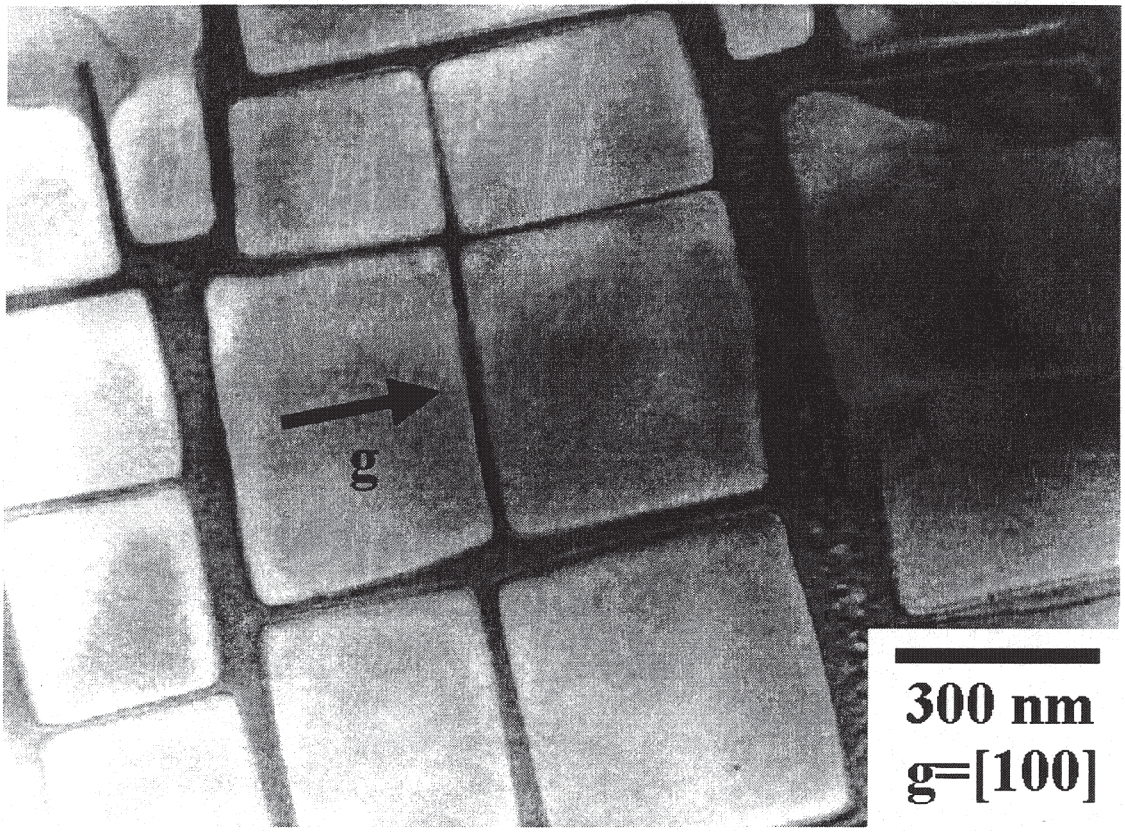
Untersuchung von Werkstoffen mit Röntgen-, Elektronen- und Neutronenstrahlen

mit einer Einführung in die Durchstrahlungselektronenmikroskopie



Prof. Dr.-Ing. G. Eggeler

Ruhr-Universität-Bochum
Fakultät für Maschinenbau
Institut für Werkstoffe
Lehrstuhl
Werkstoffwissenschaft

Version: Mai 2001

Inhaltsverzeichnis

1.	**Grundbegriffe aus der Kristallographie**		1
	1.1	Raumgitter	1
	1.2	Kristallsysteme	1
	1.3	Bravais-Gitter	1
	1.4	Richtungen und Ebenen in Kristallen	3
	1.5	Das reziproke Gitter und Vektorrechnung in der Kristallographie	6
	1.6	Kontrollfragen	8
2.	**Einige wichtige Kristallstrukturen**		9
	2.1	Tabellenwerke	9
	2.2	Kubisches Gitter	9
	2.3	Hexagonales Gitter	12
	2.4	Kristallgitter aus verschiedenen Blickrichtungen	12
	2.5	Anmerkungen zu Kristallstrukturen	13
	2.6	Kontrollfragen	14
3.	**Symmetrieoperationen**		15
	3.1	Drehachsen und Spiegelebenen eines Würfels	15
	3.2	Symmetrieoperationen in Matrizenschreibweise	17
	3.3	Vektor- und Matrizenrechnung mit Mathematika	18
	3.4	Kontrollfragen	20
4.	**Die stereographische Projektion**		21
	4.1	Kristalle und Winkel	21
	4.2	Wie entsteht eine stereographische Projektion?	22
	4.3	Standardprojektionen	23
	4.4	Die stereographische Projektion in kartesischen Koordinaten	26
	4.5	Das Wulffsche Netz	27
	4.6	Arbeiten mit dem Wulffschen Netz	28
	4.7	Kristallographie und Plastizität	30
	4.8	Orientierungsbeziehungen	31
	4.9	Kontrollfragen	34
5.	**Amorphe Festkörper**		35
	5.1	Nah- und Fernordnung	35
	5.2	Glastemperatur und Schmelzpunkt – kinetische Gesichtspunkte	36
	5.3	Kontrollfragen	
6.	**Erzeugung und Eigenschaften von Strahlung**		37
	6.1	Strahlung	37
	6.2	Dualismus Welle – Teilchen	37
	6.3	Freie Elektronen	38
	6.4	Röntgenstrahlen	42
	6.5	Neutronenstrahlung	48
	6.6	Strahlendosis und Strahlenschutz	50
	6.7	Kontrollfragen	56

7. Wellen und Elektrodynamik 57
7.1 Ausbreitung elektromagnetischer Wellen 57
7.2 Periodische Ausbreitung in Zeit und Raum 58
7.3 Wellendarstellung mit komplexen Zahlen 60
7.4 Überlagerung von Wellen 61
7.5 Intensität einer Welle 63
7.6 Kontrollfragen 64

8. Absorption und Streuung 65
8.1 Schwächung von Intensität 65
8.2 Streuung von Wellen am Spalt 67
8.3 Streuung von Röntgenstrahlen 68
8.4 Streuung von Elektronen 73
8.5 Streuung von Neutronen 82
8.6 Kontrollfragen 85

9. Beugung 86
9.1 Beugung am Doppelspalt 86
9.2 Beugung an Kristallen – wichtige Entdeckungen 87
9.3 Die Ewaldsche Konstruktion und Denken im reziproken Raum 90
9.4 Der Strukturfaktor, Auslöschungsregeln und Überstrukturreflexe 93
9.5 Die Intensität von Beugungsreflexen 98
9.6 Geometrische, kinematische und dynamische Theorie 98
9.7 Kontrollfragen 99

10. Untersuchungen mit Röntgenstrahlen 100
10.1 Vorbemerkungen und Eingrenzung 100
10.2 Das Laue-Verfahren 100
10.3 Das Debye-Scherrer Verfahren und röntgenographische Pulverdaten 108
10.4 Das Zählrohrdiffraktometer 110
10.5 Texturmessungen 112
10.6 Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten 115
10.7 Röntgenographische Spannungsmessung 119
10.8 Kontrollfragen 128

11. Grundlagen der Durchstrahlungselektronenmikroskopie 129
11.1 Historischer Rückblick und Abgrenzung 129
11.2 Strahlengang bei Bild und Beugung 130
11.3 Linsenfehler und Auflösungsvermögen 133
11.4 Entstehung von Bildkontrast bei amorphen Proben 135
11.5 Entstehung von Bildkontrast bei kristallinen Proben 138
11.6 Hell- und Dunkelfeldabbildungen 140
11.7 Umschalten von Bild und Beugung, Selektorblende 141
11.8 Kontrollfragen 142

12. Beugung im TEM – Grundgleichung und Beugungsbilder 143
12.1 Die Grundgleichung der Elektronenbeugung 143
12.2 Elektronenbeugung in feinkristallinen und amorphen Substanzen 145
12.3 Konstruktion einfacher Beugungsbilder 147
12.4 Indizieren von Beugungsbildern kubischer Kristalle 149

12.5 Allgemeiner Fall der Indizierung von Einkristall-Beugungsdiagrammen 150
12.6 Kontrollfragen 151

13. Bestimmung kristallographischer Orientierungen 152
13.1 Zuordnung von Bild und Beugungsbild, magnetische Rotation 152
13.2 Spurenanalyse 154
13.3 Entstehen von Kikuchi-Linien 156
13.4 Indizierung von Kikuchi-Linien 159
13.5 Kikuchi-Linien als Orientierungshilfen 161
13.6 Kontrollfragen 162

14. Genauere Betrachtung von Beugungsintensitäten und Bildkontrasten im Durchstrahlungselektronenmikroskop 163
14.1 Kinematische und dynamische Theorie 163
14.2 Der Abweichungsparameter s 164
14.3 Reflexintensität in Abhängigkeit vom Abweichungsparameter und von geometrischen Abmessungen 167
14.4 Die Extinktionslänge 171
14.5 Kontrollfragen 172

15. Weitere Beugungserscheinungen und Bildkontraste sowie praktisches Arbeiten am TEM 173
15.1 Weitere Beugungserscheinungen 173
15.2 Keilinterferenzen und Biegekonturen 175
15.3 Abbildung von Versetzungen 176
15.4 Bildkontraste anderer Gitterfehler 187
15.5 Stereomikroskopie 188
15.6 Kontrollfragen 192

16. Chemische Analyse im TEM 193
16.1 Schematischer Aufbau eines analytischen TEM 193
16.2 EDX-Analyse 194
16.3 EELS-Analysen 198
16.4 Kontrollfragen 200

Anhang

A Grundlagen der Vektorrechnung 201
A 1 Vektoren und Skalare 201
A 2 Addition von Vektoren 201
A 3 Subtraktion von Vektoren 202
A 4 Komponentendarstellung eines Vektors 202
A 5 Projektion eines Vektors auf einen anderen Vektor 203
A 6 Ortsvektoren 203
A 7 Rechtssystem 203
A 8 Einheitsvektoren 204
A 9 Summe und Differenz zweier Vektoren in Komponentenschreibweise 204
A 10 Multiplikation eines Vektors mit einem Skalar 205
A 11 Betrag eines Vektors 205
A 12 Skalarprodukt 206

1. Grundbegriffe aus der Kristallographie

1.1
Raumgitter

Der kristalline Aufbau von Festkörpern zeichnet sich dadurch aus, dass Atome ein Raumgitter bilden. Dieses kann vollständig durch eine einzige Elementarzelle beschrieben werden. Das Raumgitter ist aus vielen solcher Elementarzellen aufgebaut. Diese kann man durch Translationen ineinander überführen. Man spricht deshalb von Translationsgittern.

1.2
Kristallsysteme

Es gibt sieben Kristallsysteme. Diese unterscheiden sich in der Art und Weise, wie sich ihre *Gitterkonstanten* (a, b und c) und *Raumwinkel* (α, β und γ) zueinander verhalten. Tabelle 1.1 stellt die Kennzeichen der sieben Kristallsysteme zusammen.

Tabelle 1.1 Beschreibung der sieben Kristallsysteme

Kristallsystem	Gitterparameter	Winkel	Gestalt wie ein...
triklin	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90°$	in allen drei Richtungen schiefer Ziegelstein
monoklin	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90° \neq \gamma$	in nur einer Richtung schiefer Ziegelstein
rhombisch	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90°$	normaler Ziegelstein
rhomboedrisch	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$	in allen drei Richtungen gleich schiefer Würfel
hexagonal	$a = b = c \neq d$	$\alpha = 120°$, $\beta = \gamma = 90°$	Bienenwaben - Sechsecke
tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90°$	in nur einer Richtung gestreckter oder gestauchter Würfel
kubisch	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90°$	Würfel

1.3
Bravais-Gitter

Wie Bravais (1850) zeigte, lassen sich aufgrund ihrer Symmetrie 14 Typen von Translationsgittern unterscheiden, die als Bravais-Typen oder Bravais-Gitter bezeichnet werden (Abb. 1.1). Die Bravais-Gitter kann man den sieben Kristallsystemen aus Tabelle 1.1 zuordnen. Allerdings gibt es noch zusätzliche Informationen, wie *kubisch flächenzentriert* und *kubisch raumzentriert.*

