

## 2. Beugungsgeometrie

Moderne Allzweckdiffraktometer bieten zur Durchführung verschiedener Beugungsversuche einen veränderlichen Versuchsaufbau [185]. Ein Allzweckdiffraktometer ist üblicherweise mit einem Vier-Kreis-Goniometer ausgestattet. Vier-Kreis-Goniometer ermöglichen auf vier Drehkreisen eine euzentrische Drehung des Probenkörpers und des Detektors [16]. Fünf-Kreis-Goniometer bewegen zusätzlich die Strahlquelle entlang eines weiteren Drehkreises. Der Strahlweg wird durch optische Bauelemente im Versuchsaufbau kontrolliert. Zur Texturmessung mit ebenen Flächendetektoren wird in der Regel die Erzeugung eines möglichst parallelen Primärstrahls mittels optischer Bauelemente bevorzugt [185], der abgebeugte Sekundärstrahl fällt ohne Einsatz optischer Bauelemente direkt auf die Detektionselemente des Flächendetektors. Die Weise des Strahlengangs von Strahlquelle durch Probenkörper zum Detektionselement bezeichnet man gemeinhin als Beugungsgeometrie.

Die Beschreibung der Beugungsgeometrie, bzw. der Beugungserscheinung auf dem Detektor, erfolgt im Wesentlichen mit Hilfe von fünf Koordinatensystemen: Das Laborkoordinatensystem, das Probenkoordinatensystem, das kristallographische Koordinatensystem, das Beugungsraumkoordinatensystem und das Detektorkoordinatensystem. Das Laborkoordinatensystem stellt das Bezugssystem. Eine Koordinatenumformung zwischen Proben-, Kristall-, Beugungsraum- und Detektorkoordinatensystem erfolgt über das Laborkoordinatensystem. Das Probenkoordinatensystem ist probenfest und beschreibt die Lage des Probenkörpers. Das kristallographische Koordinatensystem ist kristallfest und beschreibt die Lage beugender kristallographischer Netzebenenscharen im Probenkörper. Das Beugungsraumkoordinatensystem ist strahlquellenfest und beschreibt Beugungserscheinungen über Beugungswinkel. Das Detektorkoordinatensystem ist detektorfest und beschreibt die Lage von Detektionselementen eines Detektors.

### 2.1. Die Vier-Kreis-Eulerwiege

Ein Vier-Kreis-Goniometer, welches den Probenkörper auf drei euzentrischen Drehkreisen um Eulersche Winkel dreht, wird Vier-Kreis-Eulerwiege genannt. Die Strahlquelle ist fix und das Beugungsraumkoordinatensystem überdeckt sich mit

dem Laborkoordinatensystem. Der Detektor wird auf einem euzentrischen Drehkreis um Winkel  $2\vartheta$  gefahren. Der Winkel  $2\vartheta$  ist der Supplementwinkel zum Winkel zwischen Strahlquellen- und Detektorzentrumrichtung. Es hat sich als praktisch erwiesen, Drehungen des Probenkörpers mit einem Winkel-Tripel  $(\omega, \chi, \varphi)$  aus der Gruppe der Tait-Bryan-Drehungen zu realisieren. Der Probenkörper wird zurest um einen Winkel  $\omega$  in Strahlquellen-Detektorebene gedreht, dann aus der Strahlquellen-Detektorebene um Winkel  $\chi$  verkippt und zuletzt in der verkippten Ebene um Winkel  $\varphi$  auf einem Vollkreis verdreht. Das Quadrupel  $(2\vartheta, \omega, \chi, \varphi)$  gibt vollständig die gegenwärtige Beugungsgeometrie in einem kalibrierten Versuchsaufbau an. Man nennt das Quadrupel  $(2\vartheta, \omega, \chi, \varphi)$  Goniometerwinkel. Die explizite Konvention am Diffraktometer kann recht unterschiedlich ausfallen, Winkelberechnungen sind daher sorgfältig auf die verwendeten Konventionen hin zu überprüfen [16]. Busing & Levy [48] haben dazu die notwendigen Koordinatenumformung in einen erstmals einheitlichen Rahmen gebracht.

In dieser Arbeit wird durchweg folgende Konvention der Goniometerwinkel für die Vier-Kreis-Eulerwiege verwendet: Das Goniometerzentrum ist Ursprung des Labor-, Proben-, Beugungsraum- und Detektorkoordinatensystem. Wie in Abbildungen 2.1 dargestellt, wird die Drehung, welche das rechtshändige orthonormale probenfestes Koordinatensystem  $\mathcal{K}_P = \{\mathbf{x}_P, \mathbf{y}_P, \mathbf{z}_P\}$  des Probenkörpers (Probenkoordinatensystem) in das rechtshändige orthonormale laborfeste Koordinatensystem  $\mathcal{K}_L = \{\mathbf{x}_L, \mathbf{y}_L, \mathbf{z}_L\}$  des Goniometers (Laborkoordinatensystem) überführt, definiert als

$$\mathcal{K}_L = \mathbf{R}_z(\varphi) \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{R}_x(\omega) \mathcal{K}_P,$$

mit Goniometerwinkel  $\omega \in [0, \pi)$ ,  $\chi \in [0, \pi/2)$  und  $\varphi \in [0, 2\pi)$ . Ein Vektor  $\mathbf{r}_L \in \mathbb{R}^3$  bezüglich des Laborkoordinatensystems  $\mathcal{K}_L$  ist dann als Vektor  $\mathbf{r}_P \in \mathbb{R}^3$  bezüglich des Probenkoordinatensystems  $\mathcal{K}_P$  gegeben durch

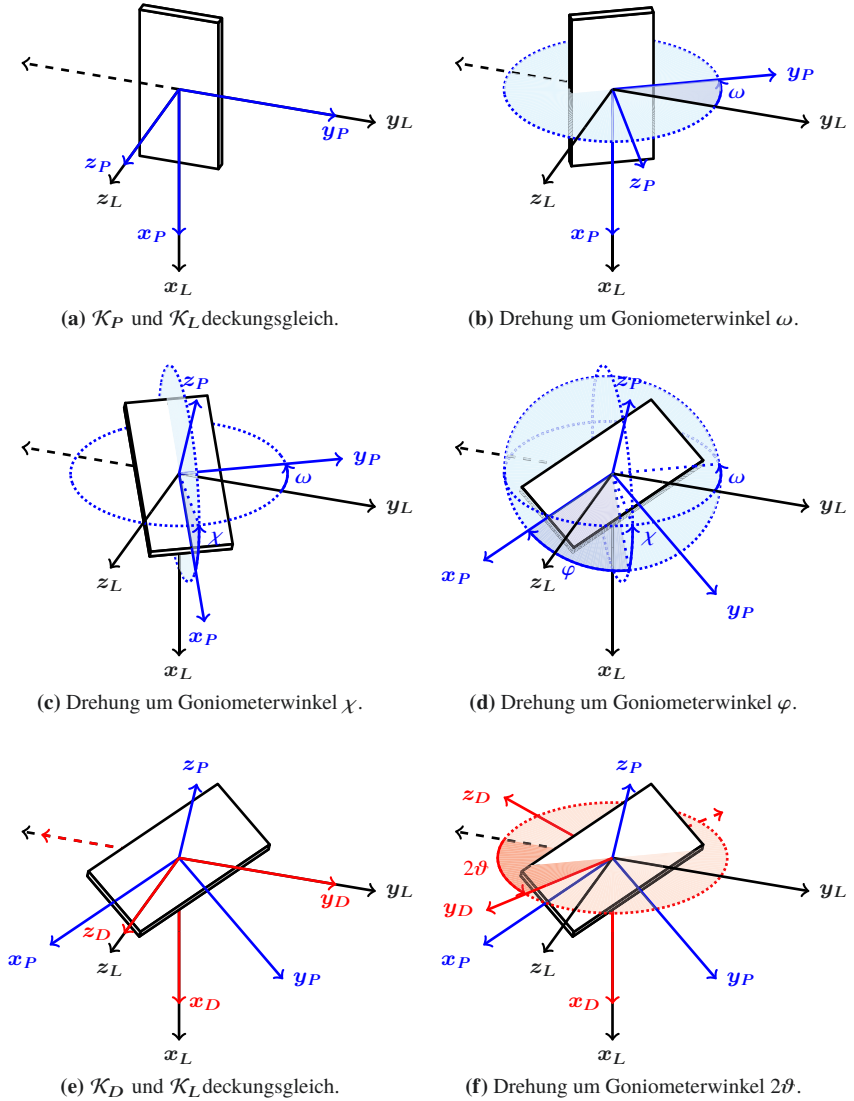
$$\mathbf{r}_P = \mathbf{R}_z(\varphi) \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{R}_x(\omega) \mathbf{r}_L. \quad (2.1)$$

Abbildungen 2.1e–f zeigt die Drehung, welche das rechtshändige orthonormale detektorfeste Koordinatensystem  $\mathcal{K}_D = \{\mathbf{x}_D, \mathbf{y}_D, \mathbf{z}_D\}$  des Detektors (Detektorkoordinatensystem) in das Laborkoordinatensystems  $\mathcal{K}_L$  überführt, sie wird definiert als

$$\mathcal{K}_L = \mathbf{R}_x(2\vartheta - \pi) \mathcal{K}_D,$$

mit  $\vartheta \in [0, \pi/2)$ . Ein Vektor  $\mathbf{r}_D \in \mathbb{R}^3$  bezüglich des Detektorkoordinatensystems  $\mathcal{K}_D$  ist dann als Vektor  $\mathbf{r}_L \in \mathbb{R}^3$  bezüglich des Laborkoordinatensystems  $\mathcal{K}_L$  gegeben mit

$$\mathbf{r}_L = \mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{r}_D. \quad (2.2)$$



**Abbildung 2.1.** (a) Probenkoordinatensystem und Abfolge von Drehungen des Probenkoordinatensystems  $\mathcal{K}_P = \{x_P, y_P, z_P\}$  um (b) Goniometerwinkel  $\omega$ , (d)  $\chi$  und (d)  $\varphi$  bezüglich des Laborkoordinatensystems  $\mathcal{K}_L = \{x_L, y_L, z_L\}$ . (e) Detektorkoordinatensystem  $\mathcal{K}_D = \{x_D, y_D, z_D\}$  und (f) Drehung um Goniometerwinkel  $2\theta$  bezüglich des Laborkoordinatensystems. Der Röntgenstrahl propagiert von  $y_L$  in Richtung  $-y_L$ .

