

# **Texturanalyse mittels winkeldispersiver neutronographischer Kernstreuung**

(Von der Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen der  
Technischen Universität Clausthal als Habilitationsschrift angenommene Arbeit)

**Autor:**  
*H.-G. Brokmeier*

**GKSS 95/E/9**



# **Texturanalyse mittels winkeldispersiver neutronographischer Kernstreuung**

(Von der Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen der  
Technischen Universität Clausthal als Habilitationsschrift angenommene Arbeit)

**Autor:**

***H.-G. Brokmeier***

*(Institut für Metallkunde und  
Metallphysik der Technischen  
Universität Clausthal, Clausthal-  
Zellerfeld)*

Als Manuskript vervielfältigt.

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor.

GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH · Telefon (04152)87-0  
Max-Planck-Straße · D-21502 Geesthacht / Postfach 11 60 · D-21494 Geesthacht

GKSS 95/E/9

## Texturanalyse mittels winkeldispersiver neutronographischer Kernstreuung

*(Von der Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Maschinenwesen der Technischen Universität Clausthal als Habilitationsschrift angenommene Arbeit)*

H.-G. Brokmeier

*160 Seiten mit 73 Abbildungen und 28 Tabellen*

### Zusammenfassung

Die Methode der Texturanalyse mittels Neutronenbeugung wird eingehend beschrieben. Die wesentlichen Vorteile der Neutronenbeugung basieren auf der relativ hohen Eindringtiefe für viele Materialien, die um den Faktor  $10^2$ – $10^4$  höher ist als für Röntgenstrahlen. Daraus folgt, daß die Neutronenbeugung besonders geeignet ist zur Untersuchung von Globaltexturen und grobkörnigen Proben. Außerdem liefert die Messung von großvolumigen Proben eine sehr gute Kornstatistik, so daß der Einfluß von Texturinhomogenitäten vernachlässigt werden kann und die Messung vollständiger Polfiguren von Phasen mit kleinen Volumenanteilen möglich wird. Zahlreiche Beispiele zeigen die Anwendungsmöglichkeiten der Neutronenbeugung zur Texturanalyse von Metallen, Legierungen, Verbundwerkstoffen, intermetallischen Verbindungen und Gesteinen. TEX-2, der Neutronentexturmeßplatz am GKSS-Forschungszentrum wird beschrieben und mit anderen Texturmeßplätzen verglichen.

### Abstract

This paper describes in detail the method of texture determination using neutron diffraction. The main advantages of neutron diffraction arise from the high penetration depth for most materials which is a factor of  $10^2$ – $10^4$  higher than for X-ray diffraction. Consequently neutron diffraction is an efficient tool for the investigation of global textures and coarse grained materials. Moreover, the measurement of large sample volumes gives excellent grain statistics, allows the influence of texture inhomogeneities to be neglected and allows the measurement of complete pole figures even of minority phases. A number of examples show the application of neutron diffraction to measure textures of metals, alloys, composites intermetallic compounds and rocks. A detailed description of TEX-2 the neutron texture diffractometer at GKSS Research Centre is given which is completed by a comparison to other neutron texture diffractometers.

*Manuskripteingang in der Redaktion: 22. Februar 1995*

# Inhaltsverzeichnis

1.0	Einleitung	1
2.0	Neutronenstreuung	5
2.1	Neutronenbeugung zur Texturanalyse	9
2.1.1	Transmission der Neutronen	11
2.1.1.1	Probenvolumen	13
2.1.1.2	Messung von vollständigen Polfiguren	13
2.1.1.3	Kornstatistik, Korngrößenverteilung	15
2.1.1.4	Anisotrope Absorption in mehrphasigen Materialien	16
2.1.1.5	Texturbestimmung von Phasen mit geringen Mengenanteilen	19
2.1.1.6	Einfluß der Probenoberfläche	20
2.1.1.7	Lokale Texturbestimmung mit Neutronen	23
2.1.2	Neutronenstreuamplitude der Elemente	25
2.1.2.1	Phasen mit leichten Elementen	26
2.1.2.2	Neutronendiffraktogramme	27
2.1.2.3	Winkelabhängigkeit der Neutronenstreuamplitude	30
3.0	Texturmessung mit Neutronen	31
3.1	Texturmessung von einphasigen Materialien	35
3.2	Texturmessung von zwei- und mehrphasigen Materialien	42
3.2.1	Texturmessung mehrphasiger Proben ohne Koinzidenzen	42
3.2.2	Texturmessung mehrphasiger Proben mit wenig Koinzidenzen	46
3.2.3	Texturmessung mehrphasiger Proben mit zahlreichen Koinzidenzen	49
4.0	Beschreibung des Texturmeßplatzes TEX-2	60
4.1	Das Texturdiffraktometer	61
4.1.1	Der Primärstrahl	63
4.1.2	Der Trommelkollimator von TEX-2	66
4.1.3	Die Monochromatoren von TEX-2	67
4.1.4	Der Sekundärstrahl	68
4.1.5	Das Vierkreisdiffraktometer	70
4.1.6	Der Detektor	73
4.1.7	Der Meßbetrieb	74
4.2	Das Sicherheits- und Geräteeinstellpaket	78
4.3	Datenerfassung und Datenverarbeitung	80
4.4	Übersicht bisheriger Arbeiten an TEX-2	86
4.5	TEX-2 im Vergleich mit anderen Texturmeßplätzen	92

