

## 7 Texturmessungen [20, 61]

Als Textur wird eine Bevorzugung bestimmter Orientierungen von Kristalliten gegenüber der statistischen Gleichverteilung bezeichnet. In Metallen kann diese Ausrichtung beispielsweise durch das Walzen von Blechen oder das Ziehen von Drähten hervorgerufen werden [62].

Zur Messung der Textur wird meist die Röntgendiffraktometrie eingesetzt, auch mit Synchrotronstrahlung, seltener die Neutronenstreuung [63, 64].

Röntgenstrahlung wird von den Atomen eines Kristallgitters gebeugt, wobei durch Interferenz bei verschiedenen Einfallswinkeln und beugenden Netzebenenscharen Auslöschungen und Verstärkungen der reflektierten Strahlung beobachtet werden.

Die Braggsche Gleichung beschreibt diesen Zusammenhang für den Fall der konstruktiven Interferenz, wobei  $\theta$  der zur Netzebenenfläche gemessene Einfalls- und Beugungswinkel ist,  $d$  der Abstand der Netzebenen und  $\lambda$  die Wellenlänge des Röntgenlichtes:

$$2d \sin \theta = \lambda \quad . \quad (7.1)$$

Wenn ein Beugungsmaximum vorliegt, die Braggsche Gleichung also genau erfüllt ist, wird  $\theta$  „Glanzwinkel“ genannt.

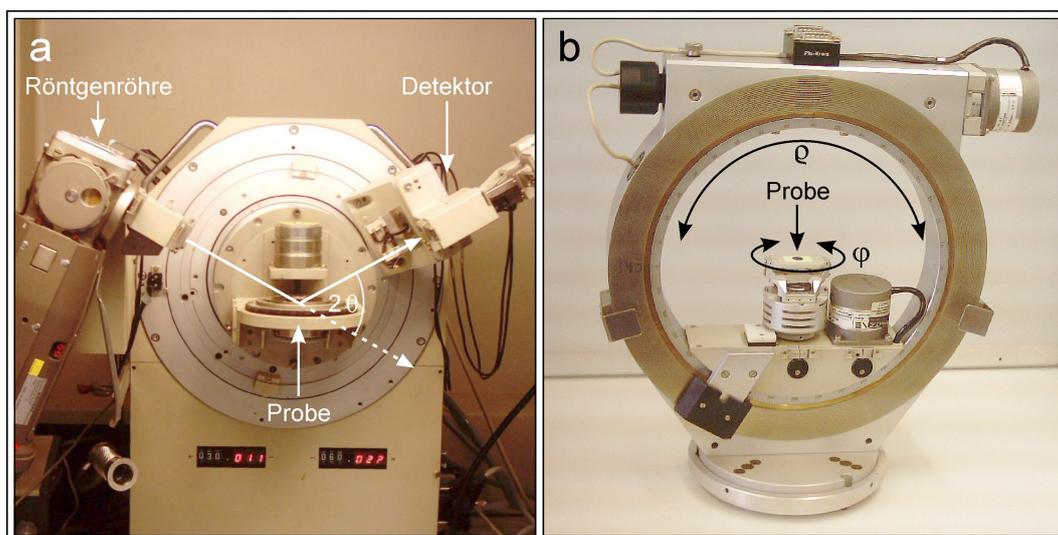
Zur Untersuchung der Kristallstruktur werden verschiedene Verfahren angewendet, bei denen die Beugungswinkel der Röntgenreflexe und ihre Intensitäten ausgewertet werden. Nach der Methode von Debye-Scherrer werden Kristallpulver monochromatisch bestrahlt, nach Guinier mit einem zusätzlichen fokussierenden Einkristallmonochromator, während bei der Drehkristallmethode Einkristalle unter verschiedenen Winkeln bestrahlt werden. Bei der Laue-Methode wird dagegen ein feststehender Einkristall mit einem kontinuierlichen Röntgenspektrum durchstrahlt, wobei die Röntgenstrahlung mit der jeweils passenden Wellenlänge an einer der vielen Netzebenen gebeugt wird. Bei diesen Verfahren wird ein photographischer Film zur Registrierung der Röntgenreflexe verwendet. In modernen Diffraktometern, bei denen analoge Verfahren eingesetzt werden, werden meist Zählrohre oder Szintillationsdetektoren verwendet [20, 61].