Das rechtshändige orthonormale Koordinatensystem  $\mathcal{K}_B = \{\mathbf{x}_B, \mathbf{y}_B, \mathbf{z}_B\}$  des Beugungsraums (Beugungsraumkoordinatensystem) und das rechtshändige orthonormale kristallfeste Koordinatensystem  $\mathcal{K}_K = \{\mathbf{x}_K, \mathbf{y}_K, \mathbf{z}_K\}$  sind deckungsgleich mit dem Laborkoordinatensystem  $\mathcal{K}_L$ . Die Strahlquelle befindet sich in Richtung  $\mathbf{y}_B$ , der Röntgenstrahl propagiert aus  $\mathbf{y}_B = \mathbf{y}_L$  kommend durch das Goniometerzentrum in Richtung  $-\mathbf{y}_B = -\mathbf{y}_L$ . Die Probenoberfläche des Probenkörpers liegt in der  $\mathbf{x}_P\mathbf{y}_P$ -Ebene des Probenkoordinatensystems  $\mathcal{K}_P$ , die Normale der Probenoberfläche ist  $\mathbf{z}_P$ .

Bautechnisch bedingt ist die Bewegungsfreiheit auf Drehkreisen meist eingeschränkt, um Kollisionen zwischen Baugruppenelementen zu vermeiden. So kann der Detektor oftmals nur zu einem maximalen  $2\vartheta$ -Winkel zwischen  $110^\circ$  und  $150^\circ$  gefahren werden [185], daher bezeichnen wir mit Detektorposition  $2\vartheta \in [2\vartheta_{\min}, 2\vartheta_{\max}]$  den zulässigen Bereich eines Detektors. Anstatt den Detektor auf einem Drehkreis zu bewegen, gibt es auch die Möglichkeit, die Strahlquelle zu bewegen. Die Konvention der Eulerschen Winkel kann je nach Bauart in der Reihenfolge der Drehungen, Drehsinn und Drehachsen variieren. Andere Dreh-Konventionen oder Goniometerwinkel eines Fünf-Kreis- oder Sechs-Kreis-Goniometers mit zusätzlichen Freiheitsgraden in Bewegung von Probe, Strahlquelle oder auch Detektor können grundsätzlich in oben genannte Konvention überführt werden. Die *dxtbx* [153] versucht verschiedene Konventionen in einen einheitlichen programmatischen Rahmen zu bringen.

## 2.2. Beugungsraum- und Probenkoordinaten

Gemäß der Ewald-Konstruktion [75] definieren wir die Ausbreitungssphäre

$$\mathbb{S}_{1/\lambda}^2 = \{\mathbf{x} \in \mathbb{R}^3 \mid \|\mathbf{x}\| = \lambda^{-1}\}$$

mit Wellenlänge  $\lambda$ . Bezüglich des Koordinatensystems  $\mathcal{K}_B = \{\mathbf{x}_B, \mathbf{y}_B, \mathbf{z}_B\}$  des Beugungsraums propagiere der Strahlvektor  $\mathbf{k}_0 \in \mathbb{S}_{1/\lambda}^2$  aus der Strahlquelle in Richtung  $-\lambda^{-1}\mathbf{y}_B$ . Ein auslaufender Strahlvektor  $\mathbf{k} \in \mathbb{S}_{1/\lambda}^2$  wird durch sphärischen Koordinaten  $(2\theta, \gamma) \in [0, \pi] \times [-\pi, \pi)$  parameterisiert zu

$$\mathbf{k}(2\theta, \gamma) = \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(-2\theta) \mathbf{k}_0 = \lambda^{-1} \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi - 2\theta) \mathbf{y}_B. \quad (2.3)$$

Der Streu- bzw. Beugungswinkel  $2\theta$  ist halber Öffnungswinkel des Beugungskegels. Die Kurve beim Schnitt des Beugungskegels mit der Ausbreitungssphäre  $\mathbb{S}_{1/\lambda}^2$  nennt man Beugungsring. Die Koordinate  $\gamma$  parameterisiert den Beugungsring, die sphärischen Koordinaten  $(2\theta, \gamma)$  heißen auch Beugungskoordinaten [91]. Die geome-

trischen Verhältnisse sind in Abbildung 2.2a dargestellt. Mit Beugungskoordinaten  $(2\theta, \gamma)$  und Wellenlänge  $\lambda$  erhalten wir für einen auslaufenden Strahlvektor

$$\mathbf{k}(2\theta, \gamma) = \lambda^{-1} \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi - 2\theta) \mathbf{y}_B = \frac{1}{\lambda} \begin{pmatrix} \sin \gamma \sin 2\theta \\ -\cos 2\theta \\ \cos \gamma \sin 2\theta \end{pmatrix}$$

mit der Jacobimatrix

$$\mathbf{J}(\mathbf{k}) = \frac{\partial (x, y, z)}{\partial (\lambda, \theta, \gamma)} \mathbf{k}(2\theta, \gamma) = \frac{1}{\lambda} \begin{pmatrix} -\sin \gamma \sin 2\theta / \lambda & \sin \gamma \cos 2\theta & \cos \gamma \sin 2\theta \\ \cos 2\theta / \lambda & \sin 2\theta & 0 \\ -\cos \gamma \sin 2\theta / \lambda & \cos \gamma \cos 2\theta & -\sin \gamma \sin 2\theta \end{pmatrix}$$

das Volumenelement

$$\begin{aligned} d\mathbf{k} &= \sqrt{\det(\mathbf{J}(\mathbf{k})^T \mathbf{J}(\mathbf{k}))} d\theta d\gamma d\lambda = \sqrt{|\lambda^{-2} \text{diag}(\lambda^{-2}, 4, \sin^2 2\theta)|} d\theta d\gamma d\lambda \\ &= 2\lambda^{-4} \sin 2\theta d\theta d\gamma d\lambda \end{aligned}$$

im reziproken Streuraum, bzw. für eine Streurichtung

$$\|\mathbf{k}(2\theta, \gamma)\|^{-1} \mathbf{k}(2\theta, \gamma) = \lambda \mathbf{k}(2\theta, \gamma)$$

das Oberflächenmaß

$$d(\lambda \mathbf{k}) = 2 \sin 2\theta d\theta d\gamma$$

auf der Ausbreitungssphäre, welches Anlass zum trigonometrischen Lorentzkorrekturfaktor gibt.

Erfüllt ein reziproker Gittervektor  $\mathbf{r}_B^*$  bezüglich des Beugungsraumkoordinatensystem  $\mathcal{K}_B$  im Probenkörper die Laue-Bedingung

$$\mathbf{r}_B^* = \Delta \mathbf{k} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_0, \quad (2.4)$$

erhält man mit  $\mathbf{k}$  aus (2.3) parameterisiert mit Beugungskoordinaten  $(2\theta, \gamma)$  folglich

$$\begin{aligned} \mathbf{r}_B^* &= \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(-2\theta) \mathbf{k}_0 - \mathbf{k}_0 \\ &= 2\lambda^{-1} \sin \theta \cdot \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi/2 - \theta) \mathbf{y}_B. \end{aligned} \quad (2.5)$$

Der reziproke Gittervektor  $\mathbf{r}_B^*$  zeigt damit in Richtung

$$\frac{\mathbf{r}_B^*}{\|\mathbf{r}_B^*\|} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \mathbf{r}_B^* = \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi/2 - \theta) \mathbf{y}_B \quad (2.6)$$

bezüglich des Koordinatensystems  $\mathcal{K}_B$ . Offenbar ist damit das Bragg'sche Gesetz

$$\frac{\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{1}{\|\mathbf{r}_B^*\|},$$

bzw.

$$\lambda = 2 \|\mathbf{r}_B^*\|^{-1} \sin \theta,$$

erfüllt. Da das Beugungsraumkoordinatensystem  $\mathcal{K}_B$  überdeckungsgleich mit dem Laborkoordinatensystem  $\mathcal{K}_L$  ist, hat der reziproke Gittervektor  $\mathbf{r}_B^*$  aus (2.5) mit der Beziehung zwischen Probenkoordinatensystem  $\mathcal{K}_P$  und Laborkoordinatensystem  $\mathcal{K}_L$  aus (2.1) die Darstellung

$$\begin{aligned} \mathbf{r}_P^* &= \mathbf{R}_z(\varphi) \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{R}_x(\omega) \mathbf{r}_B^* \\ &= 2\lambda^{-1} \sin \theta \cdot \mathbf{R}_z(\varphi) \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{R}_x(\omega) \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi/2 - \theta) \mathbf{y}_L \end{aligned} \quad (2.7)$$

bezüglich des Probenkoordinatensystems  $\mathcal{K}_P$  abhängig von Goniometerwinkel  $(\omega, \chi, \varphi)$  und Beugungskoordinaten  $(2\theta, \gamma)$ . Wir schreiben dann auch  $\mathbf{r}_P^*(2\theta, \gamma; \omega, \chi, \varphi)$  gegeben Goniometerwinkel  $(\omega, \chi, \varphi)$ . Der dazugehörige Einheitsvektor  $\mathbf{r} = \|\mathbf{r}_P^*\|^{-1} \mathbf{r}_P^* \in \mathbb{S}^2$  heißt Probenrichtung des reziproken Gittervektors  $\mathbf{r}_B^*$  oder Polrichtung auf der Polsphäre zum Pol  $\mathbf{h} = \|\mathbf{r}_K^*\|^{-1} \mathbf{r}_K^* \in \mathbb{S}^2$ . Die Beziehung zwischen den zwei Koordinatensystemen ist in Abbildung 2.2b dargestellt.

