

Lothar Spieß | Gerd Teichert | Robert Schwarzer
Herfried Behnken | Christoph Genzel

Moderne Röntgenbeugung

Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler,
Physiker und Chemiker

2., überarbeitete und erweiterte Auflage

STUDIUM



VIEWEG+
TEUBNER

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Erzeugung und Eigenschaften von Röntgenstrahlung	5
2.1	Erzeugung von Röntgenstrahlung	5
2.2	Das Röntgenspektrum	7
2.2.1	Das Bremsspektrum	8
2.2.2	Das charakteristische Spektrum	10
2.2.3	Optimierung der Wahl der Betriebsparameter	16
2.3	Wechselwirkung mit Materie	19
2.4	Filterung von Röntgenstrahlung	24
2.5	Detektion von Röntgenstrahlung	27
2.6	Energie des Röntgenspektrums und Strahlenschutzaspekte	30
2.6.1	Quantifizierung der Strahlung	30
2.6.2	Gefährdungspotential von Röntgenquellen	32
2.6.3	Regeln beim Umgang mit Röntgenstrahlern	39
3	Beugung von Röntgenstrahlung	41
3.1	Grundlagen der Kristallographie und des reziproken Gitters	41
3.1.1	Die Kristallstruktur und seine Darstellung	41
3.1.2	Bezeichnung von Punkten, Geraden und Ebenen im Kristall	46
3.1.3	Netzebenenabstand d_{hkl}	48
3.1.4	Symmetrioperationen	49
3.1.5	Kombination von Symmetrieelementen	52
3.1.6	LAUE-Klassen	54
3.1.7	Kristallsysteme	54
3.1.8	Hexagonales Kristallsystem	57
3.1.9	Trigonales Kristallsystem	58
3.1.10	Reziprokes Gitter	58
3.1.11	Packungsdichte in der Elementarzelle - Das Prinzip der Kugelpackung	62
3.1.12	Aperiodische Kristalle	64
3.2	Kinematische Beugungstheorie	65
3.2.1	Die elastische Streuung von Röntgenstrahlen am Elektron - THOMSON-Streuung	66
3.2.2	Streuung der Röntgenstrahlen an Materie	68
3.2.3	Streubeitrag der Elektronenhülle eines Atoms - Atomformfaktor f_a	69
3.2.4	Thermische Schwingungen	71
3.2.5	Streubeitrag einer Elementarzelle	72
3.2.6	Beugung der Röntgenstrahlen am Kristall	73
3.2.7	Schärfe der Beugungsbedingungen	75

3.2.8	Eindringtiefe der Röntgenstrahlung	78
3.2.9	Integrale Intensität der gebeugten Strahlung	79
3.2.10	Strukturfaktor – Kristallsymmetrie – Auslöschungsregeln	81
3.3	Geometrische Veranschaulichung der Beugungsbedingungen	89
3.3.1	LAUE-Gleichung	89
3.3.2	BRAGGSche-Gleichung	90
3.3.3	EWALD-Konstruktion	91
4	Hardware für die Röntgenbeugung	95
4.1	Strahlerzeuger	96
4.1.1	Röntgenröhren und Generatoren	96
4.1.2	Mikrofokusröhren	100
4.1.3	Synchrotron- und Neutronenstrahlquellen	101
4.2	Monochromatisierung der Strahlung und ausgewählte Monochromatoren	104
4.2.1	Monochromatisierung auf rechnerischem Weg – RACHINGER-Trennung	104
4.2.2	Einkristall-Monochromatoren	109
4.2.3	Multilayer-Sandwichschichtsysteme	114
4.3	Strahlformer	118
4.3.1	Blenden und SOLLER-Kollimatoren	118
4.3.2	Strahlformer unter Einsatz von Kristallen	123
4.4	Glasfaseroptiken	123
4.5	Detektoren	126
4.5.1	Punkt-detektoren	128
4.5.2	Lineare Detektoren	134
4.5.3	Flächendetektoren	138
4.5.4	Energiedispersive Detektoren	142
4.5.5	Zählstatistik	144
4.6	Goniometer	148
4.7	Probenhalter	151
4.8	Besonderes Zubehör	153
5	Methoden der Röntgenbeugung	155
5.1	Fokussierende Geometrie	157
5.1.1	BRAGG-BRENTANO-Anordnung	157
5.1.2	Justage des BRAGG-BRENTANO-Goniometers	168
5.1.3	Weitere fokussierende Anordnungen	171
5.2	Systematische Fehler der BRAGG-BRENTANO-Anordnung	172
5.2.1	Einfluss der Ebenheit der Probeoberfläche und der Horizontaldivergenz	173
5.2.2	Endliche Eindringtiefe in das Probeninnere – Absorptionseinfluss	174
5.2.3	Endliche Höhe des Fokus und der Zählerblende – axiale Divergenz	174
5.2.4	Exzentrische Probenpositionierung	175
5.2.5	Falsche Nullpunktjustierung	175
5.2.6	Zusammenfassung der Fehlereinflüsse und Vorschläge für Messstrategien	176
5.3	Kristallitverteilung und Zahl der beugenden Kristalle	177
5.4	Parallelstrahlgeometrie	178

