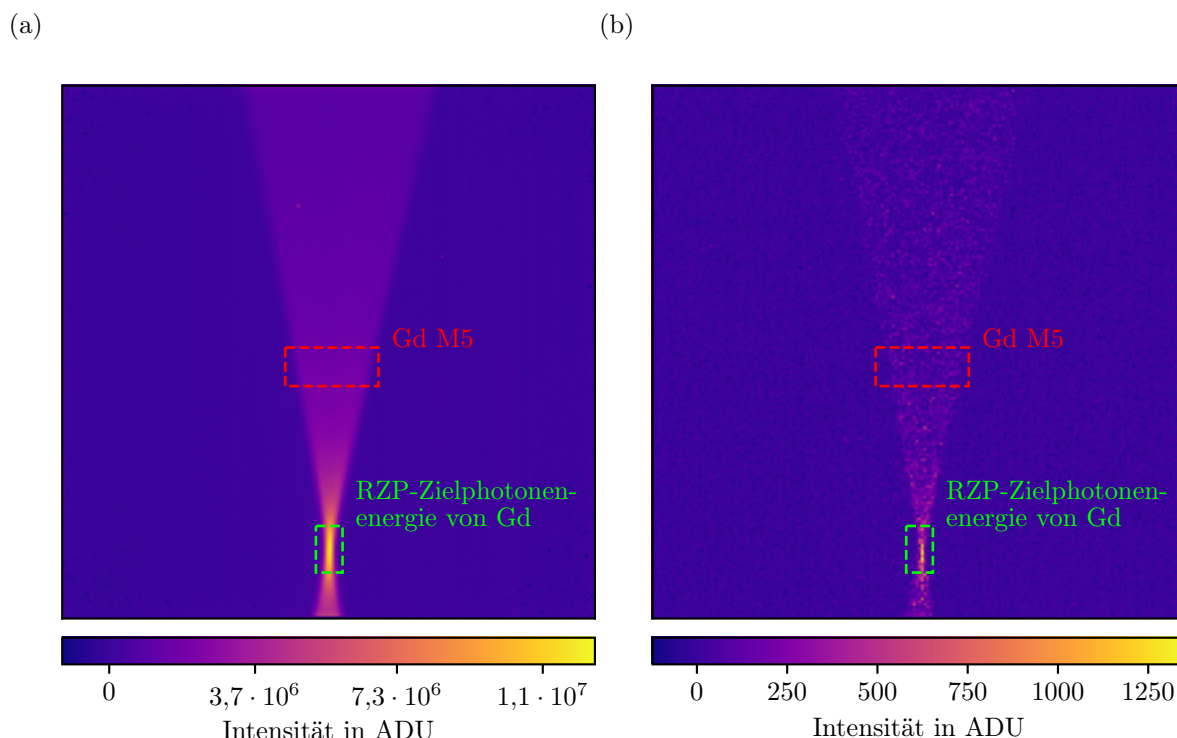


Abbildung 8: Das direkte Strahlprofil auf dem Detektor, das mit der RZP für Gd fokussiert wurde. Abgebildet sind (a) die Summe von 26026 Pulsen und (b) ein einzelner Puls. Der hellste Bereich liegt um 1189 eV; die Photonenergie nimmt von unten nach oben ab. Die Bereiche, in den die Photonenergie $h\nu_{\text{Gd, M5}} = 1184,79$ eV bzw. die Zielphotonenergie der RZP 1189 eV, abgebildet wurden, sind mit dem roten bzw. hellgrünen Viereck markiert.

Es ist schwer, den Photonenfluss der PXS genau anzugeben, weil er nicht nur von der Wahl der RZP abhängt, sondern auch der Photonenergie und der Bandbreite.

Es kann beispielsweise der Photonenfluss der PXS an der Photonenergie $h\nu_{\text{Gd, M5}}$ abgeschätzt werden. So werden ca. 617 Photonen pro Puls innerhalb des roten Vierecks in Abb. 8 detektiert. In Hinblick auf die Pulsperiode 10 ms ergibt sich der Photonenfluss in Höhe von ca. $6,2 \cdot 10^4$ Photonen/s, wobei der Photonenfluss an der Strahllinie P04 höher als 10^{12} Photonen/s ist.

Für die Detektion des Streusignals an der PXS werden also erheblich längere Belichtungszeiten des Detektors benötigt. In diesem Fall gibt es zwei Strategien für das Aufnahmeverfahren:

Die Belichtungszeit wird hoch gesetzt, sodass eine Aufnahme das Streusignal erzeugt von mehreren Pulsen der PXS enthält. In diesem Fall müssen sowohl das Detektordunkelrauschen, das typischerweise mit der Zunahme der Belichtungszeit steigt, als auch das Ausleserauschen klein gegenüber dem Streusignal sein.

Die andere Methode basiert auf der Trennung des Hintergrundrauschens vom Streusignal. Die Belichtungszeit wird möglichst klein gewählt, sodass jeder Puls der PXS einzeln aufgenommen wird und das Detektordunkelrauschen gesenkt wird. In diesem Fall ist das Ausleserauschen nun dominierend und muss klein gegenüber dem Signal eines einzelnen detektierten Photons sein. Dann lassen sich einzelne Photonen-Ergebnisse vom Rauschen trennen.

Die beiden Methoden haben jeweils gewisse Vor- und Nachteile. Die erste Aufnahmemethode ist einfach zu realisieren. Der Dynamikumfang des Detektors muss jedoch idealerweise groß genug sein, damit das gemessene Signal innerhalb des gesamten Sensors linear abgebildet wird. In der Wirklichkeit ist das oft schwer realisierbar. So werden typischerweise potenziell überbelichtete Sensorbereiche des Detektors vom Röntgenstrahl abgeschirmt, was die Normierung des Streusignal auf die einfallende Intensität erschwert. Die zweite Aufnahmemethode lässt sich gut mit einem Anregungs-Abfrage-Experiment (*engl. pump-probe experiment*) kombinieren und bietet besseren Dynamikumfang. Die Photonenerkennung kann jedoch Artefakte verursachen.

In dieser Arbeit wird die zweite Methode verwendet. Dazu wurde ein neuartiger Detektor an der Laborquelle in Betrieb genommen, wie im nächsten Kapitel beschrieben. Eine besondere Herausforderung war die Entwicklung und Überprüfung von numerischen Verfahren zur Erkennung von Einzelphotonen-Ereignissen in den Detektorbildern.

4 Röntgen-Detektor

Um das Kleinwinkelstreusignal möglichst effizient aufzunehmen, werden heutzutage fast ausschließlich Flächendetektoren verwendet. Ein photonenempfindlicher Sensor ist das wichtigste Bauteil aller Detektoren. Die einfallenden Photonen erzeugen Ladung durch den inneren Fotoeffekt in den Fotodioden der Sensorfläche. Für den weiteren Ladungstransport und die Datenverarbeitung gibt es grundsätzlich zwei Primärtechnologien, wonach sich alle Sensoren aufteilen lassen.

4.1 CCD-Sensor

Die erste Sensorfamilie heißt CCD-Sensor (CCD, *engl. charge-coupled device*). Bei diesem Sensortyp wird zuerst die von Fotodioden erzeugte Ladung an einen Leiter übertragen. Danach werden die Ladungen im Leiter durch die koordinierte zeitliche Änderung des lokalen elektrischen Potentials der Reihe nach verschoben. Typischerweise erfolgt die Verschiebung vertikal (entlang der Spalten) bis zu einem einzigen horizontalen Leiter. Dieser wird auch Schieberegister genannt und ermöglicht den weiteren Ladungstransport zum Verstärker. Dieses Verfahren ist genauer in Abb. 9 dargestellt.

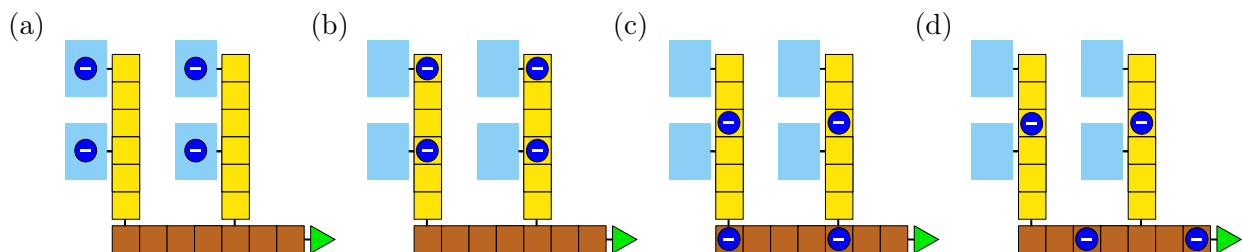


Abbildung 9: Die prinzipiellen Schritte des Ausleseprozesses am Beispiel eines $2\text{ px} \times 2\text{ px}$ CCD-Sensors. Die hellblauen Bereiche sind als einzelne Fotodioden zu verstehen, die gelben und braunen Tafeln entsprechen den Leiterbereichen, in denen der Ladungstransport vertikal bzw. horizontal erfolgt. Der horizontale Leiter wird auch Schieberegister genannt. Das grüne Dreieck stellt einen Verstärker dar. Die Ladung wird (a) zuerst durch den inneren Fotoeffekt an den Fotodioden erzeugt und (b) dann an den vertikalen Leiter übertragen. Die Ladungen von Fotodioden der untersten Zeile (c) werden auf dem Schieberegister zuerst ankommen, während von oben nachgerückt wird. Im Laufe der Zeit (d) werden die Ladungen im Schieberegister weiter nach rechts zum Verstärker verschoben, wo die Ladung in eine Spannung umgewandelt wird. Während die Ladungen der untersten Zeile verarbeitet werden, wiederholen sich die Schritte (c) und (d) bis zum Ende der vertikalen Sensorauflösung.

Die Ladungen werden seriell mit einem einzigen Verstärker zuerst in eine Spannung und dann mit einem Analog-Digital-Umsetzer (ADC, *engl. analog-to-digital converter*) in das digitale Signal umgewandelt. So wird das Gesamtbild auf dem Sensor der Reihe nach ausgelesen.

Die Dauer dieses Verfahrens hängt von der Sensorauflösung (Pixelanzahl) ab und kann relativ lang

sein. Als Beispiel eines im Röntgenbereich aktiv benutzten CCD-Detektors kann ein Princeton Instruments PI-MTE: 2048B[®] dienen. Im Falle der höchsten Ausleserate von 1 MHz dauert das Auslesen des gesamten Sensors mit $2048 \text{ px} \times 2048 \text{ px}$ 4,2 s [17, s. 81, Readout-Charakteristik]. Die Auslesezeit kann durch die Auslese eines kleineren Sensorbereichs verkürzt werden und beträgt im Falle eines $400 \text{ px} \times 400 \text{ px}$ Sensorunterbereichs 160 ms. Hauptvorteil und Grund für große Verbreitung von CCD-Detektoren im wissenschaftlichen Kontext sind das sehr geringe Hintergrund- und Ausleserauschen, die im Falle von PI-MTE: 2048B[®] $0,12 \text{ e}^-/(\text{Pixel s})$. Für eine Belichtungszeit von 3 s würde es das Rauschen ca. 15 e^- (RMS) betragen.

4.2 CMOS-Sensor

Die zweite große Sensorfamilie heißt CMOS-Sensor (CMOS, *engl. complementary metal-oxide-semiconductor*). Sie wird auch häufig als aktiver Pixelsensor (APS, *engl. active pixel sensor*) bezeichnet. Bei diesem Sensortyp besitzt jede Fotodiode einen eigenen Verstärker und die Ladung wird unmittelbar an der Fotodiode ohne weiteren Ladungstransport in die Spannung umgewandelt. Die Digitalisierung der Spannung einer bestimmten Fotodiode erfolgt durch das Schließen der entsprechenden Schalter für die Zeile und Spalte des Pixels, wobei alle anderen Schalter offen bleiben. Dieses Verfahren ist in Abb. 10 schematisch dargestellt.

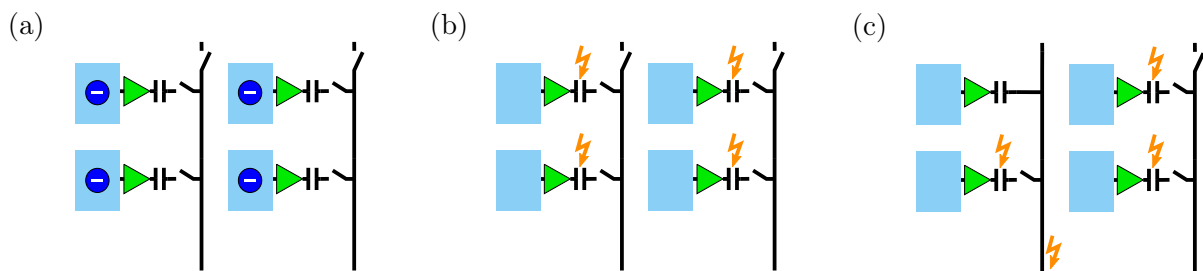


Abbildung 10: Die prinzipiellen Schritte vom Ausleseprozess am Beispiel eines $2 \text{ px} \times 2 \text{ px}$ CMOS-Sensors. Die hellblauen Bereiche sind als einzelne Fotodioden zu verstehen. Jedes grüne Dreieck ist ein Verstärker. Die Ladung wird (a) zuerst durch den inneren Fotoeffekt an den Fotodioden erzeugt und (b) dann durch den Verstärker an jedem Pixel in eine Spannung umgewandelt. Die Schalter entsprechender Zeilen und Spalten (c) werden geschlossen. Durch ihre Permutationen werden die Spannungen jedes Pixels übertragen. Im Gegensatz zu einem CCD-Sensor kann das Auslesen von verschiedenen Spalten simultan laufen.

Dadurch können die Spannungen parallel in Spalten mit mehreren ADCs parallel in allen Spalten digitalisiert und Auslesezeiten somit wesentlich verkürzt werden. Die typische Auslesezeit einer Zeile liegt im μs -Bereich, was im Falle eines $2048 \text{ px} \times 2048 \text{ px}$ Bildes einige ms für den ganzen Sensor ergibt.

Diese Sensorfamilie ist allerdings nicht frei von Nachteilen. Der entscheidende Faktor, warum CMOS-Sensoren die CCD-Sensoren nicht in allen Bereichen verdrängt haben, ist der wesentlich höhere Rauschpegel. Die Wahl des geeigneten Detektors hängt von der verfügbaren Zeit, gewünschten Auflösung und Art der Messung ab.

4.3 MÖNCH-Detektor

Der MÖNCH-Detektor ist ein Röntgendetektorprototyp, der am Paul Scherrer Institut (PSI) entwickelt wurde. Dieser stellt einen Hybrid-Detektor dar, dessen Sensor seinem Aufbau nach hauptsächlich einem CMOS-Sensor ähnelt. Die technischen Nachbesserungen (Abb. 11) ermöglichen, den Verstärkungsgrad zu variieren und, durch den Einbau eines zusätzlichen Kondensatorspeichers, die Auslesezeit zu beschleunigen.

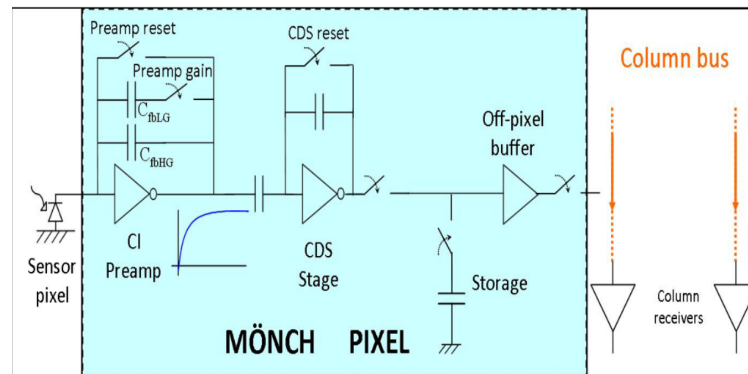


Abbildung 11: schematischer Aufbau eines Pixels des MÖNCH-Sensors. Quelle: [18]

Für die Messungen in dieser Arbeit stand die dritte Generation des MÖNCH-Detektors (MÖNCH03) zur Verfügung, die eine Auflösung von $400 \text{ px} \times 400 \text{ px}$ und eine verbesserte Rauschcharakteristik im Vergleich zu vorherigen Generationen hat. Die Pixelgröße beträgt $25 \mu\text{m}$. Der gesamte Sensor ist $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ groß. Um eine unerwünschte Belichtung der Pixel mit sichtbarem Licht während der Messung zu verhindern, hat die Sensorfläche eine ca. 500 nm dicke Al-Beschichtung.

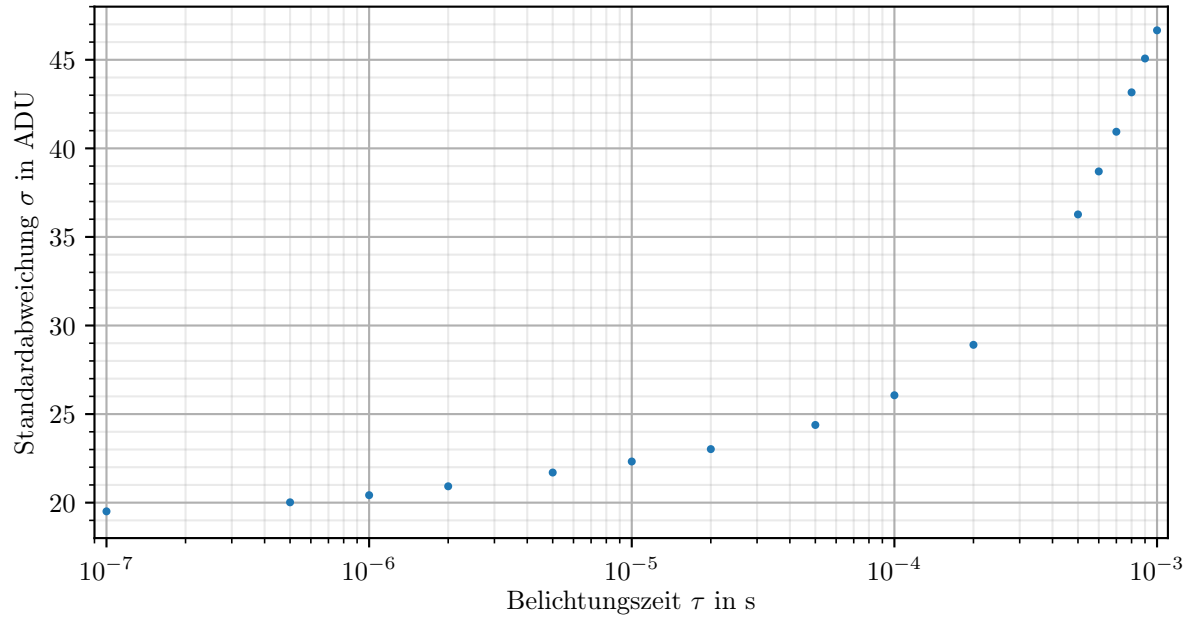
Die Belichtungszeit τ des MÖNCH03 kann minimal bis auf 100 ns gesetzt werden. Die Totzeit des Detektors nach einer Aufnahme beträgt $250 \mu\text{s}$. Der Aufnahmevorgang des Detektors kann mit einem externen Triggersignal gestartet werden, was die zeitliche Synchronisation mit der Röntgenquelle ermöglicht. Die gemessenen Intensitätswerte werden vom Detektor in spezifischen Einheiten zur Verfügung gestellt und werden als Analog-Digital-Einheiten (ADU, *engl. analog-digital units*) bezeichnet.