Bezüglich des Laborkoordinatensystem  $\mathcal{K}_L$  zeigt ein reziproker Gittervektor  $\mathbf{r}_B^*$  eines Pols  $\mathbf{h}$  als Einheitsvektor  $\mathbf{r}_L(2\theta, \gamma) = \|\mathbf{r}_B^*\|^{-1} \mathbf{r}_B^*$  parameterisiert mit Beugungskoordinaten  $(2\theta, \gamma)$  aus (2.6) in Richtung

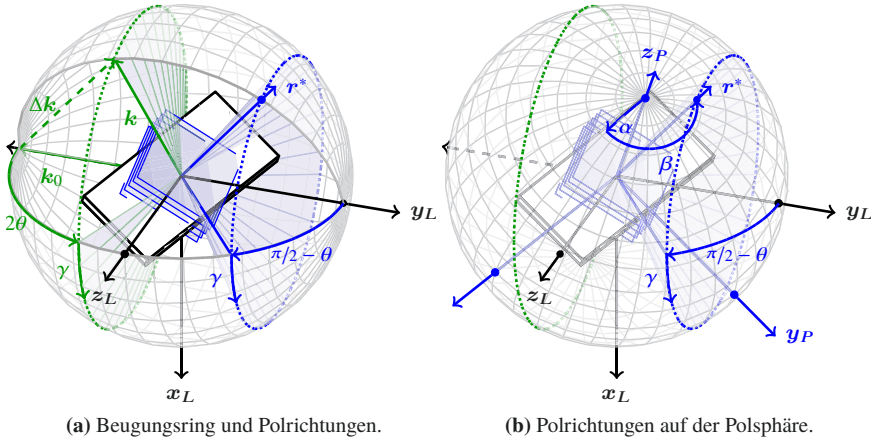
$$\mathbf{r}_L(2\theta, \gamma) = \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi/2 - \theta) \mathbf{y}_L = \begin{pmatrix} \cos \theta \sin \gamma \\ \sin \theta \\ \cos \theta \cos \gamma \end{pmatrix}. \quad (2.8)$$

Die mit Koordinaten  $(\theta, \gamma) \in [0, \pi/2] \times [-\pi, \pi]$  aufgespannte Halbsphäre hat mit der Jacobimatrix

$$\mathbf{J}(\mathbf{r}_L) = \frac{\partial (x, y, z)}{\partial (\theta, \gamma)} \mathbf{r}_L(2\theta, \gamma) = \begin{pmatrix} -\sin \gamma \sin \theta & \cos \gamma \cos \theta \\ \cos \theta & 0 \\ -\cos \gamma \sin \theta & -\cos \theta \sin \gamma \end{pmatrix}$$

das Oberflächenmaß

$$d\mathbf{r} = \sqrt{\det(\mathbf{J}(\mathbf{r}_L)^T \mathbf{J}(\mathbf{r}_L))} d\theta d\gamma = \sqrt{\begin{vmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 - \sin^2 \theta \end{vmatrix}} d\theta d\gamma = \cos \theta d\theta d\gamma.$$



**Abbildung 2.2.** (a) Einfallender Strahlvektor  $k_0$  und Beugungskegel ausfallender Strahlvektoren  $k$  bei Streuwinkel  $2\theta$ . Erfüllt ein reziproker Gittervektor  $r^*$  einer Netzebenenschar im Probenkörper die Laue-Bedingung  $r^* = \Delta k$ , kommt es zur Beugung. (b) Drehungen des Probenkoordinatensystems um Goniometerwinkel  $(\omega, \chi, \varphi)$  erlaubt die Abtastung der Polsphäre bei verschiedenen Polwinkeln  $(\alpha, \beta)$ .

Die Bogenlänge eines Beugungsrings auf dieser Halbsphäre bei Streuwinkel  $2\theta$  beträgt demzufolge

$$\int_{\gamma_1}^{\gamma_2} \cos \theta d\gamma = (\gamma_2 - \gamma_1) \cos \theta \quad (2.9)$$

für ein  $\gamma$ -Intervall  $[\gamma_1, \gamma_2]$  mit  $\gamma_1, \gamma_2 \in [-\pi, \pi)$ . Bei Drehung des Probenkörpers verbleibt die Bogenlänge des  $\gamma$ -Intervalls auf der Polsphäre invariant. Analog finden wir zum Gangunterschied  $\Delta k$  mit der Jacobimatrix

$$\begin{aligned} J(\Delta k) &= \frac{\partial (x, y, z)}{\partial (\lambda, \theta, \gamma)} \Delta k(2\theta, \gamma) = \frac{\partial (x, y, z)}{\partial (\lambda, \theta, \gamma)} \frac{2 \sin \theta}{\lambda} r_L(2\theta, \gamma) \\ &= \frac{1}{\lambda} \begin{pmatrix} -\sin \gamma \sin 2\theta / \lambda & 2 \cos 2\theta \sin \gamma & \cos \gamma \sin 2\theta \\ -2 \sin^2 \theta / \lambda & 2 \sin 2\theta & 0 \\ -\cos \gamma \sin 2\theta / \lambda & 2 \cos 2\theta \cos \gamma & -\sin \gamma \sin 2\theta \end{pmatrix} \end{aligned}$$

das Volumenelement

$$d\Delta k = \sqrt{\det(J(\Delta k)^T J(\Delta k))} d\theta d\gamma d\lambda = 8\lambda^{-4} \sin^3 \theta \cos \theta d\theta d\gamma d\lambda.$$

Damit finden wir die relative Häufigkeit mit der ein Strahlvektor  $\mathbf{k}$  einen reziproken Gittervektor  $\mathbf{r}_B^* = \Delta \mathbf{k}$  bei einem Gangunterschied  $\Delta \mathbf{k}$  für ein infinitesimales Volumenelement ausleuchtet als

$$\frac{d\mathbf{k}}{d\Delta \mathbf{k}} = \frac{2\lambda^{-4} \sin 2\theta}{8\lambda^{-4} \sin^3 \theta \cos \theta} \frac{d\theta d\gamma d\lambda}{d\theta d\gamma d\lambda} = \frac{4 \cos \theta \sin \theta}{8 \sin^3 \theta \cos \theta} = \frac{1}{2 \sin^2 \theta},$$

dem trigonometrischen Lorentzkorrekturfaktor.

Experimentell gemessene Intensitäten  $I(\mathbf{h}, \mathbf{r})$  an Probenrichtungen  $\mathbf{r} \in \mathbb{S}^2$  auf der Polsphäre zum Pol  $\mathbf{h} \in \mathbb{S}^2$  werden Polfigur genannt. Mit sphärischen Koordinaten  $(\alpha, \beta) \in [0, \pi] \times [0, 2\pi)$  wird eine Probenrichtung  $\mathbf{r} = \|\mathbf{r}_P^*\|^{-1} \mathbf{r}_P^*$  auf einer Polsphäre parameterisiert zu

$$\|\mathbf{r}_P^*\|^{-1} \mathbf{r}_P^* = \mathbf{R}_z(\beta) \mathbf{R}_y(\alpha) \mathbf{z}_P,$$

$\alpha$  heißt dann Polwinkel,  $\beta$  Azimuthwinkel. Setzt man  $\vartheta = \omega = \theta$  (Bragg–Brentano–Geometrie) und die Beugungskoordinate  $\gamma = 0$ , erhält man für (2.7) die Beziehung

$$\begin{aligned} \|\mathbf{r}_P^*\|^{-1} \mathbf{r}_P^* &= \mathbf{R}_z(\varphi) \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{R}_x(\theta) \mathbf{R}_y(0) \mathbf{R}_x(\pi - \theta) \mathbf{y}_g \\ &= \mathbf{R}_z(\varphi) \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{z}_B \end{aligned}$$

für Texturmessungen mit Punktdetektoren, welche den direkten Zusammenhang zwischen Goniometerwinkeln  $(\chi, \varphi)$  und sphärischen Koordinaten  $(\alpha, \beta)$  einer Polsphäre mit

$$\chi = \pi/2 - \alpha \quad \text{und} \quad \varphi = \beta \quad (2.10)$$

liefert.