Bei Texturmessungen wird dagegen ein möglichst intensiver Röntgenreflex einer Netzebenenschar, deren Orientierung von Interesse ist, ausgewählt und die diffraktometrische Messung mit konstantem zugehörigen Glanzwinkel  $\theta$  durchgeführt.

Für die Texturmessungen in dieser Arbeit wurde das in Abb.7.1 a gezeigte Diffraktometer<sup>1</sup> eingesetzt. Die Röntgenröhre des Gerätes liefert überwiegend Cu-K $_{\alpha}$ -

---

<sup>1</sup>Siemens D5000-500; Siemens AG, München



**Abb. 7.1:** a) Das Röntgendiffraktometer D5000-500 mit der geometrischen Anordnung von einfallendem Röntgenstrahl, Probe und gebeugtem Strahl; b) Vierkreisgoniometer zur Bewegung der Probe bei Texturuntersuchungen, während der Messung am Diffraktometer montiert.

Strahlung der Wellenlänge  $1,541 \text{ \AA}$ , die in einem Graphit-Einkristallmonochromator weitgehend von Strahlung anderer Wellenlängen befreit wird.

Die feste Anordnung von Röntgenquelle und Detektor mit dem für die Messung konstant gehaltenen Winkel  $2\theta$  zwischen einfallendem und an der Probe gebeugtem Strahl ist in Abb.7.1 a gut zu erkennen.

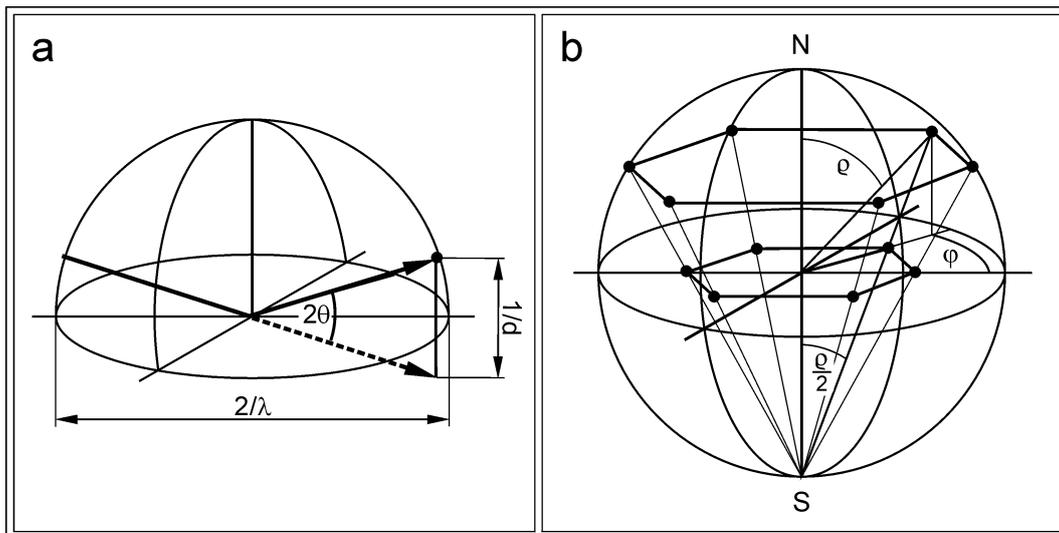
Um die Orientierung der betreffenden Netzebene zu bestimmen, wird die Probe in einem Vierkreisgoniometer (Abb.7.1 b) um ihre Normale gedreht (Winkel  $\phi$ ) und senkrecht dazu gekippt (Winkel  $\rho$ ). Dadurch können alle beliebig ausgerichteten Netzebenen, die bei dem eingestellten Glanzwinkel  $\theta$  einen Reflex verursachen, in die Beugungsposition gebracht werden.

Im Experiment ist das Vierkreisgoniometer am Diffraktometer montiert, und der Röntgenstrahl durchtritt den Goniometerring in der Mitte, wo er an der Probe gebeugt wird. Während der Messung werden der Drehwinkel  $\phi$  und der Kippwinkel  $\rho$  schrittweise so variiert, daß entlang einer Kugeloberfläche für alle Winkelkombinationen die Intensität der gebeugten Röntgenstrahlung gemessen wird.