5.0	Anwendungsbeispiele zur Texturanalytik mittels winkeldispersiver Neutronenbeugung	98
5.1	Texturbestimmung einer bei 800°C 1h getemperten Ti-Al Verbundwerkstoffprobe	99
5.1.1	Probenherstellung	99
5.1.2	Untersuchung des Verbundwerkstoffes	100
5.1.3	Untersuchungen der getemperten Probe	103
5.1.4	Texturvererbung	108
5.2	Quantitative Phasenanalyse stark texturierter Materialien	111
5.2.1	Quantitative Phasenanalyse	111
5.2.2	Berücksichtigung starker Texturen	114
5.2.3	Anwendungsbeispiel Al-Cu Verbundwerkstoff	116
5.2.4	Anwendungsbeispiel Graphit-Siliziumkarbid	120
5.3	Texturbestimmung von Zink auf Eisen	123
5.3.1	Texturmessung	124
5.3.2	Datenauswertung	127
6.0	Zusammenfassung	130
7.0	Literatur	131
7.1	Liste der ICOTOM Proceedingsbände	153
7.2	Liste der Tagungsbände der Clausthaler Texturschulen	154

## 1.0 Einleitung

Polykristalline Stoffe, das heißt Materialien die aus einer größeren Anzahl einzelner Kristallite aufgebaut sind, sind in vielen Bereichen der Materialkunde ( Metalle, Halbleiter, Keramiken, Verbundwerkstoffe, intermetallische Verbindungen etc.) und den Geowissenschaften weit verbreitet. Deshalb ist die Arbeit mit polykristallinen Stoffen nicht auf Stoffklassen und bestimmte Arbeitsbereiche beschränkt. Die Aufgabe, polykristalline Stoffe zu charakterisieren, ihre Weiterentwicklung im Laufe von Produktionsketten zu verfolgen (Deformations- und Rekristallisationsverhalten, Phasenumwandlungen etc.) sowie neue polykristalline Stoffe zu entwickeln, überdeckt den gesamten Bereich von der Grundlagenforschung auf der einen Seite bis zur anwendungsorientierten Produktentwicklung, Produktionskontrolle und Schadensbeschreibung auf der anderen Seite.

Ein polykristallines Material kann durch eine Vielzahl von Kenngrößen beschrieben werden. Hierzu gehören auf der einen Seite reine strukturphysikalische Größen, wie die qualitative und quantitative Element- und Phasenzusammensetzung sowie die Kristallographie der Einkristalle (Kristallstruktur, -chemie und -physik), die den Polykristall bilden. Auf der anderen Seite stehen materialphysikalischen Kenngrößen, die im allgemeinen anisotrop sind und den technologischen Einsatz des Materials beschreiben, wie zum Beispiel elastische, plastische und magnetische Eigenschaften. Als Bindeglied zwischen der Kristallphysik des Einkristalls und den physikalischen Eigenschaften des Polykristalls sind Textur und Gefüge eines Materials die wichtigsten beschreibenden Größen. Alle Prozesse, seien es natürliche im Rahmen der Gesteins- und Gebirgsbildung oder künstliche im Rahmen von Produktionsprozessen, experimentellen Umformexperimenten, Materialbeanspruchungen im technischen Einsatz oder ähnlichem, haben einen Einfluß auf Textur und Gefüge und können somit über die Kenntnis beider Kenngrößen verstanden, beschrieben und/oder gesteuert werden.

Mit dem Begriff Textur wird die Orientierungsverteilung der kristallographischen Achsen der einzelnen Kristallite eines polykristallinen Materials bezogen auf ein äußeres Bezugssystem bezeichnet. Zur Definition der Textur (Wassermann und Grewen 1962) und den mathematischen Möglichkeiten zur Berechnung, Beschreibung und Darstellung der dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktion  $f(g)$  sei auf die umfassenden Darstellungen von Bunge (1969, 1982a), von Matthies, G.W. Vinel und Helming (1987, 1988, 1990), von Dahms und Bunge (1988, 1989), von Dahms (1992a), von Schaeben (1988) und von Schaeben, Siemes und Auerbach (1990) verwiesen. Da es nicht Ziel dieser Arbeit ist, einen Überblick über die unterschiedlichen mathematischen Methoden sowie über die bestehenden Weiterentwicklungen zu geben, ist eine detaillierte Darstellung nicht durchgeführt worden.



Aus der Definition der Textur wird die Bedeutung der Textur für den Polykristall erklärlich. Die anisotropen Polykristalleigenschaften resultieren aus den anisotropen Eigenschaften der Einkristalle, die den Polykristall bilden. Damit stellen die Textur (kristallographische Regelung) und das Gefüge (Mikrostruktur der Kornanordnung) die Bindeglieder zwischen den Eigenschaften eines Einkristalls (z. B. ein Aluminiumeinkristall), und den Eigenschaften eines Polykristalls (z. B. ein Aluminiumblech mit definierter Herstellung) dar. Ob Textur oder Gefüge die dominante Größe darstellt, kann nur im Einzelfall beantwortet werden, so daß beide Untersuchungen komplementär durchzuführen sind.

