

RESEARCH

Florian Bachmann

Optimierung der Goniometrie zur Texturbestimmung aus Röntgenbeugungsbildern



Springer Spektrum

Optimierung der Goniometrie zur Texturbestimmung aus Röntgenbeugungsbildern

Florian Bachmann

Optimierung der Goniometrie zur Texturbestimmung aus Röntgenbeugungsbildern

Mit einem Geleitwort von Prof. Dr. Helmut Schaeben

 Springer Spektrum

Florian Bachmann
TU Bergakademie Freiberg, Deutschland

Dissertation, TU Bergakademie Freiberg, 2016

Die Drucklegung wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft unterstützt
(Geschäftszeichen SCHA 465/18).

ISBN 978-3-658-14940-6 ISBN 978-3-658-14941-3 (eBook)
DOI 10.1007/978-3-658-14941-3

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

Springer Spektrum

© Springer Fachmedien Wiesbaden 2016

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsgesetz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlags. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Der Verlag, die Autoren und die Herausgeber gehen davon aus, dass die Angaben und Informationen in diesem Werk zum Zeitpunkt der Veröffentlichung vollständig und korrekt sind. Weder der Verlag noch die Autoren oder die Herausgeber übernehmen, ausdrücklich oder implizit, Gewähr für den Inhalt des Werkes, etwaige Fehler oder Äußerungen.

Gedruckt auf säurefreiem und chlorfrei gebleichtem Papier

Springer Spektrum ist Teil von Springer Nature
Die eingetragene Gesellschaft ist Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH

Geleitwort

Mit der Veröffentlichung seiner Dissertation „Optimierung der Goniometrie zur Texturbestimmung aus Röntgenbeugungsbildern“ als Monographie im Springer Spektrum Verlag stellt Florian Bachmann seine Ergebnisse nicht nur einer größeren Wissenschaftsgemeinschaft zur Diskussion, sondern überlässt sie auch Versuchsplannern und Geräteherstellern zur praktischen Anwendung. Denn mit seiner Dissertation hat er die erste gründliche, umfassende, mathematisch konsistent formulierte und für die Entwicklung von Software geeignete Darstellung der Messung von Röntgenbeugungsbildern mit Punkt- oder Flächendetektoren zur Texturbestimmung verfasst. Damit hat er nicht nur an frühere Pionierarbeiten zur zwei-dimensionalen Röntgenbeugung und zu ganz frühen mit photographischen Filmen angeknüpft, sondern sie konsequent und im Sinne einer weitgehend automatisierten Gerätesteuerung weiterentwickelt und mit deren Realisierung vollendet.

Entstanden ist Florian Bachmanns Dissertation im Rahmen des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft geförderten gemeinsamen Projekts „Optimierung und Pilotbetrieb einer ODF-abhängigen Steuerung von Röntgentexturgoniometern“ mit Prof. Dr. Gottstein und dem Institut für Metallkunde und Metallphysik der RWTH Aachen. Diese Kooperation war eine Voraussetzung für die erfolgreiche Überarbeitung und Weiterentwicklung der Freiburger Vorarbeiten zur adaptiven Steuerung von Texturgoniometern mit einem Punktdetektor in Abhängigkeit der intermediär approximierten Orientierungsdichten und eine sehr angenehme und erfreuliche Vertiefung der vielfältigen freundschaftlichen Beziehungen zu Prof. Gottstein, Ehrendoktor der TU Bergakademie Freiberg, und der RWTH Aachen.

Die Freiburger Vorarbeiten bezüglich Texturgoniometern mit einem Punktdetektor stellten im Wesentlichen die Machbarkeit einer adaptiven Steuerung fest, nachdem wir erkannten hatten, dass experimentelle Polfiguren als Radon-transformierte Orientierungsdichten verstanden und das entsprechende inverse Problem mit radialen Basisfunktionen auf der Mannigfaltigkeit $SO(3)$ der Rotationen bzw. Orientierungen mit *schneller* Fouriertransformation für $SO(3)$ eben tatsächlich sehr schnell gelöst werden kann.

Für Texturgoniometer mit Flächendetektoren wurde eine nach bestimmten Kriterien optimierte Versuchsplanung vollständig neu entwickelt, implementiert und getestet. Dazu hat der Autor etliche und vielfältige Detailprobleme identifiziert, mathematisch formuliert, gelöst und die Lösungen zu einem großen einheitlichen

Ganzen zusammengesetzt. Diese akribische Erfassung und konsistente mathematische Darstellung des Röntgenbeugungsexperiments mit einem Flächendetektor setzt Florian Bachmann dann zu seiner innovativen, weitgehend automatisierten und hochgradig effizienten Messung von Röntgenbeugungsbildern zur Texturbestimmung ein.

Nicht zuletzt zeigt diese Dissertation auch, wie zutreffend die Definition der Geoinformatik anlässlich des DFG–Rundgesprächs „Forschungsfragen der Geoinformatik“ in Bonn am 25. Jan. 2007 ist: Systematische Bearbeitung von raumbezogener Information. Und es gibt noch viele Experimente in den Materialwissenschaften, die raumbezogene, ortsreferenzierte Daten messen, die eines ordentlichen Managements der Daten und Metadaten einschließlich der Berücksichtigung ihrer Provenienz in spezifischen Datenbanksystemen harren.

Helmut Schaeben
Freiberg, im Mai 2016

Danksagung

Ich danke Prof. Dr. Günter Gottstein, RWTH Aachen, und insbesondere Prof. Dr. Helmut Schaeben, TU Bergakademie Freiberg, die es mir, im Rahmen der Bearbeitung des kooperativen Forschungsprojektes „Optimierung und Pilotbetrieb einer ODF-abhängigen Steuerung von Röntgentexturgoniometern“ der Deutschen Forschungsgemeinschaft, ermöglicht haben diese Arbeit anzufertigen. Diese Arbeit ist zugleich Zeugnis der Forschungsergebnisse des genannten Forschungsprojektes und wäre ohne dieses als solche nicht zustande gekommen.

Ich danke Dipl.-Ing. Konstantin Molodov, RWTH Aachen, und auch seinem Vorgänger Dr. rer. nat. Marco Witte, ehemals RWTH Aachen, für die experimentelle Durchführung der entwickelten Verfahren am Röntgentexturgoniometer, während der gemeinsamen Bearbeitung des Forschungsprojektes. Insbesondere Konstantin für die gesonderte Zurverfügungstellung des Gerätes und den Ein- und Ausbau von Proben zur (beaufsichtigten) Durchführung der in der Arbeit erwähnten Messungen und den lehrreichen Forschungsaufenthalten in Aachen.