Durch einfaches Umstellen erhält man die Braggsche Gleichung (Gl.7.1 in der folgenden Form:

$$\sin \theta = \frac{1}{d} \frac{\lambda}{2} . \quad (7.2)$$

Daraus läßt sich leicht eine geometrische Darstellung ableiten, die als Ewaldkonstruktion bekannt ist. Sie ist in Abb.7.2 a in einer um die dritte Dimension erweiterten Form dargestellt, wodurch sich die Verhältnisse bei einer Texturmessung besser veranschaulichen lassen. [61]



**Abb. 7.2:** a) Ewaldsche Konstruktion, abgeleitet vom reziproken Gitter, nach [61];  
 b) Stereographische Projektion, für sechs Reflexe erweitert nach [61].

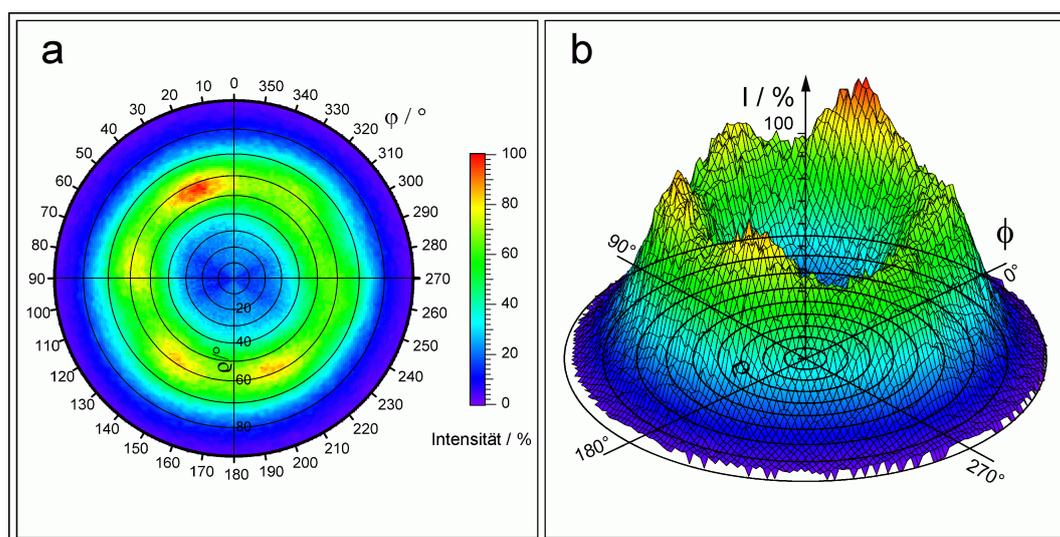
Der einfallende Röntgenstrahl läuft durch einen Kreis mit dem Durchmesser  $2/\lambda$ , wo er in der Kreismitte auf die Probe trifft, von der aus ein gebeugter Strahl unter dem Winkel  $2\theta$  austritt.

Aus den Verbindungslinien des Eintritts- und Austrittspunktes des Primärstrahls zum Austrittspunkt des gebeugten Strahls und zurück zum Eintrittspunkt des Primärstrahls wird ein rechtwinkliges Dreieck aufgespannt. Der Winkel zwischen Ankathete und Hypotenuse ist gleich  $\theta$ , und die Gegenkathete entspricht dem Kehrwert des Netzebenenabstandes  $1/d$ , während die Hypotenuse durch den Kreisdurchmesser von  $2/\lambda$  vorgegeben ist. Der Zusammenhang mit der Braggschen Gleichung in der Form von Gl.7.2 ist jetzt unmittelbar zu erkennen.

Für alle Austrittspunkte auf dem Kreisbogen wird die Braggsche Gleichung erfüllt. Wenn eine Netzebenenschar mit dem Abstand  $d$  vorhanden ist, sollte unter einem Streuwinkel von  $2\theta$  ein Reflex zu beobachten sein. Dem können noch besondere Auslöschungsregeln, die sich aus der Kristallsymmetrie ergeben, entgegenstehen, auf die unter dem Gesichtspunkt der Texturmessungen aber nicht näher eingegangen wird.