Zur Bestimmung der Textur werden alle Methoden eingesetzt (Wassermann und Grewen 1962, Haefner 1968, Wenk 1985, Bunge 1988a), die kristallographische Richtungsinformationen der einzelnen Kristallite eines polykristallinen Gefüges in Bezug auf ein gemeinsames makroskopisches Referenzsystem (z.B. Blechgeometrie) liefern. Dabei hat es sich gezeigt, daß in vielen Materialien insbesondere in mehrphasigen polykristallinen Stoffen die Textur nicht homogen ist. Vielmehr ist die Textur innerhalb eines betrachteten Werkstückes oder einer Gesteinsprobe inhomogen. Deshalb muß die Textur in sehr engem Bezug zur betrachteten Volumeneinheit gesehen werden. In Abhängigkeit vom betrachteten Probenvolumen einer kompakten Texturprobe, zum Beispiel ein Probenwürfel mit einer Kantenlänge von 1 cm, wird die Textur in zwei Gruppen eingeteilt:

1. Globaltextur, damit wird die Textur des gesamten Probenvolumens bezeichnet.
2. Lokaltextur, damit wird die Textur eines ausgewählten kleinen Probenvolumens des Probenwürfels bezeichnet. Der ausgewählte Probenbereich kann sowohl im Inneren der Probe liegen als auch an der Probenoberfläche. Für den letztgenannten Fall wird häufig der Begriff Oberflächentextur benutzt, der einen Spezialfall einer Lokaltextur bezeichnet. Für den Fall einer homogenen Texturverteilung ist die Lokaltextur der Globaltextur identisch.

Entsprechend dieser unterschiedlichen Probenbereiche eignen sich unterschiedliche Methoden zur Texturanalyse. Die Röntgenbeugung ist nach wie vor das Standardverfahren der Texturanalytik (Puch et al. 1984), in dem es sehr viele Anwendungen gibt und entsprechend große Erfahrungen vorliegen. Durch Weiterentwicklungen der experimentellen Texturanalytik, insbesondere auf dem Gebiet der Neutronen- und der Elektronenbeugung (Schwarzer 1991, Dingley und Randle 1992) werden die röntgenographischen Texturbestimmungen zunehmend ergänzt. Gekoppelt an die speziellen Eigenschaften der drei Strahlungsarten, insbesondere der Eindringtiefe in kompakte Materialien und an das lokale Auflösungsvermögen des Elektronen-, Röntgen- und Neutronenstrahles,

ergibt sich eine grobe Zuordnung der drei Methoden zu den genannten Texturgruppen. Je nach Probenmaterial und Probenpräparation gibt es Ausnahmen von dieser Zuordnung. Wegen der hohen Eindringtiefe der Neutronen gilt die Neutronenbeugung als ideale Methode zur Bestimmung von Globaltexturen (siehe im Detail in Kapitel 2.1). Es werden im Vergleich zu den beiden anderen Strahlungsarten relativ große Probenvolumina erfaßt, so daß Texturinhomogenitäten ausgemittelt werden. Die Standardmethoden der Röntgenbeugung erfassen wegen der geringeren Eindringtiefe nur die oberflächennahen Bereiche einer kompakten Probe. Zur Eliminierung von Texturinhomogenitäten wird zum Beispiel die Probe im Strahl bewegt, so daß die meßbare Probenfläche vergrößert wird. Damit liegt das Hauptanwendungsgebiet der röntgenographischen Meßtechniken bei der Texturanalyse von Probenoberflächen einem Spezialgebiet der Lokaltexurbestimmung. Mit Hilfe einer speziellen Präparationstechnik zur Herstellung von Schrägschnitten kann auch röntgenographisch die Globaltextur von Blechen bestimmt werden. Wegen des sehr guten lokalen Auflösungsvermögens des Elektronenstrahles wird die Elektronenbeugung zur Untersuchung von Lokaltexuren benutzt.

Globaltextur	-	Neutronenbeugung, (Röntgenbeugung)
Oberflächentextur	-	Röntgenbeugung
Lokaltexur	-	Elektronenbeugung

Ein Sonderfall röntgenographischer Texturbestimmung stellt die Benutzung von Synchrotronstrahlung dar (Szpunar und Davies 1984, Gottstein 1988). Der an einem Synchrotron angebotene Röntgenstrahl liefert auf Grund seiner hohen Strahlintensitäten und seiner hohen Strahlkollimation ausgezeichnete Voraussetzungen um kleine Volumenelemente einer ausgedehnten Probe untersuchen zu können.

Kurzwellige Röntgenstrahlung der charakteristischen Wolfram  $K_{\alpha}$ -Strahlung (Brokmeier et al. 1988) oder dem kontinuierlichen Bremsspektrum einer Wolfram-Anode (Otten 1988) stellt einen weiteren Sonderfall röntgenographischer Texturmessung dar. Die hohe Transmission der kurzwelligen Röntgenstrahlung erlaubt für einige Materialien eine Globaltexturbestimmung. Im industriellen Einsatz befindet sich eine energiedispersive Röntgentechnik, basierend auf dem kontinuierlichen Bremsspektrum einer 100 kV Wolfram-Röntgenröhre, zur on-line Texturbestimmung in einer Walzstraße (Kopineck und Otten 1991).