4.3.1 Rauschcharakteristik

Das Detektorsignal des Hintergrundrauschen folgt gut einer Gauß-Verteilung. Der Mittelwert $\bar{x}$ und die Standardabweichung σ vom Hintergrundrauschen hängen direkt von der Belichtungszeit τ ab. Der Wert jedes Pixels hat einen für eine bestimmte Belichtungszeit τ konstanten Offset, der durch den Abzug der gemittelten Dunkelbilder bei der Datennachbearbeitung eliminiert werden kann. Aus diesem Grund ist die Standardabweichung σ die entscheidende Größe, die Auskunft über das Signal-zu-Rausch-Verhältnis (SNR, *engl. signal to noise ratio*) des Detektors gibt.

Da der Rauschpegel des Detektors von den einzelnen Bauelementen abhängt und sich innerhalb einer Baureihe unterscheiden kann, wurde für diese Arbeit die Rauschcharakteristik des eingesetzten Detektormoduls bestimmt.

(a)



(b)

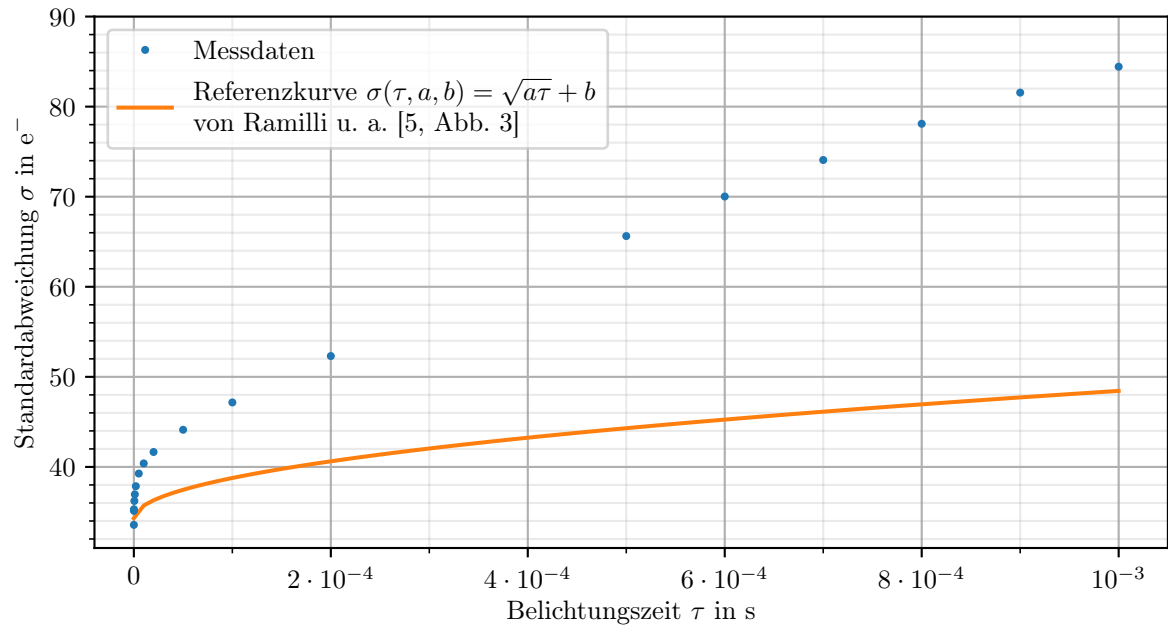


Abbildung 12: Die Rauschcharakteristik des MÖNCH03 in Bezug auf die Belichtungszeit τ ist in (a) in ADU und logarithmisch bzw. (b) in den erzeugten Elementarladungen e^- linear aufgetragen. Die entsprechenden Messungen (blau) wurden am 2. März 2022 unmittelbar mit dem MÖNCH03 durchgeführt. Die Koeffizienten für den Referenz-Fit (b) $\sigma(\tau)$ stammen aus [5] und lauten $a = 0,2 \text{ e}^- \mu\text{s}^{-1}$ und $b = 34,3 \text{ e}^-$. Im Vergleich dazu weist die Messreihe einen vergleichbaren Rauschpegel-Offset im Bereich der minimal erreichbaren Belichtungszeiten auf; für größere τ zeigt sich ein proportional stärkeres Rauschen beim verwendeten Detektor.

Die Ergebnisse einer Untersuchung des Detektorrauschens in Abhängigkeit von der Belichtungszeit τ sind in Abb. 12 dargestellt. Deutlich ist die Abhängigkeit des Rauschpegels von der Belichtungszeit

zu erkennen, insbesondere für Belichtungszeiten oberhalb von 0,1 ms. Generell sollte die Belichtungszeit so kurz wie möglich gewählt werden.

In Abb. 12b wird die Standardabweichung des Rauschens vom verfügbaren MÖNCH03, die von ADU in die äquivalente Zahl der erzeugten Elektronen umgerechnet wurde, mit der Rauschcharakteristik vom Referenzblatt des PSI verglichen [5]. Dafür wird das gemessene Detektorsignal anhand der bekannten Responsecharakteristik von ADU in eV (siehe Umrechnung nach Gl. (4.2) später in diesem Kapitel) und dann in der äquivalenten Zahl der in Si erzeugten Elektronen-Loch-Paare (3,66 eV pro Paar) [19] dargestellt.

Obwohl die Rauschcharakteristik des verfügbaren MÖNCH03 zeigt eine deutlich höhere Standardabweichung bei den größeren Belichtungszeiten τ , nähert die Rauschcharakteristik bei der kürzesten Belichtungszeit von 100 ns dem Referenzwert. Bei der hier verwendeten Belichtungszeit von 1 μ s ergibt sich ein Rauschen von 36 e^- /Pixel.

4.3.2 Responsecharakteristik

Das Detektorsignal eines Pixels in ADU hängt unmittelbar von der Energie $h\nu$ des einfallenden Photons ab. Der Zusammenhang dieser Größen nennt sich Responsecharakteristik. Diese hängt auch von der Einstellung des Verstärkungsgrades am Detektor ab. Bei der Aufnahme der Responsecharakteristik und im Laufe der Messungen zu dieser Arbeit wurde der höchste Verstärkungsgrad (G4_HIGHGAIN) benutzt, um ein möglichst hohes Einzelphotonsignal zu erhalten, das sich weit vom Rauschen absetzt. Die Elektronik des Detektors wurde mithilfe eines äußeren Wasserdurchlaufkühlers auf eine Temperatur von 17 °C gekühlt.

Die Responsecharakteristik des verfügbaren MÖNCH03 wurde bei der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) an den kalibrierten Synchrotronstrahlungsquellen MLS und BESSY II vermessen. Die Messung wurde im Vorfeld dieser Arbeit durchgeführt. Die Photonenenergie wurde jeweils im Bereich von 30 eV bis 70 eV und von 400 eV bis 1900 eV frei durchgestimmt. Der Energiebereich zwischen 70 eV und 400 eV oberhalb der L-Kanten von Al und Si wurde ausgelassen, weil die Quanteneffizienz des Detektors in diesem Bereich extrem gering ist. An beiden Synchrotronstrahlungsquellen waren der Strom am Beschleuniger in A und die Leistung in Photonen/(A s) bekannt und ließen somit den Photonenfluss in Photonen/s ermitteln. Die Belichtungszeit wurde dem Photonenfluss so angepasst, dass die Überbelichtung der Pixel auszuschließen und dadurch die Abhängigkeit des Detektorsignals von der Photonenenergie möglichst linear genähert werden konnte. Das Detektorsignal in ADU wurde über den detektierten Strahlquerschnitt aufsummiert und durch die Photonenzahl, die sich als Produkt von Belichtungszeit und Photonenfluss ergibt, geteilt. Dieser Photonenfluss wurde über der Photonenenergie aufgetragen.

Wie bereits erwähnt wurde, hat der Sensor eine 500 nm Al-Beschichtung. Während diese die Al-Beschichtung niederenergetische Strahlung (z.B. sichtbares Licht) vollständig blockt, müssen für weiche Röntgenstrahlung Verluste gemäß den Absorptions-Koeffizienten in Kauf genommen werden.

Die Messpunkte werden mit der Funktion

$$R(h\nu, r, \{d_m\}) = h\nu \cdot r \cdot \underbrace{\exp \left[- \sum_m \mu_m(h\nu) d_m \right]}_{\text{Transmissionsfaktor}} \quad (4.1)$$

angepasst, wobei r - konstanter Responsekoeffizient in ADU eV^{-1} pro Photon, $\mu_m(h\nu)$ - materialspezifischer energieabhängiger, Absorptionskoeffizient für $m \in \{\text{Al}, \text{Si}, \text{Al}_2\text{O}_3\}$, d_m - entsprechende Materialdicke. Die Absorptionskoeffizienten $\mu_m(h\nu)$ stammen aus [20]. Die gesuchten Koeffizienten sind r und $\{d_m\}$.

Die Messpunkte sowie die Fit-Funktion sind in Abb. 13 dargestellt.

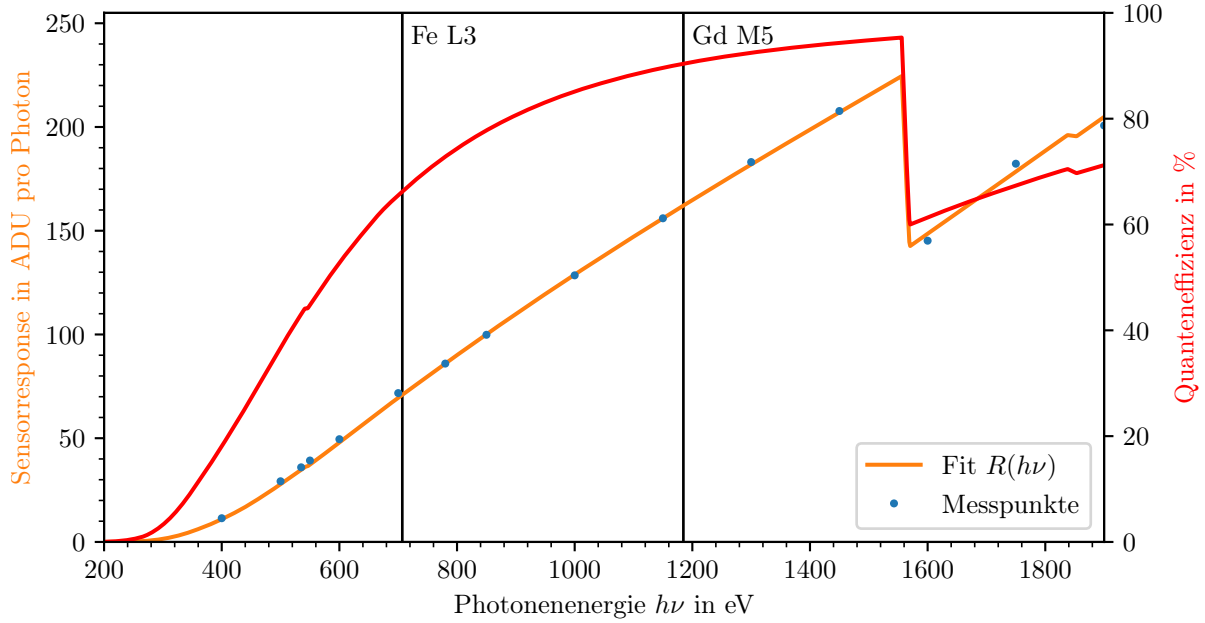


Abbildung 13: Die Sensorresponse (orange Linie) und die berechnete Quanteneffizienz (rote Linie) des MÖNCH-Detektors in Bezug auf die Photonenenergie $h\nu$. Die entsprechenden Messungen an der kalibrierten Röntgenquelle der PTB wurden am 8. Oktober 2020 durchgeführt. Der starke Knick von Sensorresponse und Quanteneffizienz bei der $h\nu \approx 1559 \text{ eV}$ entspricht der K-Absorptionskante von Al.

Die Anpassung ergab die Werte $r = 1,51 \cdot 10^{-1} \text{ ADU}/(\text{eV Photon})$, $d_{\text{Si}} = 26,2 \text{ nm}$, $d_{\text{Al}} = 454 \text{ nm}$, $d_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 4,74 \text{ nm}$, die mit der gegebenen Dicke der Al-Beschichtung plausibel scheinen.

Die in Abb. 13 dargestellte Responsecharakteristik bezeichnet die durchschnittliche Sensorresponse. Das heißt, dass das Response-signal gleichmäßig auf die gesamte Photonenzahl geteilt wird, ungeachtet dessen, ob das Photon tatsächlich detektiert wird oder in der Al-Beschichtung absorbiert wird und den Sensor nicht erreicht.

Wenn es um das Response-signal eines einzelnen, tatsächlich detektierten Photons geht, muss der Transmissionsfaktor in Gl. (4.1) der Fit-Funktion R weggelassen werden. So ergibt sich die Proportionalität

$$R_{\text{detek}}(h\nu) = h\nu \cdot r \quad (4.2)$$

zwischen dem detektierten Signal eines tatsächlich detektierten Photons und seiner Photonenenergie $h\nu$, wobei derselbe Koeffizient $r = 1,51 \cdot 10^{-1} \text{ ADU}/(\text{eV Photon})$ eingesetzt werden kann. Somit lassen sich die erwarteten ADU-Werte W für tatsächlich detektierte Photonen mit den Energien $h\nu_{\text{Fe, L3}} = 706,97 \text{ eV}$ und $h\nu_{\text{Gd, M5}} = 1184,79 \text{ eV}$ ermitteln. Diese ergeben sich zu:

$$\begin{aligned} W_{\text{Fe, L3}} &= (107 \pm 1) \text{ ADU} \\ W_{\text{Gd, M5}} &= (180 \pm 1) \text{ ADU} \end{aligned} \quad (4.3)$$

4.4 Detektion einzelner Photonen

Der MÖNCH03 stellt einen Detektor dar, der sich aufgrund seines Auslesezeit-Rausch-Verhältnisses insbesondere für die Detektion von einzelnen Photonen gut geeignet ist [21]. Das Triggerinterface des MÖNCH03 in Kombination mit der Totzeit von ca. $250\text{ }\mu\text{s}$, die deutlich kürzer als die Pulsperiode $T_{\text{PXS}} = 10\text{ ms}$ ist, ermöglicht, die von der PXS ausgelösten Pulse einzeln aufzunehmen. Die Standardabweichung des Detektorrauschens $\sigma = 19\text{ ADU}$ bei der kürzesten Belichtungszeit $\tau = 100\text{ ns}$, das grundlegend Ausleserauschen ist, ist signifikant kleiner als die erwarteten $W_{\text{Fe, L3}}$ und $W_{\text{Gd, M5}}$.

Der Photonenfluss der PXS liegt bei ca. 617 Photonen pro Puls (s. Kap. 3) und wird in Hinblick auf die niedrige erwartete Transmissionsrate der Probe (s. Abb. 3) stark abgeschwächt. So ist es entscheidend, die einzelnen Photonen in einer Aufnahme zu erkennen und sie, als das gewünschte Signal, von ungewünschtem Hintergrundrauschen zu trennen. Für die bessere Effizienz der Nachbearbeitung soll die Differenz zwischen den ADU-Werten von Rauschen und Ein-Photon-Signal maximiert werden. Daher ist die Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, M5}}$ mit dem Wert $W_{\text{Gd, M5}} = 180\text{ ADU}$ gegenüber der Photonenenergie $h\nu_{\text{Fe, L3}}$ mit $W_{\text{Fe, L3}} = 107\text{ ADU}$ bevorzugt.

Die Erkennung der einzelnen Photonen (in der Literatur oft als *engl. single-photon counting* bezeichnet) ist eine besondere numerische Herausforderung, weil ein Kompromiss zwischen Sensitivität und Spezifität gefunden werden muss. Es existieren zahlreiche Algorithmen für diese Aufgabe und es wird weiter nach besseren Lösungen gesucht. Die Effizienz der Algorithmen hängt von der Detektorauflösung, dem Photonenfluss, dem SNR und weiteren Parametern der Messdaten ab. In folgenden Unterabschnitten werden die Grundlagen der einzusetzenden Algorithmen dargestellt.

4.4.1 Schwellenwert-Algorithmus

Eine der einfachsten Lösungen ist die Anwendung des Schwellenwert-Filters für die Pixelwerte. So werden die Pixel, deren ADU-Werte größer als der Schwellenwert s_V sind, als Pixel mit einem Photon bezeichnet. Andernfalls werden die Pixel als Rauschen identifiziert und auf null gesetzt.

Der Algorithmus hat trotz seiner einfachen Anwendung oft eine gute Selektivität. Es ergibt sich aber ein entscheidender Nachteil: Bei realen Sensoren tritt häufig der Effekt auf, dass die Ladung (als Wolke) über einander benachbarten Pixeln verteilt wird. So wird auch der ADU-Wert dementsprechend verteilt. Das Ein-Photon-Signal kann so stark über die Pixel-Nachbarschaft verteilt werden, dass keines der Pixel den Schwellenwert s_V überschreitet und das eingefallene Photon nicht als solches identifiziert wird. Die Charakteristik, die die Stärke der Ladungsverteilung beschreibt, ist spezifisch für Detektor und Photonenenergie und heißt Punktspreizfunktion (PSF, *engl. point spread function*). Ein Algorithmus, bei dem dieser Mangel behoben sein soll, wird im nächsten Unterabschnitt beschrieben.

4.4.2 Clustering-Algorithmus

Der *Clustering*-Algorithmus wurde entwickelt, um die mehrere Pixel verteilte Ladung zusammenzufassen. Die Funktionsfähigkeit dieses Algorithmus wurde mit einem MÖNCH03 in [22] bewiesen. Abweichend wurde dabei eine Photonenenergie von 8 keV genutzt. Photonen dieser Energie erzeugen

gen ein deutlich stärkeres Signal als Photonen an den Absorptionskanten, die für XMCD-basierte Messungen interessant sind.

Die Grundidee dieses Algorithmus ist die Abbildung jedes i, j -ten Pixels in seiner Summe mit den benachbarten Pixeln. Als Nachbarbereich wird typischerweise ein Rechteck mit den Seiten M und L gewählt. Die Form und die Größe des Nachbarbereichs kann dem Detektor entsprechend angepasst werden, um die Genauigkeit des Algorithmus zu erhöhen.