## 2.3. Beugungsraum– und Detektorkoordinaten

Die Bauform moderner Flächendetektoren ist gewöhnlich eben. Die physische Detektionsfläche eines Detektionselements des Detektors kann je nach realisierter Detektionsart stark unterschiedlich ausfallen. Die physische Detektionsflächen eines Detektionselements kann von punktförmig, viereckig, sechseckig bishin zu ellipsoidisch sein [15]. Es können technisch bedingte Lücken zwischen den Detektionselementen auftreten. Gewöhnlich werden Detektionseignisse eines Detektionselements als Beugungsbild in einer Bildmatrix bestehend aus Bildelementen  $(i, j)$ ,  $i = 1, \dots, n_i$ ,  $j = 1, \dots, n_j$ , akkumuliert, wobei  $n_i$  die Anzahl vertikaler Bildelemente und  $n_j$  die Anzahl horizontaler Bildelemente ist. Das aufgenommene Beugungsbild erfordert bei manchen Detektoren geometrische Korrekturen, um eben zu sein und einer regelmäßigen Bildmatrix zu genügen, insbesondere



bei Vieldrahtkammern [91, 186]. Gewölbte Detektoren belassen wir hier allerdings unberücksichtigt, ebenso andere Anordnungen von Detektionselementen (z.B. hexagonal).

In dieser Arbeit verwenden wir für Detektions– bzw. Bildelemente folgende Konvention: Der Mittelpunkt eines Bildelements  $(i, j)$  eines Beugungsbildes ist Mittelpunkt eines Detektionselements  $\mathbf{p}(i, j) \in \mathbb{R}^3$ . Die  $n_i$  vertikalen Detektionselemente teilen die Detektorbreite  $b \in \mathbb{R}^+$  und die  $n_j$  horizontalen Detektionselemente teilen die Detektorhöhe  $h \in \mathbb{R}^+$  lückenlos in Rechtecke mit Seitenlänge  $n_i/b$  und  $n_j/h$ . Bezüglich des detektorfesten Koordinatensystems  $\mathcal{K}_D = \{\mathbf{x}_D, \mathbf{y}_D, \mathbf{z}_D\}$  definieren wir die Detektionsebene

$$\mathbb{D}_d^2 = \{\mathbf{p} \in \mathbb{R}^3 \mid \mathbf{p} \cdot \mathbf{y}_D = d\}$$

im Abstand  $d$  parallel zur  $\mathbf{x}_D\mathbf{z}_D$ -Ebene,  $d$  wird auch Detektorabstand genannt. Bei Detektorposition  $2\vartheta$  ist die Detektionsebene bezüglich des Laborkoordinatensystems  $\mathcal{K}_L$  als Menge

$$\mathbb{D}_d^2(2\vartheta) = \{\mathbf{p} \in \mathbb{R}^3 \mid \mathbf{p} \cdot (\mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{y}_D) = d\}$$

gegeben. Eine zusätzliche Drehung oder Kippung der Detektionsebene bzw. dessen Koordinatensystems lassen wir hier außen vor. Der Mittelpunkt  $\mathbf{p}_D(i, j) \in \mathbb{D}_d^2$  des zum Bildelement  $(i, j)$  gehörigen Detektionselements bekommt bezüglich des Koordinatensystems  $\mathcal{K}_D$  den Vektor

$$\mathbf{p}_D(i, j) = \begin{pmatrix} h/n_j (c_j - j) \\ d \\ b/n_i (i - c_i) \end{pmatrix} \quad (2.11)$$

als Funktion abhängig von Bildkoordinaten  $(i, j)$  zugeordnet, wobei die Koordinaten  $(c_i, c_j)$  das Detektorzentrum in Bildkoordinaten angibt. Das Detektorzentrum ist der Durchstoßpunkt der  $\mathbf{y}_D$ -Achse mit dem Beugungsbild. Eine mittige Ausrichtung des Detektors

$$(h/2, d, b/2)^T = \left( \frac{h}{n_j} \left( c_j - \frac{1}{2} \right), d, \frac{b}{n_i} \left( c_i - \frac{1}{2} \right) \right)^T$$

liefert das Detektorzentrum bei Bildkoordinaten

$$c_j = (n_j + 1)/2 \quad \text{und} \quad c_i = (n_i + 1)/2.$$

Abbildung 2.3a zeigt die verwendeten Konventionen bei entsprechender Detektorposition  $2\vartheta$ .

Ein Detektionselement  $\mathbf{p}_D(i, j) \in \mathbb{D}_d^2(2\vartheta)$  bezüglich des Detektorkoordinatensystems  $\mathcal{K}_D$  hat mit (2.2) die Darstellung

$$\mathbf{p}_L(i, j) = \mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{p}_D(i, j) \quad (2.12)$$

bezüglich des Laborkoordinatensystem  $\mathcal{K}_L$  bei einer Detektorposition  $2\vartheta$ . Gleichsetzen der Einheitsvektoren des Strahlvektors  $\|\mathbf{k}_L\|^{-1} \mathbf{k}_L$  aus (2.3) mit dem des Detektionselement  $\mathbf{u}_D(i, j) = \|\mathbf{p}_D(i, j)\|^{-1} \mathbf{p}_D(i, j)$  aus (2.12) ergibt das lineare Gleichungssystem

$$\mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{y}_B = \mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{u}_D(i, j). \quad (2.13)$$

Für ein Bildelement  $(i, j)$  löst (2.13) die Beugungskordinaten  $(2\vartheta, \gamma)$  als Funktion

$$2\vartheta(i, j) = \arccos(u_2 \cos 2\vartheta + u_3 \sin 2\vartheta) \quad (2.14)$$

und

$$\gamma(i, j) = \begin{cases} \arcsin(u_1 \csc 2\vartheta(i, j)), & \text{wenn } \mathbf{u}_L(i, j) \cdot (-\mathbf{R}_x(2\vartheta) \mathbf{z}_L) \geq 0, \\ \pi - \arcsin(u_1 \csc 2\vartheta(i, j)), & \text{andernfalls,} \end{cases} \quad (2.15)$$

auf, wobei  $\mathbf{u}_D(i, j) = (u_1, u_2, u_3)^T$ . Mit Umstellen von (2.13) zu

$$\mathbf{u}_D(i, j) = \mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta)^{-1} \mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{y}_B, \quad (2.16)$$

erhält man das Detektionselement

$$\mathbf{p}_D(i, j) = d \frac{\mathbf{u}_D(i, j)}{\mathbf{u}_D(i, j) \cdot \mathbf{y}_D} \quad (2.17)$$

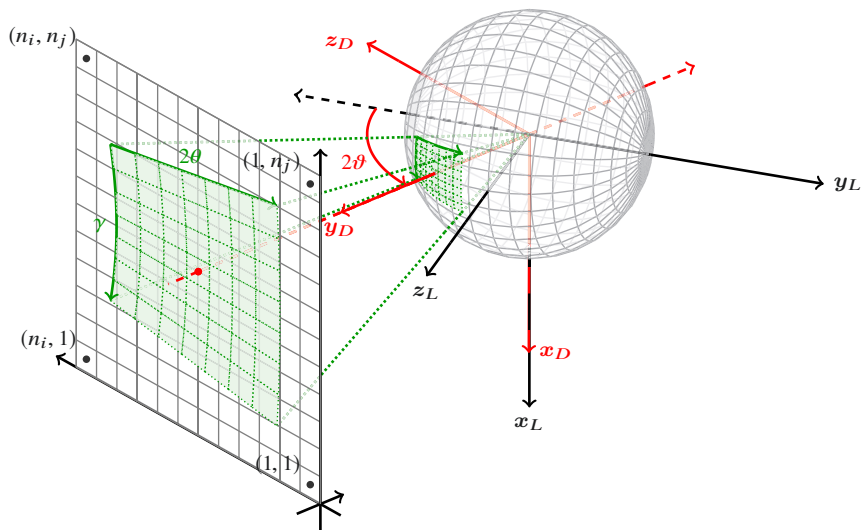
durch Projektion des Einheitsvektors  $\mathbf{u}_D(i, j)$  auf die Detektorebene  $\mathbb{D}_d^2$ . Zusammen mit (2.11) lautet das Detektionselement  $\mathbf{p}_D(i, j)$  aus (2.17) als Funktion in Bildkoordinaten

$$i(2\vartheta, \gamma; 2\vartheta) = c_i + d \frac{n_i}{b} u_3 = c_i + d \frac{n_i}{b} \frac{\cos 2\vartheta \sin 2\vartheta - \cos \gamma \cos 2\vartheta \sin 2\vartheta}{\cos 2\vartheta \cos 2\vartheta + \cos \gamma \sin 2\vartheta \sin 2\vartheta} \quad (2.18)$$

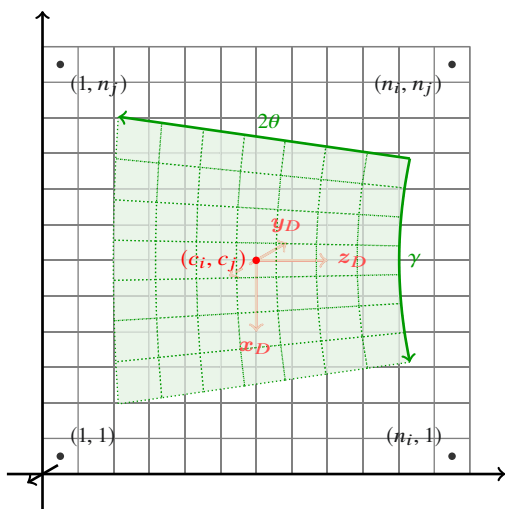
und

$$j(2\vartheta, \gamma; 2\vartheta) = c_j - d \frac{n_j}{h} u_1 = c_j - d \frac{n_j}{h} \frac{\sin \gamma \sin 2\vartheta}{\cos 2\vartheta \cos 2\vartheta + \cos \gamma \sin 2\vartheta \sin 2\vartheta} \quad (2.19)$$

abhängig von Beugungskordinaten  $(2\vartheta, \gamma)$  gegeben eine Detektorposition  $2\vartheta$ . Abbildung 2.3b zeigt den Zusammenhang zwischen Bild- und Beugungskordinaten.



