

Röntgendiffraktometer (Bruker AXS D5005)

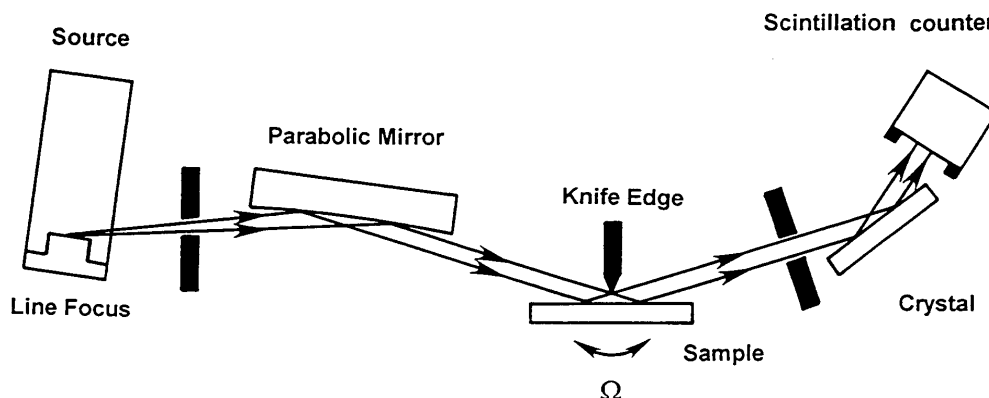
Meßbare Größen: Kristallstruktur, Gitterkonstanten, Kristallitgröße, Phasenanalyse, Schichtdicke, Oberflächenrauigkeit,
Meßprinzip: Beugung von Röntgenstrahlung

Auf Primärseite wird die Röntgenstrahlung von einem parabolisch gekrümmten Spiegel (Göbelspiegel) parallelisiert und auf den $K\text{-}\alpha_{1/2}$ -Anteil monochromatisiert. Defokussierungseffekte wegen Absorption, Unebenheit der Proben und nicht exakter Positionierung werden vermieden. Die Bremsstrahlung wird bei gleichzeitiger Erhöhung der Intensität unterdrückt.

Auf der Sekundärseite befindet sich ein leicht austauschbarer Dünnfilmzusatz mit Sekundärsollerspalt und LiF-Monochromator zum Untersuchen dünner Filme, Multilayerproben und Probenoberflächen. Ein kleiner Einfallswinkel ($0,5^\circ - 2^\circ$), fest eingestellt, bewirkt eine stark reduzierte Eindringtiefe und eine größere bestrahlte Fläche.

Der Probenhalter bietet standardmäßig während der Messung schrittmotorgesteuerte Probenrotation, konzipiert für grobkristalline, inhomogene oder texturbefahete Werkstoffe.

Durch Einbau des Knife Edge Collimators (KEC) gelingt der Aufbau eines Röntgen-Reflektometers, wobei die Reflektivität in Abhängigkeit vom Glanzwinkel gemessen wird. Durch Vergleich von berechneter und gemessener Kurve (Simulation) lassen sich Schichtdicke, Dichte, Oberflächen- und Interfacerauigkeit dünner Schichten sowie die Schichtfolge von Multilayern bestimmen.



Konfiguration eines Röntgen-Reflektometers mit Parallelstrahloptik

Röntgenographische Untersuchungsverfahren

Die Charakterisierung polykristalliner Werkstoffe durch Röntgenbeugung gehört zum Standardprogramm wissenschaftlicher Untersuchungen. Der Wert der Röntgendiffraktometrie liegt in der Möglichkeit, an Materialien mit bekannter Zusammensetzung sehr rasch und sehr genau Änderungen der Strukturparameter feststellen zu können.

Dies gilt insbesondere für dünne Schichten, und zwar in gleicher Weise für elektrochemische Beschichtungen (ECD), für Abscheidungen aus der Gasphase (CVD) wie auch für physikalische Beschichtungen (PVD) oder für Oberflächenmodifikationen durch Ionenbeschuß.