In anderen Worten wird zur Gesamtbildmatrix $\mathbf{V}$ eine Clustermatrix $\mathbf{Q}$ zugeordnet. Dieses Verfahren lässt sich formal wie folgt aufschreiben:

$$\mathbf{V} * \mathbf{K}_{M \times L} = \mathbf{Q} \Leftrightarrow Q_{i,j} = \sum_{l=i-\lceil \frac{M}{2} \rceil}^{i+\lceil \frac{M}{2} \rceil-1} \sum_{m=j-\lceil \frac{L}{2} \rceil}^{j+\lceil \frac{L}{2} \rceil-1} V_{l,m}, \quad (4.4)$$

wobei $\mathbf{V}$ - Auslesewerte des Detektors (Gesamtbild), dargestellt als Matrix, $\mathbf{K}_{M \times L}$ - Cluster-Kern, mit $*$ wird die Faltungs-Operation gekennzeichnet. Der Cluster-Kern gleicht im Allgemeinen

$$\mathbf{K}_{M \times L} = \begin{bmatrix} 1 & \cdots & 1 \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ 1 & \cdots & 1 \end{bmatrix} \in \mathbb{Z}^{M \times L} \text{ mit } \mathbf{K}_N = \mathbf{K}_{N \times N} \quad (4.5)$$

Im nächsten Schritt werden die Einträge der Clustermatrix $Q_{i,j}$ mit dem Schwellenwert

$$s_Q(M, L, \sigma, c) = c\sigma\sqrt{ML} \quad (4.6)$$

verglichen, wobei σ - Standardabweichung des Hintergrundrauschens und c - freier Parameter. Die Einträge, die größer als der Schwellenwert s_Q sind, werden behalten und als Cluster mit einem Photon bezeichnet. Diejenigen Einträge, die der Ungleichung nicht genügen, werden als Hintergrundrauschen identifiziert und auf null gesetzt.

Anschließend wird nach den lokalen Maxima in der Matrix $\mathbf{Q}$ gesucht und diese behalten. Es ist wichtig zu beachten, dass der ADU-Wert jedes Pixels in $M \cdot L$ Clustern auftaucht. Das kann dazu führen, dass ein detektiertes Photon mehr als einmal gezählt wird. Um diese Fehlinterpretation zu vermeiden, muss eine Nebenbedingung gestellt werden, dass der Mindestabstand zwischen den lokalen Maxima größer als $\max\{M, L\}$ sein muss.

Für den MÖNCH03 mit der Auflösung $400 \text{ px} \times 400 \text{ px}$ ist $\mathbf{V} \in \mathbb{Z}^{400 \times 400}$. Die sinnvollen Cluster-Kerne für den Detektor sind rechteckig $M = L = N$ (vgl. Gl. (4.5)) mit $N = 2$ oder 3 [22, Abschnitt 4]. So wurden die Cluster-Kerne

$$\mathbf{K}_2 = \begin{bmatrix} 1 & 1 \\ 1 & 1 \end{bmatrix} \text{ bzw. } \mathbf{K}_3 = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \end{bmatrix} \quad (4.7)$$

bei der Datenauswertung benutzt.

In der Referenzarbeit wurde der Parameter c von 3 bis 5 variiert. Der Schwellenwert $s_Q = cN\sigma$ mit $c = 5$ und $N = 2$ gleicht dem Wert 200 ADU, was bereits höher als der erwartete ADU-Wert eines Photons mit Photonenenergie $h\nu_{\text{Ga, M5}}$ ist. Daher muss der Schwellenwert s_Q im Falle der niedrigeren Photonenenergien genauer angepasst werden.

5 Experimenteller Aufbau

Die mit der PXS erzeugte Strahlung wird mit der RZP in einer Entfernung von 4 m von RZP fokussiert. Die PXS und Versuchskammer sind mit einem Rohr verbunden, in dem der Strahl propagiert. In dem gesamten System wird ein Druck von ca. $2 \cdot 10^6$ mbar aufrecht erhalten. In der Versuchskammer werden der horizontale Spalt mit verstellbarer Spalthöhe, der Probenhalter und der MÖNCH03 im Strahlengang installiert.

Die Probe im Strahlengang wird 160 mm hinter dem Fokuspunkt der RZP positioniert. Der Detektor wird $l = (607 \pm 7)$ mm von der Probe entfernt befestigt. In Hinblick auf die Sensorgröße von $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ des MÖNCH03 können die Streuwinkel 2θ bis $0,47^\circ$ beobachtet werden, welche mit der $\lambda_{\text{Gd}, \text{M5}} = 1,045 \text{ nm}$ die Streuvektoren bis $49,5 \mu\text{m}^{-1}$ vermessen lässt.

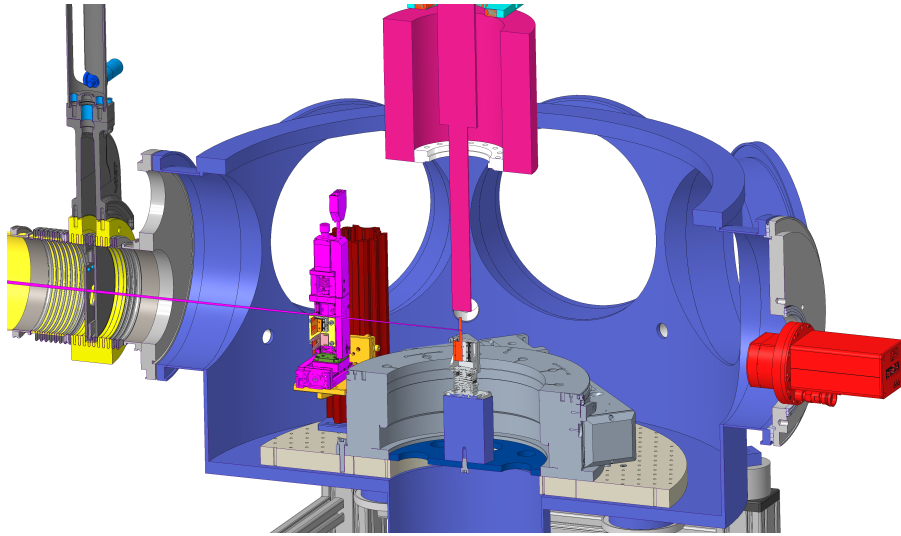


Abbildung 14: Die Skizze des Messaufbaus. Die Einzelbauteile sind farbig kodiert. Das Rohr (gelb) verbindet die Vakuumkammer (blau) mit der PXS. Der horizontale Spalt (fuchsia) dient zum Abschneiden des gewünschten Bereichs der Strahlsanduhr. Der Probenhalter (pink) ist senkrecht zum Strahl linear verfahrbar sowie um die vertikale Achse rotierbar. Öffnungsweite und Position des Spaltes sind ebenfalls motorisiert. Der MÖNCH-Detektor (rot) ist an der dem Strahlengang (gelb) gegenüberliegenden Wand der Versuchskammer befestigt.

Mit Rücksicht auf höheres Ein-Photon-Signal im Vergleich zur Photonenenergie $h\nu_{\text{Fe}, \text{L3}}$ werden die Messungen im Rahmen dieser Arbeit lediglich an der Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd}, \text{M5}}$ durchgeführt.

Die Dunkelbilder, die später aus den Aufnahmen subtrahiert wurden (s. Abschnitt 4.3), wurden alle 30 Minuten in Stückzahl 10 000 aufgenommen, um die zeitliche Entwicklung des Hintergrundrauschens mitzunehmen. Ein kontinuierlicher Aufnahmevorgang der PXS kann höchstens bis 20 s dauern. Die Pulsfrequenz f_{PXS} ist konstant und beträgt 100 Hz. So werden 2000 Pulse innerhalb

eines 20 s Aufnahmevorgangs emittiert. Jedem Puls geht ein Triggersignal voraus, das 1 ms vor dem Puls generiert wird.

Der MÖNCH03 hat eine einstellbare Verzögerung zwischen dem Aufnahmestart und dem Triggersignaleingang. Diese wird so konfiguriert, dass der 10 ps Puls der PXS vollständig in das Belichtungszeitfenster τ hineinpasst. Gleichzeitig muss aber ein gewisser Jitter zwischen dem Triggergenerator und dem MÖNCH03 von einigen 10 ns beachtet werden. Aus diesem Grund konnte die Belichtungszeit τ unter der Bedingung, dass jeder Puls vollständig in jeder Aufnahme aufgenommen wird, höchstens bis auf 1 μ s heruntergesetzt werden.

Durch die Verkleinerung der Spalthöhe lässt sich ein kleinerer Energiebereich um die Resonanzenergie selektieren und die nichtresonanten Energien abschneiden, wodurch die Überlagerung des Direktstrahls mit dem Streuring vermieden werden soll und eine bessere Energieauflösung erreichbar ist. Die Beugung an den Spaltkanten kann sich jedoch mit der Beugung an der Probe überlagern und nicht davon trennbar sein. Aus diesem Grund wurden die Experimente mit dem weit geöffneten Spalt durchgeführt, so dass nur der Teil des Strahls, der die Ober- und Unterseite des Sensors erreicht und dabei die Probe und den Probenhalter umgeht, abgeschnitten wurde.

Neben der Strahlung im Röntgenspektrum treten bei der PXS auch Strahlung im sichtbaren Spektrum, Streuung des einfallenden Laserlichts und Elektronenemission auf. Obwohl der Sensor von MÖNCH03 eine 500 nm Al-Beschichtung hat, scheint der Detektor vom Rand her ungeschützt zu sein. So wurden die Pixel am Rand des Detektors ständig belichtet. Es wurde daher zusätzlich im Strahlengang eine Mylar-Folie mit 200 nm Al-Beschichtung installiert, die die Intensität des sichtbaren und infraroten Lichtes deutlich abschwächte. Obwohl die Elektronen mit einem starken Magneten großteils vom Strahlengang großteils abgelenkt werden, konnten einige Elektronen auf dem MÖNCH03 detektiert werden. In den Experimenten hat sich gezeigt, dass der installierte Filter ihre Anzahl jedoch reduzierte.

Die resonante magnetische Streuung tritt am stärksten nur im schmalen Bereich um die Resonanzenergien $h\nu_{\text{Fe}, L3}$ bzw. $h\nu_{\text{Gd}, M5}$ auf. Diese Energien sind aber nicht die Zielenergien der RZP für Fe und Gd. Aus diesem Grund muss der Strahl mit dem Fokuspunkt vertikal verschoben werden, damit die Resonanzenergie mittig auf dem Detektor liegt. Die Effizienz und die Abbildungsschärfe der RZP, also die Energieauflösung pro Längeneinheit entlang der Energieachse, sind jedoch an der Zielenergie maximal und nehmen mit dem Abstand zur Zielenergie ab.

In Abschnitt 3 wurde der detektierte Photonenfluss ohne Probe der PXS abgeschätzt. In Hinblick auf die niedrige erwartete Transmissionsrate der Probe **DS220126** (Abb. 3) wurde der Photonenfluss, der schließlich nach der Streuung an der Probe detektiert wird, erneut experimentell bestimmt. Dieses Verfahren ist in Abschnitt 6.4 detailliert dargelegt.

Der detektierte Photonenfluss an der Probe konnte mit (60 ± 5) Photonen pro Puls abgeschätzt werden, wobei ca. (45 ± 5) Photonen im Direktstrahl liegen und die restlichen gestreut werden. Es werden insgesamt von 40 000 bis 50 000 Aufnahmen Pulse aufgenommen, um ausreichend Streusignal in der 1. Ordnung des Streumusters zu detektieren.

6 Ergebnisse

Der zentrale Aspekt dieser Arbeit war die Durchführung und Auswertung eines Laborversuches zur resonanten Röntgenkleinwinkelstreuung an einer Probe, die magnetischen Domänen mit einer Größe im Nanometerbereich aufweist. Die weiche Röntgenstrahlung wird von der bereits beschriebenen PXS geliefert. Die Vorbereitungen zu diesem Versuch wurden in den vorherigen Kapiteln im Detail beschrieben. Zusammengefasst beinhalteten diese Arbeiten:

- Herstellung und Charakterisierung einer geeigneten Probe
- Charakterisierung des MÖNCH-Detektor-Moduls
- Installation des Detektors am Diffraktionsinstrument an der PXS
- Elektronische Synchronisation des Detektors mit der Quelle und Einbinden des Detektors in die Datenerfassung am Instrument
- Erstellen von Analysesoftware zur Auswertung der Streumuster.

Die Streuung wird an der Fe/Gd-Multilagenprobe mit einer Breite der magnetischen Domänen von ca. 300 nm beobachtet. Der MÖNCH-Detektor wird in (607 ± 7) mm Abstand von der Probe in Transmissionsgeometrie befestigt. Mit der $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ Sensorgröße kann der maximale Streuwinkel $2\theta = 0,47^\circ$ detektiert werden. Dem maximalen Streuwinkel entspricht der Betrag des Streuvektors $99 \mu\text{m}^{-1}$, wenn Photonen mit der Wellenlänge $\lambda_{\text{Gd, M5}} = 1,045 \text{ nm}$ gestreut werden. So kann das erwartete ringförmige Streumuster der Probe mit Radius $20 \mu\text{m}^{-1}$, der sich als die Fourier-Transformierte des Domänenmusters ergibt, in dem vorhanden experimentellen Aufbau beobachtet werden.

Im Laufe des Experiments werden zuerst 10 000 Dunkelbilder mit dem MÖNCH-Detektor aufgenommen, die zur Bestimmung des konstanten Offsets jedes Pixels und der mittleren Standardabweichung des Detektorrauschens benutzt werden. Als Nächstes wird das Absorptionsspektrum aufgenommen, um die Korrelation zwischen der Kippung der Reflexionszonenplatte und der auf dem Detektor abgebildeten Photonenenergie festzustellen. Im Anschluss wird der Versuch der Detektion der magnetischen Streuung an der resonanten und nicht-resonanten Photonenenergie durchgeführt.

Die Auswertung der Messreihen wird durch die hohe Zahl an Aufnahmen erschwert. So nehmen 50 000 Aufnahmen, wie sie für ein Streubild mit hohem SNR benötigt werden, insgesamt ca. 180 GB an Speicherplatz ein. Jede Aufnahme wird einzeln, also von anderen Aufnahmen unabhängig, ausgewertet. So ist der Auswertungsvorgang leicht parallelisierbar. Benutzt wird die high-level API Bibliothek *dask-image* [23], die die parallelisierte und optimierte Ausführung der eingegebenen Funktionen ohne großen technischen Aufwand ermöglicht.

6.1 Dunkelbild-Analyse

Die 10 000 aufgenommenen Dunkelbilder werden gemittelt und als ein einzelnes Bild gespeichert. Die Mittelung verringert das Rauschen um einen Faktor $\sqrt{10000} = 100$. So wird im gemittelten Bild im Wesentlichen nur der zeitlich konstante Offset in jedem Pixel behalten. Das gemittelte Bild ist in Abb. 18b dargestellt und wird vor der weiteren Analyse von jeder einzelnen Aufnahme subtrahiert.

Exemplarisch soll hier die Rauschcharakteristik des Detektors für die im Experiment gewählte Belichtungszeit $\tau = 1 \mu\text{s}$ gezeigt werden. Dazu wird das gemittelte Bild von jedem der 10 000 Dunkelbilder subtrahiert. Die Pixelwerte, die sich als Differenzen ergeben, werden in ein Histogramm eingetragen und diese Verteilung wird mit der Funktion

$$G(W, \mu, \sigma_R, A) = \frac{A}{\sqrt{2\pi\sigma_R^2}} \exp \left[-\frac{(W - \mu)^2}{2\sigma_R^2} \right] \quad (6.1)$$

angepasst, welche eine auf die Fläche A normierte Gauß-Funktion mit dem Mittelwert μ und Standardabweichung σ_R ist.

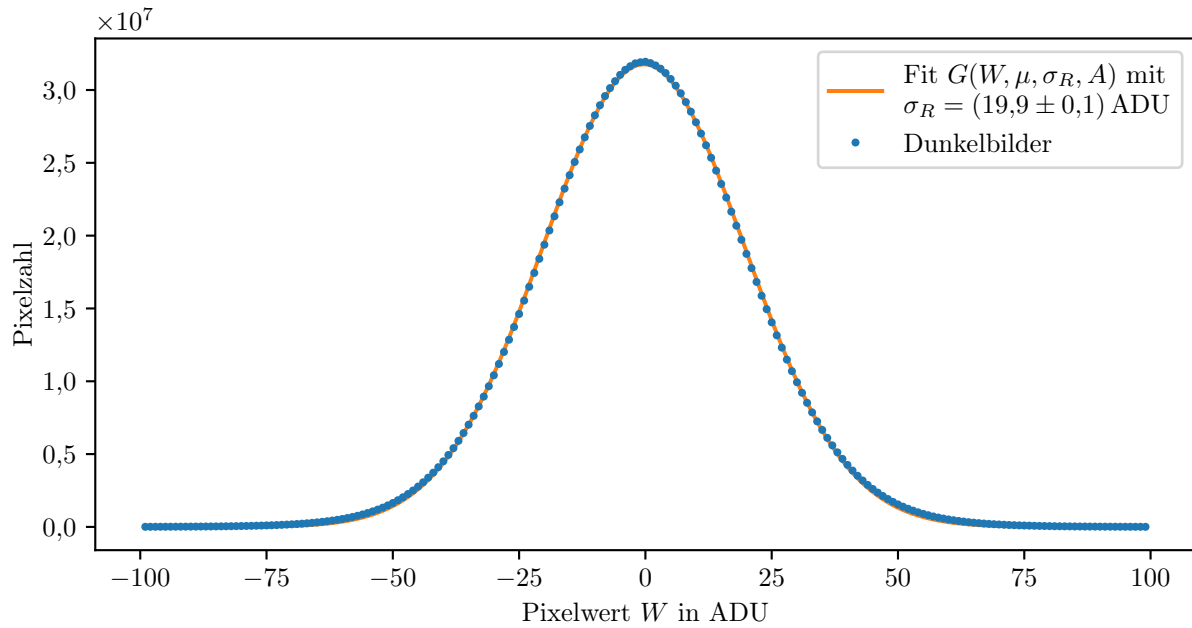


Abbildung 15: Histogramm von 10 000 Dunkelbildern, das mit Fit $G(W, \mu, \sigma, A)$ mit $\mu = (-0,32 \pm 0,02)$ ADU, $\sigma_R = (19,9 \pm 0,1)$ ADU und $A = 1,59 \cdot 10^9$ angepasst wird.

So wurde die Standardabweichung des Rauschens

$$\sigma_R = (19,9 \pm 0,1) \text{ ADU} \quad (6.2)$$

ermittelt und wird in der weiteren Analyse benutzt.

6.2 Energiekalibration

Zuerst muss die Photonenenergie kalibriert werden. Die RZP dispergiert das PXS Spektrum entlang der vertikalen Richtung. Das Einstellen der Photonenenergie am Experiment erfolgt über eine Kippung der RZP mithilfe eines Schrittmotors, der mit dem Namen φ_{RZP} bezeichnet wird. Die Motorpositionen sind in Schritten angegeben.

Um die Motorpositionen dem auf die Probe abgebildeten Photonenenergiebereich zuzuordnen, wird das Absorptionsspektrum der Probe über die Motorposition φ_{RZP} im Intervall von -115 bis -50 Schritten aufgenommen. Diese Messung wird mit einer CCD-Kamera durchgeführt, die bereits in die Labor-Steuerungssoftware integriert ist und somit die Aufnahmen ermöglicht, die mit der Veränderung der Motorposition synchronisiert sind.

