

Berichte aus der Kristallographie

Markus Baier

**Ein Hochenergie-Labordiffraktometer
zur Untersuchung teilkristalliner
und polykristalliner Materie**

D 29 (Diss. Universität Erlangen-Nürnberg)

Shaker Verlag
Aachen 2006

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Erlangen-Nürnberg, Univ., Diss., 2006

Copyright Shaker Verlag 2006

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN-10: 3-8322-5636-9

ISBN-13: 978-3-8322-5636-4

ISSN 1862-9687

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde ein Diffraktometer, zur Untersuchung teil- und polykristalliner Materie, an einer Wolfram-Drehanode projiziert und aufgebaut. Besonderes Augenmerk galt dabei der Flexibilität und damit Vielseitigkeit des Aufbaus. Durch den Einsatz eines kompakten, stark absorbierenden Detektors aus Cadmiumtellurid ist es möglich, das Diffraktometer sowohl energie- als auch winkeldispersiv einzusetzen. Anhand erster Messungen konnte gezeigt werden, dass beide Methoden auch in Kombination vorteilhaft anwendbar sind. Die Messungen verdeutlichen, dass die gewählte Röntgenröhre durch ihren hohen Photonenfluss im Bremsstrahlspektrum und gleichzeitig in der charakteristischen Wolfram $K\alpha$ -Linie sehr gut für Pulverbeugung geeignet ist. Sie zeigen auch, dass durch Energiediskriminierung im Detektor Messungen an strikter Wolfram $K\alpha_1$ -Strahlung mit gutem Signal-zu-Untergrund Verhältnis bis zu einem Q-Wert von $25 \text{ \AA}^{-1}$ möglich sind. Dabei ist der Bereich unter entsprechender Verlängerung der Gesamtmesszeit erweiterbar. Durch die simultane Aufnahme winkeldispersiver Diffraktogramme bei verschiedenen Energien bietet sich zudem die Möglichkeit intensitätsvergleichender Strukturverfeinerungen, insbesondere unter- und oberhalb von Absorptionskanten ausgewählter Elemente der Probe.

Im Bezug auf die Auswertung energiedispersiver Messdaten wurden verschiedene Methoden einander vergleichend gegenübergestellt. Für die Auswertung dieser Daten wurden verschiedene Programme getestet. Es zeigte sich, dass keines dieser Programme uneingeschränkt geeignet ist, eine Rietveld-Verfeinerung durchzuführen. Deshalb wurde eine bestehende Software erweitert und die gemachten Erfahrungen eingebracht. Einige Strukturverfeinerungen an gewonnenen Messungen demonstrieren die Funktionalität der Erweiterung.

Abstract

This work was devoted to develop and to set up a x-ray diffractometer for the investigation of semi-crystalline and poly-crystalline materials at a tungsten rotating anode. Special attention was paid to achieve a most versatile and flexible experimental set-up. By using a highly absorbing and light weight Cadmiumtellurid detector it is possible to use the diffractometer in the angle as well as in the energy dispersive mode. First measurements have indicated that both methods can be combined and are advantageous when used simultaneously. These measurements also clarify, that the chosen x-ray tube is well suited for powder diffraction, owing to its high photon flux in the bremsstrahl spectrum as well as in the characteristic tungsten $K\alpha$ -line. They also show, that investigations at strict tungsten $K\alpha_1$ radiation are possible up to a Q-value of $25 \text{ \AA}^{-1}$ with a good signal-to-noise ratio with the energy discrimination in the detector. The Q-range can be extended further by prolonged measurements. By taking angle dispersive diffractograms for a whole energy range simultaneously it is possible to compare the intensity in structure refinements at different energies especially below and above an absorption edge of a selected element in the sample.

In relation to the evaluation of measured energy dispersive data different methods have been compared to each other. Different programs have been tested in their ability to evaluate such diffractograms. None of them has proven to be unlimited useable for a Rietveld refinement. Hence, an existing software has been extended and the collected experience has been introduced in this. Some structure refinements at measured diffractograms demonstrate the ability of the extension.