

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	Gefährdungspotenzial von Röntgenquellen	32
2.6.3	Regeln beim Umgang mit Röntgenstrahlern	38
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	48
3.1.4	Symmetrieoperationen	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	THOMSON-Streuung - Streuung am Elektron	66
3.2.2	Streuung der Röntgenstrahlen an Materie	67
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	89
3.3.3	EWALD-Konstruktion	91
4	Hardware für die Röntgenbeugung	95
4.1	Strahlungsquelle bzw. 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 . .	105
4.2.1	Monochromatisierung auf rechnerischem Weg – RACHINGER-Trennung .	105
4.2.2	Einkristall-Monochromatoren	111
4.2.3	Multilayer-Sandwichschichtsysteme	116
4.3	Strahlformer	121
4.3.1	Blenden und SOLLER-Kollimatoren	121
4.3.2	Strahlformer unter Einsatz von Kristallen	125
4.4	Glasfaseroptiken	126
4.5	Detektoren	129
4.5.1	Punkt-detektoren	131
4.5.2	Lineare Detektoren	137
4.5.3	Flächendetektoren	141
4.5.4	Energiedispersive Detektoren	145
4.5.5	Vergleich der Detektoren zur Monochromatisierung	151
4.5.6	Zählstatistik	156
4.6	Goniometer	161
4.7	Probenhalter	163
4.8	Besonderes Zubehör	165
5	Methoden der Röntgenbeugung	167
5.1	Fokussierende Geometrie	169
5.1.1	BRAGG-BRENTANO-Anordnung	169
5.1.2	Linienlagebestimmung	181
5.1.3	Justage des BRAGG-BRENTANO-Goniometers	183
5.1.4	Weitere fokussierende Anordnungen	186
5.2	Systematische Fehler der BRAGG-BRENTANO-Anordnung	187
5.2.1	Einfluss der Ebenheit der Probeoberfläche und der Horizontaldivergenz	187
5.2.2	Endliche Eindringtiefe in das Probeninnere – Absorptionseinfluss . . .	188
5.2.3	Endliche Höhe des Fokus und der Zählerblende – axiale Divergenz . . .	188
5.2.4	Exzentrische Probenpositionierung	189
5.2.5	Falsche Nullpunktjustierung	190
5.2.6	Zusammenfassung der Fehlereinflüsse und Vorschläge für Messstrategien	190
5.3	Kristallitverteilung und Zahl der beugenden Kristallite	191

5.4	Die Parallelstrahlgeometrie	192
5.4.1	Das DEBYE-SCHERRER Verfahren	192
5.4.2	Parallelstrahl-Anordnungen (PS) mit Multilayerspiegel	200
5.5	Beugung bei streifenden Einfall – GID	209
5.6	Höhenabhängigkeit der Probenlage in Diffraktogrammen	213
5.7	Kapillaranordnung	216
5.8	Diffraktometer mit Flächendetektor	217
5.8.1	Parallelstrahl-Anordnungen mit Polykapillare und Detektorvergleich	224
5.9	Einkristallverfahren	227
5.9.1	LAUE-Verfahren	228
5.9.2	Drehkristall-, Schwenk- und WEISSENBERG-Verfahren	231
5.9.3	Vier-Kreis-Einkristalldiffraktometer	233
6	Phasenanalyse	235
6.1	Qualitative Phasenanalyse	235
6.2	PDF-Datei der ICDD	238
6.3	Identifizierung von Beugungsdiagrammen mit der PDF-Datei	241
6.3.1	Arbeit mit dem Diffraktogramm	242
6.3.2	Vorgehensweise bei der Phasenbestimmung	248
6.4	Einflüsse Probe – Strahlung – Diffraktometeranordnung	251
6.5	Quantitative Phasenanalyse	258
6.5.1	Auswertung der Intensität ausgewählter Beugungslinien	259
6.5.2	RIETVELD-Verfahren zur quantitativen Phasenanalyse	267
7	Zellparameterbestimmung	275
7.1	Indizierung auf rechnerischem Weg	275
7.2	Präzisionszellparameterverfeinerung	282
7.2.1	Lineare Regression	282
7.2.2	Ermittlung der Konzentration von Mischkristallen	287
7.3	Anwendungsbeispiel NiO-Schichten	289
8	Mathematische Beschreibung von Röntgenbeugungsdiagrammen	291
8.1	Röntgenprofilanalyse	291
8.2	Approximationsmethoden	297
8.3	FOURIER-Analyse	299
8.4	LAGRANGE-Analyse	304
8.5	Fundamentalparameteranalyse	305
8.6	Rockingkurven und Versetzungsdichten	312
9	Kristallstrukturanalyse	315
9.1	Nachweis der Existenz eines Inversionszentrums	316
9.2	Kristallstrukturanalyse aus Einkristalldaten	317
9.3	Strukturverfeinerung	323
9.4	Kristallstrukturanalyse aus Polykristalldaten	323