Zu jeder Motorposition wird eine Aufnahme gemacht. In jeder Aufnahme werden zwei rechteckige Bereiche von Interesse (ROI, engl. „region of interest“) festgelegt. Die Höhe der ersten ROI ist möglichst klein gewählt, um eine möglichst hohe Energieauflösung von ca. 1 eV zu erhalten. Die zweite ROI deckt hingegen den ganzen Strahl ab, um die Intensität in dem ersten ROI zu normieren.

Das gemessene Absorptionsspektrum wird mit dem Referenzabsorptionsspektrum von Gd im weichen Röntgenstrahlungsbereich [13, Abb. 2] verglichen. In dem Energieintervall nimmt das Spektrum zwei Maxima an den Gd M4 und Gd M5 Absorptionslinien an. Der Absorptionskoeffizient für linear polarisierte Strahlung $\bar{\beta}$ ergibt sich als Mittelwert von Absorptionskoeffizienten für links bzw. rechts zirkular polarisierte Strahlung.

Die Energieachse wird linear zur Motorposition φ_{RZP} angepasst, indem die Absorptionslinien Gd M5 und Gd M4 den beiden Peaks im gemessenen Spektrum zugeordnet werden. Das gemessene Spektrum und die Referenz werden in Abb. 16 über der Energieachse aufgetragen.

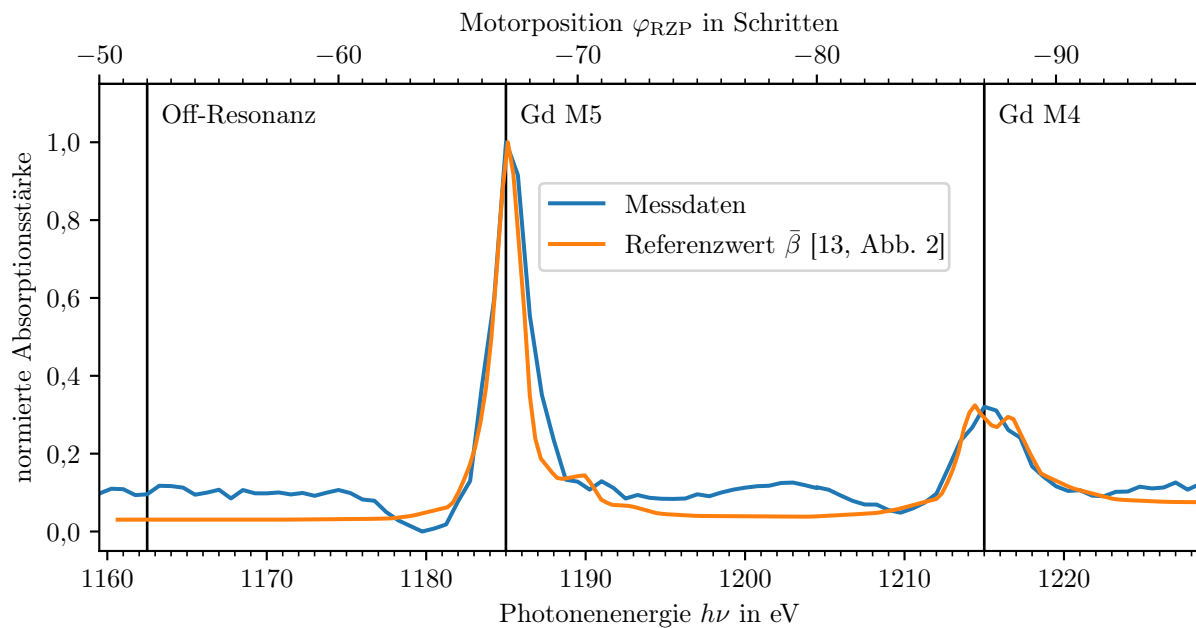


Abbildung 16: Absorptionsspektrum nahe der Resonanzphotonenenergien von Gd (blau) der zu untersuchenden Probe und (orange) Referenzwert für Gd.

Die Streubilder werden somit an der Motorposition $\varphi_{\text{RZP}} = -67$ aufgenommen, wo der höchste XMCD-Kontrast erwartet wird. An der Motorposition $\varphi_{\text{RZP}} = -52$ wird eine Kontrollmessung mit der Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, Off-Res}} \approx 1163 \text{ eV}$ gemacht, die nachweislich weit von beiden Resonanzenergien $h\nu_{\text{Gd, M5}}$ und $h\nu_{\text{Gd, M4}}$ entfernt liegt und demzufolge keine resonante magnetische Streuung beobachtet werden soll. Das erwartete Ein-Photon-Signal an der Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, Off-Res}}$

$$W_{\text{Gd, Off-Res}} = (176 \pm 1) \text{ ADU} \quad (6.3)$$

ergibt sich nach Gl. (4.2) und unterscheidet sich lediglich um 2 % von $W_{\text{Gd, M5}} = (180 \pm 1) \text{ ADU}$, was im Endeffekt dieselben Parameter des Auswertungsverfahrens für die Photonendetektion zulässt.

6.3 Punktspreizfunktion einzelner Photonen-Ereignisse

Um die Punktspreizfunktion eines isolierten Photons zu untersuchen, werden einzeln detektierte Photonen in einem Gebiet auf dem Detektor von $100 \text{ px} \times 100 \text{ px}$ gesucht, in dem der direkte transmittierte Strahl detektiert wurde. Zunächst werden diejenigen Pixel betrachtet, deren Intensitätswerte im Intervall von 80 ADU bis 200 ADU liegen. (Zur Erinnerung: $W_{\text{Gd, M5}} = 180 \text{ ADU}$). Um eine Überlagerung der Ladungsverteilung benachbarter Photonen-Ereignisse auszuschließen, werden nur diejenigen Photonen-Ereignisse erfasst, die keine Photonen-Ereignisse im 5 px-Umkreis haben. Um die Fehldetektion von Pixeln mit statistisch sehr hohen Rauschwerten möglichst zu verringern, wird die zusätzliche Nebenbedingung auferlegt, dass die Summe über die $3 \text{ px} \times 3 \text{ px}$ -Umgebung um ein Photonen-Ereignis im Intervall von $(W_{\text{Gd, M5}} - 3\sigma_{3 \times 3})$ bis $(W_{\text{Gd, M5}} + 3\sigma_{3 \times 3})$ liegen muss, wobei $\sigma_{3 \times 3}$ die Standardabweichung dieser Summe ist und sich als $\sigma_{3 \times 3} = \sqrt{9}\sigma_R = 3\sigma_R$ berechnet.

Zum Schluss werden $5 \text{ px} \times 5 \text{ px}$ -Bereiche um diejenigen Pixel, welche die Bedingungen oben erfüllen, ausgeschnitten. Die $5 \text{ px} \times 5 \text{ px}$ -Bereiche werden über die Anzahl der Bereiche gemittelt und die Standardabweichung jedes Pixels σ_{S+R} im $5 \text{ px} \times 5 \text{ px}$ -Bereich wird berechnet. Die Standardabweichung σ_{S+R} enthält allerdings die Standardabweichung des Detektorrauschens σ_R und die Standardabweichung der Verteilung des Ein-Photon-Signals σ_S . Diese sind voneinander unabhängig. Daher kann die Standardabweichung σ_S wie folgt ermittelt werden:

$$\sigma_{S+R}^2 = \sigma_S^2 + \sigma_R^2 \Rightarrow \sigma_S = \sqrt{\sigma_{S+R}^2 - \sigma_R^2} \quad (6.4)$$

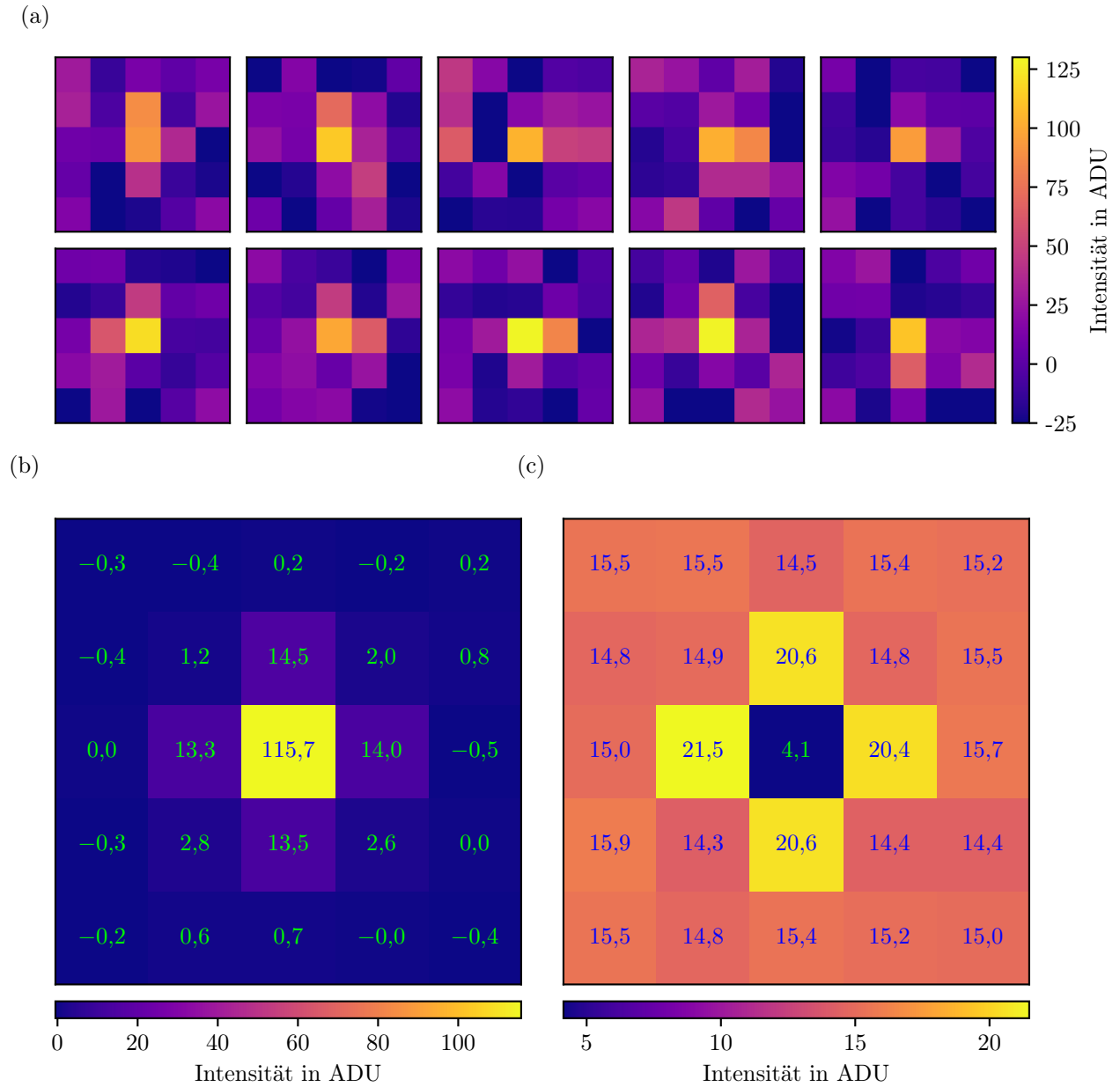


Abbildung 17: (a) Beispiele der isolierten einzelnen Photonen und wie ihre Gesamtintensität über die benachbarten Pixel verteilt wird. Als Bedingung für die Einzelphotonendetektion wurde der Schwellenwert 90 ADU von unten und 180 ADU von oben festgelegt. Außerdem wird die Nebenbedingung aufgelegt, dass die Intensität über einen $3 \text{ px} \times 3 \text{ px}$ -Bereich mehr als 161 ADU und weniger als 200 ADU beträgt, um lediglich einzelne Photonen zu betrachten. Das über 2944 $5 \text{ px} \times 5 \text{ px}$ -Bereiche gemittelte Bild (b) zeigt, dass die Intensität hauptsächlich innerhalb des Kreuzes verteilt wird. Die Gesamtintensität des Zentralpixels und des Kreuzes beträgt 179,6 ADU, was gut mit dem Erwartungswert für ein Photon mit der Energie $h\nu_{\text{Ga, M5}}$ übereinstimmt. In (c) ist die Standardabweichung jedes Pixelwertes σ_S gezeigt, wobei die Standardabweichung des Detektorrauschens $\sigma_R = 19,94 \text{ ADU}$ nach Gl. (6.4) abgezogen wird.

Es wurden insgesamt 2944 Photonen-Ereignisse gefunden und gemittelt. Zehn Beispiele davon sind in Abb. 17a dargestellt. Der resultierende gemittelte $5 \text{ px} \times 5 \text{ px}$ -Bereich in Abb. 17b zeigt, dass der ADU-Wert eines Photons schließlich über das zentrale Pixel und auf die angrenzenden Pixel in vertikaler bzw. horizontaler Richtung verteilt wird, wobei der ADU-Wert im zentralen Pixel relativ

konstant bleibt und

$$W_{\text{Gd, M5, reell}} = (116 \pm 4) \text{ ADU} \quad (6.5)$$

beträgt. Die dargestellten Beispiele der $5 \text{ px} \times 5 \text{ px}$ -Bereiche in Abb. 17a und die Standardabweichung der Ladungsverteilung σ_S in Abb. 17c lässt ablesen, dass das gesamte Ein-Photon-Signal in einem einzelnen Photonen-Ereignis nicht gleichmäßig über alle benachbarten Pixel verteilt wird, sondern nur in einem davon.

In Anbetracht der Tatsache, dass das hellste Pixel nur $(116 \pm 4) \text{ ADU}$ von dem erwarteten gesamten Ein-Photon-Signal $W_{\text{GD, M5}} = (180 \pm 1) \text{ ADU}$ enthält, würde die weitere Erhöhung des Schwellenwertes s_V über 116 ADU zum signifikanten Verlust der Anzahl detektierter Photonen (und folglich von Signal) führen.

Aus diesem Grund wird der Schwellenwert $s_V = 100 \text{ ADU}$ in der Auswertung benutzt. Die Absenkung des Schwellenwertes verringert hingegen die Selektivität des Algorithmus.

6.4 Auswertung der Streubilder mit Schwellenwert-Algorithmus

Die Messdaten wurden zuerst mit dem Schwellenwert-Algorithmus verarbeitet, dessen Funktionsprinzip in Abschnitt 4.4.1 beschrieben wurde. Die einzelnen Anwendungsschritte werden exemplarisch in Abb. 18 am Beispiel eines aufgenommenen Streubildes mit dem Schwellenwert $s_V = 100 \text{ ADU}$ demonstriert.

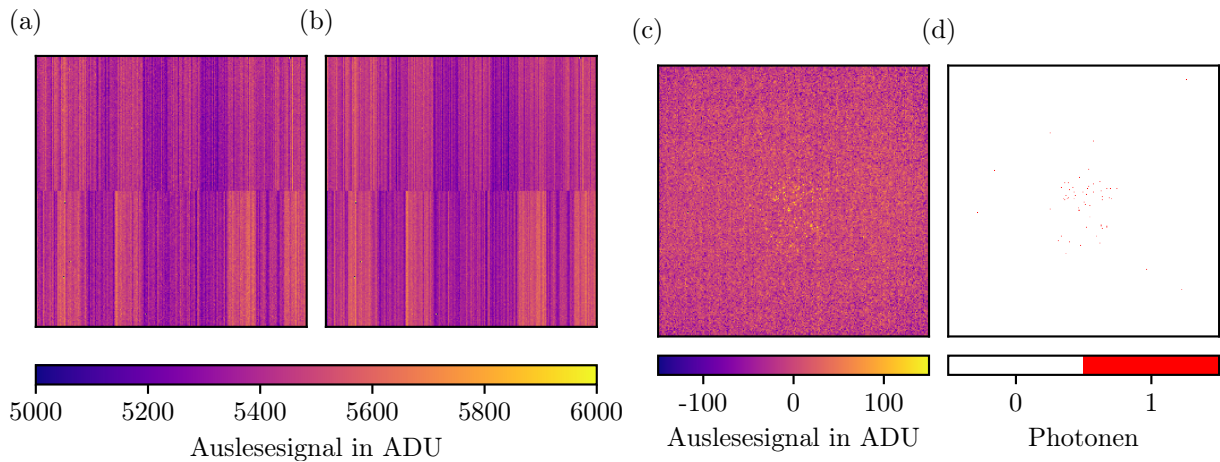


Abbildung 18: (a) Eine Einzelaufnahme der gestreuten Photonen, (b) ein gemitteltes Bild über 10 000 Dunkelbilder. Die resultierende Differenz (c) der ersten beiden Bilder und (d) der angewandte Schwellenwert 100 ADU .

Von dem mit dem MÖNCH03 aufgenommenen Streubild (Abb. 18a) wird der konstante Offset (Abb. 18b), der sich als Mittelung von 10 000 Dunkelbildern ergibt, subtrahiert. Die Pixelwerte in der resultierenden Differenz (Abb. 18c) sind erheblich geringer als in der ursprünglichen Aufnahme des Streubild, was die Wichtigkeit dieser Korrektur des konstanten Offsets unterstreicht. Diejenigen Pixel, deren Werte den Schwellenwert s_V überschreiten, werden in Abb. 18d dargestellt. Wie man erkennt, werden nur sehr wenige Photonen pro Aufnahme (also pro Röntgenpuls) registriert.

Im nächsten Abschnitt wird das resultierende Signal-zu-Rausch-Verhältnis in Bezug auf den Schwellenwert s_V diskutiert.

6.4.1 Signal-zu-Rausch-Verhältnis

Um Signal und Rauschen quantitativ auszuwerten, werden einige Begriffe und Hilfsgrößen definiert und ermittelt. Die Zahl der erfassten Aufnahmen wird mit N_A bezeichnet, die Anzahl der Detektorpixel, die für die Auswertung genutzt werden, mit N_P . Weiterhin werden die analoge und die digitale Photonenzahl definiert. Die analoge Photonenzahl in einem Bereich der Aufnahme ergibt sich als Quotient aus der Summe aller Pixelwerte in einem Bereich und des Ein-Photon-Signals (in ADU). Diese wurde folgendermaßen ermittelt: Es werden $N_A = 300$ Streubilder gemittelt, um das Detektorrauschen zu verringern. Die Pixelwerte im Bereich $N_P = 100 \text{ px} \times 100 \text{ px}$ des transmittierten Strahls werden aufsummiert und durch das Ein-Photon-Signal 180 ADU geteilt. Der Photonenfluss (PF) in einem bestimmten Bereich der Aufnahmen ist dann:

$$\text{PF} = \frac{\text{analoge Photonenzahl}}{N_A N_P} \quad (6.6)$$

Die digitale Photonenzahl in einem Bereich ergibt sich als die Gesamtzahl von Photonen, die mit dem Schwellenwert-Algorithmus mit einem bestimmten Wert s_V in dem Bereich detektiert werden. Diese wurde folgendermaßen ermittelt: Es werden dieselben 300 Streubilder genommen und einzeln mit Schwellenwert-Algorithmus ausgewertet. Als nächstes wird die Zahl der detektierten Photonen in demselben $100 \text{ px} \times 100 \text{ px}$ -Bereich gezählt. Dieses Verfahren wird für s_V im Intervall von 50 ADU bis 160 ADU mit Schrittweite 5 ADU wiederholt.