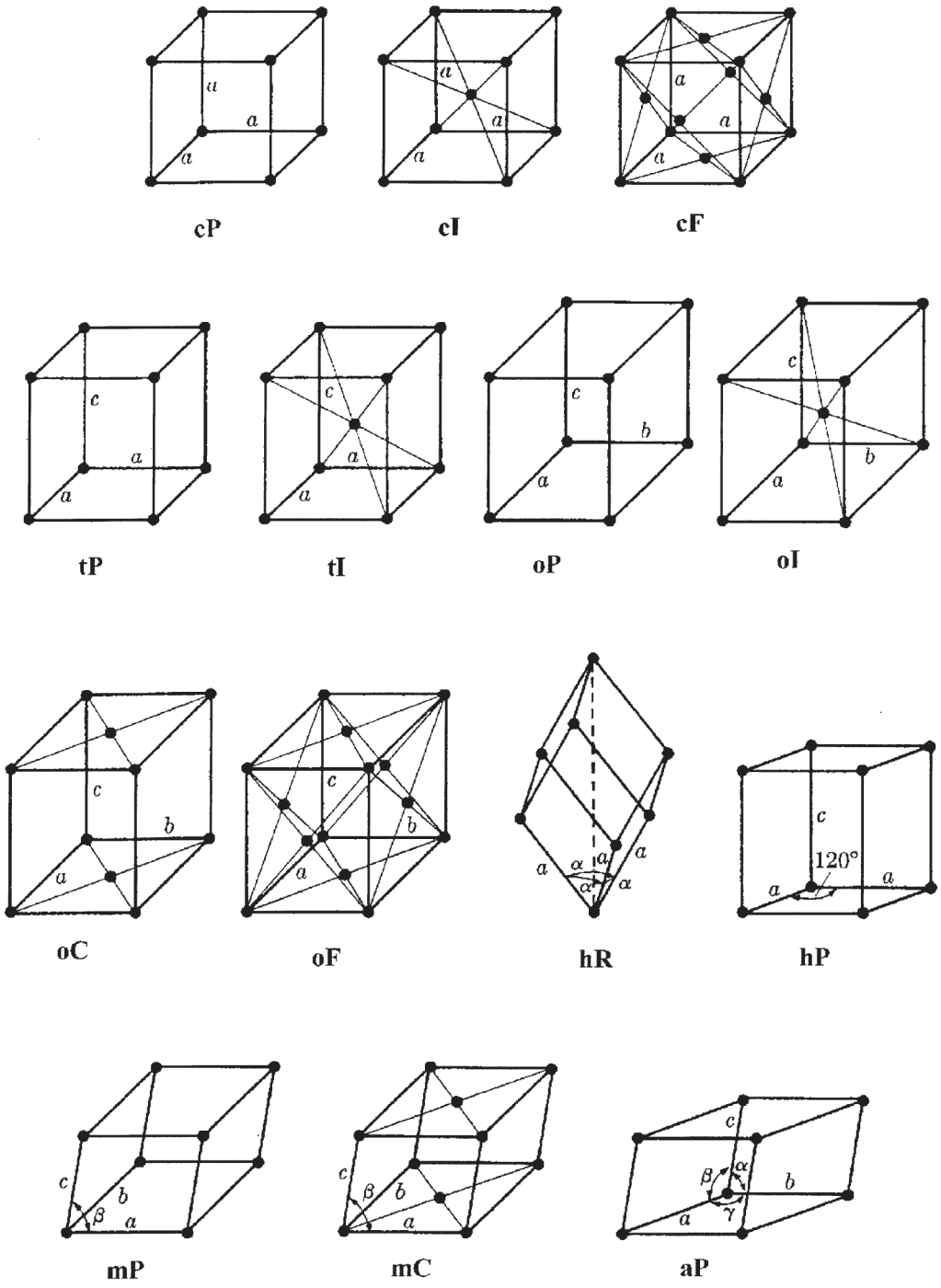


Abb. 1.1: Elementarzellen der 14 Bravais Gitter

Erläuterung der Abkürzungen in Abb. 1.1

1)	cP	kubisch primitives Gitter	8	oC	rhombisch basisflächenzentriertes Gitter
2)	cI	kubisch innenzentriertes Gitter	9)	oF	rhombisch flächenzentriertes Gitter
3)	cF	kubisch flächenzentriertes Gitter	10)	hR	hexagonal rhomboedrisches Gitter
4)	tP	tetragonal primitives Gitter	11)	hP	hexagonal primitives Gitter
5)	tI	tetragonal innenzentriertes Gitter	12)	mP	monoklin primitives Gitter
6)	oP	rhombisch primitives Gitter	13)	mC	monoklin basisflächenzentriertes Gitter
7)	oI	rhombisch innenzentriertes Gitter	14)	aP	triklin primitives Gitter

Der Gittertyp hR hat eine Elementarzelle mit einer speziellen Zentrierung durch zwei zusätzliche Gitterpunkte im Inneren und wird als rhomboedrisch (symbolisiert mit R) bezeichnet, weil sich für dieses Gitter auch eine einfache (primitive) rhomboederförmige Elementarzelle angeben lässt.

1.4
Richtungen und Ebenen in Kristallen

Gittergeraden (durch Gitterpunkte):

Wir betrachten eine Gerade, auf der die Punkte O, P und P' eines Kristallgitters liegen, (Abb. 1.2).

u, v, w seien Parallelkoordinaten des Punktes P in Bezug auf das Koordinatensystem mit den metrischen Parametern **a**, **b**, **c** und α, β und γ. Wir drücken zunächst OA, OB und OC durch **a**, **b** und **c** aus:

$$\begin{aligned} OA &= m \cdot \mathbf{a} \\ OB &= n \cdot \mathbf{b} \\ OC &= p \cdot \mathbf{c} \end{aligned} \qquad \textbf{(1.1)}$$

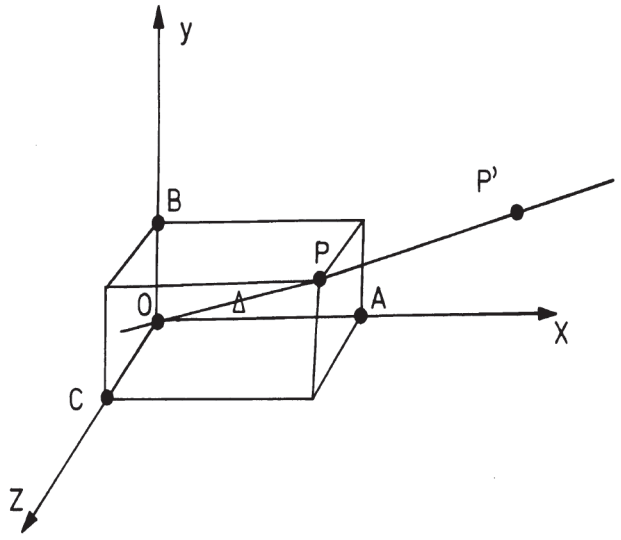


Abb. 1.2: Gerade im Kristallgitter

Ebenso können wir die Raumlage des Punktes P' durch OA' und OB' und OC' festlegen:

$$\begin{aligned} OA' &= m' \cdot \mathbf{a} \\ OB' &= n' \cdot \mathbf{b} \\ OC' &= p' \cdot \mathbf{c} \end{aligned} \qquad \textbf{(1.2)}$$

m, n und p sind kleine ganze Zahlen (Achsenabschnitte). Zwischen m, n, p und m', n', p' besteht folgende Beziehung:

$$m : m' = n : n' = p : p' \qquad \text{und} \qquad m : n : p = m' : n' : p' \qquad \textbf{(1.3)}$$

Eine Gittergerade lässt sich durch einen Tripel m, n, p beschreiben (steht repräsentativ für alle anderen denkbaren Tripel).

Parallele Gitterebenen (in denen Gitterpunkte liegen):

Wir betrachten die parallelen Gitterebenen A, B, C und A', B', C' (Abb. 1.3).

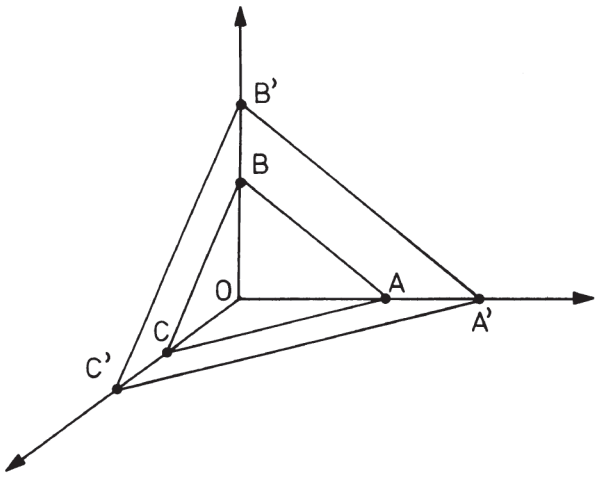


Abb. 1.3: Zwei parallele Gitterebenen

Es gilt:

$$OA : OA' = OB : OB' = OC : OC' \qquad \textbf{(1.4)}$$

Das Verhältnis der Achsenabschnitte ist für parallele Gitterebenen gleich.

Richtungskosinus, Achsenabschnitte und Millersche Indizes:

Es soll nun eine Gitterebene durch ihre Ebenennormale beschrieben werden, s. Abb. 1.4. Die Ebene schneidet die Achsen in den Gitterpunkten A, B und C. Die Ebenennormale durchstößt die Ebene in Punkt P. Die Normale bildet mit den Achsen x, y und z die Winkel φ_A, φ_B und φ_C.

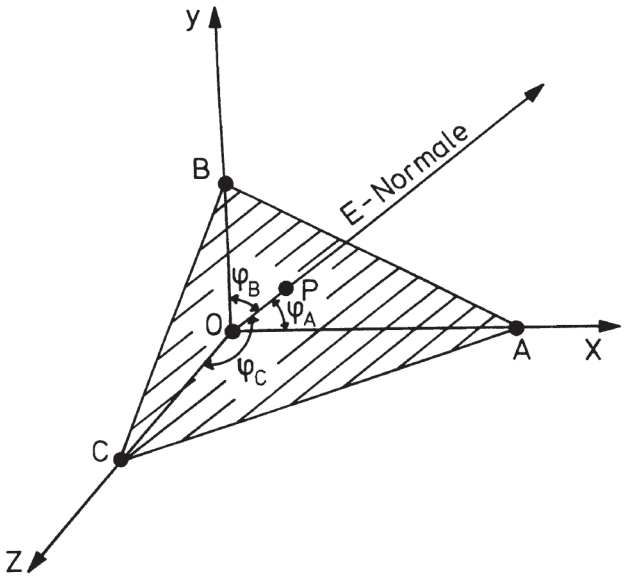


Abb. 1.4: Zur Ableitung der Beziehung zwischen Richtungskosinus einer Ebenennormalen und den Achsenabschnitten

Es gilt nun:

$$\cos\varphi_A = OP : OA$$
$$\cos\varphi_B = OP : OB \qquad \textbf{(1.5)}$$
$$\cos\varphi_C = OP : OC$$

oder (mit (1.1)):

$$\cos\varphi_A : \cos\varphi_B : \cos\varphi_C = \frac{1}{m \cdot a} : \frac{1}{n \cdot b} : \frac{1}{p \cdot c} \qquad \textbf{(1.6)}$$

Die Richtungskosinuswerte, welche die Ebene eindeutig beschreiben, verhalten sich wie die Kehrwerte der Achsenabschnitte, in denen die Gitterebene die Koordinatenachsen schneidet!

m, n und p sind kleine ganze Zahlen. Im Prinzip könnte man Ebenen mit m, n und p beschreiben. Dies hat zwei Nachteile:

1. Die Koeffizienten in der Achsenabschnittsgleichung 1.7 sind Brüche.
2. Wenn z.B. die x-Achse nicht geschnitten wird, ist $m = \infty$.

Deshalb:

Einführung der Millerschen Indizes

$$h : k : l = \frac{1}{m} : \frac{1}{n} : \frac{1}{p} \qquad \textbf{(1.7)}$$

Aus einem gegebenen Satz m, n und p bestimmt man über Gleichung (1.8) durch Erweitern (man will auch für h, k und l kleine ganze Zahlen!) die Millerschen Indizes.

Beispiel (Abb. 1.5):
Ebene, die die Achse bei m = 2, n = 3 und p = 4 schneidet.

$$h : k : l = \frac{1}{2} : \frac{1}{3} : \frac{1}{4} = 6 : 4 : 3 \qquad \textbf{(1.8)}$$

Die Millerschen Indizes h, k und l beschreiben die Richtung der Ebenennormalen.

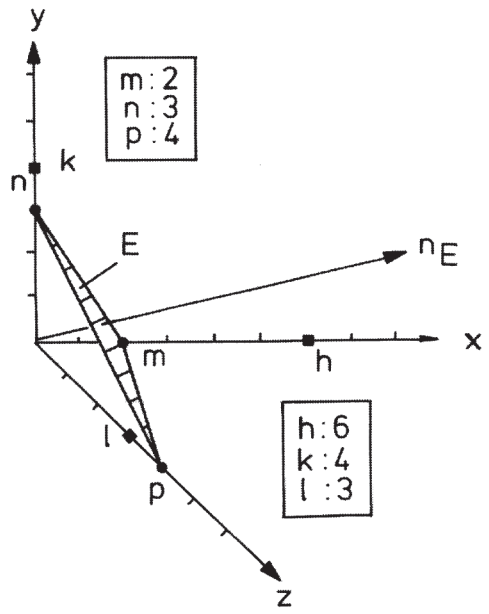


Abb. 1.5: Ebene mit bekannten Achsenabschnitten, zu der Millersche Indizes bestimmt werden sollen

Beschreibung von Richtungen und Ebenen:

Richtungen im Kristallgitter beschreibt man durch eckige Klammern:

[111]: die [111]-Richtung (Es gibt nur eine!)
<111>: eine Richtung vom Typ <111> (Davon gibt es mehrere!)

Ebenen im Kristallgitter beschreibt man durch runde Klammern:

(111): die (111)-Ebene (Es gibt nur eine!)
{111}: eine Ebene vom Typ {111} (Davon gibt es mehrere!)

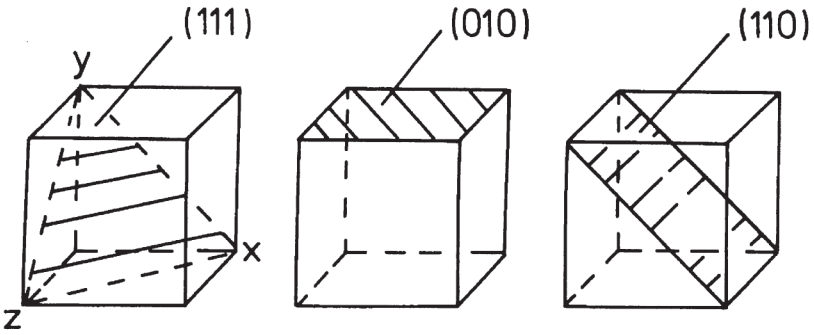


Abb. 1.6 zeigt {111}-, {010}-, und {110}-Ebenen im kubischen System

Im hexagonalen System wird die Indizierung der Ebene häufig in abgewandelter Form vorgenommen. Abb. 1.7 zeigt ein übliches hexagonales Koordinatensystem.