Bei einer Texturmessung wird ein charakteristischer Reflex der Netzebenenschar, deren Orientierung bestimmt werden soll, ausgewählt und der entsprechende Glanzwinkel  $\theta$  fest eingestellt. Die Probe liegt zunächst in der Grundfläche der in Abb.7.2 a gezeigten Halbkugel. Durch Drehen und Kippen, während  $\theta$  konstant gehalten wird, werden die Intensitäten des gebeugten Röntgenlichts an den einzelnen Punkten der Halbkugeloberfläche gemessen. Aus Gründen der Symmetrie und der Art der Proben, z.B Schichten auf einem Substrat, wird meist nur eine Halbkugel vermessen.

In Abb.7.2 b sind sechs Punkte an der Halbkugeloberfläche eingetragen, an denen bei einem Kristall mit hexagonaler Symmetrie Reflexe von senkrecht zur c-Achse



**Abb. 7.3:** Texturmessung einer (103)-Netzebene einer  $WS_2$ -Schicht in Stereographischer Projektion. (Auswertung mit dem selbstentwickelten Programm „Polplot“, siehe S.291.): Das ringförmige Intensitätsmaximum wird bei einem Kippwinkel  $\rho \approx 57^\circ$  beobachtet. Dies ist der Winkel zwischen den (002)- und (103)-Ebenen. Daher liegen die Kristallite bzw. die (002)-Ebenen parallel zur Probenoberfläche. Die sechs Maxima folgen aus der hexagonalen Symmetrie der  $WS_2$ -Kristallite.  
a) zweidimensionale Darstellung; b) dreidimensionale Darstellung

orientierten Netzebenen zu erwarten sind, wenn die Probe so orientiert ist, daß die Netzebene in der Grundfläche der Halbkugel liegt, die c-Achse der Elementarzelle also die Normale bildet. Diese Netzebenen besitzen Millerindizes in der Form  $(0,0,n)$ , wobei  $n$  eine ganze Zahl ist. Bei einer Netzebenenschar mit dem Index  $(0,0,n)$  ist der Kippwinkel  $\rho$  der beobachteten Reflexe identisch und gleich  $2\theta$  bei parallel zur Grundfläche ausgerichteter Netzebene. Wegen der hexagonalen Symmetrie werden nach jeweiliger Drehung um  $60^\circ$  ( $\phi$ ) sechs Reflexe beobachtet.

Wenn im Experiment sechs Reflexe in der beschriebenen Form beobachtet werden, und die Probengrundfläche auf der Halbkugelgrundfläche liegt, kann bei  $\rho = 2\theta$  (wie in Abb.7.2) geschlossen werden, daß die zugehörigen  $(0,0,n)$ -Netzebenen parallel zur Probengrundfläche orientiert sind.

Weicht der Kippwinkel  $\rho$ , bei dem die Reflexe beobachtet werden, von  $2\theta$  ab, dann ist die  $(0,0,1)$ -Netzebene um einen Winkel  $\alpha = \rho - 2\theta$  gegenüber der Probengrundfläche gekippt.

Die Meßergebnisse werden in Form der Stereographischen Projektion [61], siehe Abb.7.2b, dargestellt. Der Kippwinkel  $\rho$ , bei dem ein Reflex beobachtet wurde, kann nach Gl.7.3 aus dem Abstand  $r$  des in die kreisförmige Mittelfläche projizierten Reflexes zum Kreismittelpunkt bestimmt werden:

$$\rho = 2 \arctan r \quad . \quad (7.3)$$

Wie in Abb.7.3 gezeigt ist, können die Messungen, ausgehend von der Stereogra-

---

phischen Projektion, zweidimensional mit farbcodierten Reflexintensitäten und dreidimensional mit senkrecht aufgetragenen Intensitäten dargestellt werden.

Zur Auswertung wurde in dieser Arbeit das Programm Polplot entwickelt, das die einfache Transformation der Meßdaten in Bildmatrizen und deren graphische Darstellung in stereographischer Projektion ermöglicht.