(a) Beugungsraum- und Detektorkoordinatensystem.



(b) Bild- und Beugungskordinaten im Beugungsbild.

**Abbildung 2.3.** Zusammenhang zwischen Beugungsraumkoordinaten und Bildkoordinaten.

Ein Bildelement  $\mathbf{p}_D(i, j)$  der Detektionsebene mit Bildkoordinaten  $(i, j)$  schließt mit dem Detektorzentrum  $\mathbf{y}_D$  einen Winkel  $\kappa$  zu

$$\cos \kappa(i, j) = \frac{\mathbf{p}_D(i, j) \cdot \mathbf{y}_D}{\|\mathbf{p}_D(i, j)\| \cdot \|\mathbf{y}_D\|} = \frac{d}{\sqrt{d^2 + \left(\frac{b}{n_i}\right)^2 (i - c_i)^2 + \left(\frac{h}{n_j}\right)^2 (c_j - j)^2}}, \quad (2.20)$$

ein. Projektion eines infinitesimalen Flächenelements  $dS$  der Detektionsebene auf die Einheitsphäre ergibt im Abstand  $r = \|\mathbf{p}_D\|$  zum Goniometerzentrum als infinitesimales Flächenelement  $dA$  den infinitesimalen Raumwinkel

$$d\Omega = \frac{dA}{r^2} = \frac{\frac{\mathbf{p}_D}{\|\mathbf{p}_D\|} \cdot \frac{\mathbf{y}_D}{\|\mathbf{y}_D\|}}{\|\mathbf{p}_D\|^2} dS = \frac{\cos \kappa}{\left(\frac{d}{\cos \kappa}\right)^2} dS = \frac{\cos^3 \kappa}{d^2} dS.$$

Damit erhalten wir für eine Streurichtung  $\lambda \mathbf{k}$  die Beziehung

$$d(\lambda \mathbf{k}) = \sin 2\theta d2\theta d\gamma = d\Omega = d^{-2} \cos^3 \kappa dS \quad (2.21)$$

zum Oberflächenmaß. Ein Flächendetektor  $D$  der Breite  $b$  und Höhe  $h$ , sowie mit  $n_i$  horizontalen und  $n_j$  vertikalen Bildelementen deckt im Abstand  $d$  näherungsweise einen Raumwinkel

$$\Omega = \int_D \frac{\cos^3 \kappa}{d^2} dS = \iint_D \frac{\cos^3 \kappa(i, j)}{d^2} di dj \approx \sum_{i=1}^{n_i} \sum_{j=1}^{n_j} \frac{\cos^3 \kappa(i, j)}{d^2} \frac{bh}{n_i n_j}$$

ab.

## 2.4. Sichtbarer Ausschnitt eines Beugungsringes

Die Kurve beim Schnitt eines Beugungskegels mit Öffnungswinkel  $4\theta$  mit einer Detektionsebene  $\mathbb{D}_d^2(2\theta)$  ist entweder eine Ellipse, falls

$$2\vartheta + 2\theta < \frac{\pi}{2} \quad \text{oder} \quad \frac{3}{2}\pi < 2\vartheta + 2\theta,$$

eine Parabel, falls

$$\frac{\pi}{2} = 2\vartheta + 2\theta \quad \text{oder} \quad \frac{3}{2}\pi = 2\vartheta + 2\theta,$$

oder eine Hyperbel, falls

$$\frac{\pi}{2} < 2\vartheta + 2\theta < \frac{3}{2}\pi.$$

Für Detektorpositionen  $2\vartheta = 0$  oder  $2\vartheta = \pi$  ist der Kegelschnitt ein Kreis. Die Kurve kann mit Beugungskoordinaten  $(2\theta, \gamma)$  parameterisiert werden, daher nennen wir die Kurve des Kegelschnitts ebenfalls Beugungsring. Der sichtbare Ausschnitt eines Beugungsringes im Beugungsbild ist ein oder sind mehrere  $\gamma$ -Intervalle. Ist die Detektorposition  $2\vartheta$  bekannt, sind die Bildkoordinaten aus (2.18) und (2.19) eher unhandlich, um sichtbare  $\gamma$ -Intervalle von Beugungsringen im Beugungsbild zu bestimmen.

### 2.4.1. Rechteckiges Detektorfenster

Liegt ein rechteckiges Detektorfenster vor, so durchläuft ein auf den Detektor fallender Strahlvektor  $\mathbf{k}$  eine Pyramide mit dem Goniometerzentrum als Spitze und der Detektionsfläche als Pyramidengrundfläche. Ein Beugungsring ist dann durch den Schnitt mit der Mantelfläche der Pyramide begrenzt. Wir führen daher die zwei vertikalen Winkel

$$\psi_1 = \arctan \left[ \frac{h}{d} \left( 1 - \frac{c_j}{n_j + 1} \right) \right] \quad \text{und} \quad -\psi_2 = \arctan \left( \frac{h}{d} \frac{c_j}{n_j + 1} \right) \quad (2.22)$$

zwischen oberer bzw. unterer Mantelfläche der Pyramide und Detektorzentrumsrichtung  $\mathbf{y}_D$ , sowie die zwei horizontalen Winkel

$$\phi_1 = \arctan \left[ \frac{w}{d} \left( 1 - \frac{c_i}{n_i + 1} \right) \right] \quad \text{und} \quad -\phi_2 = \arctan \left( \frac{w}{d} \frac{c_i}{n_i + 1} \right) \quad (2.23)$$

zwischen rechter bzw. linker Mantelfläche der Pyramide und Detektorzentrumsrichtung  $\mathbf{y}_D$  ein. Bei Detektorposition  $2\vartheta$  haben die Ebenen der Mantelflächen für die vertikalen Winkel  $\psi_1$  und  $\psi_2$  die nach außen zeigenden Normalen

$$\mathbf{n}_\psi = \mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{R}_z(\psi) \mathbf{x}_L \quad (2.24)$$

und für die horizontalen Winkel  $\phi_1$  und  $\phi_2$  die nach außen zeigenden Normalen

$$\mathbf{n}_\phi = \mathbf{R}_x(-2\vartheta) \mathbf{R}_x(\phi) \mathbf{z}_L \quad (2.25)$$

bezüglich des Laborkoordinatensystem  $\mathcal{K}_L$ . Abbildung 2.4 zeigt die geometrische Konstruktion des Detektorfensters durch Mantelflächen der Pyramide. Ein ausfallender Einheitsstrahlvektor  $\mathbf{k} \in \mathbb{S}^2$  mit Beugungskoordinaten  $(2\theta, \gamma)$  fällt nur dann in das rechtwinklige Detektorfenster, falls die vier Ungleichungen

$$\mathbf{k} \cdot \mathbf{n}_{\psi_1} < 0, \quad \mathbf{k} \cdot \mathbf{n}_{\psi_2} < 0 \quad \text{und} \quad \mathbf{k} \cdot \mathbf{n}_{\phi_1} < 0, \quad \mathbf{k} \cdot \mathbf{n}_{\phi_2} < 0 \quad (2.26)$$

erfüllt sind.

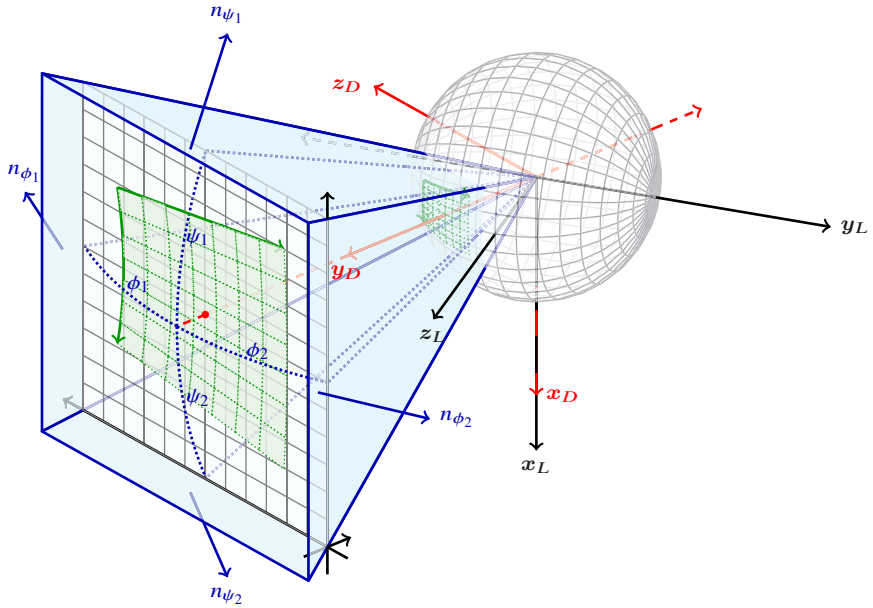


Abbildung 2.4. Detektor mit begrenzenden Mantelflächen einer Pyramide.