In der Basisebene (0001) herrscht eine 120°-Symmetrie. Es existieren drei gleichwertige Achsen a, b und c. Man bezieht das hexagonale System auf vier Achsen $a = b = c \neq d$ und verwendet für die Netzebenen meist viergliedrige Indizes (h, k, i, l). h, k und l erhält man auf „normalem" Weg. Der dritte Index i ergibt sich zu:

$$i = -(h + k) \qquad \textbf{(1.9)}$$

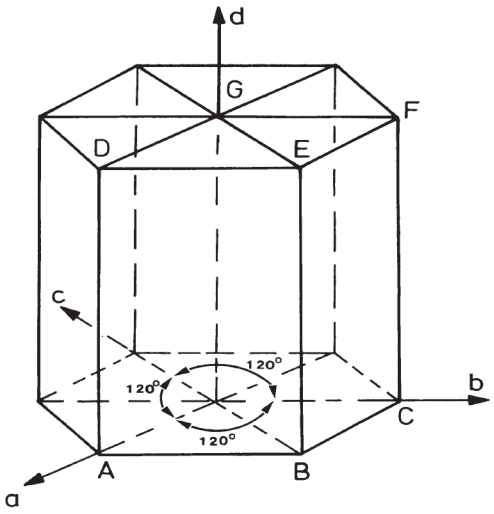


Abb. 1.7: Hexagonales Koordinatensystem

Beispiel: *Ebene ACFD in Abb. 1.7 ist senkrecht zu c.*
Man erhält die Achsenabschnitte $a = 1,\ b = 1,\ c = -1/2$.
Also: $(11\bar{2}0)$
Die $[11\bar{2}0]$*-Richtung steht wie üblich senkrecht auf der* $(11\bar{2}0)$*-Ebene.*

Tabelle 1.2 Beispielindizierungen im hexagonalen System aus Abb. 1.7

Ebene	DEFG	ABED	ACFD	ABG	ACG
Indizierung	(0001)	$(10\bar{1}0)$	$(11\bar{2}0)$	$(10\bar{1}1)$	$(11\bar{2}1)$

1.5 Das reziproke Gitter und Vektorrechnung in der Kristallographie

Es ist üblich, eine Ebenenschar durch den sog. **g**-Vektor („**g**") zu kennzeichnen. Die Menge aller **g**-Vektoren (für alle Netzebenenscharen eines gegebenen Kristallgitters) bildet das sog. reziproke Gitter. Dieser Begriff ist zunächst verwirrend, später jedoch (spätestens, wenn man sich mit Beugung an Kristallen beschäftigt) hilfreich und unverzichtbar. Ein **g**-Vektor, der zur Ebenenschar (h, k, l) gehört, hat folgende Eigenschaften:

(1) $\mathbf{g} \perp$ Netzebenenschar (2) $|\mathbf{g}| \sim \frac{1}{d_{hkl}}$ **(1.10)**

Wir stellen uns das aus Gitteratomen aufgebaute reale Gitter mit den Netzebenen (hkl) und den Netzebenenabständen d_{hkl} im Ursprung eines Koordinatensystems vor. Diesem realen Gitter wird nun ein System von Punkten – das reziproke Gitter – zugeordnet. Jeder Netzebenenschar wird ein gleichfalls mit *hkl* bezeichneter Vektor zugeordnet, dessen Abstand zum Ursprung des Koordinatensystems $1/d_{hkl}$ ist und der die Normale der zugehörigen Netzebenenschar (hkl) beschreibt. Der Gesamtheit aller Punkte des reziproken Gitters entspricht die Gesamtheit aller Netzebenen des Realgitters.

Formal gilt:

r beschreibt die Lage des Atoms im wirklichen Gitter: $\mathbf{r} = u \cdot \mathbf{a} + v \cdot \mathbf{b} + w \cdot \mathbf{c}$ **(1.11)**

a, **b**, **c** - Einheitsvektoren der Elementarzellen u, v, w - Achsenabschnitte

Für den **g**-Vektor des reziproken Gitters gilt mit den Millerschen Indizes h, k und l:

$\mathbf{g} = h \cdot \mathbf{a}^* + k \cdot \mathbf{b}^* + l \cdot \mathbf{c}^*$ **(1.12)**

Dabei steht im kubischen System **a*** senkrecht auf **b** und **c.** **a*** ist parallel zu **a**, und das Skalarprodukt von **a*** und **a** ergibt eins. Entsprechendes gilt für **b*** und **c***.

Vektorrechnung

In der Kristallographie kommt man *nicht* ohne die Grundlagen der Vektorrechnung (Skalarprodukt, Vektorprodukt, Winkel zwischen Vektoren im Raum) aus. Diese wurden in den Grundvorlesungen der Mathematik vermittelt. Die Grundlagen der Vektorrechnung sind im Anhang A dieses Skriptums zusammengestellt und werden hier vorausgesetzt.

Für die Kristallographie ergibt sich aus den Rechenregeln der Vektorrechnung und aus der Definition von **r** und **g**:

(i) Ebene **g** (h, k, l) enthält Richtung **r** (u, v, w), wenn:

$\mathbf{g} \cdot \mathbf{r} = h \cdot u + k \cdot v + l \cdot w = 0$ **(1.13)**

(ii) Richtungen $\mathbf{r_1}$ $[u_1, v_1, w_1]$ und $\mathbf{r_2}$ $[u_2, v_2, w_2]$ liegen in Ebenen **g** (h, k, l), wenn:

$\mathbf{g} = \mathbf{r_1} \times \mathbf{r_2}$ **(1.14)**

also, wenn:

$h : k : l = (v_1 \cdot w_2 - v_2 \cdot w_1) : (w_1 \cdot u_2 - w_2 \cdot u_1) : (u_1 \cdot v_2 - u_2 \cdot v_1)$ **(1.15)**

(iii) Zwei Ebenen $\mathbf{g_1}$ und $\mathbf{g_2}$ schneiden sich in **r**:

$\mathbf{r} = \mathbf{g_1} \times \mathbf{g_2}$ **(1.16)**

(iv) Der Winkel α zwischen den Ebenen $\mathbf{g_1}$ und $\mathbf{g_2}$ ergibt sich im kubischen System als

$$\cos\alpha = \frac{h_1 \cdot h_2 + k_1 \cdot k_2 + l_1 \cdot l_2}{\sqrt{\left(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2\right) \cdot \left(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2\right)}} \qquad \textbf{(1.17)}$$

(v) Für den Abstand d_{hkl} zweier Netzebenen im kubischen Kristallsystem der Gitterkonstanten a_0:

$$d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \qquad \textbf{(1.18)}$$

Wir leiten diese Beziehungen für das kubische System ab (Übung!). Für andere Systeme erhält man ähnliche Beziehungen, die auch einfach abgeleitet werden können.

1.6 Kontrollfragen

1. Was versteht man unter einem Translationsgitter?
2. Was ist eine Elementarzelle?
3. Nennen Sie die 7 Kristallsysteme.
4. Was versteht man unter einem Bravais-Gitter?
5. Wie viele Bravais-Gitter gibt es?
6. Beherrschen der Bezeichnung von Richtungen und Ebenen in Kristallen!
7. Wie konstruiert man aus einem realen ein reziprokes Gitter?
8. Was passiert mit dem reziproken Gitter, wenn man das reale Gitter dreht?

   Die Aufgaben 9 bis 12 beziehen sich auf das kubische Kristallsystem:

9. Liegt die Richtung [100] in der Ebene (100)?
   Liegt die Richtung [110] in der Ebene (022)?
10. Welche Ebene wird durch die beiden Richtungen [001] und [010] festgelegt?
11. Wo schneiden sich die beiden Ebenen (001) und (010)?
    Wo schneiden sich die beiden Ebenen (011) und (010)?
12. Wie groß ist der Winkel zwischen den beiden Ebenen (010) und (001)?
    Wie groß ist der Winkel zwischen den beiden Ebenen (100) und (011)?

9. Beugung

9.1
Beugung am Doppelspalt

Wir wollen nun einen einfachen **Beugungsvorgang** diskutieren, bei dem unsere Welle auf 2 Spalten mit Abstand g zuläuft, s. Abb. 9.1.

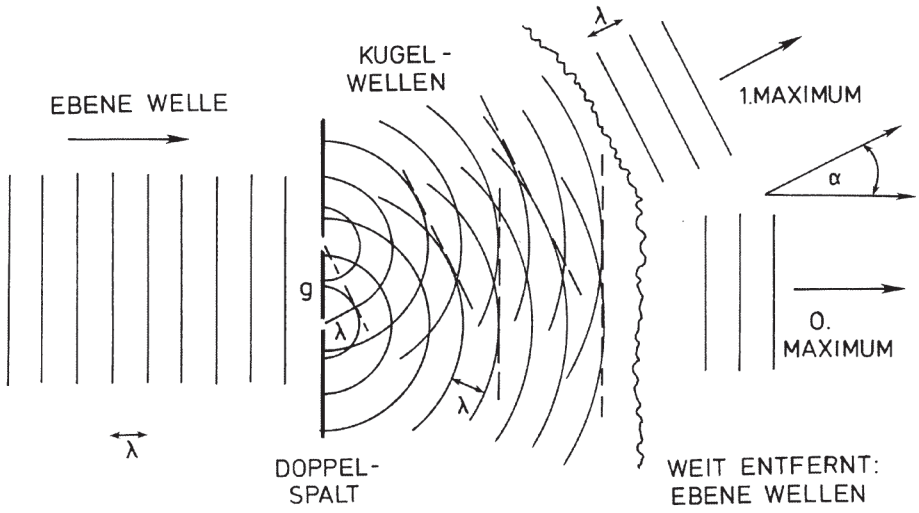


Abb. 9.1: Beugung am Doppelspalt

Beide Spalten senden kugelförmige Sekundärwellen aus. Diese verstärken sich (im Sinne von Abb. 7.6 a, wenn ihr Gangunterschied gleich der Wellenlänge ist. Wir sehen anhand der Abb. 9.1, dass wir in Richtung des Primärstrahls die höchsten Intensitäten beobachten; dies ist an sich nichts überraschendes und wir bezeichnen die hohen Intensitäten in dieser Richtung als 0. Maximum. Aber auch in Richtung des Winkels α beobachten wir hohe Intensitäten; wir sprechen hier vom 1. Maximum, dessen Entstehung auf die Überlagerung gestreuter Wellen zurückzuführen ist. Aus Abb. 9.1 leiten wir einfach die Beziehung ab:

$$\sin\alpha = \frac{\lambda}{g} \qquad \textbf{(9.1)}$$

Die Überlagerung zweier Streuvorgänge hat zu einer Beugung geführt. Die einfallende Welle wird zu einem merklichen Anteil um den Winkel α abgebeugt.

An dieser Stelle ist es zweckmäßig, die Überlegungen von Ernst Abbe zum Auflösungsvermögen von Mikroskopen nachzuvollziehen. Dazu stellen wir uns den Doppelspalt aus Abb. 9.1 als Objekt vor, das wir mit einem Mikroskop betrachten wollen. Käme nun nur das 0. Maximum im Objektiv unseres Mikroskops an, würde man das gleiche Ergebnis wie für den Einfachspalt aus Abb. 8.2, erhalten. Erst wenn mindestens das 1. Maximum auch in das Objektiv gelangt, ergeben sich Unterschiede. Das sind in aller Kürze die Grundüberlegungen zum Auflösungsvermögen von Mikroskopen. Wir veranschaulichen dies noch einmal anhand von Abb. 9.2.

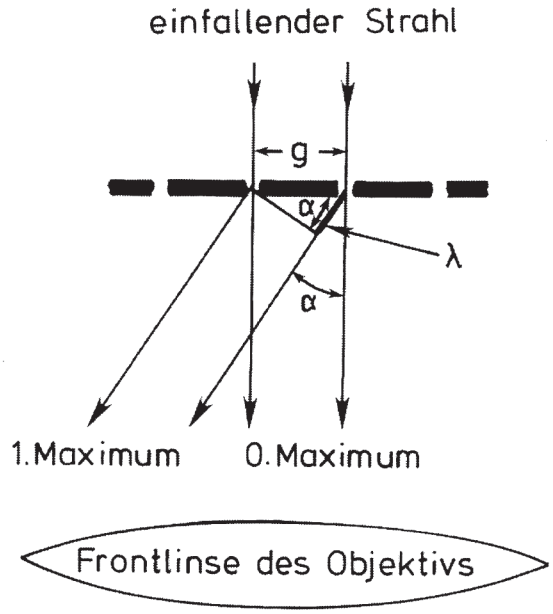


Abb. 9.2: Zum Auflösungsvermögen von Mikroskopen

Damit hängt das Auflösungsvermögen g von Mikroskopen nach

$$g = \frac{0{,}6 \cdot \lambda}{\sin \alpha} \qquad \textbf{(9.2)}$$

von der Wellenlänge der verwendeten Strahlung ab (der Faktor 0,6 ergibt sich aus einer besseren theoretischen Betrachtung).

Abschließend halten wir noch einmal fest, dass Beugung eine Erscheinung ist, die auf eine Überlagerung von Wellen zurückzuführen ist. Um Beugung zu beobachten, braucht man mehr als ein Streuzentrum.

9.2
Beugung an Kristallen – wichtige Entdeckungen

Die **Laue-Gleichungen**: 1912 beobachteten Laue, Friedrich und Knipping an einem Kupfersulfatkristall (der, wie man berichtet, zufällig im Labor zur Hand war und den sie mit Röntgenwellen bestrahlten) Beugungserscheinungen. Damit waren zwei Dinge bewiesen, nämlich einmal der kristalline Aufbau der Materie und zum anderen die Wellennatur der Röntgenstrahlung. Max von Laue (1879-1960) war ein Schüler von Max Planck, der 1909 zur Arbeitsgruppe Theoretische Physik von Prof. Sommerfeld an der Universität München stieß. Er führte die Arbeit von 1912, für deren theoretische Analyse er 1914 den Nobel Preis erhielt, gemeinsam mit Walter Friedrich (einem Assistenten von Prof. Sommerfeld) und Paul Knipping (einem Doktoranden von Prof. Röntgen, der gerade seine Arbeit abgeschlossen hatte) durch. Laues Interpretation der Ergebnisse ging davon aus, dass sich der Kristall wie ein dreidimensionales Streugitter verhält.

Um das zu verstehen, betrachten wir zunächst die Beugung an einem eindimensionalen Gitter in Form von punktförmigen Streuzentren (Abstand: a), Abb. 9.3.

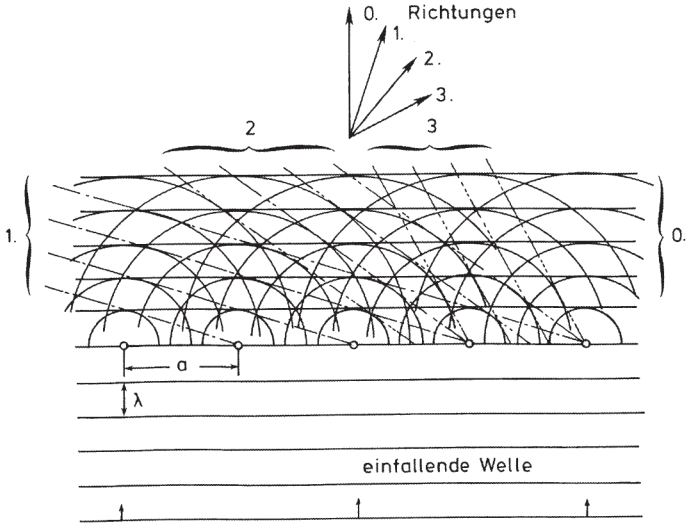


Abb. 9.3: Beugung einer ebenen Welle an einem eindimensionalen Gitter

Trifft eine ebene Welle auf das Gitter, wird jeder Gitterpunkt zum Ausgangspunkt einer Kugelwelle. Die gestreuten Wellen überlagern sich und löschen sich im allgemeinen aus. Nur entlang der gemeinsamen Tangenten an die Kugelwellen schwingen alle Wellen in Phase; in diesen Richtungen vereinigen sie sich zu einer abgebeugten Welle, mit der gleichen Wellenlänge. Wir machen uns klar, dass dieses Verhalten im dreidimensionalen Fall (d.h. Beugung an einer Punktfläche) Beugungskegel erzeugt: Die resultierenden Wellenfronten breiten sich auf Kegelmänteln aus. Hier ist eigentlich nichts anders als in Abschnitt 9.1, außer, dass wir uns bereits explizit einen Kristall vorstellen (konstruktive Interferenz).