5.4.1	DEBYE-SCHERRER Verfahren	178
5.4.2	Parallelstrahl-Anordnungen (PS) mit Multilayerspiegel	186
5.5	Beugung bei streifenden Einfall – GID	195
5.6	Höhenabhängigkeit der Probenlage in Diffraktogrammen	199
5.7	Kapillaranordnung	201
5.8	Diffraktometer mit Flächendetektor	202
5.9	Einkristallverfahren	209
5.9.1	LAUE-Verfahren	210
5.9.2	Drehkristall-, Schwenk- und WEISSENBERG-Verfahren	213
5.9.3	Vier-Kreis-Einkristalldiffraktometer	215
6	Phasenanalyse	217
6.1	Qualitative Phasenanalyse	217
6.2	PDF-Datei der ICDD	220
6.3	Identifizierung von Beugungsdiagrammen mit der PDF-Datei	223
6.3.1	Arbeit mit dem Diffraktogramm	224
6.3.2	Vorgehensweise bei der Phasenbestimmung	230
6.3.3	Polytyp-Bestimmung	233
6.4	Einflüsse Probe – Strahlung – Diffraktometeranordnung	235
6.5	Quantitative Phasenanalyse	240
6.5.1	Auswertung der Intensität ausgewählter Beugungslinien	241
6.5.2	RIETVELD-Verfahren zur quantitativen Phasenanalyse	248
7	Zellparameterbestimmung (Gitterkonstantenbestimmung)	257
7.1	Indizierung auf rechnerischem Weg	257
7.2	Präzisionszellparameterverfeinerung	264
7.2.1	Lineare Regression	264
7.2.2	Ermittlung der Konzentration von Mischkristallen	269
7.3	Anwendungsbeispiel NiO-Schichten	271
8	Mathematische Beschreibung von Röntgenbeugungsdiagrammen	273
8.1	Röntgenprofilanalyse	273
8.2	Approximationsmethoden	278
8.3	FOURIER-Analyse	281
8.4	LAGRANGE-Analyse	284
8.5	Fundamentalparameteranalyse	286
8.6	Rockingkurven und Versetzungsdichten	292
9	Kristallstrukturanalyse	295
9.1	Nachweis der Existenz eines Inversionszentrums	296
9.2	Kristallstrukturanalyse aus Einkristalldaten	297
9.3	Strukturverfeinerung	303
9.4	Kristallstrukturanalyse aus Polykristalldaten	303
10	Röntgenographische Spannungsanalyse	305
10.1	Spannungsempfindliche Materialeigenschaften und Messgrößen	305

10.1.1	Netzebenenabstände, Beugungswinkel, Halbwertsbreiten	306
10.1.2	Makroskopische Oberflächendehnung	306
10.1.3	Ultraschallgeschwindigkeit	307
10.1.4	Magnetische Kenngrößen	308
10.1.5	Übersicht der Messgrößen und Verfahren	309
10.2	Elastizitätstheoretische Grundlagen	311
10.2.1	Spannung und Dehnung	311
10.2.2	Elastische Materialeigenschaften	314
10.2.3	Bezugssysteme und Tensortransformation	319
10.3	Einteilung der Spannungen innerhalb vielkristalliner Werkstoffe	322
10.3.1	Der Eigenspannungsbegriff	322
10.3.2	Eigenspannungen I., II. und III. Art	326
10.3.3	Mittelwerte und Streuungen von Eigenspannungen	328
10.3.4	Ursachen und Kompensation der Eigenspannungsarten	329
10.3.5	Übertragungsfaktoren	330
10.4	Röntgenographische Ermittlung von Eigenspannungen	332
10.4.1	Dehnung in Messrichtung	332
10.4.2	Röntgenographische Mittelung über Kristallorientierungen	334
10.4.3	Mittelung über die Eindringtiefe	335
10.4.4	$d(\sin^2 \psi)$ -Verteilungen	337
10.4.5	Elastisch isotrope Werkstoffe	339
10.4.6	Die Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse	340
10.4.7	Auswerteverfahren für quasiisotrope Materialien	342
10.4.8	Allgemeiner dreiachsiger Spannungszustand	342
10.4.9	Dreiachsiger Zustand mit $\sigma_{33} = 0$	346
10.4.10	Dreiachsiger Hauptspannungszustand	346
10.4.11	Vollständiger zweiachsiger Spannungszustand	348
10.5	Röntgenographische Elastizitätskonstanten (REK)	350
10.5.1	Experimentelle Bestimmung der REK	350
10.5.2	Berechnung der REK aus den Einkristalldaten	353
10.5.3	Zur Verwendung der REK	355
10.5.4	Vergleich experimenteller Ergebnisse mit REK-Berechnungen	357
10.6	Experimentelles Vorgehen bei der Spannungsbestimmung	358
10.6.1	Messanordnungen	358
10.6.2	Justierung	361
10.6.3	Mess- und Auswerteparameter	361
10.6.4	Fehlerangaben	368
10.6.5	Beispiel einer Spannungsauswertung	369
10.7	Einflüsse auf die Dehnungsverteilungen	370
10.7.1	Einfluss der kristallographischen Textur	370
10.7.2	Einfluss von Spannungs- und d_0 -Gradienten	373
10.7.3	Effekte plastisch induzierter Mikro eigenspannungen	374
10.8	Ermittlung von Tiefenverteilungen	376
10.9	Trennung experimentell bestimmter Spannungen	377
10.10	Spannungsmessung mit 2D-Detektoren	381