Mit den Beugungskoordinaten aus (2.3) lauten die Ungleichungen für die vertikalen Winkel  $\psi_1$  und  $\psi_2$  mit Normalen aus (2.24) ausgeschrieben

$$\begin{aligned} k \cdot n_\psi &= (R_y(\gamma) R_x(\pi - 2\theta) y_L) \cdot (R_x(\pi - 2\theta) R_z(\psi) x_L) \\ &= \cos \psi \sin \gamma \sin 2\theta + \sin \psi \cos 2\theta \cos 2\theta + \cos \gamma \sin \psi \sin 2\theta \sin 2\theta < 0. \end{aligned} \quad (2.27)$$

Die Ungleichung (2.27) hat im elliptischen Fall  $\vartheta + \theta < \pi/4$  als Funktion von Beugungswinkel  $2\theta$  und Detektorposition  $2\vartheta$  gegeben den vertikalen Winkel  $\psi$  die zwei Nullstellen

$$\gamma_{1,2}(2\theta, 2\vartheta; \psi) = 2 \arctan \left( \frac{-\cos \psi \sin 2\theta \pm \sqrt{\sin^2 2\theta - \sin^2 \psi \cos^2 2\theta}}{\cos(2\vartheta + 2\theta) \sin \psi} \right), \quad (2.28)$$

und im hyperbolischen Fall  $\pi/4 < \vartheta + \theta < 3/4\pi$  nur die Nullstelle  $\gamma(2\vartheta, 2\theta; \psi)_1$ , sowie im parabolischen Fall  $\vartheta + \theta = \pi/4$  die Nullstelle

$$\gamma_1(2\theta, 2\vartheta; \psi) = -2 \arctan(\tan \psi \cos 2\theta),$$

gesetzt, dass mit

$$\sin^2 2\theta \geq \sin^2 \psi \cos^2 2\theta$$

der Beugungsring den Detektor verlässt und  $\psi \neq 0$ ,  $0 \leq 2\theta \leq \pi$ ,  $0 \leq 2\theta \leq \pi$ . Damit fällt der Strahl zwischen die obere und untere Mantelfläche, zum einen, wenn

$$\gamma_1(2\theta, 2\vartheta; \psi_1) < \gamma < \gamma_2(2\theta, 2\vartheta; \psi_2), \quad (2.29)$$

oder zum anderen im elliptischen Fall, wenn

$$-\pi \leq \gamma < \gamma_2(2\theta, 2\vartheta; \psi_2) \quad \text{oder} \quad \gamma_1(2\theta, 2\vartheta; \psi_1) < \gamma \leq \pi.$$

Die Ungleichungen für die horizontalen Winkel  $\phi_1$  und  $\phi_2$  mit Normalen aus (2.25) lauten ausgeschrieben jeweils

$$\begin{aligned} \mathbf{k} \cdot \mathbf{n}_\phi &= (\mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi - 2\theta) \mathbf{y}_L) \cdot (\mathbf{R}_x(-2\theta) \mathbf{R}_x(\phi) \mathbf{z}_L) \\ &= \cos 2\theta \sin(\phi - 2\vartheta) + \cos \gamma \sin 2\theta \cos(\phi - 2\vartheta) < 0, \end{aligned} \quad (2.30)$$

Die Ungleichung (2.30) hat als Funktion von Beugungswinkel  $2\theta$  und Detektorposition  $2\vartheta$  gegeben den horizontalen Winkel  $\phi$  die Nullstellen

$$\gamma_{1,2}(2\theta, 2\vartheta; \phi) = \pm \arccos\left(\frac{\tan(2\theta - \phi)}{\tan 2\theta}\right),$$

falls  $0 < 2\theta < \pi$  und  $-\pi/2 < \phi < \pi/2$ . Der Strahl fällt zwischen die rechte und linke Mantelflächen für eine Detektorposition  $0 \leq 2\vartheta < \pi/2 - \phi_1$ , falls

$$|\gamma| < \gamma_1(2\theta, 2\vartheta; \phi_1) \quad \text{und} \quad |\gamma| \geq \gamma_2(2\theta, 2\vartheta; \phi_2), \quad (2.31)$$

für eine Detektorposition  $\pi/2 - \phi_1 \leq 2\vartheta \leq \pi/2 - \phi_2$ , falls

$$|\gamma| < \gamma_1(2\theta, 2\vartheta; \phi_1) \quad \text{und} \quad |\gamma| < \gamma_2(2\theta, 2\vartheta; \phi_2), \quad (2.32)$$

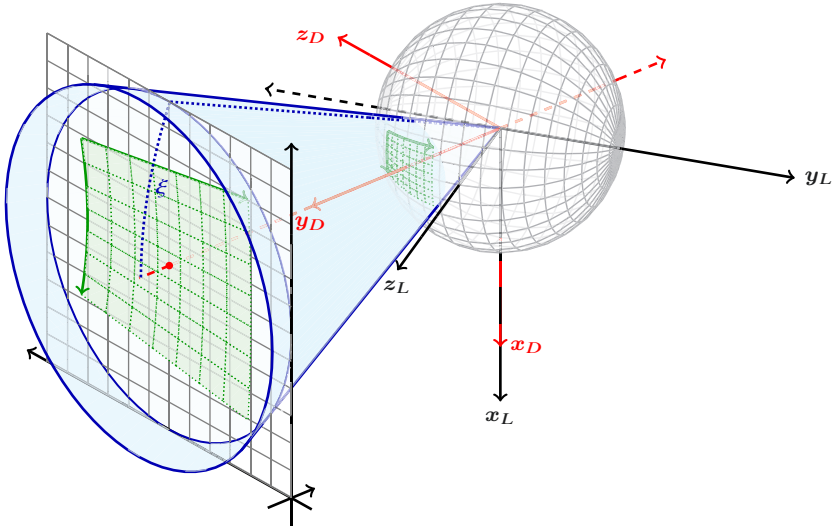
und für eine Detektorposition  $\pi/2 - \phi_2 < 2\vartheta \leq \pi$ , falls

$$|\gamma| \geq \gamma_1(2\theta, 2\vartheta; \phi_1) \quad \text{und} \quad |\gamma| < \gamma_2(2\theta, 2\vartheta; \phi_2). \quad (2.33)$$

## 2.4.2. Kreisförmiges Detektorfenster

Liegt ein kreisförmiges Detektorfenster vor, dann durchläuft ein Strahlvektor  $\mathbf{k}$  einen Kegel mit dem Goniometerzentrum als Spitze und Grundfläche auf der Detektionsfläche  $\mathbb{D}_d^2(2\vartheta)$ . Die Achse des Kegels bzw. der Mittelpunkt des kreisförmiges Detektorfensters ist als Vektor

$$\mathbf{p}_D = \begin{pmatrix} h \left( \frac{1}{2} - \frac{c_j}{n_j+1} \right) \\ d \\ w \left( \frac{1}{2} - \frac{c_i}{n_i+1} \right) \end{pmatrix} \quad (2.34)$$



**Abbildung 2.5.** Detektor mit begrenzender Mantelfläche eines Kegels.

bezüglich des Detektorkoordinatensystem  $\mathcal{K}_D$  gegeben, wobei das Detektorzentrum  $(c_i, c_j)$  in Bildkoordinaten angegeben und im Allgemeinen von der Kegelachse verschieden ist. Mit der Projektion des Strahlvektors  $\mathbf{k}$  auf die Detektionsebene  $\mathbb{D}_d(2\vartheta)$  mit Abstand  $d$  und der Detektorposition  $2\vartheta$ , wie in (2.17), durchstößt der Strahlvektor  $\mathbf{k}$  die Detektionsebene als Funktion abhängig von Beugungskordinaten  $(2\vartheta, \gamma)$  gegeben eine Detektorposition  $2\vartheta$  beim Vektor

$$\mathbf{k}_D(2\vartheta, \gamma; 2\vartheta) = d \frac{\mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta)^{-1} \mathbf{k}_L(2\vartheta, \gamma)}{(\mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta)^{-1} \mathbf{k}_L(2\vartheta, \gamma)) \cdot \mathbf{y}_D} \quad (2.35)$$

bezüglich des Detektorkoordinatensystems  $\mathcal{K}_D$ . Hat das kreisförmige Detektorfenster den Radius  $r \in \mathbb{R}^+$ , fällt ein Strahlvektor genau dann in das kreisförmige Detektorfenster, falls der Abstand

$$\|\mathbf{k}_D(2\vartheta, \gamma; 2\vartheta) - \mathbf{p}_D\| < r \quad (2.36)$$

in der Detektionsebene ist. Der Ausdruck (2.36) kann für  $\gamma$  numerisch gelöst werden.



Liegt der Kreismittelpunkt  $\mathbf{p}_D$  gerade im Detektorzentrum  $\mathbf{y}_D$  und hat der Kegel einen Öffnungswinkel  $2\xi$  mit

$$\tan \xi = \frac{r}{d}, \quad (2.37)$$

so fällt der Strahl  $\mathbf{k}_L$  in das kreisförmigen Detektorfenster, falls

$$\begin{aligned} \cos \xi &> \|\mathbf{k}_L\|^{-1} \mathbf{k}_L \cdot \|\mathbf{p}_L\|^{-1} \mathbf{p}_L \\ &= (\mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi - 2\theta) \mathbf{y}_L) \cdot (\mathbf{R}_x(\pi - 2\vartheta) \mathbf{y}_D) \\ &= \cos 2\vartheta \cos 2\theta + \cos \gamma \sin 2\vartheta \sin 2\theta. \end{aligned} \quad (2.38)$$

Dieser Fall wird in Abbildung 2.5 gezeigt. Ungleichung (2.38) hat als Funktion von Beugungswinkel  $2\theta$  und Detektorposition  $2\vartheta$  bei gegebenem Kegel-Öffnungswinkel  $2\xi$  die zwei Nullstellen

$$\gamma_{1,2}(2\theta, 2\vartheta; \xi) = \pm \arccos \left( \frac{\cos \xi - \cos 2\vartheta \cos 2\theta}{\sin 2\vartheta \sin 2\theta} \right),$$

falls  $\sin 2\vartheta \sin 2\theta \neq 0$ . Somit ergibt sich das  $\gamma$ -Intervall zu

$$\gamma_2(2\theta, 2\vartheta; \xi) < \gamma < \gamma_1(2\theta, 2\vartheta; \xi). \quad (2.39)$$

Die beiden Lösungen können als Startwert für (2.36) verwendet werden, falls der Kreismittelpunkt nah am Detektorzentrum liegt. Andernfalls eignen sich ersatzweise die  $\gamma$ -Grenzen eines rechteckigen Detektorfensters.