Wir vereinfachen die Situation, indem wir nur unsere Punktreihe sowie die eintreffende und gebeugte Strahlrichtung betrachten, s. Abb. 9.4.

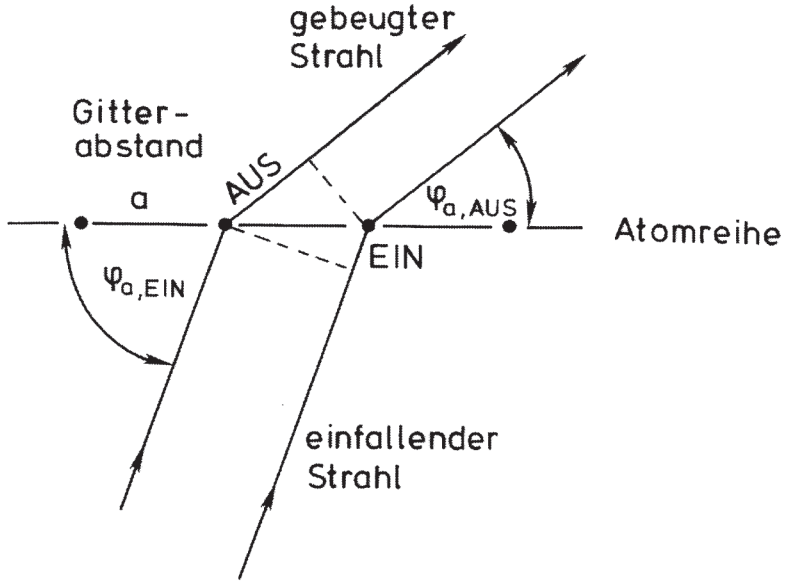


Abb. 9.4: Strahlrichtungen bei der Beugung einer ebenen Welle an einer Punktreihe

Wir können den Gangunterschied zwischen einfallendem und gebeugtem Strahl (AUS – EIN) mit den Eintreff- und Austrittswinkeln (φ_{EIN}, φ_{AUS}) in Beziehung setzen:

$$AUS - EIN = a \cdot \cos\varphi_{a,AUS} - a \cdot \cos\varphi_{a,EIN} = a\,(\cos\varphi_{a,AUS} - \cos\varphi_{a,EIN}) = \lambda \qquad \textbf{(9.3)}$$

Analog lautet die Bedingung für die abgebeugte Welle 2. Ordnung:

$$a\,(\cos\varphi_{a,AUS} - \cos\varphi_{a;EIN}) = 2 \cdot \lambda \qquad \textbf{(9.4)}$$

Und allgemein muss eine abgebeugte Welle die Bedingung

$$a\,(\cos\varphi_{a,AUS} - \cos\varphi_{a;EIN}) = n \cdot \lambda \qquad \textbf{(9.5)}$$

erfüllen, wobei n eine ganze Zahl ist.

Für das dreidimensionale Gitter stellt jede Schar von Gittergeraden eine analoge Bedingung für die Beugung. Wir nehmen an, wir haben ein Gitter mit den Basisvektoren **a**, **b** und **c**. Dann müssen folgende Gleichungen simultan erfüllt sein:

$$\begin{aligned} \mathbf{a}\,(\cos\varphi_{a,AUS} - \cos\varphi_{a,EIN}) &= h \cdot \lambda \\ \mathbf{b}\,(\cos\varphi_{b,AUS} - \cos\varphi_{b,EIN}) &= k \cdot \lambda \\ \mathbf{c}\,(\cos\varphi_{c,AUS} - \cos\varphi_{c,EIN}) &= l \cdot \lambda \end{aligned} \qquad \textbf{(9.6)}$$

Die Gleichungen für alle übrigen Gittergeraden können wir aus Linearkombinationen dieser drei Laue-Gleichungen zusammensetzen.

Wir machen uns anhand der stereographischen Projektion von Abb. 9.5 klar, dass diese drei Gleichungen nur in besonderen Fällen simultan erfüllt sind.

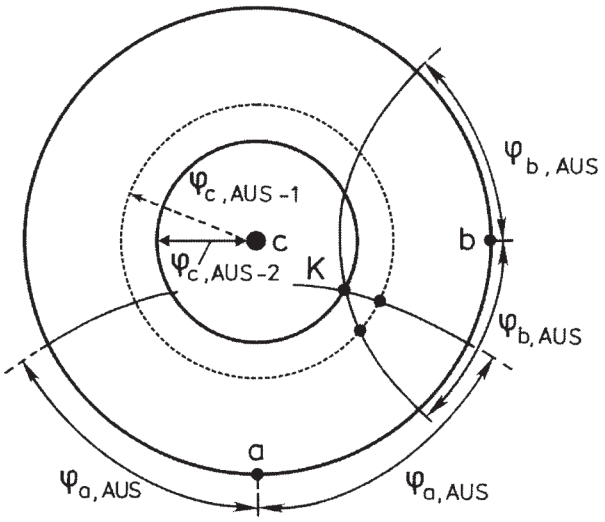


Abb. 9.5: Schematische stereographische Darstellung der Laue-Bedingung für Beugung an einem kubischen Gitter

Jede einzelne Bedingung aus Gleichung 9.6 stellt sich in Abb. 9.5 als Strahlenkegel dar, der sich in Richtung seines Basisvektors öffnet. Zwei Strahlenkegel haben im allgemeinen nur zwei Strahlen in Richtung ihrer Schnittlinien gemeinsam. In Abb. 9.5 haben z.B. die Strahlenkegel um die Basisvektoren **a** und **b** einen gemeinsamen Strahl in Richtung **K** (zweite Schnittrichtung liegt außerhalb des Stereogramms). Ein Strahlenkegel um den Basisvektor **c** (gestrichelter Kreis) enthält die Richtung **K** im allgemeinen nicht, sondern nur dann, wenn bestimmte Beziehungen zwischen den Gittervektoren, Richtungen der Primärstrahlen und der Wellenlänge λ eingehalten werden. Das waren die Überlegungen von Max von Laue.

Die Braggsche Gleichung: Die Arbeiten von Laue stellten in der Physik einen Durchbruch dar. Es war jedoch gar nicht so einfach, sie nachzuvollziehen. Und es ist mühselig, mit einem Ensemble punktförmiger Oszillatoren im dreidimensionalen Raum umzugehen. Wir benötigen 6 Winkel, drei Gitterkonstanten und drei natürliche Zahlen. Deshalb wurde die Bragg Gleichung (die eine zu den Laue-Gleichungen gleichwertige Beziehung darstellt) wesentlich populärer, als der Ansatz von Laue, auch wenn Vater und Sohn Bragg erst durch die Arbeiten von Laue von der Wellennatur der Röntgenstrahlung überzeugt wurden.

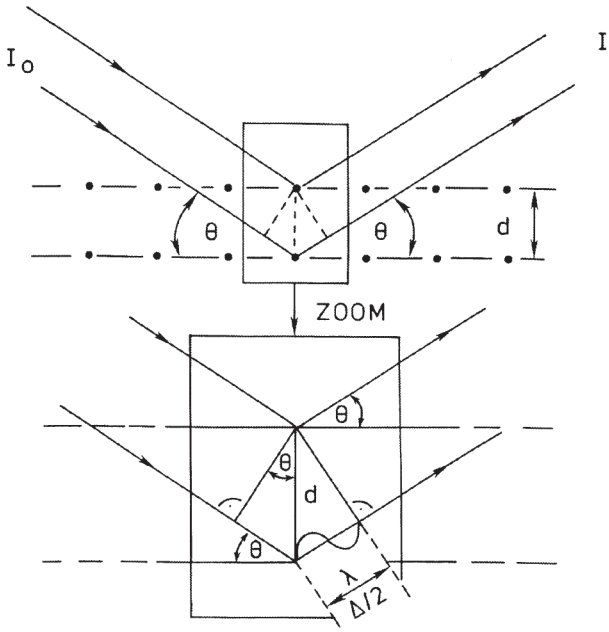


Abb. 9.6: Schematische Darstellung zur Ableitung der Braggschen Gleichung

Abb. 9.6 zeigt einen auf eine parallele Netzebenenschar (mit Netzebenenabstand d) auftreffenden Röntgenstrahl. Die Braggsche Gleichung sagt nun aus, dass es nur dann zu einem Interferenzmaximum (also zur Beugung des Röntgenstrahls am Kristallgitter) kommt, wenn der Gangunterschied zwischen zwei parallelen Netzebenen ein Vielfaches der Wellenlänge λ ist.

Aus den geometrischen Zusammenhängen ergibt sich:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \qquad \textbf{(9.7)}$$

mit n-Ordnung der Interferenz, λ - Wellenlänge der Strahlung, d – Netzebenenabstand und θ – Glanzwinkel. Man sieht sofort, dass es möglich ist, bei bekannter Wellenlänge λ und gemessenem Beugungswinkel θ, die Gitterkonstante eines Kristalls zu bestimmen. Auch wir werden im Folgenden nur noch mit der Braggschen Gleichung zu tun haben, die auch für Elektronen (theoretisch: Louis de Broglie 1925, erste Beugungsexperimente: Davisson und Germer 1927, Thompson und Reid 1927) und Neutronen (theoretisch: Elsasser 1936, experimentell: von Halbau und Preiswerk 1936, Mitchell und Powers 1936) gilt.

9.3
Die Ewaldsche Konstruktion und Denken im reziproken Raum

Wie Max von Laue, erhielten auch Vater und Sohn Bragg für ihre Arbeiten den Nobel-Preis. Keinen Nobel-Preis erhielt Peter Paul Ewald, obwohl seine Doktorarbeit, die er im Januar 1912 mit Laue diskutiert hatte, eine Idee veröffentlichte, auf deren Grundlage heute Beugungsexperimente diskutiert werden. Wir wollen die auf Ewald zurückgehende Konstruktion anhand von Abb. 9.7 genauer betrachten.

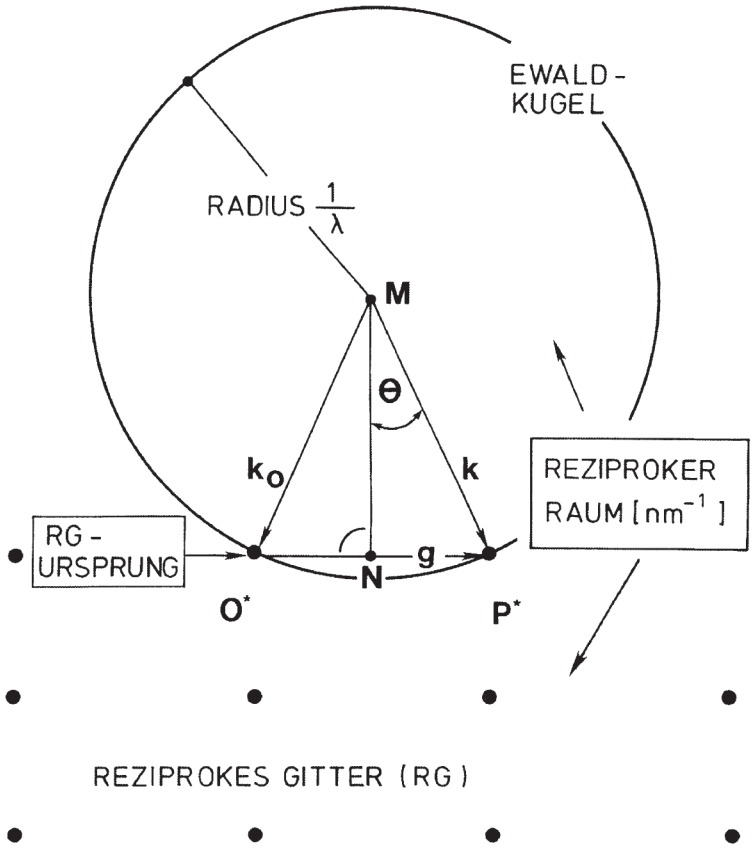


Abb. 9.7: Die Ewaldsche Konstruktion

Bei der Ewaldschen Konstruktion zeichnen wir zunächst einen Wellenvektor $\mathbf{k}_0$. Dieser soll die auf einen Kristall eintreffende Röntgenstrahlung repräsentieren. $\mathbf{k}_0$ hat die Richtung des Primärstrahls. Der Betrag von $\mathbf{k}_0$ ist gleich $|\mathbf{k}_0| = \frac{1}{\lambda}$ und entspricht die reziproke Wellenlänge unserer Röntgenstrahlung. An den Endpunkt des Ortsvektors $\mathbf{k}_0$ legen wir den Ursprung O* des reziproken Gitters, das wir bereits in Kapitel 1.5 eingeführt hatten. Um den Ausgangspunkt M von $\mathbf{k}_0$ zeichnen wir einen Kreis mit dem Radius $1/\lambda$; dies liefert die Ewaldkugel. P_{hkl}* ist irgendein weiterer Punkt des reziproken Gitters, zu dem die Vektoren $\mathbf{k} = MP^*$ (vom Mittelpunkt der Ewaldkugel aus) und $\mathbf{g} = O^*P^*$ (vom Ursprung des reziproken Gitters aus) führen. Dabei ist bekanntlich $|\mathbf{g}| = \frac{1}{d_{hkl}}$.