11 Röntgenographische Texturanalyse	383
11.1 Einführung in die Begriffswelt der Textur	383
11.2 Übersicht über die Bedeutung der Kristalltextur	383
11.3 Der Anfang der Texturanalyse: Polfiguren	387
11.4 Die röntgenographische Polfigurmessung	392
11.4.1 Grundlagen	392
11.4.2 Die apparative Realisierung von Texturgoniometern	396
11.4.3 Vollautomatische Texturmessanlagen	400
11.4.4 Probenrotation und Messstatistik	401
11.4.5 Vollständige Polfiguren	403
11.4.6 Detektoren für die Texturmessung	405
11.4.7 Das Polfigurfenster und die Winkelauflösung in der Polfigurmessung	407
11.5 Tiefenaufgelöste Polfigurmessung	408
11.5.1 Inhomogene Texturen und Gradientenwerkstoffe	408
11.5.2 Messung von Polfiguren mit konstanter Informationstiefe	409
11.5.3 Messung der Textur in verdeckten Schichten unter der Oberfläche	411
11.6 Ortsaufgelöste Texturanalyse	412
11.7 Die quantitative Texturanalyse	416
11.7.1 Die Orientierungs-Dichte-Funktion (ODF)	416
11.7.2 Symmetrien in der Texturanalyse	416
11.7.3 Parameterdarstellungen der Kristallorientierung	418
11.7.4 Der Orientierungsraum – EULER-Raum	423
11.7.5 Polfigurinversion und Berechnung der Orientierungs-Dichte-Funktion	426
11.8 Die Orientierungsstereologie	436
11.9 Die Kristalltextur und anisotrope Materialeigenschaften	440
12 Bestimmung der Kristallorientierung	443
12.1 Orientierungsverteilung bei Einkristallen	443
12.2 Orientierungsbestimmung mit Polfiguraufnahme	448
12.3 Bestimmung der Fehlorientierung	449
13 Untersuchungen an dünnen Schichten	453
13.1 Untersuchungen an Wolframsilizidschichten	455
13.2 Reflektometrie – XRR	459
13.3 Texturbestimmung an dünnen Schichten	468
13.4 Hochauflösende Röntgendiffraktometrie (HRXRD)	470
13.4.1 Epitaktische Schichten	471
13.4.2 Hochauflösende-Diffraktometer – Anforderungen und Aufbau	474
13.4.3 Diffraktometrie an epitaktischen Schichten	476
13.4.4 Reziproke Spacemaps – RSM	478
13.4.5 Supergitter (Superlattice)	482
13.5 Zusammenfassung: Messung an dünnen Schichten	485
14 Spezielle Verfahren	487
14.1 Energiedispersive Röntgenbeugung	487

14.1.1	Grundlegende Beziehungen	487
14.1.2	Einflussfaktoren auf das Energiedispersive-Sekundärspektrum	489
14.1.3	Einsatz von Synchrotronquellen	492
14.1.4	Anwendungen der energiedispersiven Beugung in der Materialforschung	494
14.1.5	Energiedispersive Eigenspannungsanalyse	499
14.2	KIKUCHI- und Channeling-Diagramme	500
14.2.1	Die Elektronenbeugung im Rasterelektronenmikroskop	503
14.2.2	Messstrategien und Charakterisierung des Werkstoffes	507
14.2.3	Anwendungen von EBSD im REM in der Werkstoffwissenschaft	511
14.3	KOSSEL-Interferenzen	512
14.3.1	Einsatzbereiche der KOSSEL-Technik	515
14.3.2	Geräteausführungen	516
14.4	Kleinwinkelstreuung	517
15	Zusammenfassung	519
16	Lösung der Aufgaben	521
	Literaturverzeichnis	543
	Formelzeichenverzeichnis	555
	Skalare	555
	Vektoren	556
	Stichwortverzeichnis	557

Hinweise auf DIN-Normen in diesem Werk entsprechen dem Stand der Normung bei Abschluss des Manuskripts. Maßgebend sind die jeweils neuesten Ausgaben der Normschriften des DIN Deutsches Institut für Normung e.V. im Format A4, die durch den Beuth-Verlag GmbH, Berlin Wien Zürich, zu beziehen sind. Sinngemäß gilt das Gleiche für alle in diesem Buche zitierten amtlichen Bestimmungen, Richtlinien, Verordnungen und Gesetze.