10 Röntgenographische Spannungsanalyse	325
10.1 Spannungsempfindliche Materialeigenschaften und Messgrößen	325
10.1.1 Netzebenenabstände, Beugungswinkel, Halbwertsbreiten	326
10.1.2 Makroskopische Oberflächendehnung	326
10.1.3 Ultraschallgeschwindigkeit	327
10.1.4 Magnetische Kenngrößen	328
10.1.5 Übersicht der Messgrößen und Verfahren	329
10.2 Elastizitätstheoretische Grundlagen	330
10.2.1 Spannung und Dehnung	331
10.2.2 Elastische Materialeigenschaften	333
10.2.3 Bezugssysteme und Tensortransformation	339
10.3 Einteilung der Spannungen innerhalb vielkristalliner Werkstoffe	342
10.3.1 Der Eigenspannungsbegriff	342
10.3.2 Eigenspannungen I., II. und III. Art	345
10.3.3 Mittelwerte und Streuungen von Eigenspannungen	346
10.3.4 Ursachen und Kompensation der Eigenspannungsarten	349
10.3.5 Übertragungsfaktoren	350
10.4 Röntgenographische Ermittlung von Eigenspannungen	352
10.4.1 Dehnung in Messrichtung	352
10.4.2 Röntgenographische Mittelung über Kristallorientierungen	354
10.4.3 Mittelung über die Eindringtiefe	355
10.4.4 $d(\sin^2 \psi)$ -Verteilungen	356
10.4.5 Elastisch isotrope Werkstoffe	359
10.4.6 Die Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse	360
10.4.7 Auswerteverfahren für quasiisotrope Materialien	362
10.5 Röntgenographische Elastizitätskonstanten (REK)	369
10.5.1 Experimentelle Bestimmung der REK	370
10.5.2 Berechnung der REK aus den Einkristalldaten	373
10.5.3 Zur Verwendung der REK	374
10.5.4 Vergleich experimenteller Ergebnisse mit REK-Berechnungen	376
10.6 Experimentelles Vorgehen bei der Spannungsbestimmung	377
10.6.1 Messanordnungen	378
10.6.2 Justierung	380
10.6.3 Mess- und Auswerteparameter	382
10.6.4 Fehlerangaben	385
10.6.5 Beispiel einer Spannungsauswertung	387
10.7 Einfluss der kristallographischen Textur	388
10.8 Effekte plastisch induzierter Mikroeigenspannungen	391
10.9 Einfluss und Ermittlung oberflächennaher Spannungsprofile	392
10.10 Ermittlung von Tiefenverteilungen	397
10.11 Trennung experimentell bestimmter Spannungen	399
10.12 Spannungsmessung mit 2D-Detektoren	402
11 Röntgenographische Texturanalyse	407
11.1 Einführung in die Begriffswelt der Textur	407