Ich danke meinen Eltern Rita und Fridolin Bachmann.

Florian Bachmann
Køge, im Mai 2015

Inhaltsverzeichnis

1. Röntgenbeugung	1
1.1. Kristallstruktur, Kristallsymmetrie und kristallographische Orientierung	1
1.2. Orientierungs- und Poldichte	4
1.3. Erzeugung von Röntgenstrahlung	7
1.4. Wechselwirkung mit Materie	9
1.4.1. Schwächung und Absorption	9
1.4.2. Streuung und Beugung	10
1.5. Detektion von Röntgenstrahlung	14
2. Beugungsgeometrie	19
2.1. Die Vier-Kreis-Eulerwiege	19
2.2. Beugungsraum- und Probenkoordinaten	22
2.3. Beugungsraum- und Detektorkoordinaten	26
2.4. Sichtbarer Ausschnitt eines Beugungsringes	30
2.4.1. Rechteckiges Detektorfenster	31
2.4.2. Kreisförmiges Detektorfenster	33
2.4.3. Abschattung	35
2.5. Strahlweg	37
2.5.1. Absorption	39
2.5.2. Querschnittsfläche	40
3. Erzeugung von Messschemata	43
3.1. Sichtbarer γ -Ausschnitt eines Beugungsringes auf der Polsphäre	43
3.2. Erzeugung von Messrastern	47
3.3. Optimale Detektorposition	52
3.4. Optimale Zerlegung	56
3.4.1. Formulierung als binäres ganzzahliges lineares Programm	57
3.4.2. Approximativer Algorithmus	61
3.5. Optimale Messreihenfolge	66
3.5.1. Naive Rundreise	68
3.5.2. Problem des Handlungsreisenden	70
3.6. Messschemata für winkelauflösende Messungen	75

3.7. Messschemata für energieauflösende Messungen	76
4. Texturbestimmung aus Beugungsbildern	79
4.1. Gemessene integrale Polintensität	79
4.2. Schätzung der Orientierungsdichte	93
4.2.1. Gewichtete Kerndichteschätzung	94
4.2.2. Sukzessive gewichtete Kerndichteschätzung	97
4.3. Dehnungspolfiguren	103
5. Automatisierter Messbetrieb	107
5.1. 2θ -Beugungsdiagramm	107
5.2. Darstellung von Beugungsbildern	112
5.2.1. Debye–Scherrer Beugungsbild	112
5.2.2. Rotationssymmetrisches reziprokes Beugungsraumbild	115
5.3. Identifizierung der Kristallstruktur	117
5.4. Schätzung von Parametern zur Erzeugung von Messschemata	118
5.5. Automatisierter Messablauf	125
5.6. Orientierungsdichtenabhängiger adaptiver Messablauf	127
5.6.1. Erzeugung von mehrstufigen Messrastern	128
5.6.2. Adaptives heuristisches Auswahlkriterium	131
5.6.3. Schätzung der Orientierungsdichte	140
5.6.4. Abbruchkriterium	141
5.6.5. Automatisierter orientierungsdichtenabhängiger adaptiver Messablauf	143
6. Anwendungen	147
6.1. Verfahren zur Ausrichtung der Strahlquelle	147
6.1.1. Regressionsmodell	148
6.1.2. Ausrichtung der Strahlquelle	150
6.1.3. Beispiel	152
6.2. Beispiel für den automatisierten Messablauf	159
6.3. Beispiel für den orientierungsdichtenabhängigen adaptiven Messablauf	163
6.3.1. Konventioneller Messablauf	164
6.3.2. Adaptiver Messablauf	175
6.4. Optimierung der Detektorgröße	179
7. Zusammenfassung	187

A. Beugungsraumkoordinaten	189
A.1. Beugungsraum- und Detektorkoordinaten	189
A.2. Sichtbarer Ausschnitt eines Beugungsringes	190
A.3. Strahlweg	191
Literatur	193

1. Röntgenbeugung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit Verfahren der Beschaffung röntgenographischer Beugungsbilder mit einem Allzweckdiffraktometer und der Auswertung zur quantitativen Texturanalyse polykristallem Materials. Die Beugungsbilder werden mit einem oder mehreren Flächendetektoren aufgenommen. Innerhalb der letzten Dekaden hat die Weiterentwicklung der Flächendetektortechnik klassische Polfigurmessungen mit Punktdetektoren in vielen Labors durch Flächendetektoren abgelöst. Diese Arbeit liefert einen Beitrag zur vollständigen Automatisierung von Polfigurmessungen mit Flächendetektoren.

In den nachfolgenden vier Kapiteln werden hierfür die benötigten Verfahren entwickelt. Kapitel 2 gibt eine Einführung in die anliegende Beugungsgeometrie am Allzweckdiffraktometer, ausgestattet mit einem Flächendetektor. Den Kern der Arbeit bildet Kapitel 3 mit der Erzeugung von Messschemata für Polfigurmessungen. Kapitel 4 beschäftigt sich mit der Auswertung der nach Ausführung eines Messschemas aufgenommenen Beugungsbilder, insbesondere mit der Quantifizierung der beobachteten Textur. Im Kapitel 5 wird die Schätzung notwendiger Parameter zur vollständigen Automatisierung des, wahlweise orientierungsdichtenabhängigen, Messablaufes erläutert. Kapitel 6 wendet schließlich die entwickelten Verfahren an ausgesuchten Beispielen an, bevor wir in Kapitel 7 mit den gewonnenen Ergebnissen und Erkenntnissen der Arbeit zum Schluss kommen.

Im gegenwärtigen Kapitel 1 geben wir zunächst einen kurzen Überblick über die Grundlagen des Beugungsexperiments mit Verweis auf den Stand der Wissenschaft und Technik an. Dazu erläutern wir Erzeugung, Beugung und Detektion von Röntgenstrahlung soweit, dass wir anschließend Verfahren zur Messung und Auswertung von Polfiguren daraus ableiten können. Mit den klassischen Lehrbüchern über Röntgenbeugung [4, 86, 113, 193], Kristallographie [37, 82, 173] und Texturanalyse [47, 103, 164, 194] können die nachfolgenden Abschnitte ausführlich vertieft werden.