Obwohl das Ziel jeder Methode die Bestimmung der Textur also der dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktion  $f(g)$  (ODF-orientation distribution function) ist, sind die oben genannten Methoden wegen der speziellen Eigenschaften der verwendeten

Strahlungsarten und der damit erfaßten Probenvolumina als komplementär zu betrachten.

$$f^i(g) = \frac{dV^i/V^i}{dg} \quad ; g = \{\alpha, \beta, \gamma\} = \{\varphi_1, \phi, \varphi_2\} \quad (1)$$

$f^i(g)$	-	Orientierungsverteilungsfunktion der Phase i
$dV^i/V^i$	-	Volumenanteil der Phase i mit der Orientierung g
$dg$	-	Orientierungselement

Wie aus Gleichung 1 zu entnehmen ist, besitzt jede Phase eines mehrphasigen Materials eine eigene Textur beziehungsweise eine eigene Orientierungsverteilungsfunktion  $f^i(g)$ . Abbildung 1 zeigt als Beispiel ein zweiphasiges Material bestehend aus den Phasen A und B. Zur vollständigen Texturbeschreibung dieses Materials ist es notwendig, die Textur beider Phasen, also der Phase A und der Phase B, getrennt zu bestimmen.

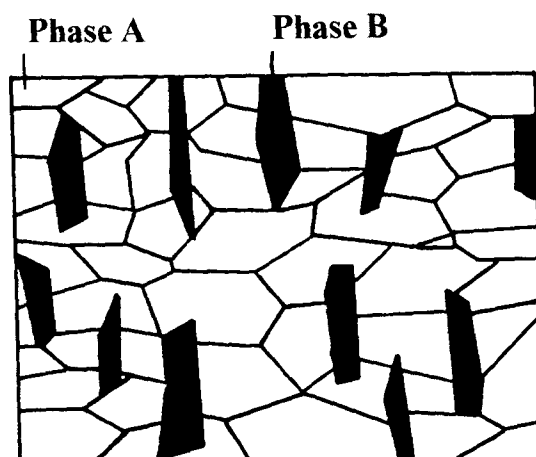


Abb.1: Schematische Darstellung eines Zweiphasenwerkstoffes

Mehrphasige Werkstoffe sind weit verbreitet und stellen an die Texturanalytik besonders hohe Anforderungen. Zur Lösung meßtechnischer Probleme kann die Texturbestimmung mittels winkeldispersiver neutronographischer Kernstreuung einen wesentlichen Beitrag liefern. Zur allgemeinen Information über Fragen der Texturanalytik inklusiv der Neutronenbeugung (Texturmessung, Texturauswertung, Textursimulation, Texturdokumentation diverser Materialien aller Typen) sei auf drei Quellen hingewiesen.

1. Proceedings der Internationalen Texturtagungsreihe ICOTOM 'International Conference on Textures of Materials' (siehe Kap 7.1)
2. Zeitschrift 'Textures and Microstructures' des Verlages Gordon and Breach
3. Tagungsbände der Clausthaler Texturseminare (siehe Kap. 7.2)

## 2.0 Neutronenstreuung

Nach der Beschreibung der Wellennatur von Elementarteilchen durch de Broglie, wird einem Neutronenstrahl eine Wellenlänge zugeordnet, die allgemein als de Broglie-Wellenlänge  $\lambda_{de\ Br}$  bezeichnet wird.

$$\lambda_{de\ Br} = h/mv \quad (2)$$

$\lambda$	-	Wellenlänge
$h$	-	Planck'sche Konstante
$m$	-	Neutronenmasse
$v$	-	Geschwindigkeit

Kurz nach der Entdeckung der Neutronen durch Chadwick (1932) wurden zahlreiche Projekte zur Erforschung des Neutrons, zur Beschreibung der Neutronenstrahleigenschaften sowie zur Untersuchung von Einsatzmöglichkeiten der Neutronenstrahlen zur Beschreibung kondensierter Materie durchgeführt. Die neutronographischen Untersuchungsverfahren haben sich seit den Anfängen der Neutronenstreuung im Jahre 1936 mit den drei Veröffentlichungen von

- W.M. Elsasser: The Diffraction of Slow Neutrons by Crystalline Substances
- H. von Halpan Jr. und P.N. Prieswerk: Experimental Proof of Neutron Diffraction
- D.P. Mitchell und P.N. Powers: Bragg-Reflection of Slow Neutrons

zu einem wertvollen Hilfsmittel bei der Behandlung physikalischer, chemischer, kristallographischer, biologischer, biochemischer, materialwissenschaftlicher und geowissenschaftlicher Fragestellungen entwickelt. Umfangreiche Übersichtsarbeiten zur Einführung in die Neutronenstreuung sind unter anderem von Egelstaff (1965), Willis (1970), Marshall und Lovesey (1971), Bacon (1975), Dachs (1978), Kostorz und Lovesey (1979), Lovesey (1984), Skjöld und Price (1987) veröffentlicht worden.

Als moderne Neutronenstrahlquellen (siehe Tabelle 1) dienen heute Forschungsreaktoren (FR) mit Leistungen bis zu 135 Megawatt (MW) und Spallationsneutronenquellen (SNQ). In Forschungsreaktoren werden Neutronen aus der Kernspaltung gewonnen. Bei der Spallation werden schwere Kerne durch Protonenbeschuss hoher Energie zum Emitieren von Neutronen angeregt.