### 2.4.3. Abschattung

Die Probennormale  $\mathbf{z}_P$  bezüglich des Probenkoordinatensystems  $\mathcal{K}_P$  hat mit (2.1) die Darstellung

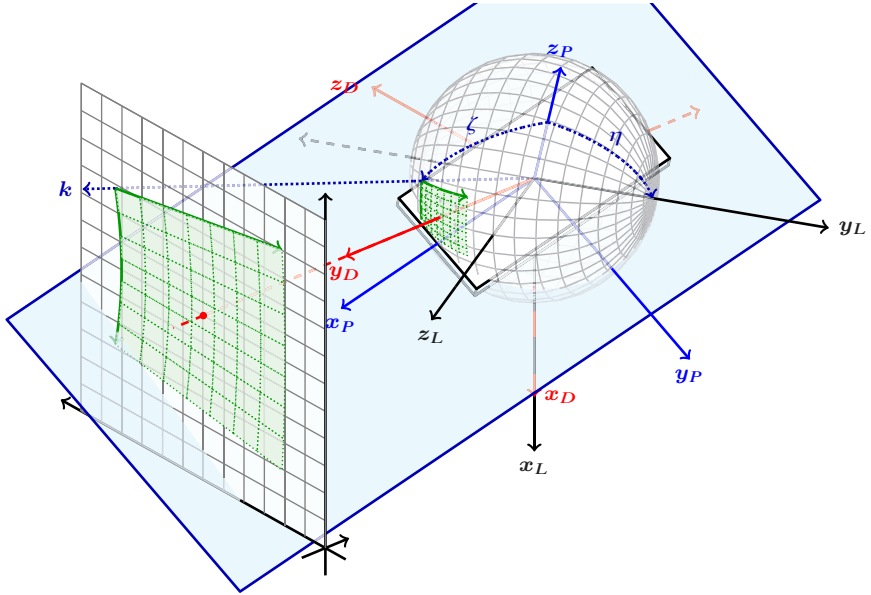
$$\mathbf{z}_L = (\mathbf{R}_z(\varphi) \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{R}_x(\omega))^{-1} \mathbf{z}_P = \mathbf{R}_x(-\omega) \mathbf{R}_y(\chi - \pi/2) \mathbf{z}_P \quad (2.40)$$

bezüglich des Laborkoordinatensystems  $\mathcal{K}_L$ . Der einfallende Strahl  $\mathbf{k}_0 \in \mathbb{S}_{1/\lambda}^2$  und die Probennormale  $\mathbf{z}_L$  schließen einen Winkel  $\eta$  mit

$$\cos \eta = -\lambda^{-1} \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{z}_L = \mathbf{y}_L \cdot (\mathbf{R}_x(-\omega) \mathbf{R}_y(\chi - \pi/2) \mathbf{z}_P) = \sin \chi \sin \omega \quad (2.41)$$

ein. Ein ausfallender Strahl  $\mathbf{k} \in \mathbb{S}_{1/\lambda}^2$  schließt mit der Probennormale  $\mathbf{z}_L$  einen Winkel  $\zeta$  mit

$$\begin{aligned} \cos \zeta &= \lambda^{-1} \mathbf{k}_L(2\theta, \gamma) \cdot \mathbf{z}_L \\ &= (\mathbf{R}_y(\gamma) \mathbf{R}_x(\pi - 2\theta) \mathbf{y}_L) \cdot (\mathbf{R}_x(-\omega) \mathbf{R}_y(\chi - \pi/2) \mathbf{z}_P) \\ &= \mathbf{y}_L \cdot (\mathbf{R}_x(\pi - 2\theta)^{-1} \mathbf{R}_y(\gamma)^{-1} \mathbf{R}_x(-\omega) \mathbf{R}_y(\chi - \pi/2) \mathbf{z}_P) \\ &= \sin \chi (\cos \gamma \cos \omega \sin 2\theta - \sin \omega \cos 2\theta) - \cos \chi \sin \gamma \sin 2\theta \end{aligned} \quad (2.42)$$



**Abbildung 2.6.** Begrenzung durch Abschattung unterhalb der Probenoberfläche.

ein. Wird das Goniometer im Reflektionsmodus betrieben, so taucht der ausfallende Strahl  $k$  in den Probenkörper ab, wenn  $\zeta \geq \pi/2$ . Man spricht von Abschattung, wird der abgetauchte Strahl vollständig vom Probenkörper ausgeblendet. Abbildung 2.6 veranschaulicht die Abschattung, welche bei zu hohen Verkippungen um Goniometerwinkel  $\chi$  auftritt.

Vorausgesetzt  $\cos \zeta = \cos \pi/2 = 0$ , dann hat die Gleichung (2.42) als Funktion abhängig vom Beugungswinkel  $2\theta$  und bei gegebenem Goniometerwinkel  $(\omega, \chi)$  die Nullstellen bei

$$\gamma_{1,2}(2\theta; \omega, \chi) = 2 \arctan \left( - \frac{\cos \chi \sin 2\theta \pm \sqrt{\sin^2 2\theta - \sin^2 \chi \sin^2 \omega}}{\sin \chi \sin (\omega + 2\theta)} \right). \quad (2.43)$$

Setzen des maximal sichtbaren  $\gamma$ -Ausschnitt eines Beugungsrings bis  $\gamma = \gamma_1(2\theta, 2\theta; \psi_2)$  aus (2.28) ergibt für (2.42) die Nullstellen  $\cos \zeta = \cos \pi/2 = 0$  bei einer Verkippung der Probe um Goniometerwinkel  $\chi$  als Funktion abhängig

von Beugungskordinaten  $(2\theta, \gamma)$  bei gegebenem Goniometerwinkel  $\omega$  als

$$\chi(2\theta, \gamma; \omega) = 2 \arctan \left( \frac{t_1 \pm \sqrt{t_1^2 + t_2^2}}{t_2} \right),$$

mit  $t_1 = \cos \gamma \cos \omega \sin 2\theta - \sin \omega \cos 2\theta$  und  $t_2 = \sin 2\theta \sin \gamma$ , (2.44)

sodass der ausfallende Strahl  $\mathbf{k}$  für einen Beugungsring bei  $2\theta$  im Beugungsbild nicht abgeschattet wird.

## 2.5. Strahlweg

Bei der bisherigen Betrachtung der Beugungsgeometrie haben wir die physische Ausdehnung und Vergenz des emittierten Röntgenstrahlbündels vernachlässigt. Prinzipiell können durch eine Röntgenoptik divergente, parallele oder konvergente Strahlbündel erzielt werden. Ein paralleles Strahlbündel hat den Vorteil, dass der abgebeugte ausfallende Strahl wiederum ein paralleles Strahlbündel bezüglich einer beugenden Netzebenenschar ist und die Netzebenenschar innerhalb des Messflecks gleichmäßig ausgeleuchtet wird. In der Praxis ist das Strahlbündel oft eine Durchmischung konvergenter und divergenter Strahlvektoren, die im Goniometerzentrum ihren Brennfleck haben.

Unter Annahme des kinematischen Beugungsmodells ersetzen wir den Strahlweg eines Röntgenquants von Strahlquelle über Probenkörper zur Detektionsebene vereinfachend durch Vektorrechnung. Ein Röntgenquant wird an einem Ort  $\mathbf{x}_0$  bezüglich des Laborkoordinatensystems emittiert und propagiert in Richtung des Strahlvektors  $\mathbf{k}_0$  zu einem Ort  $\mathbf{x}$ ,

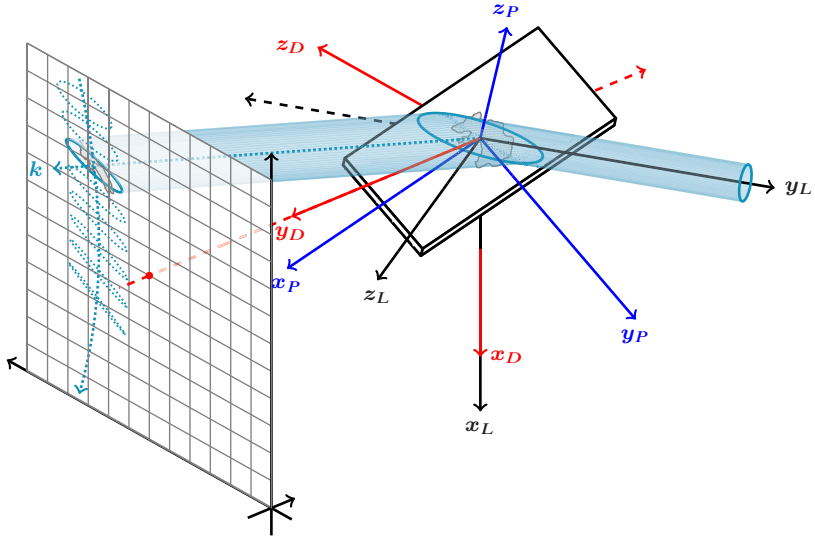
$$\mathbf{k}_0 = \mathbf{x}_0 - \mathbf{x},$$