1.1. Kristallstruktur, Kristallsymmetrie und kristallographische Orientierung

Kristalle bestehen aus räumlich regelmäßig angeordneten Atomen, die chemische Bindungen eingehen, dem Kristallgitter. Die regelmäßige Anordnung der Atome

weist eine bestimmte Periodizität auf. Die kleinste deckungsgleiche Periode wird durch ein Parallelepipid als kristallographische Gitterzelle mit drei Basisvektoren $\{\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}\} \subset \mathbb{R}^3$ der Länge

$$a = \|\mathbf{a}\|, b = \|\mathbf{b}\|, c = \|\mathbf{c}\|$$

und Zwischenwinkeln

$$\cos \alpha = (bc)^{-1} \mathbf{b} \cdot \mathbf{c}, \quad \cos \beta = (ca)^{-1} \mathbf{c} \cdot \mathbf{a}, \quad \cos \gamma = (ab)^{-1} \mathbf{a} \cdot \mathbf{b}$$

angegeben. Für ein kristallfestes orthonormales rechtshändiges Koordinatensystem $\mathcal{K}_K = \{\mathbf{x}_K, \mathbf{y}_K, \mathbf{z}_K\} \subset \mathbb{R}^3$ bekommt ein Atom in der Gitterzelle mit Basis $\{\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}\} \in \mathbb{R}^3$ mit Koordinate $[uvw]$ den Vektor

$$\mathbf{r} = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c} \quad (1.1)$$

bezüglich \mathcal{K}_K zugeordnet, \mathbf{r} wird auch Gittervektor genannt. Die duale Basis $\{\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*\} \subset \mathbb{R}^3$ mit der Eigenschaft

$$\mathbf{a} \cdot \mathbf{a}^* = 1, \quad \mathbf{b} \cdot \mathbf{b}^* = 1, \quad \mathbf{c} \cdot \mathbf{c}^* = 1,$$

hat die Basisvektoren

$$\mathbf{a}^* = V_{\text{GZ}}^{-1}(\mathbf{b} \times \mathbf{c}), \quad \mathbf{b}^* = V_{\text{GZ}}^{-1}(\mathbf{c} \times \mathbf{a}), \quad \mathbf{c}^* = V_{\text{GZ}}^{-1}(\mathbf{a} \times \mathbf{b}),$$

mit dem Volumen V_{GZ} der Gitterzelle,

$$V_{\text{GZ}} = (\mathbf{a} \times \mathbf{b}) \cdot \mathbf{c}$$

Ein Vektor mit Koordinaten (hkl) des dualen Raums bekommt bezüglich des kristallfesten Koordinatensystems \mathcal{K}_K den Vektor

$$\mathbf{r}^* = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^* \quad (1.2)$$

zugeordnet, \mathbf{r}^* wird häufig reziproker Gittervektor genannt und der reziproke Einheitsgittervektor $\|\mathbf{r}^*\|^{-1} \mathbf{r}^* \in \mathbb{S}^2$ als Pol einer Netzebene (hkl) . Die Basisvektoren und dualen Basisvektoren werden meist in der Aufstellung

$$\mathbf{a} \parallel \mathbf{x}_K, \quad \mathbf{c}^* \parallel \mathbf{z}_K \quad (1.3)$$

oder

$$\mathbf{a}^* \parallel \mathbf{x}_K, \quad \mathbf{c} \parallel \mathbf{z}_K$$

bezüglich des kristallfesten orthogonalen Koordinatensystems \mathcal{K}_K gewählt. Die Aufstellung (1.3) besitzt die Abbildungsmatrix (siehe z. B. [181])

$$\mathbf{G} = (\mathbf{a} \quad \mathbf{b} \quad \mathbf{c}) = \begin{pmatrix} a & b \cos \gamma & c \cos \beta \\ 0 & b \sin \gamma & c \frac{\cos \alpha - \cos \beta \cos \gamma}{\sin \gamma} \\ 0 & 0 & c \frac{(1 - \cos^2 \gamma - \cos^2 \beta - \cos^2 \alpha + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma)^{1/2}}{\sin \gamma} \end{pmatrix}.$$

Es gilt

$$\mathbf{G}^* = (\mathbf{a}^* \quad \mathbf{b}^* \quad \mathbf{c}^*) = (\mathbf{G}^{-1})^T, \quad \mathbf{G}^* \mathbf{G}^T = \mathbf{G} (\mathbf{G}^*)^T = \mathbf{E}$$

und für Koordinatenvektoren $\mathbf{u} = [uvw]^T$ und $\mathbf{h} = (hkl)^T$, $\mathbf{r} = \mathbf{G}\mathbf{u}$ und $\mathbf{r}^* = \mathbf{G}^*\mathbf{h}$, ferner auch $V_{GZ} = (\mathbf{a} \times \mathbf{b}) \cdot \mathbf{c} = \det \mathbf{G}$.

Symmetrieeoperationen eines Kristallgitters sind Drehungen oder Spiegelungen $\mathbf{A} \in \text{O}(3)$ und Translationen $\mathbf{t} \in \text{T}(3) \subset \mathbb{R}^3$ des Kristallgitters, der Form

$$\mathbf{r}' = \mathbf{A}\mathbf{r} + \mathbf{t},$$

welche die Atome im Kristallgitter deckungsgleich abbilden. Die zulässigen Symmetrieeoperationen eines Kristallgitters bilden insgesamt 230 mögliche kristallographische Raumgruppen $\text{G}_R \subset \text{O}(3) \otimes \text{T}(3)$. Ohne Translationsgruppe $\text{T}(3)$ erhält man die 32 Punktgruppen $\text{G}_P \subseteq \text{G}_R \cap \text{O}(3)$ bestehend aus Drehungen oder Spiegelungen, $\text{G}_P \subset \text{O}(3)$. Ohne Spiegelung gibt es 11 reine Drehgruppen $\text{G}_D \subseteq \text{G}_P \cap \text{SO}(3)$. Fügt man den 32 Punktgruppen ein Inversionszentrum $\bar{1}$ hinzu, erhält man die 11 Lauegruppen $\text{G}_L \subseteq \text{G}_P \otimes \{1, \bar{1}\}$. Die restlichen nicht-zentrosymmetrischen 10 Punktgruppen mit Drehungen und Spiegelungen verfügen über kein Inversionszentrum $\bar{1}$. Die 230 kristallographischen Symmetriegruppen und ihre Erzeuger sind ausführlich in [87] tabuliert. Eine Einführung in die Kristallsymmetrie und deren systematischer Klassifizierung bietet beispielsweise Schumann [181] und Belger & Ehrenberg [26].