Ein Pixel kann fälschlicherweise als von einem Photon getroffen bezeichnet werden, wenn das Detektorrauschen in dem Pixel den entsprechenden Schwellenwert s_V überschreitet. Die Zahl von fehldetektierten Photonen pro Pixel pro Aufnahme (FDPA) wird als digitale Photonenzahl in *Dunkelbildern* in Bezug auf s_V ermittelt. Diese wurde folgendermaßen ermittelt: Es werden 5000 Dunkelbilder genommen und einzeln mit Schwellenwert-Algorithmus ausgewertet. Alle detektierten Photonen werden als falsch detektiert betrachtet, da es sich ja um Dunkelbilder handelt. Die gesamte Zahl der fehldetektierten Photonen wird auf die gesamte Pixelzahl $400 \text{ px} \times 400 \text{ px}$ sowie die Zahl der Aufnahmen normiert. Dieses Verfahren wird für s_V im Intervall von 50 ADU bis 160 ADU mit der Schrittweite 5 ADU wiederholt.

Basierend auf diesen Hilfsgrößen wird ein Maß für die Güte des Schwellenwert-Algorithmus definiert, das die Quanteneffizienz (QE) des Schwellenwert-Algorithmus genannt werden soll:

$$\text{QE}(s_V) = \frac{\text{digitale Photonenzahl}(s_V) - N_A N_P \cdot \text{FDPA}(s_V)}{\text{analoge Photonenzahl}} \quad (6.7)$$

Im Prinzip gibt die QE das Verhältnis zwischen der Anzahl der Photonen, die mit dem Schwellenwert-Algorithmus gefunden wurden, und der tatsächlichen Zahl an detektierten Photonen aus dem analogen Signal an. Da die Zahl der im Mittel fehldetektierten Photonen bekannt ist, wird die digitalen Photonenzahl noch dahingegen korrigiert. Die QE und die FDPA sind in Abb. 19 dargestellt. Die Zahl der fehldetektierten Photonen sinkt mit dem Schwellenwert erwartungsgemäß rapide ab. Im interessanten Bereich ab einem Schwellenwert von 100 ADU, erreicht man Werte von 10^{-5} falschen Photonen pro Pixel und Aufnahmen. Dieser Wert erscheint zuerst recht klein, kann aber bei Anzahlen von Pixeln und Aufnahmen von jeweils einigen Zehntausend, über die ein Signal gemittelt wird,

schnell zu einem erheblichen Untergrund führen. Mit dem Wissen um die Höhe dieses Untergrunds kann dieser aber leicht korrigiert werden.

Auch die Quanteneffizienz nimmt mit größerem Schwellenwert ab, da immer mehr Photonen-Ereignisse mit zu kleinem Signal im zentralen Pixel verloren gehen. Idealerweise sollte die QE bei eins liegen. Interessanterweise ist sie aber bei einem Schwellenwert unterhalb von 100 ADU größer als eins, was darauf hindeutet, dass viele Photonen mehrfach gezählt wurden, da auch die zum zentralen Pixel benachbarten Pixel den Schwellenwert überschreiten. Oberhalb eines Schwellenwertes von 100 ADU sinkt die QE dann unter eins und erreicht schon für $s_V > 150$ ADU einen Wert von fast null.

Bei der Auswertung mit dem Schwellenwert-Algorithmus wird das Schrotrauschen wegen des niedrigen detektierten Photonenflusses als die primäre Rauschquelle betrachtet. Die Erwartungswerte des detektierten Signals S_{EW} und des dazugehörige Schrotrauschens N_{EW} lassen sich dann folgendermaßen ausdrücken:

$$S_{EW}(s_V, N_A, N_P) = N_A N_P [\text{PF} \cdot \text{QE}(s_V)] \quad (6.8)$$

$$N_{EW}(s_V, N_A, N_P) = \sqrt{N_A N_P [\text{PF} \cdot \text{QE}(s_V) + \text{FDPA}(s_V)]} \quad (6.9)$$

Die Erwartungswerte hängen u.a. vom Photonenfluss ab, der sich je nach Bereich in der Aufnahme unterscheiden kann. So ist das Signal-zu-Rausch-Verhältnis in der Aufnahme ortsabhängig. In Abb. 19 sind auch die Erwartungswerte des Signals und des Schrotrauschens exemplarisch für den zentralen Bereich des Direktstrahls (siehe auch Abb. 20) dargestellt. Die Erwartungswerte S_{EW} und N_{EW} betragen im interessanten Bereich von $s_V = 100$ ADU–125 ADU beide ca. 1 Photon, wenn das Signal in einem Pixel ($N_P = 1$) über 300 Aufnahmen ($N_A = 300$) gemittelt wird. Damit ist für diesen ausgewählten Fall das SNR auch ungefähr eins. Das SNR kann verbessert werden, in dem über eine größere Anzahl von Pixeln oder Aufnahmen gemittelt wird. Später wird diese Methode auch zur Bestimmung des SNR des Streusignals genutzt.

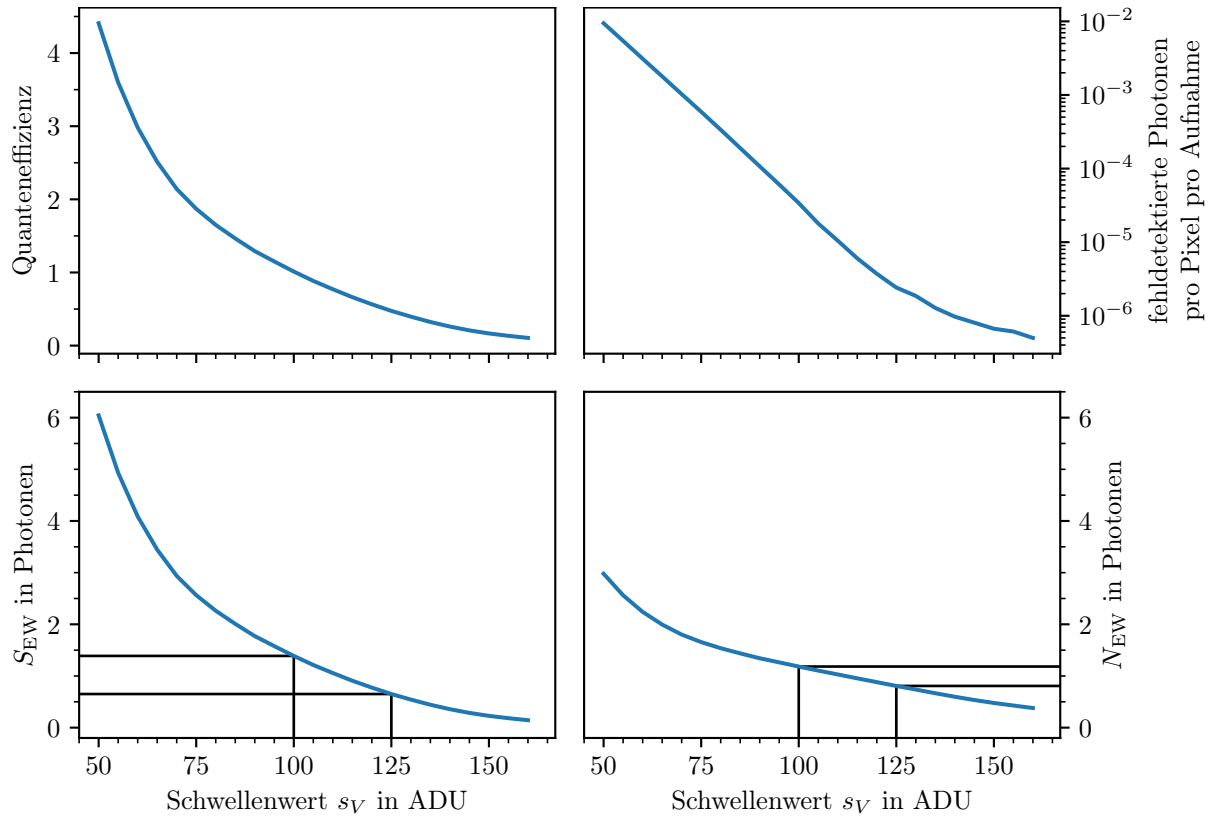


Abbildung 19: In Bezug auf den Schwellenwert s_V sind (oben links) Quanteneffizienz und (oben rechts) Zahl der fehlgedetektierten Photonen aufgetragen. Somit werden Erwartungswerte von Signal (unten links) und Rauschen (unten rechts) über der Summe von 300 Aufnahmen $S/N_{EW}(s_V, N_A = 300, N_P = 1)$ aufgetragen. Man kann sehen, dass Signal und Rauschen für den Schwellenwert s_V im Intervall 100 ADU–125 ADU vergleichbar sind.

6.5 Resonante Röntgenkleinwinkelstreuung

Für die Messung der resonanten Röntgenkleinwinkelstreuung der Fe/Gd-Probe wurden 50 000 Aufnahmen mit dem Schwellenwert-Algorithmus einzeln ausgewertet und aufsummiert. In Abb. 20 sind die Summen der ausgewerteten Aufnahmen auf einer logarithmischen Skala dargestellt. Für die Auswertung wurde der Schwellenwert s_V im Intervall von 50 ADU–260 ADU variiert, um einen Überblick über die Abhängigkeit der Ergebnisse vom Schwellenwert zu geben.

Der helle rechteckige Bereich im Zentrum ist der Direktstrahl, welcher durch das SiN-Fenster mit der Probe transmittiert wird. Das Fenster schneidet einen sehr breitbandigen Bereich aus dem von der RZP fokussierten Strahl heraus. Die Photonenenergie ist weiterhin entlang der vertikalen Richtung dispergiert. Deutlich erkennbar ist die Gd M5 Absorptionslinie im Zentrum des Fensters. Nur Photonen aus diesem Bereich sollten resonant zur XMCD-basierten Streuung beitragen.

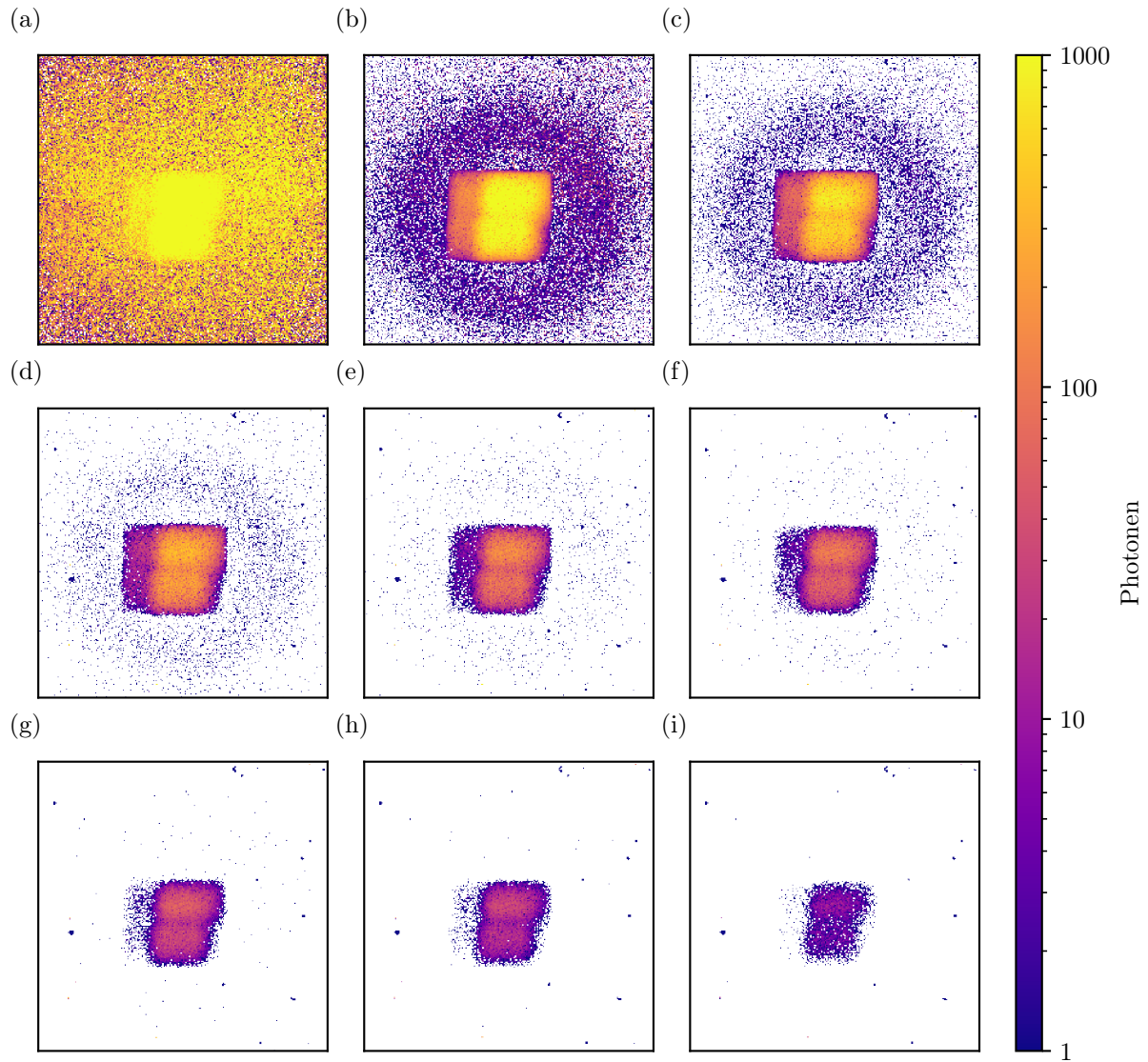


Abbildung 20: Anzahl der detektierten Photonen mithilfe des Schwellenwert-Algorithmus mit dem Schwellenwert s_V (a) 50 ADU, (b) 100 ADU, (c) 125 ADU, (d) 150 ADU, (e) 170 ADU, (f) 180 ADU, (g) 200 ADU, (h) 220 ADU und (g) 260 ADU. Aufsummiert wurden jeweils 50 000 Aufnahmen. Die dunklere horizontale Linie im Zentrum des direkten Strahls entspricht der Gd M5 Absorptionskante.

In Abb. 20b, c und d kann eindeutig das ringförmigen Streumuster beobachtet werden, das dem erwarteten Streuring der magnetischen Domänen entspricht. Beim Einsatz höherer Schwellenwerte $s_V = 150$ ADU, 170 ADU und 180 ADU (Abb. 20d, e und f) wird zwar weniger Rauschen als Photonen fehldetektiert, aber auch die Streuring sind wesentlich kontrastärmer. Für die weitere Auswertung wird ein Schwellenwert von $s_V = 100$ ADU genutzt.

6.5.1 Auswertung des Streusignals

Wichtig zu beachten ist, dass die Summen der Aufnahmen I_{ges} , die mit dem Schwellenwert-Algorithmus ausgewertet sind, die fehl-detektierten Photonen enthalten. Daher gilt:

$$I_{\text{ges}} = N_A N_P [\text{PF} \cdot \text{QE} + \text{FDPA}] = \underbrace{N_A N_P [\text{PF} \cdot \text{QE}]}_S + N_P N_A \cdot \text{FDPA} \quad (6.10)$$

So muss die FDPA (vgl. Gl. (6.8)) von jedem Pixel als Offset abgezogen werden, um das eigentliche Signal S zu erhalten:

$$S = I_{\text{ges}} - \underbrace{N_A \cdot \text{FDPA}(s_V)}_{\Delta_{\text{FDPA}}} \quad (6.11)$$

Es können die Pixel in den Aufnahmen (Abb. 21) gefunden werden, in denen sich die Photonen bei der Erhöhung von s_V bis zu 600 ADU detektieren lassen. Solche Pixel werden aussortiert, weil es sich dabei um hochenergetische kosmische Strahlung oder um die von der PXS emittierten Elektronen handelt.

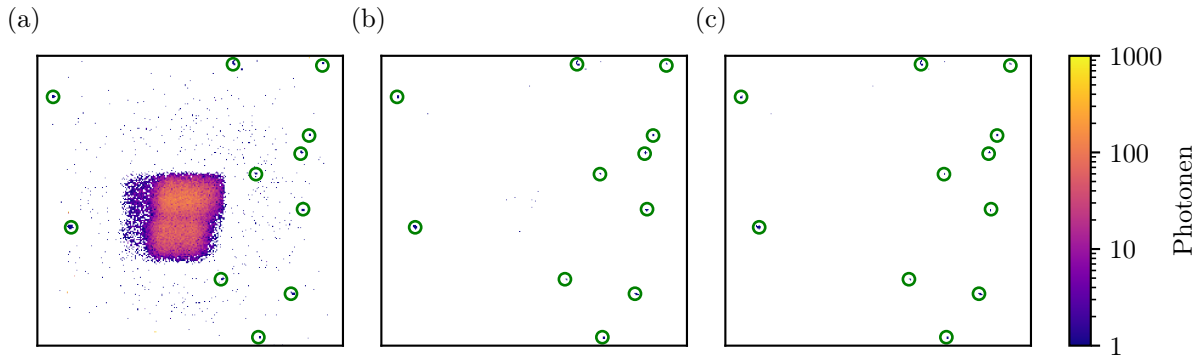


Abbildung 21: Die Summe der 50 000 ausgewerteten Aufnahmen mit Schwellenwert s_V (a) 180 ADU, (b) 450 ADU und (c) 600 ADU. Diejenigen Photonen, die mit allen Schwellenwerten detektiert wurden, sind grün eingekreist.

Die ausgewertete Summe von 50 000 Aufnahmen wird in Polarkoordinaten transformiert. Dafür ist es nötig, den Mittelpunkt der Transformation des Koordinatensystems festzulegen. Die resonante magnetische Streuung ist sehr energieselektiv und findet überwiegend an der Resonanzfrequenz statt, welche sich in den Streubildern als eine schmale, horizontale, dunklere Linie im Direktstrahl identifizieren lässt. Die Absorptionslinie bestimmt also die vertikale Position des Mittelpunktes. Die horizontale Koordinate des Mittelpunktes wird durch die Anpassung eines elliptischen Umrisses ermittelt (Abb. 22a).