Tabelle 1: Liste deutscher und einiger ausgewählter internationaler Neutronenquellen

Quelle	Typ	Leistung	Betreiber
BER-II	Reaktor	10 MW	HMI-Berlin (D)
FRG-1	Reaktor	5 MW	GKSS-Geesthacht (D)
FRJ-2	Reaktor	23 MW	FZ-Jülich (D)
FRM	Reaktor	4 MW	TU-München (D)
FMRB	Reaktor	1 MW	PTB-Braunschweig (D)
DR3	Reaktor	10 MW	Risø Nat. Lab. (DK)
HFR-ILL	Reaktor	57 MW	ILL-Grenoble (F)
Orphee	Reaktor	14 MW	CEN-Saclay (F)
Siloe	Reaktor	35 MW	CEN-Grenoble (F)
HFR	Reaktor	45 MW	Joint Res. Centre Petten (NL)
Saphir	Reaktor	10 MW	PSI-Würenlingen (CH)
HFBR-BNL	Reaktor	40 MW	Brookhaven Nat. Lab. (USA)
HFIR-ORNL	Reaktor	100 MW	Oak Ridge Nat. Lab. (USA)
NRU	Reaktor	135 MW	Chalk River Nucl. Lab. (CAN)
IBR-2	Reaktor (gepulst)	4 MW	JINR-Dubna (Russland)
ISIS	Spallation		Rutherford Appelton Lab. (GB)
IPNS	Spallation		Argonne Nat. Lab. (USA)
LANSCE	Spallation		Los Alamos Nat. Lab. (USA)
KENS	Spallation		KEK Tsukuba (Japan)

Die vielfältigen Einsatzmöglichkeiten der Neutronenstrahlung zur Untersuchung kondensierter Materie sind im wesentlichen auf zwei Faktoren begründet; den Wechselwirkungsmechanismen zwischen den Neutronen und der durchstrahlten Materie sowie den spezifischen Eigenschaften des Neutronenstrahles.

Neutronen sind bekanntlich elektrisch neutral. Deshalb sind die Eindringtiefen eines Neutronenstrahles relativ groß und ermöglichen die Untersuchung von Volumeneffekten. Die Neutronen treten in Wechselwirkung mit den Atomkernen der durchstrahlten Probe (Kernstreuung). Dies führt dazu, daß die Streubeiträge von leichten und schweren Elementen in der gleichen Größenordnung sind. Leichte Elemente wie zum Beispiel Sauerstoff und Kohlenstoff können also mit gleicher Güte untersucht werden wie schwere Elemente wie zum Beispiel Blei und Wismut. Außerdem streuen die einzelnen Isotope eines Elementes auf Grund der unterschiedlichen Kernzusammensetzung

unterschiedlich, so daß der Isotopenaustausch zum Markieren von Substanzen für diverse Untersuchungen eingesetzt wird. Zusätzlich zu der eben erwähnten Kernstreuung tritt noch ein Anteil magnetischer Streuung auf. Das Neutron besitzt einen Neutronenspin beziehungsweise ein magnetisches Moment, wodurch eine Wechselwirkung mit dem magnetischen Moment der unpaarigen Hüllelektronen der Atome und in wesentlich geringerem Umfang mit dem magnetischen Moment der Atomkerne auftritt. Neben den Streueffekten werden Neutronen absorbiert oder bewirken die Spaltung von Atomkernen. Kernreaktionen im Rahmen von Absorptionsprozessen sind beim Einfangen eines Neutrons beispielsweise das Emittieren von  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - Teilchen oder von Photonen. Diese Reaktionsprodukte werden zum Nachweis von Neutronen in Neutronendetektoren eingesetzt. Außerdem werden Materialien mit einem hohen Anteil von Absorptionsprozessen am Gesamtwechselwirkungspotential wie zum Beispiel Cadmium, Gadolinium, Bor und Lithium im Rahmen von Neutronenabschirmungen und Blendensystemen verwendet.

Die Wellenlänge eines thermischen Neutronenstrahles liegt mit  $1.0 \text{ \AA} - 2.5 \text{ \AA}$  im gleichen Größenbereich wie die Wellenlänge von Elektronen- und Röntgenstrahlen. Alle drei Strahlungsarten haben damit Wellenlängen im Dimensionsbereich von Atomdurchmessern und Gitterabständen von Kristallstrukturen. Neutronen streuen wie Elektronen- und Röntgenstrahlen kohärent elastisch und werden für vielfältige Untersuchungen der statischen Struktur in der Einkristall-, in der Pulver- und in der Polykristalldiffraktometrie eingesetzt. Für alle drei der oben genannten Strahlungsarten gilt für diese Untersuchung die Bragg'sche Gleichung als Basisgleichung:

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = n\lambda \quad (3)$$

$$\begin{array}{ll} d_{hkl} & - \text{ Netzebenenabstand} \\ \theta_{hkl} & - \text{ Reflexionswinkel} \end{array}$$

Neben der Wellenlänge des Neutronenstrahles ist die Geschwindigkeit der Neutronen eine wesentliche Größe. Thermische Neutronen, also Neutronen die im thermischen Gleichgewicht mit den Atomen des Moderators (z.B.  $\text{H}_2\text{O}$ ) stehen (Gläser 1973), haben bei Zimmertemperatur (293 K) eine Energie von 0,025 eV, eine Geschwindigkeiten von 2200 m/s und eine Wellenlänge von  $1.8 \text{ \AA}$ . Ein Vergleich mit den Frequenzen der Atombewegungen wie optische und akustische Schwingungen ( $10^{12} \text{ Hz}$ ) oder Diffusionen ( $10^{10} \text{ Hz}$ ) zeigt, daß die Neutronenstrahlung eine Sonde zur Untersuchung dieser Prozesse ist. Die Wechselwirkung zwischen den Neutronen und den sich bewegenden Atomen liefert einen inelastischen Beitrag zur Streufunktion. Inelastische Neutronenstreuung bedeutet, daß das Neutron bei dem Streuprozess

- a. Energie verliert. Die Energie wird an das streuende System abgegeben, so daß zum Beispiel Gitterschwingungen in dem System angeregt werden.
- b. Energie gewinnt. Die Energie wird bei dem Streuprozess von dem System auf das Neutron übertragen.