Kristalle sind Teil eines (polykristallinen) Festkörpers mit probefestem Koordinatensystem $\mathcal{K}_P = \{\mathbf{x}_P, \mathbf{y}_P, \mathbf{z}_P\}$. Unter Vernachlässigung des Ortes eines Kristalls, bzw. dessen Gitter, ist die Drehung $\mathbf{R} \in \text{SO}(3)$, welche das probefesteste Koordinatensystem \mathcal{K}_P in das kristallfeste Koordinatensystem \mathcal{K}_K überführt, definiert als

$$\text{G}_P \mathcal{K}_K = \mathbf{R} \mathcal{K}_P,$$

wobei $\text{G}_P \mathcal{K}_K = \{\mathbf{A}_j \mathcal{K}_K \mid \mathbf{A}_j \in \text{G}_P\}$ symmetrisch äquivalente (physikalisch ununterscheidbare) Koordinatensysteme sind. Ein reziproker Gittervektor \mathbf{r}_K^* gegeben bezüglich des kristallfesten Koordinatensystems \mathcal{K}_K hat bezüglich des probefesten Koordinatensystems \mathcal{K}_P die Darstellung

$$\mathbf{R} \text{G}_P \mathbf{r}_K^* = \mathbf{r}_P^*. \quad (1.4)$$

Der Einheitsvektor $\|\mathbf{r}_P^*\|^{-1} \mathbf{r}_P^* \in \mathbb{S}^2$ heißt dann Probenrichtung des reziproken Gittervektors \mathbf{r}_K^* des Kristalls. In der Texturanalyse trifft man häufig die Schreibweise $g\mathbf{h} = \mathbf{r}$, $g \in \text{SO}(3)$, an. Die Drehungen der linken Nebenklasse

$$RG_P = \{\mathbf{R}\mathbf{A}_j \mid \mathbf{A}_j \in G_P\}$$

heißten symmetrisch äquivalent, wir benennen diese hier als kristallographische Orientierung oder nur Orientierung. Die Menge aller kristallographischen Orientierungen RG_P ist die Faktorgruppe

$$\text{SO}(3)/G_P = \{RG_P \mid \mathbf{R} \in \text{SO}(3)\}.$$

Aufgrund des Friedelschen Gesetzes wird beim Beugungsversuch im Allgemeinen nur die Lauegruppe $G_P \otimes \{1, \bar{1}\} = G_L$ eines Kristallgitters betrachtet. Wegen dem kanonischen Isomorphismus $(\text{SO}(3)/G_P) \otimes \{1, \bar{1}\} \cong \text{O}(3)/G_L \cong \text{SO}(3)/G_D$, genügt in der Texturanalyse die Kenntnis über die nicht-Zentrosymmetrie der Drehgruppe G_D eines Kristallgitters. Für Drehgruppen und nicht-zentrosymmetrische Punktgruppen bedeutet der Beugungsversuch insbesondere einen Informationsverlust über die Händigkeit.

1.2. Orientierungs- und Poldichte

Die Texturanalyse beschäftigt sich mit der Dichteschätzung und quantitativen Beschreibung einer Orientierungswahrscheinlichkeitsdichtefunktion (Orientierungsdichte, oder kurz ODF)

$$f : \text{SO}(3)/G_P \rightarrow \mathbb{R}_{\geq 0},$$

bzw. $f : \text{SO}(3)/G_D \rightarrow \mathbb{R}_{\geq 0}$, kristallographischer Orientierungen im polykristallinen Festkörper. Eine Orientierungsdichte f gibt die relativen Häufigkeiten

$$f(\mathbf{R}) d\mathbf{R} = dV/V$$

kristallographischer Orientierungen $\mathbf{R} \in \text{SO}(3)/G_P$ im Volumen V eines polykristallinen Festkörpers wieder, wobei $d\mathbf{R}$ das drehinvariante Maß auf $\text{SO}(3)$ und dV ein infinitesimales Volumenelement des Festkörpers ist, und ist auf

$$\int_{\text{SO}(3)/G_P} f(\mathbf{R}) d\mathbf{R} = 8\pi^2 |G_P|$$

normalisiert. Die Wahrscheinlichkeit

$$\text{prob}(\mathbf{R} \in G) = \frac{1}{8\pi^2 |G_P|} \int_G f(\mathbf{R}) d\mathbf{R}$$

einer kristallographischer Orientierung $\mathbf{R} \in G$ in eine (zusammenhängende) Teilmenge $G \subseteq \text{SO}(3)/G_P$ zu fallen entspricht vielmehr dem Volumenanteil im Festkörper, als der Wahrscheinlichkeit eines einzelnen Kornes eine bestimmte Orientierung zu haben. Eine Poldichtefunktion (Poldichte)

$$P : \mathbb{S}^2/G_P \times \mathbb{S}^2 \rightarrow \mathbb{R}_{\geq 0}$$

gibt die relativen Häufigkeiten

$$P(G_P \mathbf{h}, \mathbf{r}) d\mathbf{h} = P(G_P \mathbf{h}, \mathbf{r}) d\mathbf{r} = dV_{G_P \mathbf{h} \parallel \mathbf{r}}/V$$

einer Überdeckung, $G_P \mathbf{h} \parallel \mathbf{r}$, zwischen symmetrisch äquivalenten Polen $G_P \mathbf{h} = \|\mathbf{r}_K^*\|^{-1} G_P \mathbf{r}_K^* \in \mathbb{S}^2/G_P$ bezüglich des kristallfesten Koordinatensystems \mathcal{K}_K und Probenrichtungen $\mathbf{r} = \|\mathbf{r}_P^*\|^{-1} \mathbf{r}_P^* \in \mathbb{S}^2$ bezüglich des probenfesten Koordinatensystems \mathcal{K}_P eines reziproken Gittervektors \mathbf{r}^* im Volumen V des Probenkörpers wieder, wobei $d\mathbf{h}$, bzw. $d\mathbf{r}$, das Oberflächenmaß der Einheitssphäre ist, und ist auf

$$\int_{\mathbb{S}^2} P(G_P \mathbf{h}, \mathbf{r}) d\mathbf{h} = \int_{\mathbb{S}^2} P(G_P \mathbf{h}, \mathbf{r}) d\mathbf{r} = 4\pi$$