Wir betrachten hier den Fall, dass unser reziproker Gitterpunkt genau auf der Ewaldkugel liegt. Den Punkt N erhalten wir durch Halbieren der Strecke O*P*. Die Längen der Strecken O*N und NP* sind gleich; beide sind $\frac{1}{2 \cdot d_{hkl}}$. Für den Winkel $\measuredangle$ NMP* gilt:

$$\sin \measuredangle \text{NMP}^* = \frac{NP^*}{MP^*} = \frac{(1/(2 \cdot d_{hkl}))}{(1/\lambda)} = \frac{\lambda}{2 \cdot d_{hkl}} \qquad \textbf{(9.8)}$$

Wenn wir nun den Winkel $\measuredangle$ NMP* gleich dem Bragg-Winkel θ setzen, steht in Gleichung 9.8 die Braggsche Gleichung. Aus Abb. 9.7 ergibt sich auch:

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g} \qquad \textbf{(9.9)}$$

Dies ist eine Vektorform der Beugungsbedingung, die der Braggschen Gleichung bzw. den Laue-Gleichungen gleichwertig ist. Wenn wir diese Konstruktion einmal verdaut haben, können wir verallgemeinern:

Ein Kristall hat für uns zwei Gitter, ein reales und ein reziprokes. Im reziproken Gitter werden Netzebenenscharen (hkl) durch Punkte abgebildet. Ein solcher Punkt hat den Abstand $1/d_{hkl}$ vom Ursprung O* des reziproken Gitters. Das reziproke Gitter ist durch einfache Vektorbeziehungen definiert, die wir bereits kennen gelernt hatten. Wir brauchen es, wenn wir wissen wollen, ob es bei der Wechselwirkung von Strahlung (Röntgenstrahlen, Elektronen, Neutronen) mit einem Kristallgitter zur Beugung kommt. Trifft eine Strahlung der Wellenlänge λ auf ein Kristallgitter, repräsentieren wir sie durch einen Wellenvektor $\mathbf{k}_0$ mit dem Betrag $|\mathbf{k}_0| = 1/\lambda$. Um den Anfangspunkt von $\mathbf{k}_0$ zeichnen wir mit dem Radius $1/\lambda$ die Ewaldkugel, so dass die Oberfläche der Ewaldkugel den Ursprung des reziproken Gitters enthält. Liegt nun ein weiterer Punkt des reziproken Gitters auf der Ewaldkugel, erfolgt Beugung. Liegt kein weiterer Punkt des reziproken Gitters auf der Ewaldkugel, wird der einfallende Strahl nicht gebeugt. Wenn sich eine experimentelle Bedingung durch die Ewaldsche Konstruktion beschreiben lässt, ist die Braggsche Gleichung erfüllt!

Wir stellen uns die reziproken Gitterpunkte zunächst als mathematische (0-dimensionale) Punkte vor. Dann ist die Wahrscheinlichkeit, dass ein weiterer reziproker Gitterpunkt auf der Ewaldkugel liegt, klein. Will man im Experiment für diesen Fall Beugung erzeugen, gibt es im Prinzip drei Möglichkeiten:

(1) Man hält einen Einkristall (d.h. sein Gitter und sein reziprokes Gitter) ortsfest und bietet weißes Röntgenlicht (Bremsstrahlung) an, viele Wellenlängen λ und somit auch viele Ewaldkugelradien $1/\lambda$. Jede Netzebenenschar (bzw. jeder reziproke Gitterpunkt) sucht sich dann seine Wellenlänge (bzw. seine jeweilige Ewaldkugel) und für jede Netzebenenschar erhält man einen abgebeugten Strahl.

(2) Wir benutzen einen großen Einkristall und arbeiten mit monochromatischer Strahlung. Hiermit fixiert man den Radius der Ewaldkugel. Anschließend wird der Einkristall bewegt. Damit bringt man nach und nach reziproke Gitterpunkte auf die Oberfläche der Ewaldkugel und erzielt so Beugung.

(3) Wir haben einen Vielkristall oder ein Pulver mit einer Vielzahl winziger Kristalline und arbeiten mit monochromatischer Strahlung, d.h. festem Ewaldkugelradius. Die Strahlung sucht sich dann aus dem Angebot solche Kristallite aus, die auf der Ewaldkugel liegend reziproke Gitterpunkte haben. Dieser Teil der Kristallite kann die Röntgenstrahlung beugen.

Zum Abschluss dieses Abschnittes formen wir die Braggsche Gleichung noch um:

$$\frac{1}{d} = \frac{2}{n} \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda} \qquad \textbf{(9.10)}$$

Wir verstehen jetzt, warum die Atomformfaktoren (f_x in Abb. 8.6, f_e in Abb. 8.13 und $< f_x, f_e$ und b> in Abb. 8.19 als Funktion von $\frac{\sin\theta}{\lambda}$ aufgetragen sind. Wir bewegen uns mit größer werdenden Abzissenwerten im reziproken Gitter von dessen Ursprung weg, d.h. zu größeren reziproken Längen. Reziproker Raum (Einheit: Länge^{-1}) und realer Raum (Einheit: Länge) sind miteinander verbunden; wir müssen die beiden Räume unterschiedlicher Dimensionen gedanklich auseinanderhalten. Wir werden jedoch später verstehen, dass wir uns durchaus den Bildschirm eines Elektronenmikroskops als einen Teil der Oberfläche der Ewaldkugel vorstellen können. Doch dazu später.

Abschließend merken wir uns, dass Ewaldkugelradien im Falle von Neutronen-/Röntgenstrahlen wesentlich kleiner sind als im Falle von Elektronenstrahlen, s. Tabelle 9.1. Die Konsequenzen werden wir noch kennen lernen.

Tabelle 9.1 Ewaldkugelradien unserer drei Strahlungsarten

Strahlung	typische Wellenlänge [nm]	Ewaldkugelradius [nm^{-1}]
Röntgenstrahlen, Neutronen	0,2	5
Elektronen	0,0037	270

Abb. 9.8 zeigt noch einmal in anschaulicher Weise die Beugung einer einfallenden, ebenen Welle an einem Kristall.

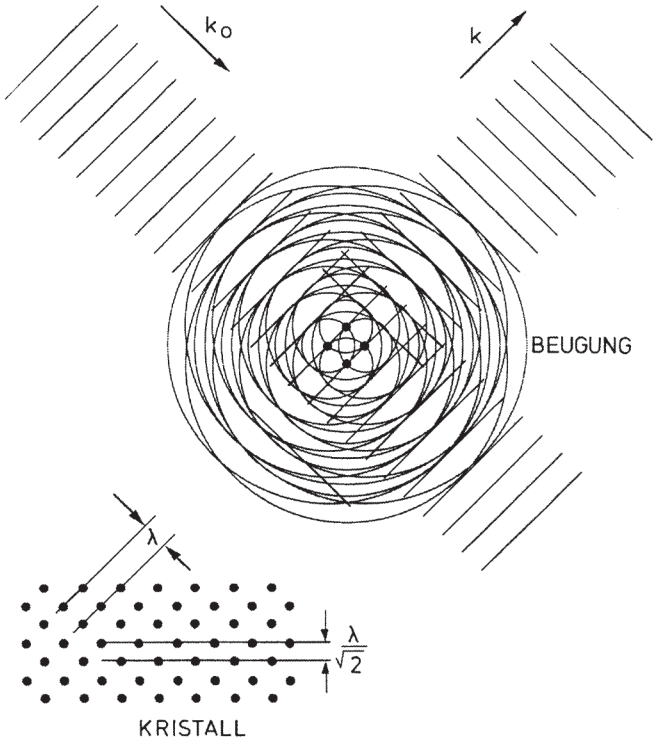


Abb. 9.8 Beugung einer Welle an einem Kristall (nach Fultz und Howe)

Beugung erfolgt in Richtung $\pm \mathbf{k}$ und $\pm \mathbf{k}_0$. In diesem Beispiel wurde die Gitterkonstante gleich der Wellenlänge λ gewählt (unten links). Die reflektierenden Netzebenen haben einen Abstand von $\frac{\lambda}{\sqrt{2}}$. Der Bragg-Winkel θ ist hier 45°.

9.4
Der Strukturfaktor, Auslöschungsregeln und Überstrukturreflexe

Wir hatten uns in Kapitel 8 mit der Streuung von Strahlung an einzelnen Atomen befasst. Für das Auftreten von Beugungsreflexen ist aber auch die räumliche Anordnung der Atome im Kristallgitter wichtig. Wir machen uns anhand der orthorhombischen Einheitszelle aus Abb. 9.9 klar, dass es genügt, zwei Atome aus der basiszentrierten in die raumzentrierte Position zu verschieben, um Beugungsreflexe von (001)-Ebenen, die nach der Braggschen Gleichung möglich wären, auszulöschen:

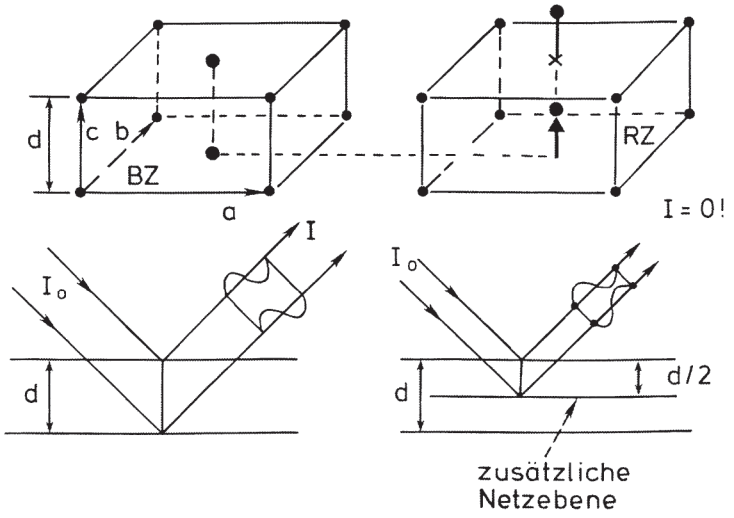


Abb. 9.9: Auslöschung von (001)-Reflexen im raumzentrierten Gitter

Das orthogonal basiszentrierte Gitter liefert einen (001)-Beugungsreflex aber es gibt keinen (001)-Beugungsreflex im orthogonal raumzentrierten Gitter! Wir schließen aus diesem Beispiel: Wenn die Braggsche Gleichung nicht erfüllt ist, gibt es keine Beugung. Aber auch wenn die Braggsche Gleichung erfüllt ist, heißt das noch nicht, dass wir einen Beugungsreflex beobachten können.

An dieser Stelle müssen wir den **Strukturfaktor** ableiten, der uns darüber Auskunft gibt, ob eine Beugungsreflex auftritt. Auch wenn wir diese Ableitung vermutlich nie mehr nachvollziehen müssen, ist sie doch nützlich: Es folgen daraus nämlich die Auslöschungsregeln, die für Beugungsexperimente so wichtig sind. Wir gehen bei unserer Ableitung von den beiden Atomen „1" und „2" aus, von denen Streuwellen ausgehen, s. Abb. 9.2. Das Atom „1" sitzt im Ursprung unseres x,y,z-Koordinatensystems und hat somit die Koordinaten (0,0,0). Das Atom „2" sitzt an einer beliebigen Stelle (x_2, y_2, z_2).

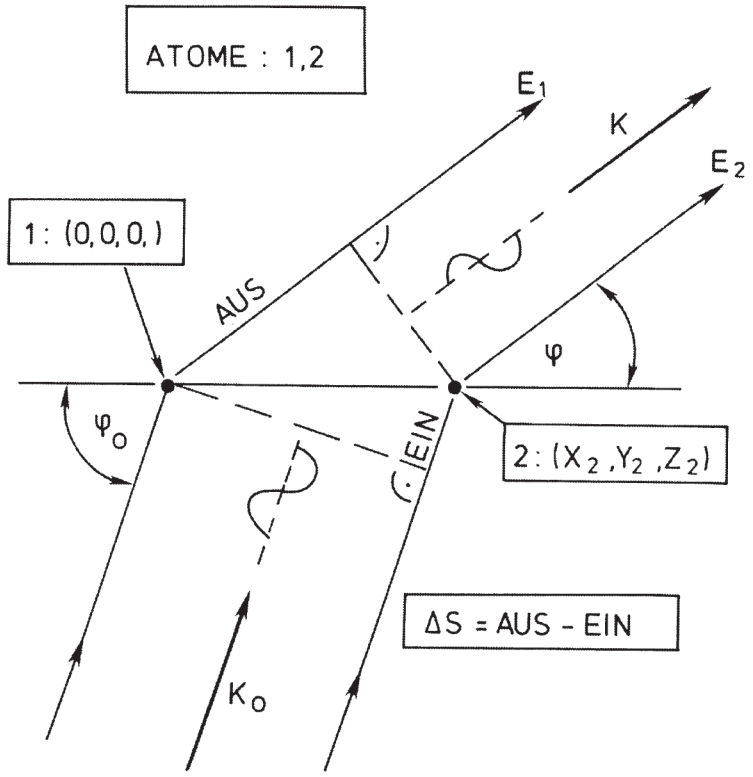


Abb. 9.10: Interferenz zweier Wellen, die an den Atomen 1 (0, 0, 0) und 2 (x_2, y_2, z_2) gestreut werden

Die an den Atomen 1 (Ursprung) und 2 (x_2, y_2, z_2) gestreuten Wellen beschreiben wir durch:

$$E_1 = E_o \cdot f_1 \cdot \cos\left[2\pi \cdot \left(\frac{x}{\lambda} - \nu \cdot t\right)\right] \qquad \textbf{(9.11)}$$

$$E_2 = E_o \cdot f_2 \cdot \cos\left[2\pi \cdot \left(\frac{x}{\lambda} - \nu \cdot t + \alpha_2\right)\right] \qquad \textbf{(9.12)}$$

f_1 und f_2 sind die Streuvermögen der beiden Atome. Im Unterschied zu den Gleichungen in Kapitel 7 verwenden wir statt des Sinus den Cosinus und klammern 2π aus. Für die Phasendifferenz α_2 gilt:

$$\alpha_2 = \frac{\Delta s}{\lambda} \tag{9.13}$$

Gangunterschied Δs: $\Delta s = r_2 \cdot (\cos\varphi - \cos\varphi_O)$ **(9.14)**

Damit können wir für α_2 schreiben: $\alpha_2 = \frac{1}{\lambda} \cdot r_2 (\cos\varphi - \cos\varphi_O)$ **(9.15)**

Wir beziehen die Wellenvektoren $\mathbf{k}_0$ (in Primärstrahlrichtung) und $\mathbf{k}$ (in Richtung des abgebeugten Strahles) mit ein, die beide den Betrag $1/\lambda$ aufweisen (kohärente Streuung!).