Gekoppelt mit dem Energieübertrag ist eine Änderung der Neutronenwellenlänge.

$$E = 81.81/\lambda^2 \quad E \text{ in meV, } \lambda \text{ in } \text{\AA} \quad (4)$$

Über die Untersuchungen inelastischer Streuprozesse ist es also möglich neben der statischen Struktur auch die dynamische Struktur der kondensierten Materie zu bestimmen.

Die Neutronenstreuung (Kernstreuung) wird also zum einen Analog zur Röntgenbeugung eingesetzt um Phänomene zu untersuchen, die auf die räumliche Anordnung der Atome zurückzuführen sind und zum anderen in Ergänzung zur Röntgenbeugung um zeitabhängige langsame Bewegungen der Atome und Moleküle zu studieren. Außerdem ermöglicht die magnetische Streuung die Untersuchung magnetischer Strukturen (elastische Streuung) und magnetischer Gitterschwingungen (inelastische Streuung).

Bedingt durch die besonderen Eigenschaften der Neutronen als Elementarteilchen und den besonderen Eigenschaften der Neutronenstrahlung zeigt die Neutronenstreuung ein breites Anwendungsspektrum auf das im Rahmen dieser Arbeit nicht näher eingegangen werden kann. Neben den oben genannten allgemeinen Übersichtsarbeiten gibt es zahlreiche themenspezifische Arbeiten, die den Einsatz der Neutronenstreuung in der Chemie (Bacon 1963; Fuess 1979; Lechner und Riekel 1982; Hewat 1992), in der Biologie (Schoenborn 1984; Jacrot 1986; Stuhmann 1987) und in der Physik (Izyumov und Ozerov 1970; Lovesy und Springer 1977; Currat und Pynn 1979) behandeln. Im Falle materialwissenschaftlicher Untersuchungen wird im wesentlichen die elastisch kohärente Neutronenstreuung eingesetzt um polykristalline Proben zu charakterisieren. Das Spektrum der Untersuchungen erstreckt sich über:

- qualitative und quantitative Phasenbestimmung
- Strukturbestimmung
- Texturbestimmung
- Messung von Gitterdehnungen
- Korngrößenbestimmung
- Untersuchung von Phasentransformationen
- Bestimmung von Ordnungs- Unordnungsphänomenen

Eine weitere Methode, die für materialwissenschaftliche Untersuchungen eingesetzt wird, ist die Neutronenkleinwinkelstreuung (Kostorz 1979). Im Gegensatz zu den bisher beschriebenen Verfahren basiert die Kleinwinkelstreuung auf einer diffusen Streuung von streuenden Partikeln, die in einer Matrix eingebettet sind. Notwendig ist ein genügender Streukontrast zwischen Matrix und den Einlagerungen. Diese Streuung, die zum Beispiel von Makromolekülen und Polymeren in einer Einbettungsmatrix oder von Inhomogenitäten in Festkörpern (Ausscheidungen, Poren etc.) erzeugt wird, tritt in der Nähe des direkten Strahles (Primärstrahl) bei sehr kleinen Beugungswinkeln auf und nimmt schnell mit steigendem Beugungswinkel ab. Eine Analyse der Streukurve ermöglicht Untersuchungen der streuenden Partikel (Partikelgröße, Partikelkonzentration etc.).

## 2.1 Neutronenbeugung zur Texturanalyse

Nahezu 20 Jahre nach der Entdeckung des Neutrons durch Chadwick wurde im Jahre 1953 die erste Neutronentexturmessung von Brockhouse zur qualitativen Textur von Nickeldrähten im Chalk River Laboratorium in Kanada durchgeführt. Einen wesentlichen Impuls bekam die neutronographische Texturanalytik durch die erste quantitative Texturbestimmung von gewalztem Kupfer durch Bunge und Tobisch (1968). Unter Ausnutzung der für die Texturanalytik wesentlichen Vorteile thermischer Neutronen wurden verschiedene Meßmethoden zur neutronographischen Texturbestimmung weiterentwickelt. Da zur neutronographischen Texturanalyse ebenso wie zur röntgenographischen Texturanalyse die elastisch kohärente Streuung (Bragg Streuung) benutzt wird, sind neutronographische und röntgenographische Meßverfahren sehr verwandt (z.B. winkeldispersive und energiedispersive Diffraktion). Das Messen von Texturen mittels Neutronenbeugung wird ausführlich in Kapitel 3 behandelt. Die nachfolgende Zusammenstellung gibt eine kurze Übersicht über die Historie der neutronographischen Texturbestimmung.