normalisiert. Für eine Poldichte P ist es an sich unerheblich, ob ein Gittervektor oder ein reziproker Gittervektor betrachtet wird, da relative Häufigkeiten von Richtungen bezüglich zweier Koordinatensysteme betrachtet werden. Bestimmte reziproke Gittervektoren sind jedoch durch den Beugungsversuch experimentell zugänglich und besitzen als Polfiguren ein physikalisch messbares Gegenstück. Wenn Gleichung (1.4) mit $\mathbf{R} \mathbf{r}_K^* = \mathbf{r}_P^*$ erfüllt ist, dann bringt eine Drehung $\mathbf{R} \in \text{SO}(3)$ einen reziproker Gittervektor \mathbf{r}_K^* bezüglich des kristallfesten Koordinatensystems \mathcal{K}_K mit einem reziproken Gittervektor \mathbf{r}_P^* bezüglich des probenfesten Koordinatensystems \mathcal{K}_P in Überdeckung. Die Menge dieser Drehungen sind Fasern

$$G(\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*) = \{\mathbf{R} \in \text{SO}(3) \mid \mathbf{R} \mathbf{r}_K^* = \mathbf{r}_P^*\},$$

bzw. mit Punktgruppe G_P symmetrisch äquivalente Fasern $G(\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*) G_P$. Fasern sind Geodäten auf $\text{SO}(3)$ [32]. Die totale geodätische Radon-Transformation $\mathcal{R}f$ einer Orientierungsdichte f weist Fasern $G(\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*)$ einen Mittelwert

$$\mathcal{R}f(\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*) = \frac{1}{2\pi} \int_{G(\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*)} f(\mathbf{R}) d\mathbf{R}$$

zu. Der Mittelwert $\mathcal{R}f$ stellt den Dichtewert einer Dichtefunktion zur Überdeckung von $\mathbf{R} \mathbf{r}_K^* \parallel \mathbf{r}_P^*$ bereit. Für symmetrisch äquivalente Fasern $G(\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*) G_P$ einer Punktgruppe G_P ist die Poldichte

$$P(G_P \mathbf{h}, \mathbf{r}) = \frac{1}{|G_P|} \sum_{A \in G_P} \mathcal{R}f(A \mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*).$$

Wegen des Friedelschen Gesetzes sind beim Beugungsversuch jedoch $\mathbf{R}\mathbf{r}_K^* \parallel \mathbf{r}_P^*$ und $-\mathbf{R}\mathbf{r}_K^* \parallel \mathbf{r}_P^*$ physikalisch nicht unterscheidbar und anstatt der Poldichte $P(\mathbf{G}_P\mathbf{h}, \mathbf{r})$ mit (nicht-zentrosymmetrischer) Punktgruppe \mathbf{G}_P ist nur die Poldichte

$$P(\mathbf{G}_L\mathbf{h}, \mathbf{r}) = \frac{1}{2} (P(\mathbf{G}_P\mathbf{h}, \mathbf{r}) + P(-\mathbf{G}_P\mathbf{h}, \mathbf{r})),$$

der entsprechenden Lauegruppe $\mathbf{G}_L = \mathbf{G}_P \otimes \{1, \bar{1}\}$ experimentell zugänglich. Wegen $\text{O}(3)/\mathbf{G}_L \cong \text{SO}(3)/\mathbf{G}_D$ kann die Poldichte $P(\mathbf{G}_L\mathbf{h}, \mathbf{r})$ einer Lauegruppe \mathbf{G}_L über ihre Drehgruppe $\mathbf{G}_D = \mathbf{G}_L \cap \text{SO}(3)$ ausgedrückt werden als

$$\begin{aligned} P(\mathbf{G}_L\mathbf{h}, \mathbf{r}) &= \mathcal{X}f(\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*) \\ &= \frac{1}{2|\mathbf{G}_D|} \sum_{\mathbf{R}_D \in \mathbf{G}_D} (\mathcal{R}f(\mathbf{R}_D\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*) + \mathcal{R}f(-\mathbf{R}_D\mathbf{r}_K^*, \mathbf{r}_P^*)), \end{aligned}$$

mit einer Orientierungsdichte $f : \text{SO}(3)/\mathbf{G}_D \rightarrow \mathbb{R}_{\geq 0}$. Die Poldichte $P : \mathbb{S}^2/\mathbf{G}_L \times \mathbb{S}^2 \rightarrow \mathbb{R}_{\geq 0}$ ist eine gerade Funktion mit den Symmetrieeigenschaften

$$P(\mathbf{G}_L\mathbf{h}, \mathbf{r}) = P(-\mathbf{G}_L\mathbf{h}, \mathbf{r}) = P(\mathbf{G}_L\mathbf{h}, -\mathbf{r}) = P(-\mathbf{G}_L\mathbf{h}, -\mathbf{r}), \quad (1.5)$$

während die Orientierungsdichte $f : \text{SO}(3)/\mathbf{G}_D \rightarrow \mathbb{R}_{\geq 0}$ im Allgemeinen keine gerade Funktion ist [32]. Weitere wichtige Eigenschaften der Radon-Transformation sowie der kristallographischen Röntgentransformation fassen Hielscher *u. a.* [103] und Hielscher & Schaeben [105] zusammen.

Die Methoden zur Dichteschätzung einer Orientierungsdichte aus Polfiguren basieren entweder auf einer Diskretisierung von $\text{SO}(3)$, der Reihenentwicklung von sphärisch Harmonischen oder verfolgen gemischte Ansätze. Die harmonische Methode [45, 46, 169] scheitert gewöhnlich bei hohen Reihenentwicklungsgraden der sphärisch Harmonischen auf $\text{SO}(3)$. Hinzu kommt die schwierige Handhabung der Nicht-Negativitäts-Bedingung $f \geq 0$ [103] sowie die unbestimmbaren ungeraden Fourierkoeffizienten [46, §4.11.6]. Die Methoden von Williams [198], von Imhof [111], die Vektor-Methode [171, 172, 180], die WIMF-Methode [138] und eWIMF-Methode [135], die Arbitrarily-Defined-Cells-Methode [156], die Maximum-Entropie-Methode [177, 179], die Methoden von Bernier *u. a.* [29] und auch die Methode von Kazantsev *u. a.* [118] basieren auf der Schätzung von bedingten Wahrscheinlichkeiten in Zellen einer Zerlegung von $\text{SO}(3)$. Die Methoden unterscheiden sich im Einzelnen in der gewählten Zerlegung von $\text{SO}(3)$, der Berechnung der Einträge der Systemmatrix und der Optimierungsmethode zum Lösen des aufgestellten linearen Gleichungssystems. Für eine hohe Auflösung ist das Aufstellen einer großen dünnbesetzten Systemmatrix jedoch teuer [118]. Die Komponenten-Methode [44, 95–97, 143, 144] nimmt an, dass die Orientierungsdichte mittels wenigen überlagerten parametrischen Wahrscheinlichkeitsverteilungen

erklärt werden kann. Die Lage- und Formparameter der Komponenten sind oftmals mit Nutzerwissen per Hand zu setzen. Schaablen [176] schlug stattdessen das Schätzen einer gewichteten Kerndichte mit gleichverteilten Stützstellen und festem Formparameter vor. Hielscher [102] bzw. [104] gab dazu ein Verfahren mittels schneller Fourier-Transformation an.