Zwischen den strukturellen Gefügeeigenschaften, wie Korngröße, Vorzugsorientierung und inneren Spannungen, und dem funktionellen Verhalten, wie Härte und Duktilität, besteht ein direkter Zusammenhang. Gerade dieser Zusammenhang macht Röntgenuntersuchungen bei der Werkstoffentwicklung unumgänglich.

Gitterkonstanten

Eine genaue Bestimmung der Gitterkonstanten ist nicht nur für die Identifizierung von Phasen von Wichtigkeit, sondern auch für die Lösung zahlreicher Fragestellungen wie:

- Aufstellung von Gleichgewichtsdiagrammen
- Untersuchungen von Legierungen und Mischkristallen
- Dichtemessungen
- Bestimmung der Bindungsabstände und Bindungsenergien
- Präzisionsbestimmungen thermischer Ausdehnungskoeffizienten
- Spannungsmessungen

Während Mischkristallbildungen und Abweichungen von der Stöchiometrie zu Gitterkonstantenänderungen von einigen Prozent führen können, verursachen die physikalischen Erscheinungen solche von größenordnungsmäßig $< 0,1 \%$, also etwa 10^{-3} \AA . Da jede Gitterkonstantenbestimmung von der Ermittlung genauer d-Werte ausgeht, sind die Netzebenenabstände d mit einer mindestens gleichen oder höheren Genauigkeit zu bestimmen.

Phasenanalyse

Das Beugungsdiagramm charakterisiert eindeutig eine polykristalline Substanz und ist daher besonders zur Identifizierung einer Phase geeignet. Ein gemessenes d/I-Diagramm stellt eine lineare Überlagerung aller Spektren der vorhandenen Phasen dar, wobei die Intensitäten der einzelnen Interferenzen durch die Volumenanteile bestimmt werden. Die Lösung der Phasenanalyse erfolgt in Teilschritten:

1. Qualitative Analyse durch Identifizierung der Teilspektren.
2. Quantitative Analyse durch Ermittlung der Volumenanteile identifizierter Phasen.
3. Für die qualitative Phasenanalyse sind primär die d-Werte der Interferenzen der zu analysierenden Probe von Bedeutung. Die Intensitäten, angegeben als Relativwerte, stellen Zusatzinformationen dar. Für die Auswertung stehen kommerzielle Datenbanken, beispielsweise die JCPDS/PDF Datenbank, zur Verfügung. Für eine Optimierung sind Informationen über die chemische Zusammensetzung und Vorbehandlung nötig.

Für quantitative Phasenanalysen spielen die Reflexintensitäten die Hauptrolle. Hierbei wird vorausgesetzt, daß die Proben homogen und texturfrei sind. Da meist keine absoluten Intensitäten ermittelt werden, werden nur die Verhältnisse von Volumenanteilen bestimmt. Eine quantitative Phasenanalyse wird erst durch die Zugabe von Standardsubstanzen ermöglicht.

Ein Spezialfall ist die Dickenmessung dünner Schichten, die aus der Schwächung einer Interferenz des Substrats gemessen werden kann.

Röntgenanalytische Auswerteverfahren

- Grafikorientierte Datenauswertung wie K- α_2 -Korrektur, Datenglättung, Untergrundbehandlung und Erstellen von d/I-Diagrammen.
- Entfaltung überlagerter Beugungslinien, Indizierung und Gitterparameterverfeinerung.
- Phasenanalyse mit Standards aus der JCPDS/PDF-Datenbank und mit selbst erzeugten Daten aus der Benutzerdatenbank.
- Bestimmung der Linienparameter durch mathematische Verteilungsfunktionen wie Gauß-, Lorentz-, Voigt- und Pearson-Profilen. Die exakten Resultate wie Linienlagen, Intensitäten, Halbwertsbreiten und Asymmetrien werden zur Bestimmung von Kristallitgrößen nach Scherrer und Kristallitgrößenverteilungen und Mikrospannungen nach Warren-Averbach weiterverwendet, weiterhin dienen sie in der Linienbreitenanalyse zur Abschätzung der Kristallitgröße, Mikrodeformation und Versetzungsdichte nach Voigt.