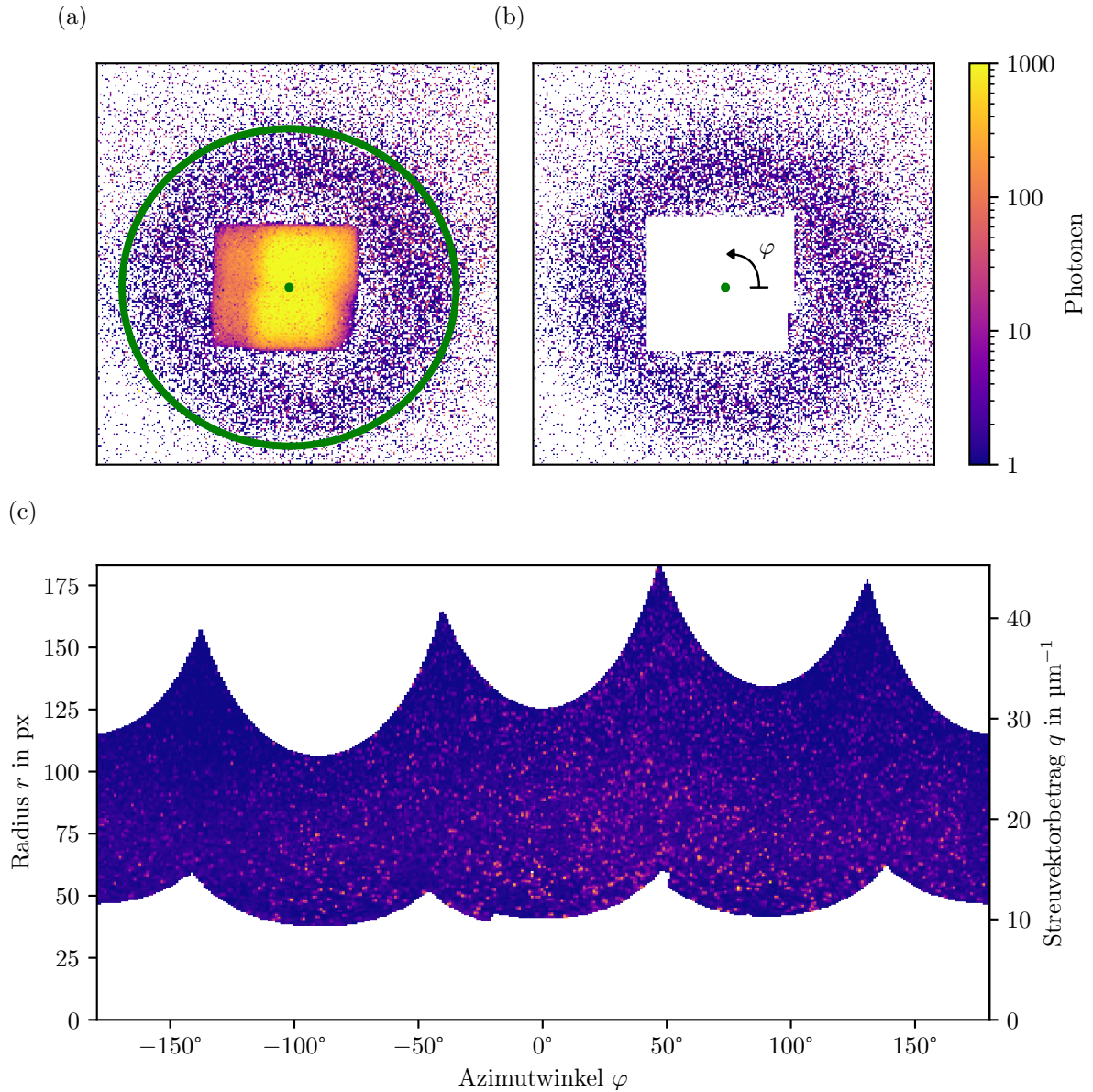


Abbildung 22: (a) Die Summe von 50 000 ausgewerteten Aufnahmen, die sowohl mit dem Schwellenwert $s_V = 100$ ADU als auch mit der oberen Grenze 600 ADU ausgewertet wurden. Davon wird der Offset $\Delta_{\text{FDPA}} = 1,7$ Photonen/Pixel abgezogen. Der grüne Punkt bezeichnet den Mittelpunkt des elliptischen Umrisses, der für die Transformation zwischen den Koordinatensystemen benutzt wird. Im Bild (b) ist der direkte Strahl ausmaskiert. Das Pfeilende entspricht dem Winkel $\varphi = 0^\circ$, die Pfeilrichtung entspricht der positiven Richtung der Azimutalwinkelkoordinate. In Unterabb. (c) ist die in Polarkoordinaten transformierte Unterabb. (b) zu sehen.

Der direkte Strahl wird vor der Transformation ausmaskiert (Abb. 22b), damit er nicht zur Streuintensität des Streuings im Überlappbereich beiträgt.

Der Betrag des Streuvektors q kann aus dem Ringradius r berechnet werden über

$$q(r) = \frac{4\pi}{\lambda_{\text{Gd, M5}}} \sin \left(\arctan \frac{r}{l} \right). \quad (6.12)$$

Die Intensität in Polarkoordinaten (Abb. 22c) wird über den Azimutwinkel φ aufintegriert. Die radia-

le Intensität wird zunächst über dem Streuvektorbetrag q aufgetragen. Das resultierende Spektrum der Kleinwinkelstreuung wird mit der Gamma-Funktion

$$g(q, \beta, \alpha, A) = A \frac{q^{\beta-1} \exp \left[-\frac{q}{\alpha} \right]}{\alpha^\beta \Gamma(\beta)} \quad (6.13)$$

angepasst. Diese Verteilungsfunktion eignet sich gut für die Beschreibung der Streuung von magnetischen Wurmdomänen [24]. Das Maximum der Funktion $g(q, \beta, \alpha, A)$ liegt an der Stelle $q_{\max} = \alpha\beta$. Das Spektrum der Kleinwinkelstreuung sowie die Fit-Funktion sind zusammen mit dem Betragsquadrat der Fourier-Transformierten des MFM-Scan der Probe (Abb. 4d), der als Referenz dient, in Abb. 23 dargestellt.

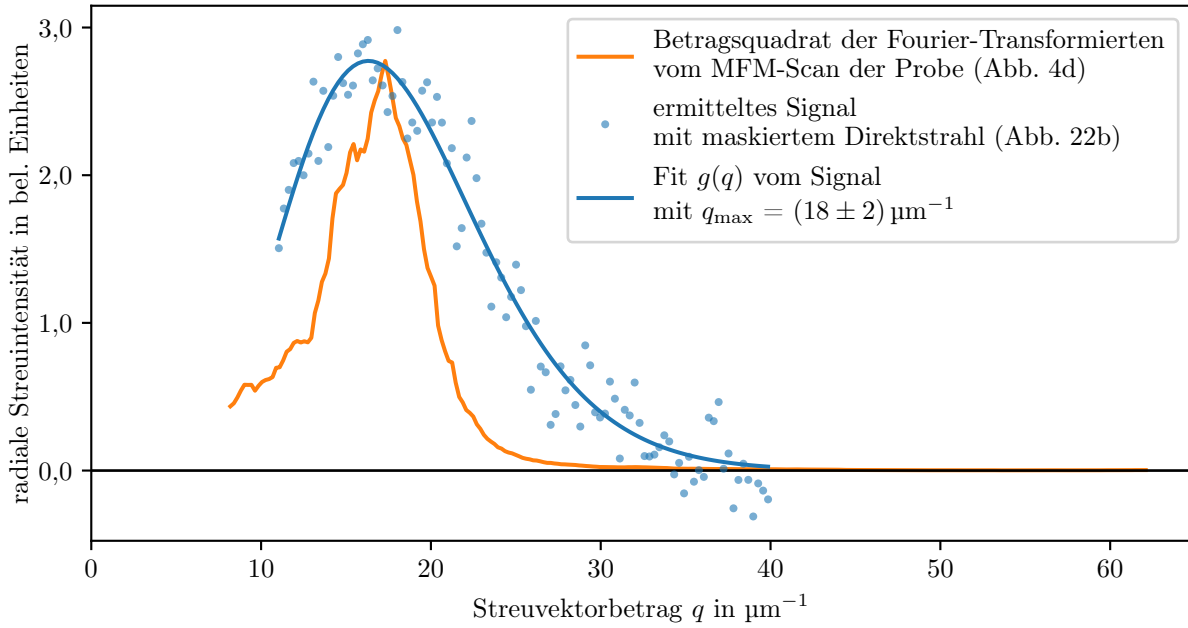


Abbildung 23: azimutal (hellblaue Punkte) aufintegrierte Streuintensität und (orange Linie) die Fourier-Transformierte der magnetischen Struktur der Probe (Abb. 4d) mit dem Maximum bei $q = (18 \pm 1) \mu\text{m}^{-1}$. Die radiale Streuintensität wird mit (blaue Linie) Fit $g(q)$ mit den Parametern $\beta = (9,5 \pm 0,5)$, $\alpha = (1,93 \pm 0,09)$ und $A = (39,4 \pm 0,8)$ angepasst. Das Maximum des Fits liegt bei $q_{\max} = (18 \pm 2) \mu\text{m}^{-1}$.

Die MFM-Daten und die Streudaten liegen im q -Spektrum sehr nah bei einander. Die gemessene Intensitätsverteilung hat eine größere radiale Ausdehnung des Streurings als die Fourier-Transformierte des MFM-Scan der Probe. Dieses Phänomen lässt sich mit der großen Breite des Strahlprofils erklären. Über die Faltung des Streusignals mit dieser Ausdehnung des Strahls kommt es auch zur Verbreiterung des Spektrums der Kleinwinkelstreuung. Das Maximum der Fourier-transformierten MFM-Daten liegt innerhalb des Fit-Vertrauensbereiches der Röntgenstreuung.

In Analogie zu Abschnitt 6.4.1 werden die Erwartungswerte S_{EW} und N_{EW} je Pixel ($N_P = 1$) für die ausgewerteten Summen von $N_A = 50\,000$ Aufnahmen im Bereich des Streurings bestimmt.

$$\begin{aligned} S_{\text{EW}} &= 1,97 \text{ Photonen} \\ N_{\text{EW}} &= 1,91 \text{ Photonen} \end{aligned} \quad (6.14)$$

Damit ist das SNR je Pixel ungefähr eins und $\text{SNR} \approx \sqrt{N_P}$, wenn über N_P Pixel gemittelt wird.

Der mittlere Umfang des Streurings beträgt ca. $2\pi \cdot 75$ px. So wird das SNR mit der azimuthalen Integration von eins auf ca. 22 für jeden Datenpunkt im Durchschnitt in Abb. 23 erhöht.

6.5.2 Nicht-resonante Messung

Es wird eine Kontrollmessung bei einer nicht-resonanten Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, Off-Res}} \approx 1163$ eV durchgeführt, um zu beweisen, dass ein resonanter magnetischer Effekt der beobachteten Intensitätsverteilung zugrunde liegt.

Es werden ebenfalls 50 000 Aufnahmen aufgenommen und mit dem Schwellenwert-Algorithmus ausgewertet, wobei die Schwellenwerte s_V im Intervall von 50 ADU–180 ADU variiert werden, damit sich die Ergebnisse mit den Ergebnissen an der resonanten Photonenenergie (Abb. 20) vergleichen lassen.

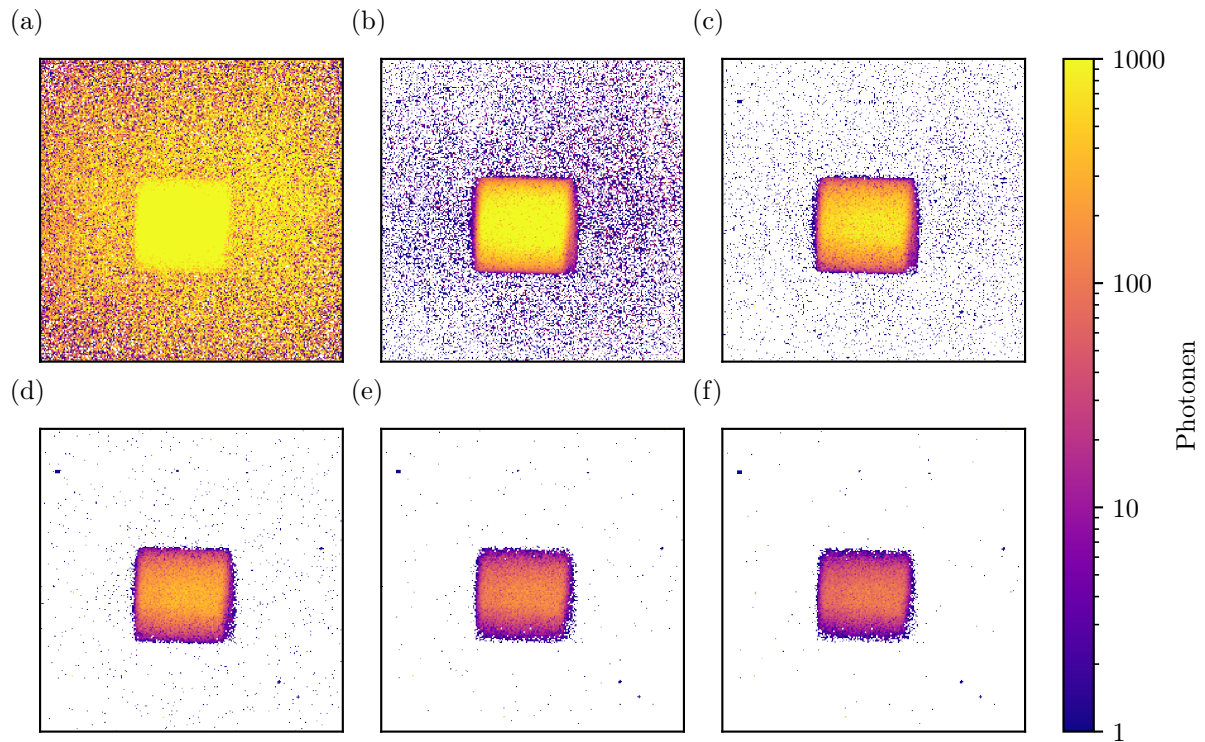


Abbildung 24: Anzahl der detektierten Photonen, ausgewertet mithilfe des Schwellenwert-Algorithmus bei den Schwellenwerten s_V (a) 50 ADU, (b) 100 ADU, (c) 125 ADU, (d) 150 ADU, (e) 170 ADU und (f) 180 ADU. Aufsummiert werden jeweils 50 000 Aufnahmen; aufgenommen bei der Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, Off-Res}} \approx 1163$ eV.

Bis zu einem Schwellenwert von 125 ADU wird eine fast homogene Intensitätsverteilung beobachtet, die auf die Probenmorphologie (Rauigkeit und Kristallinität von Dünnschichten und Substrat) sowie fehl-detektierte Photonen zurückzuführen ist. Oberhalb dieses Schwellenwertes wird kaum noch Intensität außerhalb des Direktstrahls detektiert. Ein Streuring ist bei keinem Schwellenwert erkennbar.

6.6 Auswertung mit Clustering-Algorithmus

Die Analyse der Punktspreizfunktion eines isolierten Photons (siehe Abschnitt 6.3) demonstriert, dass bis zu 36 % des Ein-Photon-Signals außerhalb des zentralen Pixels liegt. In dem Fall kann der Ansatz des Clustering-Algorithmus, der in Abschnitt 4.4.2 beschrieben wurde, vorteilhaft sein, um die Gesamtladung eines Photons zurückzugewinnen und dadurch die Sensitivität der Photonenerkennung zu erhöhen.

Unter Berücksichtigung der Ergebnisse der durchgeführten Analyse und zwar, dass der gesamte ADU-Wert eines Photons grundsätzlich innerhalb zweier benachbarter Pixel verteilt wird, wird der Cluster-Kern

$$\mathbf{K}_2 = \begin{bmatrix} 1 & 1 \\ 1 & 1 \end{bmatrix} \quad (6.15)$$

benutzt.

Die Einzelschritte der Anwendung des Clustering-Algorithmus sind exemplarisch in Abb. 25 am Beispiel desselben Streubildes dargestellt, das zur Demonstration der Einzelschritte des Schwellenwert-Algorithmus in Abb. 18 benutzt wurde.

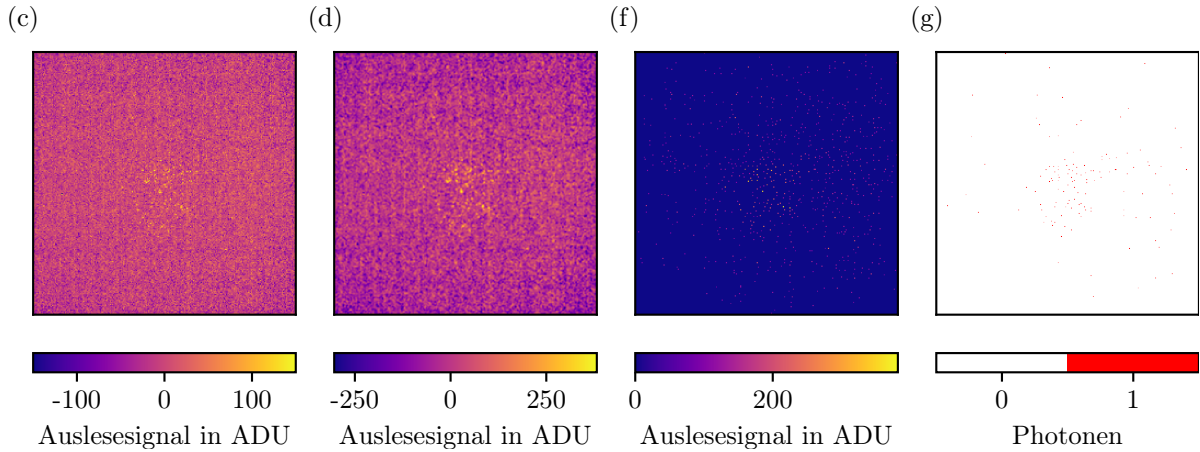


Abbildung 25: Die Differenz (c) des aufgenommenen Streubildes und des konstanten Offsets stimmt mit Abb. 18c überein. Diese Differenz wird mit dem Cluster-Kern $\mathbf{K}_2$ gefaltet (d). Es werden nur lokale Maxima (f) in $2\text{ px} \times 2\text{ px}$ -Umgebungen behalten. Zum Schluss (g) wird der Schwellenwert $s_Q = 150\text{ ADU}$ angewendet.

Die ersten beiden Schritte, in denen der konstante Offset vom aufgenommenen Streubild abgezogen wird, ist zum Schwellenwert-Algorithmus identisch (Abb. 18a und b) und werden daher in Abb. 25 weggelassen. Die resultierende Differenz (Abb. 25c) wird mit dem Cluster-Kern $\mathbf{K}_2$ gefaltet (Abb. 25d). Als Nächstes werden die lokalen Maxima in $2\text{ px} \times 2\text{ px}$ -Nachbarschaft gesucht und behalten (Abb. 25f). Zum Schluss werden diejenigen Punkte, die den Wert s_Q überschreiten, als Photonen bezeichnet (Abb. 25g). Mit dem Einsatz des Clustering-Algorithmus können in demselben Streubild mehr Photonen detektiert werden als mit dem Schwellenwert-Algorithmus (vgl. Abb. 18d).

Auf diese Weise werden 50 000 Aufnahmen einzeln ausgewertet und aufsummiert. In Abb. 26 sind die Summen der ausgewerteten Aufnahmen in log-Skala dargestellt. Für die Auswertung aller Summen wird ein Schwellenwert s_Q aus dem Intervall von 150 ADU–250 ADU genommen.