11.2	Übersicht über die Bedeutung der Kristalltextur	407
11.3	Der Anfang der Texturanalyse: Polfiguren	411
11.4	Die röntgenographische Polfigurmessung	416
11.4.1	Grundlagen	416
11.4.2	Die apparative Realisierung von Texturgoniometern	420
11.4.3	Vollautomatische Texturmessanlagen	424
11.4.4	Probenrotation und Messstatistik	425
11.4.5	Vollständige Polfiguren	427
11.4.6	Detektoren für die Texturmessung	429
11.4.7	Das Polfigurfenster und die Intensitätskorrektur von Polfigurdaten . . .	431
11.4.8	Phasendiskriminierung	434
11.5	Tiefenaufgelöste Polfigurmessung	435
11.5.1	Inhomogene Texturen und Gradientenwerkstoffe	435
11.5.2	Messung von Polfiguren mit konstanter Informationstiefe	437
11.5.3	Messung der Textur in verdeckten Schichten unter der Oberfläche . . .	439
11.6	Ortsaufgelöste Texturanalyse	439
11.7	Die quantitative Texturanalyse	442
11.7.1	Die Orientierungs-Dichte-Funktion (ODF)	442
11.7.2	Symmetrien in der Texturanalyse	444
11.7.3	Parameterdarstellungen der Kristallorientierung	446
11.7.4	Der Orientierungsraum – EULER -Raum	450
11.7.5	Polfigurinversion und Berechnung der Orientierungs-Dichte-Funktion . .	453
11.8	Die Orientierungsstereologie	463
11.9	Die Kristalltextur und anisotrope Materialeigenschaften	468
12	Bestimmung der Kristallorientierung	471
12.1	Orientierungsverteilung bei Einkristallen	471
12.2	Orientierungsbestimmung mit Polfiguraufnahme	476
12.3	Bestimmung der Fehlorientierung	477
13	Untersuchungen an dünnen Schichten	481
13.1	Untersuchungen an Wolframsilizidschichten	483
13.2	Reflektometrie – XRR	487
13.3	Texturbestimmung an dünnen Schichten	496
13.4	Gradientenanalyse an dünnen Schichten	499
13.5	Hochauflösende Röntgendiffraktometrie (HRXRD)	501
13.5.1	Epitaktische Schichten	502
13.5.2	Hochauflösungs-Diffraktometer – Anforderungen und Aufbau	505
13.5.3	Diffraktometrie an epitaktischen Schichten	507
13.5.4	Reziproke Spacemaps – RSM	509
13.5.5	Supergitter (Superlattice)	513
13.6	Zusammenfassung: Messung an dünnen Schichten	515
14	Spezielle Verfahren	517
14.1	Energiedispersive Röntgenbeugung	517

14.1.1	Grundlegende Beziehungen	517
14.1.2	Einflussfaktoren auf das energiedispersive Sekundärspektrum	519
14.1.3	Einsatz von Synchrotronquellen	523
14.1.4	Anwendungen der energiedispersiven Beugung in der Materialforschung	525
14.1.5	Energiedispersive Eigenspannungsanalyse	529
14.1.6	Energiedispersive Linienprofilanalyse	530
14.2	KIKUCHI - und Channeling-Diagramme	536
14.2.1	Die Elektronenbeugung im Rasterelektronenmikroskop	539
14.2.2	Messstrategien und Charakterisierung des Werkstoffes	543
14.2.3	Anwendungen von EBSD im REM in der Werkstoffwissenschaft	547
14.3	KOSSEL - Interferenzen	548
14.3.1	Einsatzbereiche der KOSSEL - Technik	551
14.3.2	Geräteausführungen	552
14.4	Kleinwinkelstreuung	553
15	Komplexe Anwendung	557
15.1	Polytyp-Bestimmung	557
15.2	NIST SRM 1976b Korrund	560
15.3	Qualitative Phasenanalyse des Zinn und der Zinnpest	563
15.4	Ferrit, Restaustenit, Bainit und Zementit	565
15.4.1	Restaustenitbestimmung	565
15.4.2	Bainit und Zementit	568
15.5	GID, Textur und Kristallitgröße an NiO/Pt-Schichten auf Aluminiumoxid	573
15.6	Fehlerhafte Messing-Proben	575
15.7	Aufklärung historischer Herstellungsverfahren	578
16	Zusammenfassung	583
17	Lösung der Aufgaben	585
	Literaturverzeichnis	607
	Formelzeichenverzeichnis	625
	Skalare	625
	Vektoren	626
	Stichwortverzeichnis	627