bis es mit dem Probenkörper wechselwirkt. Mit Probennormale  $\mathbf{z}_L$  bezüglich des Laborkoordinatensystems aus (2.40) geschieht dies an einem Ort

$$\mathbf{x}' = \mathbf{x}_0 - \left( \frac{\mathbf{z}_L \cdot \mathbf{x}_0 - t}{\mathbf{z}_L \cdot \mathbf{k}_0} \right) \mathbf{k}_0,$$

in einer Tiefe  $-t$  unterhalb der Probenoberfläche. Bezüglich des Probenkoordinatensystems  $\mathcal{K}_P$  ist dieser Ort dann

$$\mathbf{x}'_P = \mathbf{R}_y(\pi/2 - \chi) \mathbf{R}_x(\omega) \mathbf{x}'.$$



**Abbildung 2.7.** Strahlweg eines parallelen Strahlbündels mit kreisförmiger Querschnittsfläche.

An dem Ort  $x'_P$  befindet sich ein reziproker Gittervektor  $r_P^*$ , der den einfallenden Strahl  $k_0$  unter der Laue-Bedingung (2.4) in Richtung

$$k = k_0 - 2 \left( \frac{r_L^* \cdot k_0}{\|r_L^*\|} \right) r_L^*$$

beugt, mit  $r_P^*$  gegeben als reziproker Gittervektor  $r_L^*$  bezüglich des Laborkoordinatensystems  $\mathcal{K}_L$ . Der Beugungswinkel  $2\theta$  ist

$$\sin \theta = \frac{r_L^* \cdot k_0}{\|r_L^*\| \|k_0\|} = \frac{r_L^* \cdot k}{\|r_L^*\| \|k\|}.$$

Der Strahl läuft vom Ort  $x'$  im Probenkörper in die abgebeugte Strahlrichtung  $k$  bis er die Detektionsebene  $\mathbb{D}_d^2(2\theta)$  mit Normale

$$y_L = R_x(\pi - 2\theta) y_D$$

im Abstand  $d$  am Ort

$$x'' = x' - \left( \frac{y_L \cdot x' - d}{y_L \cdot k} \right) k$$

durchdringt. Rücktransformation des Ortes  $x''$  in das Detektorkoordinatensystem  $\mathcal{K}_D$  zu

$$x''_D = R_x(2\vartheta - \pi) x''$$

liefert uns die Bildkoordinaten  $(i, j)$  mit

$$i = c_x + \frac{n_x}{w} [x''_D]_3 \quad \text{und} \quad j = c_y - \frac{n_y}{w} [x''_D]_1$$

des Beugungsbildes.

Abbildung 2.7 zeigt schematisch die Auswirkungen des Strahlwegs auf das Beugungsbild. Die Gestalt des Messflecks auf der Probenoberfläche ändert sich abhängig von Goniometerwinkeln  $(\omega, \chi)$ . Ferner werden bei Drehung um Goniometerwinkel  $\varphi$ , vor allem aufgrund der Form des Messflecks, verschiedene Volumen im Probenkörper ausgeleuchtet. Um dem zu entgegenen, empfiehlt es sich den Probenkörper während der Messung in der  $x_P y_P$ -Ebene zu oszillieren [vgl. 185, S. 401ff]. Die Lage des abgebeugten Strahls im Beugungsbild ist nicht nur vom Beugungswinkel  $2\theta$  abhängig, sondern auch von Ort und Orientierung eines ausgeleuchteten Kristallits. Bei Verkipfung um Goniometerwinkel  $\chi$  kommt es unter Anderem zur Verbreiterung von Beugungsreflexen im Beugungsbild. In der Praxis wird versucht, den Effekt durch Strahlbündelung mit geeigneter Röntgenoptik möglichst so klein zu halten, dass die Verbreiterung eines Beugungsreflexes durch das natürliche Emissionsspektrum mit  $K\alpha_1$ - und  $K\alpha_2$ -Strahlung dominiert.

### 2.5.1. Absorption

Die Intensität  $I_0$  des Strahls wird bei einem mittleren Schwächungskoeffizient  $\mu$  aus (1.6) auf dem obigen Strahlweg der Länge  $x$  durch den Probenkörper um einen Faktor  $I/I_0 = \exp(-\mu x)$  geschwächt. Wird das Goniometer im Reflektionsmodus betrieben, beträgt die zurückgelegte Strahlweglänge im Probenkörper

$$x = \frac{t}{\cos \eta} + \frac{t}{\cos \zeta} = t(\sec \eta + \sec \zeta),$$

unter der Annahme eines vollständig parallelen Strahlenbündels, wobei  $t$  die Informationstiefe ist, mit

$$t = -\log \left( \frac{I}{I_0} \right) \frac{1}{\mu} \frac{\cos \eta \cos \zeta}{\cos \eta + \cos \zeta},$$

$\eta$  der Winkel zwischen einfallendem Strahlvektor  $k_0$  und Probennormale  $z_P$  gegeben in (2.41) und  $\zeta$  der Winkel zwischen Probennormale  $z_P$  und auslaufendem

Strahlvektor  $\mathbf{k}$  gegeben in (2.42). Wird ein paralleles Strahlbündel mit Querschnittsfläche  $F$  aus der Röntgenstrahlquelle emittiert, beträgt die Querschnittsfläche  $F'$  des Messflecks auf der Probenoberfläche

$$F' = F \frac{1}{\cos \eta}$$

und das durchstrahlte Volumen  $V$  nach dem Cavalierischen Prinzip in einer Tiefe  $t$  folglich  $V = 2tF' \propto \frac{2t}{\cos \eta}$ . Der Transmissionskoeffizient (1.7) für die Absorptionskorrektur im Reflektionsmodus ist

$$\begin{aligned} \frac{I}{I_0} &= \int_V \exp(-\mu x) dV = \int_0^{t_0} \exp(-\mu t (\sec \eta + \sec \zeta)) \frac{2dt}{\cos \eta} \\ &= \frac{2 \cos \zeta}{\cos \eta + \cos \zeta} \frac{1}{\mu} (1 - \exp(-\mu t_0 (\sec \eta + \sec \zeta))), \quad (2.45) \end{aligned}$$

für eine Tiefe  $t_0$ , mit  $t_0 = \infty$  verschwindet der Exponentialterm. Wegen der Abhängigkeit vom Einfallswinkel  $\eta$  und Ausfallswinkel  $\zeta$  zur Probennormale ist die Schwächung der Strahlintensität insbesondere von den Goniometerwinkeln  $\omega$  und  $\chi$  abhängig. Daher empfiehlt es sich, die Abtastung des reziproken Beugungsraums mit möglichst wenig unterschiedlichen Goniometerwinkeln  $\omega$  und  $\chi$  durchzuführen und hauptsächlich den Goniometerwinkel  $\varphi$  abzufahren.

### 2.5.2. Querschnittsfläche

Verlässt ein paralleles Strahlenbündel mit Querschnittsfläche  $F$  die Strahlquelle in Richtung  $\mathbf{k}_0$ , erhalten wir einen Messfleck auf der Probenoberfläche mit der Querschnittsfläche

$$F' = F \frac{1}{\cos \eta},$$

wobei  $\eta$  der Winkel zwischen Probennormale und einfallendem Strahl aus (2.41) ist. Der ausfallende Strahl in Richtung  $\mathbf{k}$  erhält die Querschnittsfläche

$$F'' = F' \cos \zeta,$$

wobei  $\zeta$  der Winkel zwischen Probennormale und ausfallendem Strahl aus (2.42) ist. Schließlich fällt der auslaufende Strahl auf die Detektionsebene mit einer Querschnittsfläche

$$F''' = F'' \frac{1}{\cos \kappa},$$

wobei  $\kappa$  der Winkel zwischen ausfallendem Strahl  $\mathbf{k}$  und Normale der Detektionsebene ist. Der Winkel  $\kappa$  entspricht

$$\cos \kappa = \frac{\mathbf{p}_D}{\|\mathbf{p}_D\|} \cdot \mathbf{y}_D, \quad (2.46)$$

mit dem Vektor des Detektionelements  $\mathbf{p}_D$  aus (2.11) bezüglich des detektorfesten Koordinatensystems  $\mathcal{K}_D$ . Bei einem parallelen Strahlbündel beträgt die Querschnittsfläche  $F'''$  auf der Detektionsebene also

$$F''' = F \frac{1}{\cos \eta} \frac{\cos \zeta}{\cos \kappa}$$

von der ursprünglichen Querschnittsfläche  $F$ , die die Strahlquelle verlassen hat.

Das Beugungsmuster nimmt unter idealen Voraussetzungen auf der Detektionsfläche die Silhouette eines Kornes in Reflexionsstellung an (vgl. Abbildung 2.7), ungeachtet stattfindender Interferenzen (dynamische Beugung) gibt die Intensitätsverteilung Aufschluss über die volumetrische Korngestalt. Dieser Effekt gibt Anlass zur Röntgen-Beugungs-kontrast-Tomographie mit angepasster Beugungsgeometrie [126, 127, 160, 161]. In der Praxis ist dieser Effekt aber kaum mit einem Allzweckdiffraktometer beobachtbar und äußert sich lediglich in einer Verbreiterung und Lageänderung des Reflexes.

Optimierung der Goniometrie zur Texturbestimmung aus  
Röntgenbeugungsbildern

Bachmann, F.

2016, XI, 209 S. 46 Abb., Softcover

ISBN: 978-3-658-14940-6