- 1953 1. qualitative Texturbestimmung  
B.N. Brockhouse (Chalk River Laboratorium)
- 1968 1. quantitative Texturbestimmung  
H.J. Bunge, J.Tobisch (ZfK Rossendorf)
- 1968 1. qualitative Texturmessung mittels Flugzeitmethode  
J.Szpunar, A. Oles, B. Buras, I.Susnonska, E. Pietras
- 1980 1. quantitative Texturmessung mittels Flugzeitmethode  
K. Feldmann, M.Betzl, A. Andreeff, K. Hennig,  
K. Kleinstück, W. Matz (Dubna)
- 1981 1. dynamische Texturbestimmung  
N. Hansen, T. Leffers, J.K. Kjems (Risø National Laboratorium)



- 1982 1. qualitative Texturbestimmung mittels linear ortsauflösendem Detektor  
H.J. Bunge, H.R. Wenk, J.Pannetier (Grenoble)
- 1987 1. Einzelkorntexturmessung  
J.S. Smyth, P.J. Vergamini, A. Schultz (Los Alamos)
- 1987 1. Flugzeittexturmessung mittels 2D-ortsauflösendem Detektor  
H.R. Wenk, P.J. Vergamini, A.C. Larson (Los Alamos)
- 1989 1. quantitative Texturbestimmung mittels linear ortsauflösendem Detektor  
H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge, F. Heinicke, C. Ritter (Grenoble)
- 1990 1. Tieftemperaturtexturmessung  
F. Elf, W. Schäfer, S. Höfler, G. Will (Jülich)

Wie aus der vorstehenden Zusammenstellung zu ersehen ist, sind in der modernen Texturanalytik unterschiedliche neutronographische Meßmethoden im Einsatz. Die Vielfalt der Meßmethoden spiegelt die Vielfalt der polykristallinen Materialien und ihre materialspezifischen Anforderungen an das Experiment wieder. Dabei kann festgestellt werden, daß sich die winkeldispersiven Methoden im Laufe der letzten Jahre zu den Standardtexturbestimmungsverfahren entwickelt haben. Daran haben zum einen die apparativen Weiterentwicklungen (Detektortechnik, Probenumgebung etc.) und zum anderen in ganz erheblichem Maße der verstärkte Zugang zu entsprechenden Neutronentexturmeßplätzen beigetragen.

Die Wechselwirkung der Neutronen mit den Atomen der durchstrahlten Probe kann vereinfacht in drei Gruppen eingeteilt werden:

1. Ein großer Teil des Neutronenstrahles durchstrahlt die Probe unbeeinflusst.
2. Ein Teil der Neutronen wird in der Probe absorbiert.
3. Ein Teil der Neutronen wird an den Atomen der Probe gestreut

Für Texturmessungen wird nur der Teil der elastisch kohärent gestreuten Neutronen (Bragg-Streuung, Bragg'sche Gleichung) verwendet. Alle anderen Streuprozesse (inelastische wie inkohärente) sind für die Texturmessung nicht nutzbar, sondern liefern einen Beitrag zum Streuuntergrund.

Auf Grund unterschiedlicher Wechselwirkungen zwischen der Strahlungsart, die zur Untersuchung benutzt wird, und den Atomen des untersuchten Materials, können zahlreiche Unterschiede zwischen der neutronographischen und der röntgenographischen Texturmessung festgestellt werden. Übersichtsarbeiten zum Vergleich bezüglich der Vor- und der Nachteile der einzelnen Strahlungsarten (im wesentlichen Röntgen- und Neutronenstrahlung) beim Einsatz in der Texturanalytik sind von verschiedenen Autoren

veröffentlicht worden (Kleinstück 1976, Szpunar 1976, Welch 1986, Bunge 1989a, Brokmeier 1991). Die zur Texturmessung benutzten Eigenschaften des Neutronenstrahles beruhen auf verschiedenen Prinzipien der Wechselwirkung zwischen den Neutronen und den Gitteratomen der kondensierten Materie. Die Kernstreuung, also die Wechselwirkung zwischen den Neutronen und den Atomkernen, liefert Informationen über die kristallographische Zelle und ermöglicht somit die Bestimmung der kristallographischen Textur. Die magnetische Streuung, also die Wechselwirkung zwischen den Neutronen und den Elektronen der Gitteratome, liefert Informationen über die magnetische Zelle. Damit besteht die Möglichkeit mittels Neutronenstreuexperimenten neben der kristallographischen Textur auch die magnetische Textur eines Materials zu bestimmen. Der gegenwärtige Stand der neutronographischen Texturanalytik beschäftigt sich jedoch im wesentlichen mit der Bestimmung der kristallographischen Textur. Die Bestimmung der kristallographischen Textur mittels thermischer Neutronen gehört inzwischen zu den Standardmethoden in der Texturanalytik. Im Gegensatz dazu ist die Bestimmung der magnetischen Textur, die entsprechend der Streutheorie der Neutronen prinzipiell möglich ist, bisher nur ansatzweise verwirklicht. Ein zunehmendes Interesse an magnetischen Werkstoffen (Bunge 1989b) wird in Zukunft vermehrt Arbeiten zur Bestimmung der magnetischen Textur, zum Vergleich der magnetischen und der kristallographischen Textur sowie zur Klärung magnetischer Anisotropieeffekte in diversen Materialien erforderlich machen. Deshalb ist zum gegenwärtigen Zeitpunkt eine Einschränkung auf die Texturbestimmung mittels neutronographischer Kernstreuung notwendig.