1.3. Erzeugung von Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlen (von Röntgen als X-Strahlen bezeichnet, engl. X-rays) sind elektromagnetische Wellen mit einer Wellenlänge λ typischerweise im Bereich zwischen 0.01nm und 10nm. Im elektromagnetischen Spektrum liegen sie zwischen den kürzeren γ -Strahlen und dem längeren ultravioletten Licht. Die Energie E eines Röntgenquants ist laut Planckschem Gesetz

$$E = \hbar\omega = 2\pi \frac{\hbar c}{\lambda},$$

wobei ω die Kreisfrequenz des elektromagnetischen Feldes ist, mit dem reduzierten Planckschen Wirkungsquantum $\hbar = 6.58211928(15) \cdot 10^{-16} \text{ eV} \cdot \text{s}$ und der Ausbreitungsgeschwindigkeit von elektromagnetischer Strahlung im Vakuum $c = 299792458 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ (Lichtgeschwindigkeit). Ein Röntgenquant mit Wellenlänge $\lambda = 0.1 \text{ nm}$ hat die Energie $E = 12.3984193 \text{ keV}$. In der Kristallographie werden Wellenlängen meist im Bereich $0.05 \text{ nm} < \lambda < 0.25 \text{ nm}$ eingesetzt, da diese in der Größenordnung der kleinsten interatomaren Abstände organischer und inorganischer Materialien liegen und auch im Labor erzeugt werden können [157].

Die Herausforderung in der Erzeugung von Röntgenstrahlen liegt in der aufzubringenden Energie und der Kohärenz emittierter Wellenpakete [201]. Röntgenstrahlen können durch Beschleunigung oder Abbremsung geladener Teilchen erzeugt werden. Im Röntgenlabor werden die Strahlen meist durch Röntgenröhren [58, 59], Drehanoden [140] oder Flüssigmetallanoden [100, 148] erzeugt. Von einer Glühkathode werden Elektronen durch thermoelektrische Emission gelöst und durch Anlegen einer Gleichspannung zu einer Metallanode beschleunigt. In der Metallanode werden die Elektronen stark abgebremst und Röntgenstrahlung wird ausgesendet. Röntgenstrahlung kann auch bei Beschleunigung geladener Teilchen, wie Elektronen, Positronen oder Ionen, bei relativistischer Geschwindigkeit emittiert werden. Dies geschieht im Speicherring eines Synchrotrons oder im Freie-Elektronen-Laser mit hoher Brillanz und Kohärenz [81, 168]. Weitere in der Kristallographie verwendete Röntgenstrahlquellen erläutert Arndt *u. a.* [13].

Das Energiespektrum einer Anoden-Röntgenstrahlquelle besteht aus Bremsstrahlung und charakteristischer Strahlung. Die Bremsstrahlung ist ein kontinuierliches

Spektrum und entsteht durch den Energieverlust, den ein Elektron durch Stöße mit Atomen im Anodenmaterial erfährt. Das Bremsspektrum ist durch die maximale Energie begrenzt, welche die kinetische Energie beim Abbremsen eines Elektrons vollständig in ein Röntgenquant umwandeln kann. Ein Großteil ($> 98\%$) der kinetischen Energie der Elektronen wird jedoch bei Stößen mit Atomen in thermische Energie umgewandelt, weshalb die Anode gekühlt wird, gedreht wird oder fließt, um die Wärme abzutransportieren. Ist die kinetische Energie eines beschleunigten Elektrons im Anodenmaterial durch Anlegen einer entsprechenden Gleichspannung groß genug, kommt es zur charakteristische Strahlung. Die Bindungsenergie eines gebundenen Elektrons der Elektronenhülle eines Atoms wird bei der Elektronen–Atom–Kollision überschritten und ein Elektron wird aus der Elektronenhülle geschlagen. Der ionisierte Anregungszustand des Atoms ist instabil und verschwindet nach einer gewissen Relaxationszeit. Während der Relaxation wird das fehlende Elektron mit einem Elektron der Elektronenhülle höherer Bindungsenergie ersetzt. Die Energiedifferenz zwischen den Bindungsenergien wird in Form eines Röntgenquants ausgesendet. Der Relaxationsprozess läuft verhältnismäßig langsam (< 10 ns) ab, daher ist die spektrale Breite der Energiedifferenz $\Delta E = 2\pi\hbar/\tau_r$ recht klein, üblicherweise 1 eV [201]. Messungen zeigen in der Praxis eine größere spektrale Breite [122]. Die Bindungsenergien von Elektronen befinden sich nach dem Bohr–Sommerfeldschen oder dem quantenmechanischen Atommodell auf unterschiedlichen diskreten Energieniveaus. Unter Berücksichtigung von Haupt–, Bahndrehimpuls–, Spin- und Magnetquantenzahlen ergeben sich umfangreiche Regeln für die zulässigen Übergänge zwischen verschiedenen Energieniveaus. Die Strahlung ist für jedes chemisches Element charakteristisch und eignet sich zur Elementbestimmung (Röntgenfluoreszenzanalyse). Beim Übergang von einem höheren Energieniveau auf den K-Zustand spricht man von K-Strahlung und klassifiziert die Übergänge vom L_{III} - oder L_{II} -Zustand zum K-Zustand als Duplet $K\alpha_1$ und $K\alpha_2$, vom M-Zustand nach K als $K\beta$. Die K-Strahlung ist die energiereichste Strahlung und besitzt die höchste Intensität. Die charakteristischen Emissionsenergien sind in [13] oder [66] tabuliert. Für weiterführende Literatur verweisen wir auf [13, 70].

