

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 Bremspektrum	7
2.2.2	Das charakteristische Spektrum	10
2.2.3	Optimierung der Wahl der Betriebsparameter	16
2.3	Wechselwirkung mit Materie	18
2.4	Filterung von Röntgenstrahlung	24
2.5	Detektion von Röntgenstrahlung	26
2.6	Energie des Röntgenspektrums und Strahlenschutzaspekte	30
2.6.1	Quantifizierung der Strahlung	30
2.6.2	Gefährdungspotential von Röntgenquellen	31
2.6.3	Regeln beim Umgang mit Röntgenstrahlern	37
3	Beugung von Röntgenstrahlung	39
3.1	Grundlagen der Kristallographie und reziprokes Gitter	39
3.1.1	Das Kristallgitter und seine Darstellung	39
3.1.2	Bezeichnung von Punkten, Geraden und Ebenen im Kristallgitter	41
3.1.3	Netzebenenabstand d_{hkl}	46
3.1.4	Symmetrioperationen	46
3.1.5	Kombination von Symmetrieelementen	49
3.1.6	Kristallsysteme	52
3.1.7	Trigonales Kristallsystem	52
3.1.8	Reziprokes Gitter	52
3.1.9	Packungsdichte in der Elementarzelle	57
3.2	Kinematische Beugungstheorie	58
3.2.1	Die Elastische Streuung von Röntgenstrahlen am Elektron THOM- SON-Streuung	59
3.2.2	Streuung der Röntgenstrahlen an Materie	60
3.2.3	Streubeitrag der Elektronenhülle eines Atoms Atomformfaktor f_a . .	62
3.2.4	Thermische Schwingungen	64
3.2.5	Streubeitrag einer Elementarzelle	65
3.2.6	Beugung der Röntgenstrahlen am Kristall	66
3.2.7	Schärfe der Beugungsbedingungen	68
3.2.8	Eindringtiefe der Röntgenstrahlung	71
3.2.9	Integrale Intensität der gebeugten Strahlung	72

3.2.10	Strukturfaktor – Kristallsymmetrie – Auslöschungsregeln	74
3.3	Geometrische Veranschaulichung der Beugungsbedingungen	81
3.3.1	LAUE-Gleichung	81
3.3.2	BRAGGSche-Gleichung	81
3.3.3	EWALD-Konstruktion	84
4	Hardware für die Röntgenbeugung	87
4.1	Strahlerzeuger	88
4.1.1	Röntgenröhren und Generatoren	88
4.1.2	Mikrofokusröhren	92
4.1.3	Synchrotron- und Neutronenstrahlquellen	93
4.2	Monochromatisierung der Strahlung und ausgewählte Monochromatoren	96
4.2.1	Monochromatisierung auf rechnerischem Weg – RACHINGER-Trennung	97
4.2.2	Einkristall-Monochromatoren	101
4.2.3	Multilayer-Sandwichschichtsysteme	105
4.3	Strahlformer	110
4.3.1	Blenden und Sollerkollimatoren	110
4.3.2	Strahlformer unter Einsatz von Kristallen	114
4.4	Glasfaseroptiken	115
4.5	Detektoren	118
4.5.1	Punkt-detektoren	120
4.5.2	Lineare Detektoren	125
4.5.3	Flächendetektoren	129
4.5.4	Energiedispersive Detektoren	133
4.5.5	Zählstatistik	136
4.6	Goniometer	140
4.7	Probenhalter	143
4.8	Besonderes Zubehör	145
5	Methoden der Röntgenbeugung	147
5.1	Fokussierende Geometrie	149
5.1.1	BRAGG-BRENTANO-Anordnung	149
5.1.2	Justage des BRAGG-BRENTANO-Goniometer	160
5.1.3	Weitere fokussierende Anordnungen	163
5.2	Systematische Fehler der BRAGG-BRENTANO-Anordnung	164
5.2.1	Abhängigkeit von der Ebenheit der Probe und der Horizontaldivergenz	165
5.2.2	Endliche Eindringtiefe in das Probeninnere – Absorptionseinfluss	165
5.2.3	Endliche Höhe des Fokus und der Zählerblende – axiale Divergenz	166
5.2.4	Exzentrischer Präparatsitz	167
5.2.5	Falsche Nullpunktjustierung	167
5.2.6	Zusammenfassung der Fehlereinflüsse und Vorschläge für Messstrategien	168
5.3	Kristallitverteilung und Zahl der beugenden Kristalle	169
5.4	Parallelstrahlgeometrie	170
5.4.1	DEBYE-SCHERRER Verfahren	170
5.4.2	Diffraktometeranordnungen mit Multilayerspiegel	178