Mit den Gitterkonstanten **a**, **b** und **c** gilt für unseren Gittervektor $\mathbf{r}_2$:

$$\mathbf{r}_2 = x_2 \cdot \mathbf{a} + y_2 \cdot \mathbf{b} + z_2 \cdot \mathbf{c} \tag{9.16}$$

Wir nehmen nun an, dass die Braggsche Gleichung erfüllt ist und das wir mit der Ewaldschen Konstruktion arbeiten können. Dann müssen wir mit den Wellenvektoren $\mathbf{k}_0$ und $\mathbf{k}$ sowie mit dem reziproken Gittervektor $\mathbf{g}$ arbeiten. $\mathbf{k}_0$ und $\mathbf{k}$ weisen beide den Betrag $1/\lambda$ auf. Wir führen zwei Skalarprodukte ein:

$$\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}_2 = \frac{r_2}{\lambda} \cdot \cos\varphi \tag{9.17}$$

$$\mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r}_2 = \frac{r_2}{\lambda} \cdot \cos\varphi_0 \tag{9.18}$$

Wir rufen uns ins Gedächtnis, dass für einen Vektor $\mathbf{g}$ des reziproken Gitters gilt:

$$\mathbf{g} = h \cdot \mathbf{a}^* + k \cdot \mathbf{b}^* + l \cdot \mathbf{c}^* \tag{9.19}$$

Dann schreiben wir für α_2:

$$\alpha_2 = (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0) \cdot \mathbf{r}_2 = \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}_2 = h \cdot x_2 + k \cdot y_2 + l \cdot z_2 \tag{9.20}$$

Wir betrachten jetzt eine kristallographische Elementarzelle mit n Atomen mit den Koordinaten x_j, y_j, z_j ($j = 1,...,n$). Von jedem Atom geht eine gestreute Welle aus

$$E_j = E_0 \cdot f_j \cdot \cos\left[2\pi\left(\frac{x}{\lambda} - \nu t + \alpha_j\right)\right] \tag{9.21}$$

mit

$$\alpha_j = h \cdot x_j + k \cdot y_j + l \cdot z_j \tag{9.22}$$

Dann gilt für die an der Elementarzelle gestreute Welle:

$$E = E_0 \cdot \sum_{j=1}^{n} f_j \cdot \cos\left[2\pi \cdot \left(\frac{x}{\lambda} - \nu \cdot t + \alpha_j\right)\right] \tag{9.23}$$

Das Probenvolumen, auf das wir die Strahlung einfallen lassen, hat k' Elementarzellen. Mit $E_0' = k' \cdot E_0$ schreiben wir:

$$E' = E_0' \cdot \sum_{j=1}^{n} f_j \cdot \cos\left[2\pi \cdot \left(\frac{x}{\lambda} - \nu \cdot t + \alpha_j \right) \right] \qquad \textbf{(9.24)}$$

Wir hatten in Kapitel 7 gesehen, dass wir mit Exponentialfunktionen leichter rechnen können:

$$E' = E_0' \cdot \sum_j f_j \cdot \mathrm{Re}\left[e^{2\pi i \left(\frac{x}{\lambda} - \nu \cdot t + \alpha_j \right)} \right] = E_0' \cdot \mathrm{Re}\left[e^{2\pi i \left(\frac{x}{\lambda} - \nu \cdot t \right)} \cdot \sum_j f_j \cdot e^{2\pi i \alpha_j} \right] \qquad \textbf{(9.25)}$$

Dabei tritt die Größe F_{hkl} auf:

$$F_{hkl} = \sum_j f_j \cdot e^{2\pi i \alpha_j} = \sum_j f_j \cdot e^{2\pi i (\mathbf{g} \cdot \mathbf{r_i})} = \sum_j f_j \cdot e^{2\pi i (h \cdot x_j + k \cdot y_j + l \cdot z_j)} \qquad \textbf{(9.26)}$$

F_{hkl} nennen wir **Strukturamplitude**.

Das Quadrat des Betrages von F_{hkl} heißt Strukturfaktor S:

$$S = | F_{hkl} |^2 \qquad \textbf{(9.27)}$$

Die Intensität I eines abgebeugten Strahls ist dem Quadrat der Amplitude der Welle und damit dem Strukturfaktor proportional:

$$I_{hkl} \sim S \sim | F_{hkl} |^2 \qquad \textbf{(9.28)}$$

Damit hängt I_{hkl} vom Streuvermögen der einzelnen Atome ab, was wir in Kapitel 8 besprochen hatten. Es hängt aber auch von den Positionen der Atome in der Elementarzelle x_j, y_j, z_j ab!

Wir wollen den Umgang mit Gleichung 9.26 am Beispiel einiger Elementarzellen veranschaulichen. Dabei erinnern wir uns noch, dass für die ganze Zahl n gilt:

$$e^{n \cdot \pi \cdot i} = 1 \text{ (für n gerade)} \qquad \textbf{und} \qquad e^{n \cdot \pi \cdot i} = -1 \text{ (für n ungerade)} \qquad \textbf{(9.29)}$$

Einfaches kubisch raumzentriertes Gitter: Der kubisch raumzentrierten Elementarzelle sind 2 Atome "A" zugeordnet. Das Atom in der Raummitte des Würfels gehört ihr ganz. Jedes der 8 Eckatome gehört gleichzeitig zu 8 anderen Elementarzellen. Die Koordinaten unserer beiden Atome sind (0, 0, 0) und (½,½,½). Damit erhalten wir für F_{hkl} (Gleichung 9.26):

$$F_{hkl} = f_A \cdot e^{2\pi i (h \cdot 0 + k \cdot 0 + l \cdot 0)} + f_A \cdot e^{2\pi i (h \cdot \frac{1}{2} + k \cdot \frac{1}{2} + l \cdot \frac{1}{2})} = f_A + f_A \cdot e^{(h+k+l) \cdot \pi i} \qquad \textbf{(9.30)}$$

Mit 9.29 erkennen wir, dass $F_{hkl} = 0$ (und damit $I = 0$) ist, wenn die Summe h + k + l eine ungerade Zahl ergibt. $F_{hkl} = 2f_A$ (und damit $I \sim 4f_A^2$!), wenn die Summe aus h + k + l eine gerade Zahl ergibt. Damit haben wir das Bespiel aus Abb. 9.9, das uns anschaulich klar war, auch quantitativ begründet. Gleichzeitig haben wir aber eine allgemeine Bedingung abgeleitet, die uns Aussagen zur Intensität bzw. zur Auslöschung beliebiger Reflexe macht!

Einfaches kubisch flächenzentriertes Gitter: Zur kubisch flächenzentrierten Elementarzelle gehören 4 Atome „B" auf den Gitterpositionen (0, 0, 0), (½, ½, 0), (½, 0, ½).und (0, ½, ½). Für F_{hkl} erhält man:

$$F_{hkl} = f_B \cdot \left(1+e^{(h+k)\cdot\pi\cdot i} + e^{(h+l)\cdot\pi\cdot i} + e^{(k+l)\cdot\pi\cdot i}\right) \qquad \textbf{(9.31)}$$

Wenn h, k und l entweder alle gerade oder alle ungerade sind, ergibt sich:

$$F_{hkl} = 4 \cdot f_B \text{ und } I \sim 16\, f_B^2 \qquad \textbf{(9.32)}$$

Falls jedoch h, k und l gerade und ungerade Zahlen enthalten (gemischtes Indizes) ist $F_{hkl} = 0$ und $I = 0$.

So leitet man für einfache Elementarzellen die Auslöschungsregeln ab, die wir in Tabelle 9.2 zusammenfassen.

Tabelle 9.2 Auslöschungsregeln einiger Gittertypen (n ist eine ganze Zahl; h, k, l sind die Millerschen Indizes)

Gittertyp	$I_{hkl} = 0$ wenn...
kubisch raumzentriert und tetragonal raumzentriert	$h + k + l = 2n + 1$
kubisch flächenzentriert und tetragonal flächenzentriert	h, k, l gerade **und** ungerade (gemischt)
hexagonal dichtest gepackt	$h - k = 3n$ **und gleichzeitig** $l = 2n + 1$
Diamant	h, k, l gemischt **oder** $h + k + l = 4n + 2$

Überstrukturreflexe: Wir betrachten nun eine geordnete Phase der B2-Struktur, die von der einfachen kubisch raumzentrierten Elementarzelle abgeleitet ist (gleiche Atomposition) aber eine Atomsorte „C" die Raummitten und eine zweite Atomsorte „D" die Würfelecken besetzt. Interessant ist nun der Fall, wo im normalen kubisch raumzentrierten Gitter Auslöschung erfolgt, also $h + k + l = 2n + 1$. Hier erhalten wir für unsere B2-Struktur nicht $F_{hkl} = 0$, sondern:

$$F_{hkl} = f_D - f_C \neq 0 \qquad \textbf{(9.33)}$$

In diesem Fall beobachten wir typischerweise einen schwachen Reflex, den man Überstrukturreflex nennt. Das Entstehen von Ordnung im vorher regellosen Kristallgitter erkennen wir also am Auftreten von schwachen Überstrukturreflexen. Wir diskutieren in diesem Zusamenhang noch einmal unsere drei Strahlenarten. Wenn die Ordnungszahlen der beiden Elemente C und D nahe zusammen liegen, gilt sowohl für Röntgenstrahlen als auch für Elektronen, dass $f_D \approx f_C$ und damit (trotz Überstruktur!) $I = 0$. Solche Ordnungszustände können deshalb mit Röntgen- und Elektronenstrahlen nicht erkannt werden! Hier helfen Neutronenbeugungsexperimente, denn hier ist in der Regel trotz ähnlicher Ordnungszahlen $f_D \neq f_C$ und mit Neutronen können solche Ordnungsphänomene untersucht werden.

9.5
Die Intensität von Beugungsreflexen

Wir hatten in den vorangehenden Abschnitten gesehen, dass die Intensität von an Kristallgittern gebeugten Strahlen proportional zu $|F_{hkl}|^2$ ist. Es spielen aber auch noch andere Faktoren eine Rolle. Wir setzen für den Fall der Röntgenstrahlung an:

$$I_{hkl} = I_0 \cdot K \cdot H \cdot P \cdot L \cdot G \cdot A \cdot E \cdot T \cdot |F_{hkl}|^2 \qquad \textbf{(9.34)}$$

Die einzelnen Parameter haben mit folgenden Effekten zu tun, die wir hier nur kurz nennen können. Bei Bedarf muss das in der Fachliteratur vertieft werden:

I_0 → Intensität des Primärstrahls

K → Eichfaktor

H → Flächenhäufigkeitszahl
(Wenn man die Intensität verschiedener Reflexe in feinkristallinen Substanzen (Polykristallen, Pulver) vergleichen will, muss berücksichtigt werden, wie häufig bestimmte {hkl} vorkommen.)

P → Polarisationsfaktor
(Berücksichtigt die Polarisierung von Strahlung nach der Beugung (= wie stark E-Vektor in einer Ebene schwingt))

L → Lorentz-Faktor
(Hat bei Verfahren, wo Substanzen bewegt werden (damit bei konstantem λ möglichst viele reziproke Gitterpunkte auf die Ewald-Kugel kommen), mit der Bewegungsgeschwindigkeit (bzw. deren Reziprokwert, der Verweildauer) zu tun.)

G → Geometrischer Faktor
(Natürlich spielt die Geometrie der Versuchsanordnung eine Rolle)

A → Absorptionsfaktor
(Berücksichtigt, wie viel Strahlung absorbiert wird)

E → Extinktionsfaktor
(Primärstrahl erleidet Intensitätsverlust durch Beugung)

T → Temperaturfaktor
(Berücksichtigt das mit zunehmender Temperatur stärker werdende Schwingen der Atome (Debye-Waller-Faktor).)

$|F_{hkl}|^2$ → Strukturfaktor (s. Kap. 9.4)

Die Intensität von an Kristallgittern gebeugter Strahlung hängt von einer Vielzahl von Faktoren ab und hinter einigen davon steckt anspruchsvolle Physik. Im einen oder anderen Fall müssen wir dies berücksichtigen und uns entsprechend einarbeiten. Häufig sind wir jedoch nur an relativen Intensitäten interessiert und dann vereinfacht sich Gleichung 9.34 entsprechend.

9.6
Geometrische, kinematische und dynamische Theorie

Geometrische Theorie: Bei der Ableitung der Laue-Gleichungen und der Braggschen-Gleichung waren wir davon ausgegangen, dass am Ort eines Interferenzmaximums die von den einzelnen Gitteratomen ausgehenden Streuwellen mit gleichen Phasen zusammen kommen. Dabei betragen die Gangunterschiede zwischen den Einzelwellen ganze Vielfache der

12. Beugung im TEM - Grundgleichung und Beugungsbilder

12.1 Die Grundgleichung der Elektronenbeugung

Für die Interpretation von Elektronenbeugungsexperimenten brauchen wir die physikalischen Grundlagen zur Beugung, die wir in den vorangegangenen Kapiteln besprochen hatten. Wir rufen uns in Erinnerung, dass (i) insbesondere Elektronen viel stärker gestreut werden als Röntgenstrahlen (vgl. Kap. 8.4), (ii) Ewald-Kugelradien bei Elektronenbeugung viel größer sind als im Falle der Röntgenbeugung (vgl. Tab. 9.1) und (iii) wir es grundsätzlich mit kleinen Streuwinkeln zutun haben (vgl. Kap. 11.3). Abbildung 12.1 veranschaulicht schematisch unsere Situation.