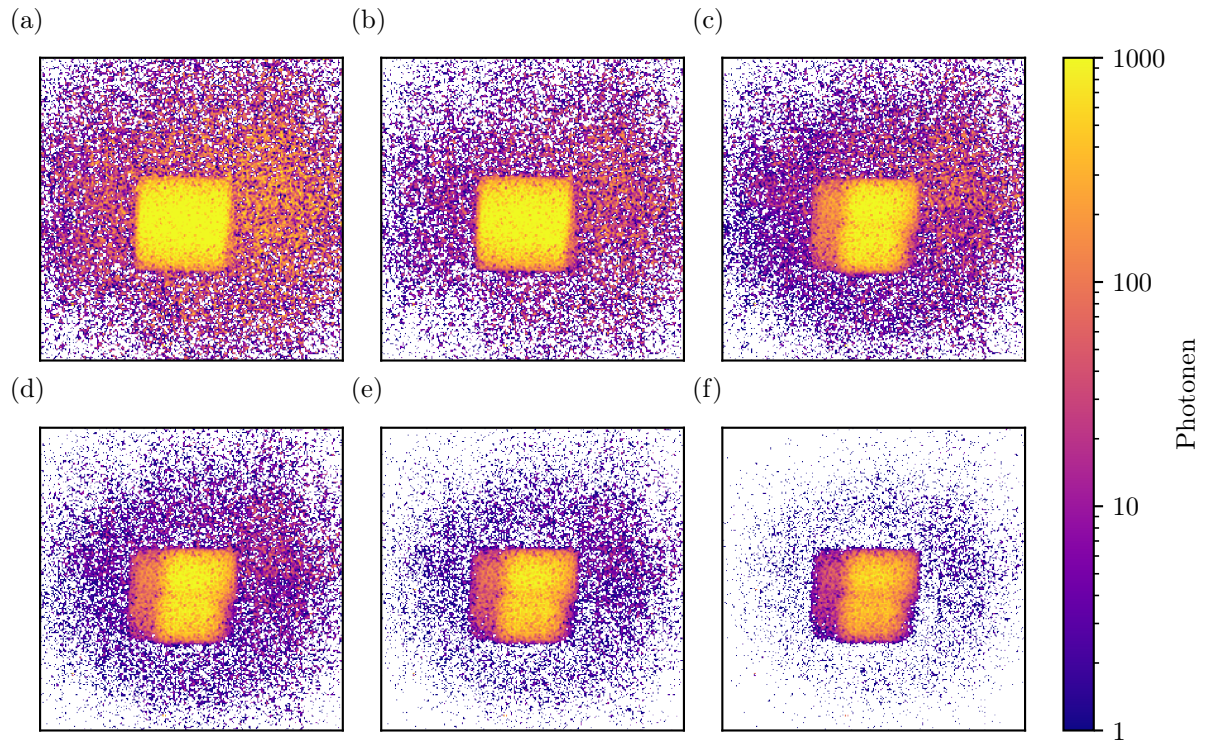


Abbildung 26: Anzahl der detektierten Photonen mithilfe des Clustering-Algorithmus mit Cluster-Kern $\mathbf{K}_2$ und den Schwellenwerten s_Q (a) 150 ADU, (b) 170 ADU, (c) 180 ADU, (d) 200 ADU, (e) 220 ADU und (f) 250 ADU. Aufsummiert wurden jeweils 50 000 Aufnahmen. Aufgenommen an der Gd M5 Resonanzfrequenz.

Man kann in der Auswertung der an der resonanten Photonenenergie aufgenommenen Daten das ringähnliche Muster erkennen. Jedoch ist es nötig, zunächst einen Blick auf die Messdaten an der nicht-resonanten Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, Off-Res}}$ zu werfen.

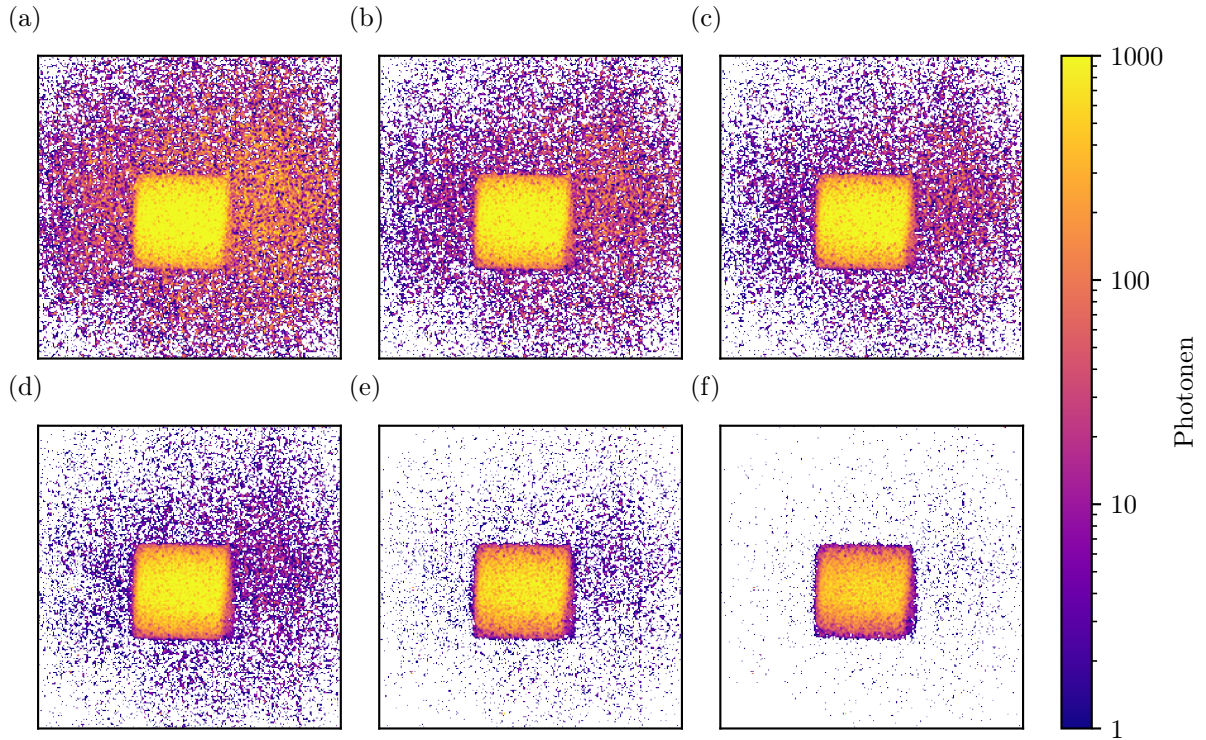


Abbildung 27: Anzahl der detektierten Photonen mithilfe des Clustering-Algorithmuses mit Cluster-Kern $\mathbf{K}_2$ und dem Schwellenwert s_Q (a) 150 ADU, (b) 170 ADU, (c) 180 ADU, (d) 200 ADU, (e) 220 ADU und (f) 250 ADU. Aufsummiert werden jeweils 50 000 Aufnahmen. Aufgenommen an der Photonenenergie $h\nu_{\text{Gd, Off-Res}} \approx 1163 \text{ eV}$.

Die Anzahl an fehl-detektierten Photonen ist so hoch, dass sich die vergleichbaren Photonenzahlen im Bereich des Streurings bei den resonanten und nicht-resonanten Photonenenergien ergeben. Dazu können am wahrscheinlichsten zwei Aspekte beitragen.

Der erste Faktor ist Detektorrauschen mit der Standardabweichung $\sigma_R = 19,94 \text{ ADU}$, die vergleichbar mit dem Ein-Photon-Signal $W_{\text{Gd, M5}} = 180 \text{ ADU}$ ist. Wird die Summe eines $2 \text{ px} \times 2 \text{ px}$ -Clusters erfasst, ist die Standardabweichung dieser Summe $\sigma_{2 \times 2} = \sqrt{4}\sigma_R = 2\sigma_R$.

Als Nächstes geht man davon aus, dass das gesamte Ein-Photon-Signal 180 ADU eines Photons innerhalb des $2 \text{ px} \times 2 \text{ px}$ -Clusters liegt und der Schwellenwert s_Q bis auf 170 ADU oder 180 ADU erhöht werden kann.

Da die Verteilung des Detektorrauschens gut einer Gauß-Verteilung $G(W, \mu, \sigma, A)$ folgt, kann die Zahl der fehl-detektierten Photonen in Bezug auf den eingesetzten Schwellenwert $s_{V/Q}$ und die bekannte Standardabweichung des Detektorrauschens σ wie folgt ermittelt werden:

$$\text{FDPA}_{\text{EW}, s_{V/Q}} = \int_{s_{V/Q}}^{\infty} G(W, 0, \sigma, A) dW = \frac{A}{2} \left[1 - \text{erf} \left(\frac{s_{V/Q}}{\sqrt{2}\sigma} \right) \right] \quad (6.16)$$

Im Falle eines $2 \text{ px} \times 2 \text{ px}$ -Clusters mit der resultierenden Standardabweichung $\sigma_{2 \times 2}$ erhält man bei dem Schwellenwert $s_Q = 170 \text{ ADU}$ den folgenden Erwartungswert fehl-detektierter Photonen:

$$\text{FDPA}_{\text{EW}, 170 \text{ ADU}} = 1,014 \cdot 10^{-5} \quad (6.17)$$

Wird der Wert s_Q bis auf 180 ADU erhöht, dann verringert sich der Erwartungswert der fehl-detektierten Photonen:

$$\text{FDPA}_{\text{EW}, 180 \text{ ADU}} = 3,19A \cdot 10^{-6} \quad (6.18)$$

Wird der Schwellenwert-Algorithmus mit dem Wert $s_V = 100 \text{ ADU}$ eingesetzt, ist die Standardabweichung $\sigma_{1 \times 1} = \sigma_R$ und der Erwartungswert der fehl-detektierten Photonen gleich:

$$\text{FDPA}_{\text{EW}, 110 \text{ ADU}} = 2,65A \cdot 10^{-7} \quad (6.19)$$

Man sieht, dass die erwartete Zahl der fehl-detektierten Photonen beim Ansatz des Clustering-Algorithmus selbst unter den besten Bedingungen ca. 10 mal höher ist als ohne Clustering.

Es werden Histogramme über die Pixelwerte und Summen von $2 \text{ px} \times 2 \text{ px}$ -Clustern von 10 000 Dunkel- und Streubildern in Abb. 28 aufgetragen. In der Regel können mehrere Peaks in einem Histogramm über die Pixelwerte identifiziert werden. So liegt typischerweise der erste Peak bei 0 ADU und entspricht dem Detektorrauschen. Weiter sollen die äquidistanten Peaks folgen, die einem, zwei oder mehreren Photonen-Ereignissen entsprechen.

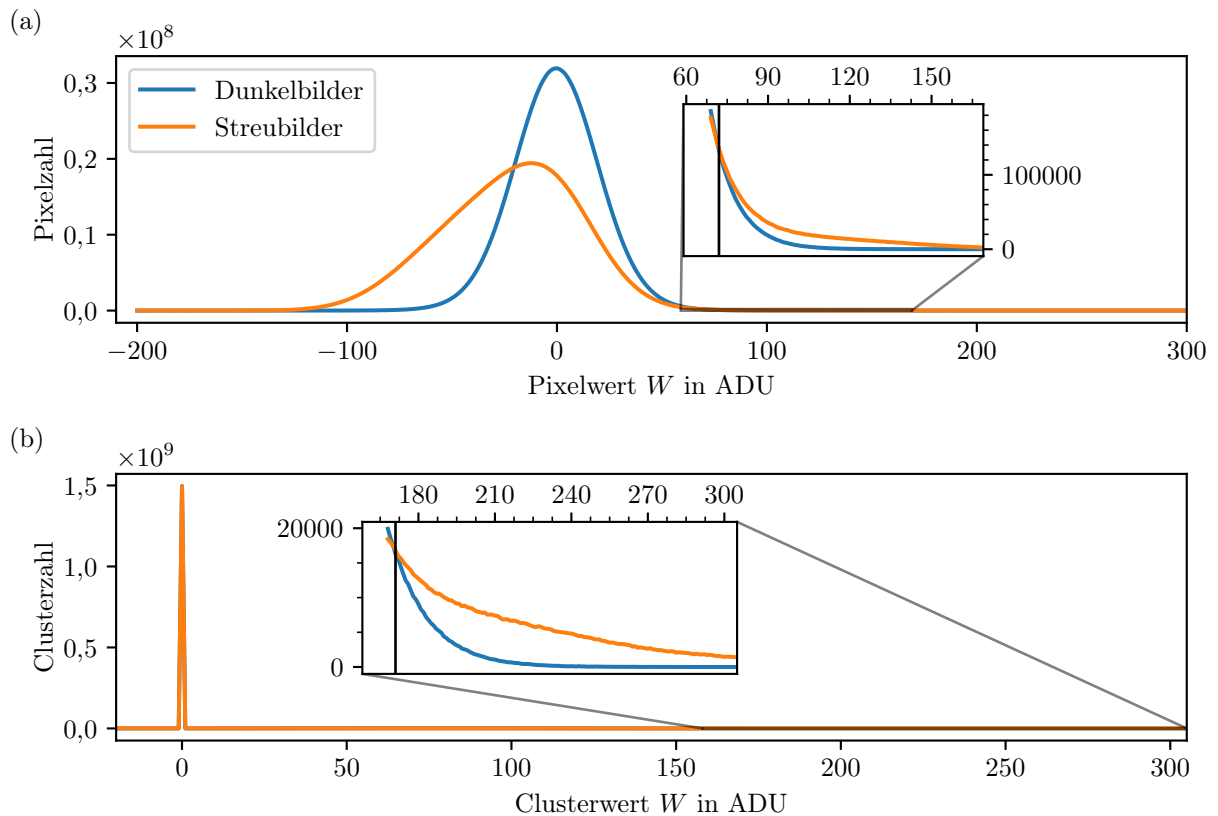


Abbildung 28: Histogramme der (a) direkten Pixelwerte und der mit (b) $\mathbf{K}_2$ -Clustering-Kern gefalteten Pixelwerte, wobei nur die lokalen Maxima im $2 \text{ px} \times 2 \text{ px}$ -Umgebungen behalten werden. In den eingefügten Graphen sind die Bereiche detailliert dargestellt, in denen sich die Schnittpunkte (vertikale Linien) der Dunkelbilder- und Streubilder-Histogramme befinden. Für jedes Histogramm wurden 10 000 Dunkelbilder sowie Streubilder verwendet.

In beiden Histogrammen können keine erkennbaren Peaks beobachtet werden, die den Photonen-Ereignissen entsprechen würden. Allerdings existieren Intervalle in den beiden Histogrammen, wo

die Streubilder mehr Pixel bzw. $2\text{ px} \times 2\text{ px}$ -Cluster als Dunkelbilder enthalten. Im Histogramm von den nicht-geclusterten Pixeln (Abb. 28a) beginnt das Intervall mit dem Wert 72 ADU, obwohl das hellste Pixel ca. 116 ADU pro Photon enthält. Die Asymmetrie des ersten Peaks im Histogramm der Streubilder konnte bisher nicht erklärt werden. Im Histogramm von den geclusterten Pixeln (Abb. 28b) beginnt das Intervall mit dem Wert 172 ADU, was mit dem erwarteten Ein-Photon-Signal 180 ADU gut korreliert.

Der zweite Faktor ist der konstante Offset, der sich aus der Mittelung der Dunkelbilder ergibt und von jedem Streubild subtrahiert wird. Es scheint so zu sein, dass der statische Hintergrund sich im Laufe der Zeit verändert. Darüber hinaus hängt die Veränderung vom Photonenfluss ab. So wird ein zusätzlicher Offset W_Δ zu jedem Pixel addiert.

Dieser Offset taucht wohl bei der Anwendung des Schwellenwert-Algorithmus auf, scheint aber vernachlässigbar klein gegenüber dem einzelnen Pixelwert zu sein. Bei der Anwendung des Clustering-Algorithmus mit dem $2\text{ px} \times 2\text{ px}$ vervierfacht sich der Offset W_Δ und erhöht die Zahl der fehldektierten Photonen.

Der Cluster-Kern kann in Bezug auf die vorliegende Gesamtladungsverteilung, die grundlegend zwischen zwei benachbarten Pixeln stattfindet, angepasst werden. Zum Beispiel können jeweils die Cluster-Kerne

$$\mathbf{K}_{2 \times 1} = \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \end{bmatrix} \text{ bzw. } \mathbf{K}_{1 \times 2} = \begin{bmatrix} 1 & 1 \end{bmatrix} \quad (6.20)$$

benutzt werden. So wird die Standardabweichung eines Clusters von $2\sigma_R$ auf $\sqrt{2}\sigma_R$ verringert. Ebenso wird der gesamte Offset nur $2W_\Delta$ statt $4W_\Delta$ sein. Der Offset W_Δ kann durch die häufigere Aufnahme von Dunkelbildern gesenkt werden.

7 Diskussion und Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war es, ein Experiment zu entwerfen und durchzuführen, welches nachweist, dass die Detektion resonanter Kleinwinkelstreuung von einer magnetisch lateral heterogenen Probe an einer Laborquelle für weiche Röntgenstrahlen möglich ist. Als Röntgenquelle wurde eine Laser-getriebene Plasmaquelle eingesetzt, in der die Röntgenstrahlung aus dem breiten Emissionsspektrum mit einer Reflexionszonenplatte nahe um die Gd-Resonanzenergie fokussiert wird. Das Experiment sollte zeigen, ob die zu erwartende geringe Kohärenz der Quelle für den Streuversuch ausreichend ist und ob magnetischer Streukontrast auch für unpolarisierte Strahlung möglich ist. Größte Herausforderung war aber die Detektion des zu erwartenden extrem kleinen Streusignals in der Größenordnung von nur einigen wenigen Photonen pro Puls.

Die wesentliche Neuerung des durchgeführten Experiments ist die Einzelpuls-basierte Detektion des Signals. Diese Art der Detektion in Verbindung mit Algorithmen zum Auffinden einzelner Photonen-Ereignisse in jeder Einzelaufnahme des Detektors sollte es ermöglichen, das Signal-zu-Rausch-Verhältnis (SNR, *engl. signal to noise ratio*) so zu verbessern, dass auch extrem kleine Signale wie die Kleinwinkelstreuung gemessen werden können. Für dieses Detektionsschema war es nötig, die Röntgenquelle und einen neuartigen schnellen Flächendetektor elektrisch zu synchronisieren und den Detektor in das Datenerfassungssystem der Laborquelle zu integrieren. Die Algorithmen zum Trennen von Photonen-Ereignissen und Hintergrundrauschen wurden im Zuge dieses Experiments genau analysiert.

Der verwendete MÖNCH Detektor wurde hierfür vorab ausführlich getestet und charakterisiert. Dabei wurde eine hohe Quanteneffizienz von über 90 % bei einer Photonenenergien an den Gd M-Kanten (ca. 1200 eV) gemessen. Auch das Rauschverhalten als Funktion der Belichtungszeit wurde als wichtige Kenngröße bestimmt. Dabei hat sich gezeigt, dass das Rauschen generell recht hoch im Vergleich zum Photonensignal ist. Dieses Signal verteilt sich zu dem auf mehrere Pixel. So enthält der hellste Pixel nur ca. 64 % des gesamten Signals. Das Detektorrauschen kann aber durch Absenken der Belichtungszeit deutlich reduziert werden. Um diesen Vorteil nutzen zu können, ist aber eine genaue Synchronisation zwischen Quelle und Detektor erforderlich.