Beide Strahlungsarten eignen sich für Beugungsversuche. Vorzugsweise ist aber der Anwendung entsprechend eine der beiden Strahlungsarten aus dem Emissionsspektrum herauszufiltern. Das Bremsspektrum wird beispielsweise beim Laue-Versuch oder beim energieauflösenden Beugungsversuch verwendet. Üblicherweise wird dazu ein schweres Anodenmaterial (oftmals Wolfram) verwendet, welches erst bei recht hohen Energien (> 50 keV) K-Strahlung entwickelt. Das charakteristische Spektrum liefert eine natürliche Monochromatisierung und wird hauptsächlich bei winkelauflösenden Beugungsversuchen verwendet, mit welchem sich diese Arbeit beschäftigt. Durch Einsatz von Absorbern und Monochromatoren, d. h. einer geeigneten Röntgenoptik, können charakteristische Linien aus dem Spektrum

reduziert oder entfernt werden. Häufig wird ein β -Filtermaterial einer Ordnungszahl niedriger als das Anodenmaterial verwendet, welches das $K\beta$ -Emissionsspektrum nur teilweise schwächt.

1.4. Wechselwirkung mit Materie

Röntgenstrahlung wechselwirkt mit Materie hauptsächlich über die Elektronen von Atomen. Der Strahl wird dabei geschwächt und gestreut.

1.4.1. Schwächung und Absorption

Die Intensität I eines Röntgenstrahls erfährt auf einem infinitesimalen Wegelement $d\alpha$ durch eine homogenes isotropes Medium eine Schwächung

$$dI = -I\mu d\alpha,$$

wobei die Änderungsrate μ der totale lineare Schwächungskoeffizient (Absorptionskoeffizient) ist. Integration liefert als Lambert-Beersches Gesetz die Schwächung auf einem zurückgelegten Wegstück x um den Wert

$$I = I_0 \exp(-\mu x)$$

der ursprünglichen Intensität I_0 des Strahls. Die Änderungsrate μ ist abhängig von der Energie des Strahls und der auf dem Strahlweg wechselwirkenden Atome. Für eine Gitterzelle mit Volumen V_{GZ} (übl. in $\text{\AA}^3 = 10^{-10}\text{m}^3$) und N Atomen kann angenommen werden, dass der Schwächungskoeffizient (in cm^{-1})

$$\mu = V_{\text{GZ}}^{-1} \sum_{j=1}^N \sigma_j, \quad (1.6)$$

wobei σ_j der totale Wirkungsquerschnitt (in b/Atom, $1\text{b} = 10^{-24}\text{m}^2$) des j -ten Atoms ist. Der totale Wirkungsquerschnitt σ ist definiert als

$$\sigma = \sigma_{\text{PH}} + \sigma_{\text{R}} + \sigma_{\text{C}} + \sigma',$$

wobei σ_{PH} der Schwächungsbeitrag des Wirkungsquerschnitts des photoelektrischen Effekts, σ_{R} (elastischen) der Rayleigh-Streuung, σ_{C} der (inelastischen) Compton-Streuung und σ' der restliche Schwächungsbeitrag anderer Ursachen ist. Für die meisten Elemente ist der totale Wirkungsquerschnitt σ in [13] und insbesondere [51] tabuliert. Für die beobachtete Realstruktur erweist sich (1.6) mit

tabulierten Werten meist als ausreichende Näherung. Die Untersuchung des Schwächungsverhalten von Materie ist Gegenstand der Röntgenabsorptionsspektroskopie. Die Schwächung der Gesamtintensität eines durchstrahlten Volumens V ist mit dem Transmissionskoeffizienten [83]

$$\frac{I}{I_0} = \int_V \exp(-\mu x) dV \quad (1.7)$$

durch Integration über alle Strahlwege des durchstrahlten Volumens gegeben.

1.4.2. Streuung und Beugung

Ein Röntgenquant kann an einem Atom verschiedenen Streuprozessen unterliegen. Man unterscheidet klassisch zwischen elastischer Streuung an gebundenen Elektronen oder an ganzen Atomen (Rayleigh–Streuung) und an (quasi) freien Elektronen (Thomson–Streuung), sowie inelastischer Streuung an (quasi) freien Elektronen (Compton–Streuung), ferner bei sehr hohen Energien auch Streuung am elektromagnetischen Feld eines Atomkerns (Delbrück–Streuung). Bei der elastischen Streuung bleibt die Energie des gestreuten Röntgenquants unverändert, bei der inelastischen Streuung wird Energie auf das (quasi) freie Elektron übertragen und das gestreute Röntgenquant besitzt größere Wellenlänge. Die inelastische Compton–Streuung äußert sich mitunter in der diffusen Hintergrundstrahlung eines Beugungsbildes. Elastische und inelastische Streuung kann kohärent oder inkohärent erfolgen. Weitere Streuungsphänomene und Ursachen für Hintergrundstrahlung erläutert [67].

Die gestreute Intensität I_e unpolarisierter elektromagnetischer Wellen mit Intensität I_0 wird mit der klassischen Elektrodynamik bei Thomson–Streuung an freien Elektronen proportional zu

$$I_e = I_0 r_e^2 \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right)$$

angegeben, wobei r_e der klassische Elektronenradius ($2.818 \cdot 10^{-15}$ m) ist und 2θ der Winkel zwischen Beschleunigungsrichtung des Elektrons und der Streurichtung. Der Faktor $P = (1 + \cos^2 2\theta)/2$ wird als Polarisationsfaktor bezeichnet. Bei polarisierten elektromagnetischen Wellen, z. B. Synchrotronstrahlung, hängt die gestreute Intensität I_e vom Winkel zur Polarisationssebene des elektrischen Feldes der Wellen ab.