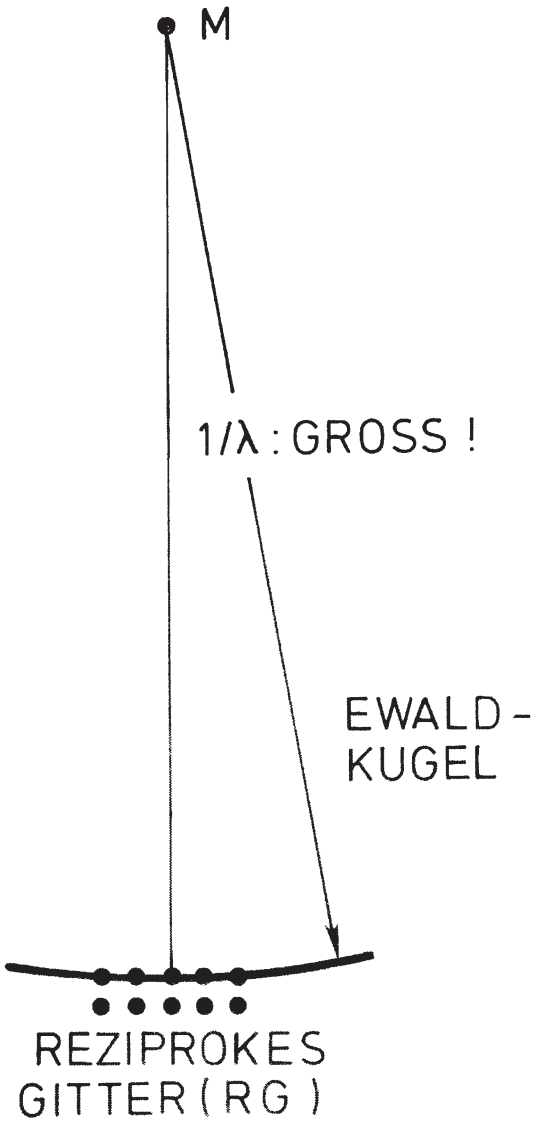


Abb. 12.1: Ewaldsche Konstruktion für Elektronenbeugung

Aus Abb. 12.1 wird klar, dass die sehr große Ewaldkugel das reziproke Gitter nicht wie beim Röntgen in nur zwei Punkten schneidet (vgl. z.B. Abb. 9.7). Vielmehr erscheint es so, als ob ein sehr kleiner, in erster Näherung fast flacher Bereich der Ewaldkugel das reziproke Gitter berührt.

Wir nehmen ferner zur Kenntnis, dass reziproke Gitterpunkte eine gewisse endliche Ausdehnung haben. Dann ist die Ewaldsche Bedingung für Beugung gleichzeitig für mehrere Gitterebenen erfüllt. Dabei liegen die reflektierenden Netzebenen immer nahezu parallel zum Primärstrahl; sie enthalten den Primärstrahl als Zonenachse (s. Abb. 10.4).

Aus den angesprochenen Verhältnissen kann man eine wichtige Beziehung ableiten.

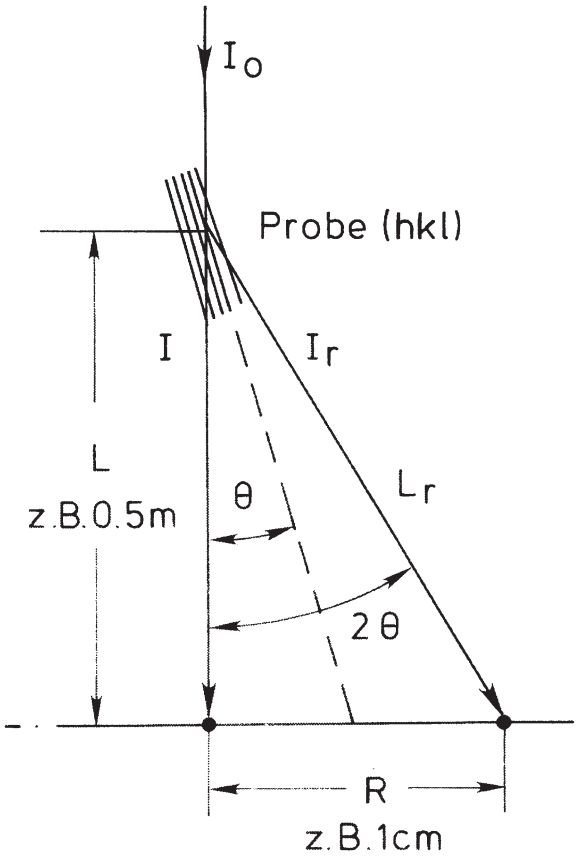


Abb. 12.2: Ableitung der Grundformel der Elektronenbeugung (vereinfachter Strahlengang)

Anhand von Abb. 12.2 vollziehen wir nach, dass

$$\sin\theta = \frac{R/2}{L} \qquad \textbf{(12.1)}$$

ist. Dies setzen wir in die Braggsche Gleichung ein und erhalten:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta = 2 \cdot d \cdot \frac{R/2}{L} \qquad \textbf{(12.2)}$$

Wir setzen hier immer n = 1, da wir höhere Ordnungen der Interferenzen durch entsprechend vervielfältigte Millersche Indizes ausdrücken. Dann können wir Gleichung 12.2 umformen und erhalten:

$$\lambda \cdot L = R \cdot d \qquad \textbf{(12.3)}$$

Das Produkt „$\lambda \cdot L$“ ist für monoenergetische Elektronen konstant und wird als *Beugungskonstante* oder *Kamerakonstante* bezeichnet. Die Kameralänge L beträgt bei einer Beschleunigungsspannung von 100 kV etwa 0,5 cm. Mit der Wellenlänge λ = 0,037 Å (100 kV) ergibt sich hieraus ein Wert für λ L von etwa 18 – 20 mm Å.

Zur Auswertung von Elektronenbeugungsaufnahmen muss dieser Wert genau bekannt sein, d.h. durch Eichaufnahmen bestimmt werden. Er ist deswegen keine absolute Gerätekonstante, weil in L bzw. R kleine Abweichungen in der Objektlage sowie Abweichungen der Sollvergrößerung eingehen. Außerdem sorgen ständige Kontrollmessungen der Beugungskonstante auch für eine Kontrolle der tatsächlich vorliegenden Wellenlänge. (Abweichungen der Hochspannung vom Sollwert infolge von Schäden in der Anlage werden bemerkt!).

Wir fassen das in diesem Abschnitt Gelernte noch einmal folgendermaßen zusammen:

Durchstrahlt man mit dem Elektronenstrahl einen einkristallinen Bereich (z.B. innerhalb eines Korns) erhält man ein Beugungsbild, das aus Punkten besteht, Abb. 12.3.

Das Beugungsbild entspricht in erster Näherung einem ebenen Schnitt durch das reziproke Gitter!

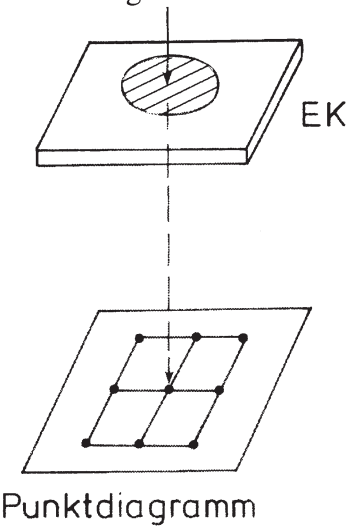


Abb. 12.3: Elektronenbeugungsdiagramm – Punktdiagramm eines einkristallinen Bereichs

Wir überlegen uns, dass wir beim Betrachten des Beugungsbildes (Abb. 12.3) am TEM von innen auf die Oberfläche der Ewaldkugel blicken. Dies müssen wir bei der Indizierung berücksichtigen, denn bei den stereographischen Projektionen in Kap. 4 sehen wir von außen auf die Oberfläche der Lagekugel.

12.2
Elektronenbeugung in feinkristallinen und amorphen Substanzen

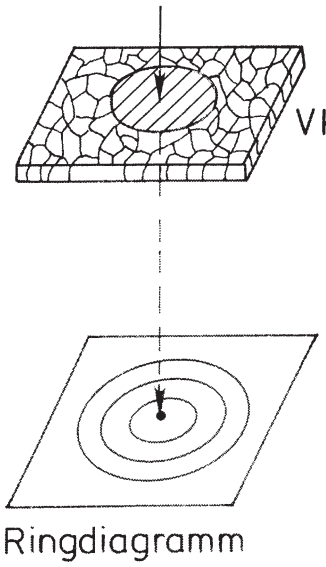


Abb. 12.4: Elektronenbeugungsdiagramm – Ringdiagramm eines feinkristallinen Bereichs

Beugungsaufnahmen von feinkristallinen Bereichen liefern – wie im Falle der Röntgenbeugung – Debye-Scherrer-Diagramme oder Ringdiagramme.

Nur wenige Materialien sind so feinkörnig, dass sie von Natur aus bei der Feinbereichsbeugung Vielkristalldiagramme liefern. Die Bedeutung dieser Stoffe liegt auf dem Gebiet derjenigen Substanzen, die als Eichsubstanzen zur genauen Bestimmung der wichtigen Beugungskonstanten λL eines Mikroskops unter gegebenen experimentellen Bedingungen dienen. Als Eichsubstanzen empfehlen sich Stoffe, die chemisch stabil sind, möglichst keine Veränderungen im Elektronenstrahl erleiden und sich außerdem bequem präparieren lassen.

Die Auswertung von Ringdiagrammen ist sehr einfach. Sind Kristallstruktur und Gitterparameter der beugenden Probe bekannt, so berechnet man daraus die Folge der ersten (größten) Netzebenenabstände d. Das Einsetzen dieser d-Werte d_1, d_2, d_3... in die Grundformel 12.3 liefert unmittelbar die zu erwartenden Ringradien R_1, R_2, R_3..., falls die Beugungskonstante λL bekannt ist. Umgekehrt kann man letztere aus den gemessenen Ringradien und den bekannten d-Werten aus jedem einzelnen Ring unabhängig bestimmen. In diesem Fall hat man die Probe als Eichsubstanz zur Bestimmung von λL verwendet.

Liegt das Ringdiagramm einer unbekannten Probe zur Analyse vor, so kann man – bei bekanntem λL – aus den Ringradien R_n die zugehörigen Netzebenenabstände d_n bestimmen. Mit diesem Satz von d-Werten lässt sich die Bestimmung der Substanz häufig mit Hilfe der ICDD-Kartei durchführen (vgl. Kapitel 10.3 und Anhang H). Hierbei ist auch eine grobe Einschätzung der beobachteten Ring-Intensitäten (stark – mittel – schwach) von Nutzen.

In vielen Fällen führen auch die aus der Röntgenbeugung bekannten Regeln für die Folge der mit steigendem Radius R_n auftretenden Ringe zu einer raschen Identifizierung. So besagen die Auslöschungsgesetze, dass bei kubisch-flächenzentrierten (kfz) Gittern nur Reflexe mit $h^2 + k^2 + 1^2 = 3, 4, 8, 11, 12, 16, 19$ usw. auftreten.
Aus Gleichung 12.3 und Gleichung 1.18 folgt, dass R proportional zu $\sqrt{h^2 + k^2 + 1^2}$ sein muss.
Die Radien der ersten Ringe müssen sich beim kfz Gitter also wie $\sqrt{3} : \sqrt{4} : \sqrt{8} : \sqrt{11}$ usw. verhalten. Beim kubisch-raumzentrierten (krz) Gitter dagegen lassen die Auslöschungsgesetze für die Indizes-Quadratsummen nur die Zahlenfolge 2, 4, 6, 8, 10,... zu.

Hiermit ist also eine einfache Differenzierung zwischen diesen beiden Gittertypen möglich. Ähnliches gilt für andere Kristallsysteme.

Man kann mit der Selektorblende einen kleinen Bereich einer vielkristallinen Probe auswählen, so dass nur wenige Körner zur Beugung beitragen; man spricht dann von Feinbereichsbeugung (engl.: Selected Area Diffraction, SAD). In einem solchen Fall entstehen dann „körnige“ Ringe, deren Aufbau aus einzelnen Beugungsreflexen deutlich erkennbar ist.

Es ist aber auch eine sog. Beugung ohne Linsen im TEM möglich. Hierbei sind nur die beiden Kondensorlinsen eingeschaltet, mit welcher man den Brennfleck auf den Endbildleuchtschirm fokussiert. Befindet sich ein beugendes feinkristallines Präparat im Strahlengang, so werden auch die abgebeugten Strahlen fokussiert, wobei in diesem Falle aber eine viel größere Fläche zur Beugung beiträgt. Aus diesem Grunde sind die Ringe dann vollkommen gleichmäßig geschwärzt.

Abschließend sei noch darauf hingewiesen, dass man bei Beugung an amorphen Festkörpern diffuse Ringe erhält, Abb. 12.5.

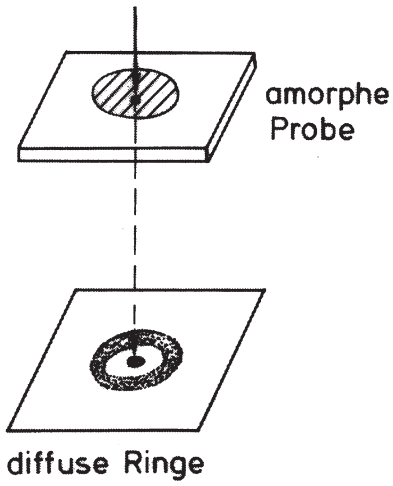


Abb. 12.5: Elektronenbeugungsdiagramm –
diffuse Ringe bei Beugung an amorphen Festkörpern

12.3
Konstruktion einfacher Beugungsbilder

Mit Hilfe der folgenden beiden Merkregeln ist es möglich, einfache Beugungsbilder zu konstruieren:

1. *Es reflektieren nur die Netzebenen, die den Primärstrahl als Zonenachse enthalten (s. Abschnitt 12.1).*
2. *Jeder Beugungspunkt repräsentiert zugleich den reziproken Gitterpunkt der zugehörigen reflektierenden Netzebenenschar (hkl). Das ganze Beugungsdiagramm entspricht einem annähernd ebenen Schnitt durch das reziproke Gitter (s. Kapitel 12.1) senkrecht zum Primärstrahl **P**.*

Wir drücken die Grundformel 12.3 aus als

$$R = \frac{\text{Kamerakonstante}}{d} \qquad \textbf{(12.4)}$$

Damit ist der Abstand R jedes Beugungspunktes zum Primärstrahl – also der Betrag seines Ortsvektors **R** – umgekehrt proportional zum Netzebenenabstand d. Weiterhin steht **R** senkrecht auf den reflektierenden Netzebenen, wenn man sich diese im Nullpunkt des Beugungsbildes vorstellt.

Zur Konstruktion von Beugungsbildern brauchen wir uns nur zu überlegen, dass wir – mit dem Primärstrahl **P** – von oben auf den Kristall schauen. Dann müssen wir uns überlegen, welche Ebenen parallel **P** mit welchen d-Werten vorliegen.