Bei der Bestimmung der Rauschcharakteristik ist aber auch offenbar geworden, dass das hier eingesetzte Modul die veröffentlichte Spezifikation [5] nicht erreicht (siehe Abb. 12). Während bei einer Belichtungszeit unterhalb von 10 μ s die Abweichungen noch klein sind ($<10\%$), erreichen sie bei 1 ms Belichtungszeit fast 50 %. Möglicherweise gibt es hier über eine Optimierung der Detektorparameter mit Unterstützung des Herstellers noch Raum für Verbesserungen.

Der MÖNCH-Detektor wurde mit der Laser-getriebenen Röntgenlaborquelle so synchronisiert, dass jeder Puls der Röntgenquelle mit dem Detektor als einzelne Aufnahme aufgezeichnet werden konnte. Die Belichtungszeit ließ sich bis zu 1 μ s reduzieren. Die kürzeste Belichtungszeit des MÖNCH-Detektors von 100 ns konnte aufgrund des Jitters zwischen dem Trigger-Generator und dem Detektor nicht eingestellt werden, was im Endeffekt aber nur zu einer geringen Verbesserung des Detektor-

rauschens geführt hätte. Der Rauschabstand zum zentralen Pixel eines Photonenereignisses (an der Gd M5-Kante) betrug $5,8\sigma_R$ (7,6 dB). Wie in dieser Arbeit gezeigt wurde, reicht dieser Abstand zur Detektion von einzelnen Photonen bei der verwendeten Photonenenergie über einen Schwellenwert-Algorithmus aus. Wegen des extrem niedrigen detektierten Photonenflusses von nur ca. 60 Photonen pro Puls, ist die Beobachtung eines Streumusters beim Aufsummieren einzelner Streubilder ohne diese Auswertung unmöglich.

Es wurden zwei Algorithmen zur Auswertung der aufgenommenen Streubilder implementiert. Im Schwellenwert-Algorithmus wird das Signal in einem Pixel als ein Photon bestimmt, wenn dieses einen vorgegebenen Schwellenwert überschreitet. Im Clustering-Algorithmus werden zunächst die Summen von Pixel-Clustern abgebildet, die mit dem vorgegebenen Schwellenwert verglichen werden. Beiden Algorithmen waren in der Lage, einzelne gestreute Photonen durch Diskreditierung vom Hintergrundrauschen zu trennen. Obwohl der Clustering-Algorithmus für den Fall der starken Spreizung des Ein-Photon-Signals entwickelt wurde, wurde eine große Anzahl an fehldetektierten Photonen beobachtet. Der Einsatz des Schwellenwert-Algorithmus war hingegen effizienter als der Clustering-Algorithmus und ermöglichte, das erwartete Streumuster zu beobachten, obwohl weniger gestreuten Photonen detektiert wurden.

Aus den Ergebnissen dieser Arbeit lassen sich mehrere Schlussfolgerungen hinsichtlich des gesamten Mess- und Auswertungsverfahrens ziehen. So wurde mit dem Experiment nachgewiesen, dass die XMCD-basierte Streuung sich auch mit unpolarisierter Strahlung beobachten lässt. Durch die erfolgreichen Streuexperimente konnte außerdem gezeigt werden, dass mindestens über die Länge der Domänenperiode (600 nm) die Laser-getriebene Quelle genügend kohärent ist, um ein Interferenzmuster zu erzeugen. Natürlich setzt sich bei einer gesamten Beleuchtungsgröße von einigen hundert Mikrometern das Streubild inkohärent aus vielen kohärent beleuchteten lokalen Bereichen zusammen.

PXS-Laborquellen für weiche Röntgenstrahlung wurden bisher hauptsächlich für Untersuchungen mit Röntgenabsorptionsspektroskopie eingesetzt [25, 26, 27]. Kürzlich wurde gezeigt, dass sich auch Röntgendiffraktionsexperimente an magnetischen Proben an diesen Quellen realisieren lassen [4]. Dabei wurden auch magnetische Multilagenschichten verwendet und räumliche Information über die magnetische Ordnung dieser Schichten in die *Probentiefe* gewonnen. Die Kleinwinkelstreuversuche, die in dieser Arbeit durchgeführt wurden, ermöglichen Zugang zur räumlichen Struktur von magnetischen Proben in der lateralen Richtung, also zu magnetischen Texturen in der Probenebene. Die hier gezeigte Messung ist nach meinem Wissen die erste Labormessung eines resonanten Kleinwinkelstreusignals mit weichen Röntgenstrahlen (also im Bereich von Photonenenergien 300 eV–2000 eV). Dieser Energiebereich ist wissenschaftlich von hoher Bedeutung, da er viele spektroskopisch interessante kern-nahe resonante Übergänge fast aller chemischen Elemente enthält, darunter eben auch die Übergänge mit dem stärksten XMCD-Kontrast. Bisher wurden diese Experimente ausschließlich an Synchrotronstrahlungsquellen und XFELs durchgeführt.

Der verwendete Aufbau ermöglicht bereits zeitlich hoch-aufgelöste Messungen (zeitliche Auflösung ca. 10 ps [4]) nach Laseranregung, Messungen im angelegten Magnetfeld und Messungen bei verschiedenen Temperaturen (über einen Kryostaten) der Probe. Diese Möglichkeiten lassen sich jetzt direkt mit der räumlichen Auflösung im Nanometerbereich, die die Kleinwinkelstreuung bietet, kombinieren. Die Aufnahme des dargestellten Streumusters aus der Summe von 50 000 Aufnahmen dauerte ca. 10 Minuten in Echtzeit. Dadurch und durch die lange Betriebsdauer der Quelle von mehreren Stunden über Tage hinweg können somit zum ersten Mal ganze Messreihen zur resonanten Kleinwinkelstreuung im Labor aufgenommen werden.

Das Messverfahren bietet damit aussichtsreiche Möglichkeiten zum Beispiel für die Untersuchung der Ausbildung von magnetischen Texturen nach Laseranregung. Kürzlich wurde die Erzeugung einer Phase von magnetischen Skyrmionen in Co-basierten Mehrschichtsystemen beobachtet [10]. Die Prozesse spielen sich im Zeitbereich von einigen 100 Pikosekunden ab und können derzeit nur am XFEL beobachtet werden. Wie in dieser Arbeit gezeigt, lassen sich die Streuinformationen sogar mit spektroskopischen Informationen kombinieren. Diese Informationen können z.B. hilfreich für die Normierung der Streuintensität sein.

Es können einige Schritte unternommen werden, um den aktuellen experimentellen Aufbau sowie die Auswertungsverfahren zu verbessern. Die Probe kann kleiner gemacht werden, um die Überlagerung des Streuings mit dem Direktstrahl zu vermeiden. Die hohe Zahl der fehlerdetektierten Photonen beim Clustering-Algorithmus, die den Algorithmus nicht zur Anwendung kommen ließ, kann dadurch gesenkt werden, dass kleinere Clustering-Kerne benutzt werden. Die Dunkelbilder, die gemittelt werden und von jedem Streubild subtrahiert werden, können viel häufiger aufgenommen werden. Dafür kann z.B. die Leerlaufzeit des Detektors zwischen den Röntgenpulsen ausgenutzt werden. Mit der Auslesezeit von ca. 250 μs und der Belichtungszeit von 1 μs könnten bis zu 30 Dunkelbilder innerhalb der 10 ms Periode zwischen zwei Streubildern aufgenommen werden.

Messungen an einer Fe L3 Resonanzenergie wären ebenfalls von großem Interesse. Der Photonenfluss der Quelle ist bei diesen niedrigeren Energien fast dreimal so hoch. Darüber hinaus ist die Reflexionszonenplatte für Fe ca. vier Mal effizienter als die Reflexionszonenplatte für Gd. Allerdings ist das Ein-Photon-Signal von Fe L3 im Vergleich mit Gd M5 um 60 % niedriger, was es numerisch komplizierter macht, die Photonen effizient zu erkennen.

Zusammengefasst wurde in dieser Arbeit das erste resonante Kleinwinkelstreusignal von einer magnetischen Probe mit einer Laborquelle im weichen Röntgenbereich aufgenommen. Als Probe dienten magnetische Domänen in einem Fe/Gd-Mehrschichtsystem. Technisch möglich gemacht wurde diese Messung durch die Implementierung eines schnellen Detektors zur Erfassung des Streusignals einzelner Röntgenpulse und die nachfolgende numerische Detektion einzelner Photonenergebnisse in den Aufnahmen. Die Quelle ermöglicht zeitaufgelöste Messungen mit einer Auflösung von 10 ps. Messungen von Magnetisierungsdynamik mit dieser Kombination aus räumlicher und zeitlicher Auflösung waren bisher nur am XFEL möglich und können jetzt in einer flexiblen Probenumgebung im Labor durchgeführt werden.

Literatur

- [1] B. Pfau u. a. „Ultrafast optical demagnetization manipulates nanoscale spin structure in domain walls“. In: *Nature Communications* 3.1 (2. Okt. 2012). Number: 1 Publisher: Nature Publishing Group, S. 1100. ISSN: 2041-1723. DOI: 10.1038/ncomms2108. URL: <https://www.nature.com/articles/ncomms2108> (besucht am 30.06.2022).
- [2] *Machine Parameters PETRA III (Design Values)*. URL: https://photon-science.desy.de/facilities/petra_iii/machine/parameters/index_eng.html (besucht am 04.07.2022).
- [3] Thomas Tschentscher u. a. „Photon Beam Transport and Scientific Instruments at the European XFEL“. In: *Applied Sciences* 7.6 (Juni 2017). Number: 6 Publisher: Multidisciplinary Digital Publishing Institute, S. 592. ISSN: 2076-3417. DOI: 10.3390/app7060592. URL: <https://www.mdpi.com/2076-3417/7/6/592> (besucht am 07.07.2022).
- [4] Daniel Schick u. a. „Laser-driven resonant magnetic soft-x-ray scattering for probing ultrafast antiferromagnetic and structural dynamics“. In: *Optica* 8.9 (20. Sep. 2021). Publisher: Optica Publishing Group, S. 1237–1242. ISSN: 2334-2536. DOI: 10.1364/OPTICA.435522. URL: <https://opg.optica.org/optica/abstract.cfm?uri=optica-8-9-1237> (besucht am 21.02.2022).
- [5] M. Ramilli u. a. „Measurements with MÖNCH, a 25 μm pixel pitch hybrid pixel detector“. In: 12.1 (Jan. 2017). Publisher: IOP Publishing, S. C01071–C01071. ISSN: 1748-0221. DOI: 10.1088/1748-0221/12/01/C01071. URL: <https://doi.org/10.1088/1748-0221/12/01/c01071> (besucht am 15.10.2021).
- [6] Jeffrey B. Kortright. „Resonant soft X-ray and extreme ultraviolet magnetic scattering in nanostructured magnetic materials: Fundamentals and directions“. In: *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* 189 (Aug. 2013), S. 178–186. ISSN: 03682048. DOI: 10.1016/j.elspec.2013.01.019. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0368204813000212> (besucht am 29.10.2021).
- [7] Alex Hubert und Rudolf Schäfer. *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*. Berlin ; New York: Springer, 1998. 696 S. ISBN: 978-3-540-64108-7.
- [8] Olav Hellwig u. a. „Domain structure and magnetization reversal of antiferromagnetically coupled perpendicular anisotropy films“. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 319.1 (Dez. 2007), S. 13–55. ISSN: 03048853. DOI: 10.1016/j.jmmm.2007.04.035. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S030488530700649X> (besucht am 11.03.2022).
- [9] Julian Hintermayr, Aladin Ullrich und Manfred Albrecht. „Structure and magnetic properties of ferrimagnetic $[\text{Gd}/\text{Fe}]_n$ multilayer and $\text{Gd}_x\text{Fe}_{100-x}$ thin films“. In: *AIP Advances* 11.9 (1. Sep. 2021), S. 095214. ISSN: 2158-3226. DOI: 10.1063/5.0057667. URL: <https://aip.scitation.org/doi/10.1063/5.0057667> (besucht am 21.07.2022).
- [10] Felix Büttner u. a. „Observation of fluctuation-mediated picosecond nucleation of a topological phase“. In: *Nature Materials* 20.1 (Jan. 2021), S. 30–37. ISSN: 1476-1122, 1476-4660. DOI: 10.1038/s41563-020-00807-1. URL: <https://www.nature.com/articles/s41563-020-00807-1> (besucht am 22.07.2022).

- [11] Daniel Schick. „udkm1Dsim – a Python toolbox for simulating 1D ultrafast dynamics in condensed matter“. In: *Computer Physics Communications* 266 (1. Sep. 2021), S. 108031. ISSN: 0010-4655. DOI: 10.1016/j.cpc.2021.108031. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010465521001430> (besucht am 02.03.2022).
- [12] J. B. Kortright und Sang-Koog Kim. „Resonant magneto-optical properties of Fe near its 2 p levels: Measurement and applications“. In: *Physical Review B* 62.18 (1. Nov. 2000), S. 12216–12228. ISSN: 0163-1829, 1095-3795. DOI: 10.1103/PhysRevB.62.12216. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.62.12216> (besucht am 29.10.2021).
- [13] J.E. Prieto u. a. „X-ray magneto-optics of lanthanide materials: principles and applications“. In: *Applied Physics A* 80.5 (Feb. 2005), S. 1021–1027. ISSN: 0947-8396, 1432-0630. DOI: 10.1007/s00339-004-3130-z. URL: <http://link.springer.com/10.1007/s00339-004-3130-z> (besucht am 27.10.2021).
- [14] Ashish Tripathi u. a. „Dichroic coherent diffractive imaging“. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences* 108.33 (16. Aug. 2011). Publisher: National Academy of Sciences Section: Physical Sciences, S. 13393–13398. ISSN: 0027-8424, 1091-6490. DOI: 10.1073/pnas.1104304108. URL: <https://www.pnas.org/content/108/33/13393> (besucht am 25.10.2021).
- [15] Jens Viefhaus u. a. „The Variable Polarization XUV Beamline P04 at PETRA III: Optics, mechanics and their performance“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 710 (Mai 2013), S. 151–154. ISSN: 01689002. DOI: 10.1016/j.nima.2012.10.110. URL: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0168900212012831> (besucht am 18.03.2022).
- [16] Ioanna Mantouvalou u. a. „High average power, highly brilliant laser-produced plasma source for soft X-ray spectroscopy“. In: *Review of Scientific Instruments* 86.3 (März 2015), S. 035116. ISSN: 0034-6748, 1089-7623. DOI: 10.1063/1.4916193. URL: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.4916193> (besucht am 24.10.2021).
- [17] Princeton Instruments. *PI-MTE 2048: Manual*. 2013. URL: <https://usermanual.wiki/Princeton/4411-0097.1370993303.pdf> (besucht am 18.03.2022).
- [18] R. Dinapoli u. a. „MÖNCH, a small pitch, integrating hybrid pixel detector for X-ray applications“. In: 9.5 (Mai 2014). Publisher: IOP Publishing, S. C05015–C05015. ISSN: 1748-0221. DOI: 10.1088/1748-0221/9/05/C05015. URL: <https://doi.org/10.1088/1748-0221/9/05/c05015> (besucht am 15.10.2021).
- [19] F. Scholze, H. Rabus und G. Ulm. „Mean energy required to produce an electron-hole pair in silicon for photons of energies between 50 and 1500 eV“. In: *Journal of Applied Physics* 84.5 (10. Nov. 1998). Publisher: American Institute of PhysicsAIP, S. 2926. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.368398. URL: <https://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.368398> (besucht am 29.07.2022).
- [20] Stephen Seltzer. *Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients, NIST Standard Reference Database 126*. en. 1995. DOI: 10.18434/T4D01F. URL: <http://www.nist.gov/pml/data/xraycoef/index.cfm> (besucht am 23.03.2022).
- [21] A. Bergamaschi u. a. „The MÖNCH Detector for Soft X-ray, High-Resolution, and Energy Resolved Applications“. In: *Synchrotron Radiation News* 31.6 (2. Nov. 2018), S. 11–15. ISSN: 0894-0886, 1931-7344. DOI: 10.1080/08940886.2018.1528428. URL: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/08940886.2018.1528428> (besucht am 28.02.2022).

-
- [22] S. Cartier u. a. „Micron resolution of MÖNCH and GOTTHARD, small pitch charge integrating detectors with single photon sensitivity“. In: 9.5 (Mai 2014). Publisher: IOP Publishing, S. C05027–C05027. ISSN: 1748-0221. DOI: 10.1088/1748-0221/9/05/C05027. URL: <https://doi.org/10.1088/1748-0221/9/05/c05027> (besucht am 15.10.2021).
- [23] Dask Development Team. *Dask: Library for dynamic task scheduling*. 2016. URL: <https://dask.org>.
- [24] Kai Bagschik u. a. „Employing soft x-ray resonant magnetic scattering to study domain sizes and anisotropy in Co/Pd multilayers“. In: *Physical Review B* 94.13 (12. Okt. 2016), S. 134413. ISSN: 2469-9950, 2469-9969. DOI: 10.1103/PhysRevB.94.134413. URL: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.94.134413> (besucht am 20.05.2022).
- [25] Katharina Witte u. a. „On the Electronic Structure of Cu Chlorophyllin and Its Breakdown Products: A Carbon K-Edge X-ray Absorption Spectroscopy Study“. In: *The Journal of Physical Chemistry B* 122.6 (15. Feb. 2018). Publisher: American Chemical Society, S. 1846–1851. ISSN: 1520-6106. DOI: 10.1021/acs.jpcc.7b12108. URL: <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b12108> (besucht am 31.07.2022).
- [26] Adrian Jonas u. a. „Transient Sub-nanosecond Soft X-ray NEXAFS Spectroscopy on Organic Thin Films“. In: *Analytical Chemistry* 92.23 (1. Dez. 2020). Publisher: American Chemical Society, S. 15611–15615. ISSN: 0003-2700. DOI: 10.1021/acs.analchem.0c03845. URL: <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.0c03845> (besucht am 31.07.2022).
- [27] Holger Stiel u. a. „Towards Understanding Excited-State Properties of Organic Molecules Using Time-Resolved Soft X-ray Absorption Spectroscopy“. In: *International Journal of Molecular Sciences* 22.24 (Jan. 2021). Number: 24 Publisher: Multidisciplinary Digital Publishing Institute, S. 13463. ISSN: 1422-0067. DOI: 10.3390/ijms222413463. URL: <https://www.mdpi.com/1422-0067/22/24/13463> (besucht am 31.07.2022).

Danksagung

Die in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse zu erreichen, wäre für mich ohne Hilfe und Unterstützung anderer nicht möglich gewesen. Deswegen möchte ich den folgenden Personen meinen herzlichen Dank aussprechen. Dem größten Dank gebühren Prof. Dr. Stefan Eisebitt für die Möglichkeit, meine Bachelorarbeit in seiner Arbeitsgruppe anfertigen zu dürfen, und meinem Betreuer, Dr. Bastian Pfau, ohne dessen Kenntnisse und Expertise im Forschungsfeld des Magnetismus und Hilfe dieses Experiment nicht realisierbar wäre. Großen Dank möchte ich Martin Borchert und Daniel Schick ausdrücken, welche eine enorme Hilfe beim Verständnis, bei der Vorbereitung und Justage des experimentellen Aufbaus leisteten. Darüber hinaus danke ich Josefin Fuchs für die Korrektur des Textes und Kathinka Gerlinger für die Hilfe mit der Auswertungssoftware.