

# Inhaltsverzeichnis

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1 Einleitung</b>  | <b>1</b>  |
| <b>2 Erzeugung und Eigenschaften von Röntgenstrahlung</b>                                  | <b>5</b>  |
| 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        |
| <b>3 Beugung von Röntgenstrahlung</b>  | <b>41</b> |
| 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 Symmetrieelementen . . . . .   | 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 – Auslösungsregeln . . . . .                 | 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         |
| <b>4</b> | <b>Hardware für die Röntgenbeugung</b>  | <b>95</b>  |
| 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    | Punktdetektoren . . . . .   | 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        |
| <b>5</b> | <b>Methoden der Röntgenbeugung</b>  | <b>155</b> |
| 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        |
| <b>6 Phasenanalyse</b> . . . . .  | <b>217</b> |
| 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        |
| <b>7 Zellparameterbestimmung (Gitterkonstantenbestimmung)</b> . . . . .     | <b>257</b> |
| 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        |
| <b>8 Mathematische Beschreibung von Röntgenbeugungsdiagrammen</b> . . . . . | <b>273</b> |
| 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 Versetzungsichten . . . . .                           | 292        |
| <b>9 Kristallstrukturanalyse</b> . . . . .                                  | <b>295</b> |
| 9.1 Nachweis der Existenz eines Inversionszentrums . . . . .                | 296        |
| 9.2 Kristallstrukturanalyse aus Einkristalldaten . . . . .                  | 297        |
| 9.3 Strukturverfeinerung . . . . .  | 303        |
| 9.4 Kristallstrukturanalyse aus Polykristalldaten . . . . .                 | 303        |
| <b>10 Röntgenographische Spannungsanalyse</b> . . . . .                     | <b>305</b> |
| 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 quasiiotrope 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 Mikroeigenspannungen . . . . .              | 374 |
| 10.8    | Ermittlung von Tiefenverteilungen . . . . .                               | 376 |
| 10.9    | Ermittlung von Tiefenverteilungen . . . . .                               | 377 |
| 10.10   | Spannungsmessung mit 2D-Detektoren . . . . .                              | 381 |

|   |            |
|---|------------|
| <b>11 Röntgenographische Texturanalyse</b>  | <b>383</b> |
| 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 Probentranslation 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        |
| <b>12 Bestimmung der Kristallorientierung</b>                                       | <b>443</b> |
| 12.1 Orientierungsverteilung bei Einkristallen . . . . .                            | 443        |
| 12.2 Orientierungsbestimmung mit Polfiguraufnahme . . . . .                         | 448        |
| 12.3 Bestimmung der Fehlorientierung . . . . .                                      | 449        |
| <b>13 Untersuchungen an dünnen Schichten</b>  | <b>453</b> |
| 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 Hochauflösungs-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        |
| <b>14 Spezielle Verfahren</b>   | <b>487</b> |
| 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 |