Trifft **P** beispielsweise parallel einer Würfelkante [001] auf ein kubisch-flächenzentriertes Gitter, so müssen die in Abb. 12.6 gezeichneten Beugungspunkte entstehen. Natürlich müssen wir (wie bei der Röntgenbeugung) die Auslöschungsregeln berücksichtigen.

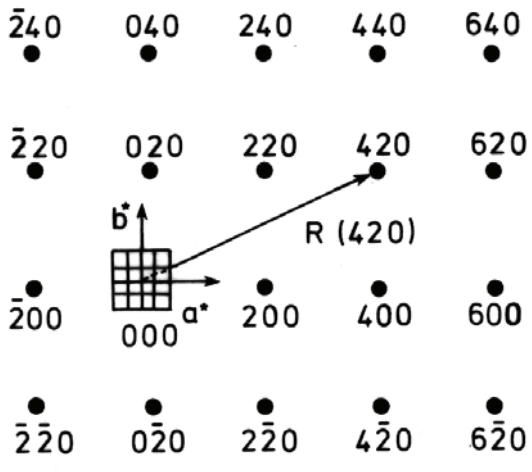


Abb. 12.6: Beugungsbild eines kubisch-flächenzentrierten Gitters in [001]-Orientierung

Für den Abstand von Reflexen vom Primärstrahl erhält man mit Gleichungen 1.18 und 12.3:

$$R\,(hkl) = \frac{\lambda \cdot L \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a} \qquad \textbf{(12.5)}$$

Es lässt sich einfach zeigen, dass das reziproke Gitter eines kubisch-primitiven Realgitters der Gitterkonstante a wieder ein kubisch-primitives Gitter mit der Gitterkonstante a* = 1/a ist. Das reziproke Gitter eines kubisch-flächenzentrierten (kfz) Realgitters der Gitterkonstante a ist ein kubisch-raumzentriertes (krz) Gitter der Gitterkonstante a* =2/a, Abb. 12.7. Das reziproke Gitter eines krz Realgitters (Gitterkonstante a) ist ein kfz Gitter mit der Gitterkonstanten a* =2/a.

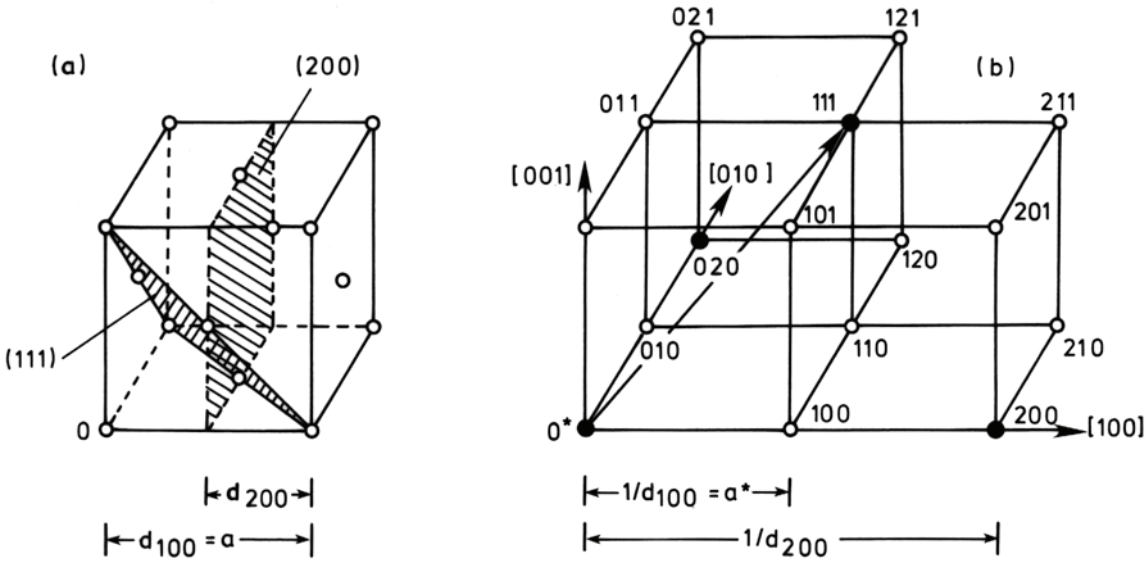


Abb. 12.7: (a) kfz Realgitter mit den zwei niedrigst indizierten reflexionsfähigen Netzebenen (111) und (200). (b) Ein Ausschnitt des zugehörigen reziproken Gitters. Nur die schwarz ausgefüllten Gitterpunkte {111} und {200} entsprechen reflexionsfähigen Netzebenen und erscheinen im Beugungsbild (Auslöschungsregeln!).

In der Literatur finden sich umfangreiche schematische Abbildungen der wichtigsten Beugungsbilder der häufigsten Kristalltypen. Im Anhang L sind einige einfache Beugungsbilder

für kubisch-flächenzentrierte und kubisch-raumzentrierte Gitter dargestellt. Wir erkennen in den Beugungsbildern des Anhangs L die Symmetrien der Realgitter wieder (vgl. Kapitel 3).

12.4
Indizieren von Beugungsbildern kubischer Kristalle

Wir wollen jetzt kennen lernen, wie man experimentelle Beugungsbilder indiziert. Dabei lernen wir für den Fall der kubischen Gitter die „Methode der Quotienten" kennen.

Wir betrachten das Beugungsbild eines kubisch-flächenzentrierten Kristalls in Abb. 12.8.

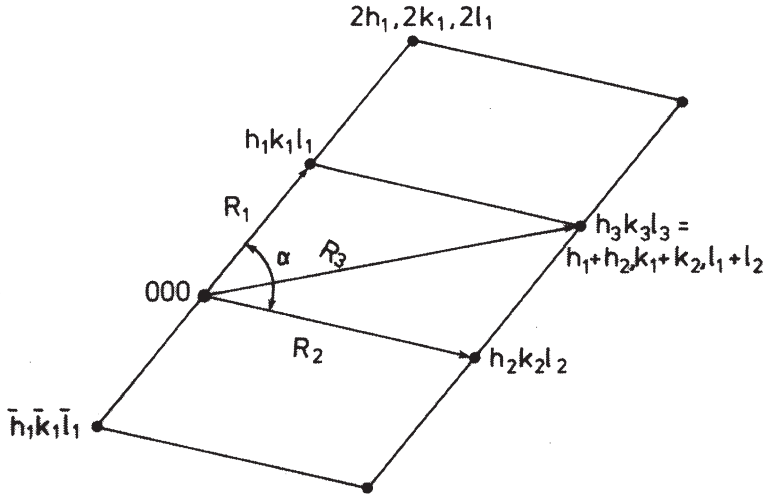


Abb. 12.8: Schematisches Beugungsdiagramm eines kubisch-flächenzentrierten Kristalls

Beugungsbilder haben immer eine mindestens 2-zählige Symmetrie und gehen bei einer Drehung von 180° um **P** in sich selber über. Jedes Beugungsdiagramm setzt sich durch Vektoraddition aus nur 2 Basisvektoren $\mathbf{R}_1$ und $\mathbf{R}_2$ zusammen. Diese können im allgemeinen Fall verschieden lang sein und auch verschiedene Winkel einschließen. Für die Quotienten der Längen zweier Vektoren gilt:

$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{d_2}{d_1} = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \qquad \textbf{(12.6)}$$

Alle möglichen Quotienten für das kubisch-flächenzentrierte und das kubisch-raumzentrierte Gitter sind im Anhang M tabelliert. Bei der Auswertung kubischer Beugungsbilder müssen wir nun R-Werte so genau wie möglich bestimmen, Quotienten R_i/R_k bilden und dann mit den Tabellenwerten im Anhang M vergleichen. Man erhält dann sofort die gesuchten Indizierungen (falls die Messung genau genug war und die Zuordnung zu den Tabellenwerten eindeutig möglich ist).

Zusätzlich ziehen wir auch die Winkelbeziehungen zwischen unseren R-Vektoren zur Auswertung heran. Da die $\mathbf{R}_n$ senkrecht auf den zugehörigen reflektierenden Netzebenen (hkl) stehen, ist auch der Winkel zwischen zwei Vektoren $\mathbf{R}_n$ identisch mit dem Winkel zwischen den zugehörigen Netzebenen. Für den Winkel α zwischen den Netzebenen (h_1,k_1,l_1) und (h_2,k_2,l_2) im kubischen System gilt:

$$\cos\alpha = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{\left(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2\right)\left(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2\right)}} \qquad \textbf{(12.7)}$$

Wir prüfen also eine versuchsweise angenommene Indizierung anhand der Übereinstimmung zwischen gemessenen und nach Gleichung 12.7 berechneten Winkeln. Eine Winkeltabelle für kubische Systeme findet man im Anhang B.

Im realen kubischen Kristallgitter gibt es stets mehrere richtige Indizierungen, weil die Wahl der Richtungen [100], [010] und [001] (die ein Rechtssystem bilden müssen!; vgl. Anhang A, Abb. A.6) willkürlich ist. Das Gleiche gilt für die Festlegung der Reihenfolge und Vorzeichen der Indizes h, k und l bei dem zuerst indizierten Reflex. Die ganze weitere Indizierung muss aber dann „in sich konsistent" sein, d.h. für alle Reflexe müssen die Gleichungen 12.6 und 12.7 und die Vektoradditionsregel erfüllt sein.

12.5 Allgemeiner Fall der Indizierung von Einkristall-Beugungsdiagrammen

Wir wollen nun besprechen, wie man das Punktdiagramm einer beliebigen Kristallstruktur indiziert. In der Praxis handelt es sich meist nicht um eine völlig unbekannte Substanz; meist kennt man den Kristall bzw. muss nur eine Auswahl zwischen einigen wenigen Kristallstrukturen treffen. Wir gehen in folgenden Schritten vor:

(1) Wir stellen fest, ob wir das Beugungsbild sofort dem kubischen Kristallsystem zuordnen können (Vergleich mit Grundtypen von Diagrammen, Quotientenregel, Winkelbeziehungen). Wenn dies nicht der Fall ist:

(2) Bestimmung der Kamerakonstanten $\lambda \cdot L$ mit Eichsubstanz.

(3) Wir vermuten eine bestimmte Kristallstruktur und erstellen uns eine möglichst vollständige Tabelle ausreichend großer Netzebenenabstände (dicht gepackte Netzebenen).

(4) Wir legen zwei Basisreflexe R_1 und R_2 fest, die vom Ursprung (Primärstrahl) zu den Basisreflexen führen. Alle anderen Beugungsreflexe ergeben sich aus R_1 und R_2 durch Vektoraddition. Wir bestimmen mit Hilfe der Kamerakonstanten die beiden zugehörigen d-Werte.

(5) Wir vergleichen die experimentellen d-Werte mit unserer theoretischen Tabelle und versuchen eine Indizierung.

(6) Wir prüfen die versuchsweise Indizierung durch Anwendung zweier Kriterien: der Vektoradditionsregeln und der Winkelbeziehungen aller $\mathbf{R}_n$.

(7) Wir bestimmen die Kristallnormale (Zonenachse) [uvw]. Dies ist die zur Ebene des Beugungsbildes senkrechte Richtung. Die Richtung ergibt sich zu (Vektorprodukt!):

$$u = k_1 \cdot l_2 - k_2 \cdot l_1$$
$$v = l_1 \cdot h_2 - l_2 \cdot h_1 \qquad \textbf{(12.8)}$$
$$w = h_1 \cdot k_2 - h_2 \cdot k_1$$

Gleichung 12.8 gilt auch für nicht-kubische Gitter! Allerdings muss in diesem Fall bei der weiteren Analyse darauf geachtet werden, dass eine [hkl]-Richtung nicht notwendigerweise parallel der (hkl)-Ebenennormale ist.

(8) Nach vollendeter Indizierung führen wir die folgenden beiden Kontrollen durch:

a) „Regel der steigenden und fallenden Indizes": Die h-Werte jeder Reflex-Geraden müssen von Punkt zu Punkt um den selben Betrag steigen oder fallen. Das Gleiche gilt für die k- und l-Werte.
b) Das innere Produkt aus Zonenachse [uvw] und jedem einzelnen Reflex (hkl) muss verschwinden:

$$u \cdot h + v \cdot k + w \cdot l = 0 \qquad \textbf{(12.9)}$$

Bei der Indizierung der Beugungsdiagramme nicht-kubischer Kristalle sollten alle hier aufgelisteten Regeln beachtet werden. Heute nimmt man auch die auf dem Markt erhältlichen Softwareprogramme für die Indizierung von Punktdiagrammen routinemäßig zur Hilfe.

12.6 Kontrollfragen

1. Wie lautet die Grundgleichung der Elektronenbeugung und wie leitet man sie ab (Zeichnung!)?
2. Welche drei Besonderheiten weist die Elektronenbeugung im Vergleich zur Röntgenbeugung auf?
3. Was hat ein Elektronenbeugungsdiagramm mit dem reziproken Gitter zutun?
4. Wann erhält man im Falle der Elektronenbeugung Debye-Scherrer-Diagramme bzw. diffuse Ringe?
5. Wie kann man für bekannte Kristallstrukturen Beugungsbilder konstruieren?
6. Wie sehen die Beugungsbilder aus, wenn man in [110]- und [112]-Richtung auf ein kubisch-flächenzentriertes Gitter blickt?
7. Wie sehen die Beugungsbilder aus, wenn man in [111]- und in [310]-Richtung auf ein kubisch-raumzentriertes Gitter blickt?
8. Wie hängt der Abstand R von Reflexen in Elektronenbeugungsdiagrammen von dem Millerschen Indizes h, k und l ab?
9. Wie geht man beim Indizieren von Beugungsbildern kubischer Kristalle vor?
10. Wie geht man im allgemeinen Fall beim Indizieren des Beugungsbildes einer unbekannten Substanz vor?
11. Bestimmen Sie die Kamerakonstante aus der Eichaufnahme des Anhangs N.1!
12. Indizieren Sie die Beugungsdiagramme aus den Anhängen N.2 (kubisch flächenzentrierte Al-11%Zn-0,2%Mg) und N.3 (kubisch raumzentrierte X20CrMoV12 1). Verwenden Sie bei Bedarf die Kamerakonstante aus Aufgabe 11.
13. Vergleichen Sie d-Werte aus den TEM-Beugungsbildern der Anhänge N.2 und N.3 mit den röntgenographischen Netzebenenabständen für reines Al und reines Eisen (PDF-Card, Anhang H).