5.5	Streifender Einfall – GID	186
5.6	Höhenabhängigkeit der Probenlage auf Diffraktogramme	189
5.7	Kapillaranordnung	192
5.8	Diffraktometer mit Flächendetektor	193
5.9	Energiedispersive Röntgenbeugung	200
5.10	Einkristallverfahren	203
5.10.1	LAUE-Verfahren	204
5.10.2	Drehkristall-, Schwenk- und Weissenbergverfahren	206
5.10.3	4-Kreis-Einkristalldiffraktometer	208
6	Phasenanalyse	211
6.1	Qualitative Phasenanalyse	211
6.2	PDF-Datei der ICDD	214
6.3	Identifizierung mit der PDF-Datei	217
6.3.1	Diffraktogramm-Behandlung	218
6.3.2	Vorgehensweise bei der Phasenbestimmung	224
6.3.3	Polytyp-Bestimmung	226
6.4	Einflüsse Probe – Strahlung – Diffraktometeranordnung	229
6.5	Quantitative Phasenanalyse	234
6.5.1	Auswertung der Intensität ausgewählter Beugungslinien	235
6.5.2	RIETVELD-Verfahren zur quantitativen Phasenanalyse	242
7	Gitterkonstantenbestimmung	247
7.1	Indizierung auf rechnerischem Weg	247
7.2	Präzisionsgitterkonstantenverfeinerung	254
7.2.1	Lineare Regression	254
7.2.2	Ermittlung der Konzentration von Mischkristallen	259
7.3	Anwendungsbeispiel NiO-Schichten	261
8	Mathematische Beschreibung von Röntgenbeugungsdiagrammen	263
8.1	Röntgenprofilanalyse	263
8.2	Approximationsmethoden	268
8.3	Fourieranalyse	270
8.4	LAGRANGE-Analyse	273
8.5	Fundamentalparameteranalyse	275
8.6	Rockingkurven und Versetzungsdichten	282
9	Kristallstrukturanalyse	285
9.1	Ermittlung des Vorhandenseins eines Inversionszentrums	286
9.2	Kristallstrukturanalyse aus Einkristalldaten	287
9.3	Strukturverfeinerung	292
9.4	Kristallstrukturanalyse aus Polykristalldaten	293

10 Röntgenographische Spannungsanalyse	295
10.1 Spannungsempfindliche Materialeigenschaften und Messgrößen	295
10.1.1 Netzebenenabstände, Beugungswinkel, Halbwertsbreiten	296
10.1.2 Makroskopische Oberflächendehnung	296
10.1.3 Ultraschallgeschwindigkeit	297
10.1.4 Magnetische Kenngrößen	298
10.1.5 Übersicht der Messgrößen und Verfahren	300
10.2 Elastizitätstheoretische Grundlagen	301
10.2.1 Spannung und Dehnung	301
10.2.2 Elastische Materialeigenschaften	305
10.2.3 Bezugssysteme und Tensortransformation	311
10.3 Einteilung der Spannungen innerhalb vielkristalliner Werkstoffe	314
10.3.1 Eigenspannungsbegriff	314
10.3.2 Eigenspannungen I., II. und III. Art	317
10.3.3 Mittelwerte und Streuungen von Eigenspannungen	318
10.3.4 Ursachen und Kompensation der Eigenspannungsarten	319
10.3.5 Übertragungsfaktoren	321
10.4 Röntgenographische Ermittlung von Eigenspannungen	324
10.4.1 Dehnung in Messrichtung	324
10.4.2 Röntgenographische Mittelung über Kristallorientierungen	326
10.4.3 Mittelung über die Eindringtiefe	327
10.4.4 $d(\sin^2 \psi)$ -Verteilungen	328
10.4.5 Elastisch isotrope Werkstoffe	330
10.4.6 Die Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse	332
10.4.7 Auswertverfahren für quasiisotrope Materialien	334
10.4.8 Allgemeiner dreiachsiger Spannungszustand	335
10.4.9 Dreiachsiger Zustand mit $\sigma_{33} = 0$	338
10.4.10 Dreiachsiger Hauptspannungszustand	339
10.4.11 Vollständiger zweiachsiger Spannungszustand	340
10.5 Röntgenographische Elastizitätskonstanten	342
10.5.1 Experimentelle Bestimmung der REK	343
10.5.2 Berechnung aus den Einkristalldaten	345
10.5.3 Zur Verwendung der REK	347
10.5.4 Vergleich experimenteller Ergebnisse mit REK-Berechnungen	349
10.6 Experimentelles Vorgehen bei der Spannungsbestimmung	350
10.6.1 Messanordnungen	350
10.6.2 Justierung	353
10.6.3 Mess- und Auswerteparameter	354
10.6.4 Fehlerangaben	361
10.6.5 Beispiel einer Spannungsauswertung	363
10.7 Einflüsse auf die Dehnungsverteilungen	364
10.7.1 Einfluss der kristallographischen Textur	364
10.7.2 Einfluss von Spannungs- und d_0 -Gradienten	367
10.7.3 Effekte plastisch induzierter Mikro eigenspannungen	368
10.8 Ermittlung von Tiefenverteilungen	370