Unter der Annahme, dass jedes gebundene Elektron eines Atoms unabhängig streut und sich das Einzelstreuvermögen eines Elektrons zum Gesamtstreuvermögen aufaddiert, wird das Streuvermögen eines Atoms mit Elektronendichtefunktion $\rho(r)$ relativ zur Thomson–Streuung am freien Elektron durch den Formfaktor

$$f(\Delta\mathbf{k}) = \int \rho(\mathbf{r}) \exp(i2\pi \Delta\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) d\mathbf{r}$$

beschrieben, wobei

$$\Delta\mathbf{k} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_0$$

die Impulsänderung $2\pi\hbar\Delta\mathbf{k}$ des Röntgenquants aus Richtung \mathbf{k}_0 in Richtung \mathbf{k} propagierend ist, mit Länge der Strahlvektoren $\|\mathbf{k}\| = \|\mathbf{k}_0\| = \lambda^{-1}$ und insbesondere dem Zwischenwinkel $\cos 2\theta = \lambda^2 \mathbf{k} \cdot \mathbf{k}_0$. Der Formfaktor $f(\Delta\mathbf{k})$ ist die Fouriertransformierte der Elektronendichtefunktion $\rho(\mathbf{r})$. Er hängt offenbar nicht vom Ort, aber vom Phasenfaktor $\exp(i2\pi \Delta\mathbf{k} \cdot \mathbf{r})$ zwischen Einfall- und Ausfallsrichtung \mathbf{k}_0 und \mathbf{k} ab. Die Berechnung der Elektronendichtefunktion $\rho(\mathbf{r})$, bzw. des Formfaktors, ist nicht trivial und wurde insbesondere unter Annahme von Kugelsymmetrie der Elektronendichte von [60, 69, 80] durchgeführt. Der Formfaktor $f(\Delta\mathbf{k})$ für verschiedene Atome und deren Ionen ist in [43] tabuliert und umfasst die Berechnungen genannter Autoren. Für die möglichen Dispersionskorrekturen, $f = f_0 + \Delta f' + i\Delta f''$, verweisen wir ebenfalls auf [43].

Ein Atom unterliegt thermischen Schwingungen um seine Ruhelage. Infolgedessen ändert sich die Elektronendichte und das Streuvermögen zeitlich. Meist kann die thermische Schwingung als Gauß-verteilt angenommen werden. Das Streuvermögen des Atoms beträgt dann $f(\Delta\mathbf{k}) T(\Delta\mathbf{k})$, mit dem Temperaturfaktor

$$T(\Delta\mathbf{k}) = \exp\left(-\frac{1}{2}\Delta\mathbf{k}^T \boldsymbol{\sigma}_u \Delta\mathbf{k}\right),$$

wobei $\boldsymbol{\sigma}_u$ die Kovarianzmatrix ist, welche die Verschiebungen um die Ruhelage beschreibt. Im Allgemeinen $\boldsymbol{\sigma}_u = \text{diag}(2M)$, mit dem Debye-Waller-Faktor M . In manchen Fällen müssen erweiterte Modelle für die thermische Schwingung betrachtet werden. Die thermischen Schwingungen tragen ferner zur thermal diffusen Hintergrundstrahlung bei.

In der geometrischen (bzw. kinematischen) Beugungstheorie ist das Streuvermögen eines Kristalls die Überlagerung der einzelnen Streuvermögen der Atome, welche den Kristall bilden. Dabei wird der Gangunterschied zwischen den Atomen berücksichtigt, Schwächung und weitere Interferenzen des gestreuten Strahls aber vernachlässigt. In einer Gitterzelle eines Kristalls mit N Atomen kann die Elektronendichtefunktion als Überlagerung

$$\rho_0(\mathbf{r}) = \sum_{j=1}^N \rho_j(\mathbf{r} - \mathbf{r}_j)$$

von Elektronendichtefunktionen $\rho_j(\mathbf{r} - \mathbf{r}_j)$ zentriert um das j -te Atome bei Gittervektor \mathbf{r}_j angenommen werden, welche sich gegenseitig nicht beeinflussen.

Das Streuvermögen einer Gitterzelle ist mit Überlagerung aller N Streuer als Strukturfaktor

$$\begin{aligned} F(\Delta\mathbf{k}) &= \int \rho_0(\mathbf{r}) \exp(i2\pi \Delta\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) d\mathbf{r} \\ &= \int \sum_{j=1}^N \rho(\mathbf{r} - \mathbf{r}_j) \exp(i2\pi \Delta\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}_j) d\mathbf{r} \\ &= \sum_{j=1}^M g_j f_j(\Delta\mathbf{k}) T_j(\Delta\mathbf{k}) \exp(-i2\pi \Delta\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}_j) \end{aligned}$$

gegeben, mit Besetzungsfaktor g_j , dem Formfaktor $f_j(\Delta\mathbf{k})$ und Temperaturfaktor $T_j(\Delta\mathbf{k})$ des j -ten Atoms. Ein Kristall ist ein endlicher Block aus Gitterzellen. Mit einer Indikatorgitterfunktion $y(\mathbf{r}) = 1$, falls Koordinaten $[uvw] \in \mathbb{N}^3$ des Gittervektors \mathbf{r} im Kristall liegen, $y(\mathbf{r}) = 0$ andernfalls, erhält man den Fouriertransformierten Gitterfaktor

$$Y(\Delta\mathbf{k}) = \int y(\mathbf{r}) \exp(-i2\pi \Delta\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) d\mathbf{r} = \sum_{\mathbf{r}|y(\mathbf{r})=1} \exp(-i2\pi \Delta\mathbf{k} \cdot \mathbf{r})$$

eines endlichen Kristalls. Das Streuvermögen des gesamten Kristalls mit Gitterzellenvolumen V_{GZ} ist dann

$$S(\Delta\mathbf{k}) = V_{GZ}^{-1} F(\Delta\mathbf{k}) Y(\Delta\mathbf{k})$$

und die gestreute Intensität am Kristall beträgt

$$\begin{aligned} I_{\text{kin}}(\Delta\mathbf{k}) &= I_e \cdot S^*(\Delta\mathbf{k}) S(\Delta\mathbf{k}) \\ &= I_0 r_e^2 \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right) \left(\frac{1}{V_{GZ}} \right)^2 |F(\Delta\mathbf{k})|^2 |Y(\Delta\mathbf{k})|^2. \end{aligned}$$

Die gestreute Intensität und deren Verteilung hängt von der Größe und Form des Kristalls ab. Der Gitterfaktor $Y(\Delta\mathbf{k})$ selbst vernachlässigt den Schwächungsvorgang des Strahls beim durchschreiten des Kristalls. Die Intensität eines eintreffenden Strahlvektors ist aufgrund der Schwächung an den Streuzentren unterschiedlich stark. Mehrfachstreuung wird nicht berücksichtigt (vgl. Bornsche Näherung erster Ordnung). Die Strahlen sind zudem parallel (vgl. Fraunhofersche Näherung). Der Gitterfaktor geht gegen unendlich, sofern das Kristallgitter unendlich groß wird. Daher kann die geometrische Beugungstheorie nur auf kleine kohärent streuende (mosaizitäre) Kristalle angewendet werden. Im Allgemeinen behobt die