10.9 Trennung experimentell bestimmter Spannungen	371
10.10 Spannungsmessung mit 2D-Detektoren	375
11 Röntgenographische Texturanalyse	377
11.1 Einführung in die Begriffswelt der Textur	377
11.2 Übersicht über die Bedeutung der Kristalltextur	377
11.3 Polfiguren standen am Anfang der Texturanalyse	381
11.4 Die röntgenographische Polfigurmessung	386
11.4.1 Grundlagen	386
11.4.2 Die apparative Realisierung von Texturgoniometern	390
11.4.3 Vollautomatische Texturmessanlagen	394
11.4.4 Probenrotation und Messstatistik	395
11.4.5 Vollständige Polfiguren	397
11.4.6 Detektoren für die Texturmessung	399
11.4.7 Das Polfigurfenster und die Winkelauflösung in der Polfigurmessung	402
11.5 Ortsaufgelöste Texturanalyse	403
11.5.1 Das Funktionsprinzip der Röntgen-Rasterapparatur und die energiedis-	
persive Röntgenbeugung	403
11.6 Die quantitative Texturanalyse	406
11.6.1 Die Orientierungs-Dichte-Funktion ODF	406
11.6.2 Symmetrien in der Texturanalyse	408
11.6.3 Parameterdarstellungen der Kristallorientierung	410
11.6.4 Der Orientierungsraum - Eulerraum	414
11.6.5 Polfigurinversion und Berechnung der Orientierungs-Dichte-Funktion	417
11.7 Die Orientierungsstereologie	427
11.8 Die Kristalltextur und anisotrope Materialeigenschaften	432
12 Bestimmung der Kristallorientierung	435
12.0.1 Orientierungsverteilung bei Einkristallen	435
12.0.2 Orientierungsbestimmung mit Polfiguraufnahme	439
12.0.3 Bestimmung der Fehlorientierung	440
13 Besonderheiten bei dünnen Schichten	445
13.1 Wolframsilizidschichten und Anwendung der Röntgenmethoden	447
13.2 Reflektometrie - XRR	451
13.3 Texturbestimmung an dünnen Schichten	459
13.4 Hochauflösende Röntgendiffraktometrie - HRXRD	462
13.4.1 Epitaktische Schichten	462
13.4.2 Hochauflösungs-Diffraktometer - Anforderungen und Aufbau	466
13.4.3 Diffraktometrie an epitaktischen Schichten	467
13.4.4 Reziproke Spacemaps - RSM	470
13.4.5 Supergitter (Superlattice)	474
13.5 Profilanalyse an dünnen Schichten	476
13.6 Zusammenfassung Messung dünne Schichten	477

14 Kleinwinkelstreuung	479
15 Zusammenfassung	481
16 Lösung der Aufgaben	483
Literaturverzeichnis	503
Formelzeichenverzeichnis	515
Skalare	515
Vektoren	516
Stichwortverzeichnis	517

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 A 4, 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.