### 2.1.1 Transmission der Neutronen

Im Vergleich zur Röntgenbeugung kann festgestellt werden, daß die Wechselwirkungen zwischen den Gitteratomen und den Neutronen relativ schwach sind. Das bedeutet, daß die Eindringtiefen der Neutronenstrahlen um den Faktor  $10^2$ - $10^4$  größer sind als die Eindringtiefen von Röntgenstrahlen vergleichbarer Wellenlängen. Tabelle 2 zeigt die Eindringtiefen einiger Standardmetalle sowie einiger Minerale aus verschiedenen Bereichen der Geologie (Erz-, Salz- und gesteinsbildende Minerale). Als Maß der Eindringtiefe ist die Halbwertsdicke  $d_{1/2}$  benutzt worden. Die Halbwertsdicke eines Materials ist definiert als die Dicke einer ebenen Materialplatte, bei der die Intensität des senkrecht einfallenden Strahles um 50% geschwächt wird (Neff 1962). Bei dieser klassischen Betrachtung werden alle Faktoren berücksichtigt, die zur Schwächung des einfallenden Strahles beitragen. Dazu gehören neben der reinen Absorption im Material auch die kohärente und inkohärente Streustrahlung, die im Falle der Neutronenbeugung zum Teil bedeutende Beiträge liefert. Zusätzlich zu den Halbwertsdicken für Neutronenstrahlen von  $1.0 \text{ \AA}$  und für Röntgenstrahlen von  $1.54 \text{ \AA}$  ist jeweils das Verhältnis  $d_{1/2}^n/d_{1/2}^x$  angegeben.

Tabelle 2: Transmission für Neutronen- (1.0 Å ) und Röntgenstrahlung (Cu K $\alpha$  - 1.5418 Å )

Material	$d_{1/2}^x$ in $\mu m$ (Röntgen)	$d_{1/2}^n$ in $\mu m$ (Neutronen)	$d_{1/2}^n/d_{1/2}^x$
Aluminium	52.8	76760	1454
Blei	2.6	21004	8078
Eisen	2.9	7841	2703
Kupfer	14.6	8545	585
Nickel	17.0	3792	223
Titan	10.7	16113	1506
Vanadium	4.9	12632	2578
Zink	16.1	23516	1460
Albit	81.0	24800	306
Anhydrit	31.7	24080	760
Biotit	18.1	6410	354
Calcit	36.0	19800	550
Epsomit	175.1	1410	8
Galenit	4.3	27930	6495
Gips	48.5	2400	49
Graphit	668.2	11050	17
Halit	42.0	8140	194
Hämatit	6.0	9160	1527
Hornblende	25.0	9690	388
Kaolinit	89.6	3040	34
Kieserit	79.0	3200	41
Korund	56.1	18590	331
Magnetit	5.9	9290	1574
Muskovit	57.9	7940	137
Polyhalit	38.0	6000	158
Pyrit	7.1	17530	2469
Quarz	75.9	24300	320
Siderit	11.5	3860	335
Sphalerit	24.4	43600	1787

Die relativ große Eindringtiefe für viele Materialien liefert eine Vielzahl von Vorteilen, die bei der neutronographischen Texturanalyse ausgenutzt werden können.

### 2.1.1.1 Probenvolumen

Im Vergleich zur Röntgenbeugung kann das untersuchte Probenvolumen bei Verwendung von Neutronenstrahlen um den Faktor  $10^4$ - $10^6$  größer sein. Das Ergebnis einer Texturanalyse mittels Neutronenstrahlung liefert die Globaltextur von Probenvolumina im  $\text{cm}^3$ -Bereich. Die Messung kann zerstörungsfrei durchgeführt werden, so daß eine Weiterbehandlung der Probe erfolgen kann, wie zum Beispiel eine sich anschließende mikroskopische Untersuchung oder die Durchführung einer Versuchsserie zum Temperaturverhalten eines Materials (Umformung  $\rightarrow$  Erholung  $\rightarrow$  Rekristallisation). Das bedeutet, daß die typische Probengeometrie der 'Neutronenprobe' sich deutlich von der Probengeometrie unterscheidet, die in der röntgenographischen Texturmessung üblich ist. Als Standardproben haben sich Kugeln, Zylinder oder Würfel, wie in Tabelle 3 dargestellt, erwiesen. Je nach Anforderung an die Genauigkeit der Texturanalyse, dem Geräteaufbau und der Probenbeschaffenheit (Präparation) kann von diesen Richtwerten abgewichen werden.

Tab.3: Typische Probengeometrien, die in der neutronographischen Texturanalytik eingesetzt werden

Probengeometrie	Dimension
Kugel	Durchmesser 15-20 mm
Zylinder	Höhe 10-15 mm Durchmesser 10-15 mm
Würfel	Kantenlänge 10 mm

Aus Tabelle 3 ist zu ersehen, daß großvolumige Proben, wie sie bei Verformungsexperimenten oder Materialtests eingesetzt werden, neutronographisch auf Textur und Phasenzusammensetzung untersucht werden können, ohne das Material größeren Bearbeitungen auszusetzen.

### 2.1.1.2 Messung von vollständigen Polfiguren

Auf der einen Seite sind thermische Neutronen in der Lage großvolumige Proben zu durchstrahlen (siehe Kap. 2.1.1) und auf der anderen Seite kann der Strahlenquerschnitt eines Neutronenstrahles so groß gewählt werden, daß die gesamte großvolumige

Probe während einer Texturmessung im Strahl badet. Daraus hat sich die 'Kugelprobenmethode' nach Tobisch und Bunge (1972) entwickelt, die zur Standardmethode der neutronographischen Messung von Polfiguren geworden ist. Das Ergebnis einer Texturmessung nach der 'Kugelprobenmethode' sind vollständige Polfiguren ohne jegliche Einschränkung. Abbildung 2a zeigt das Meßverfahren der neutronographischen 'Kugelprobenmethode' und Abbildung 2b einen Probenzylinder, der vom Neutronenstrahl erfaßt wird.

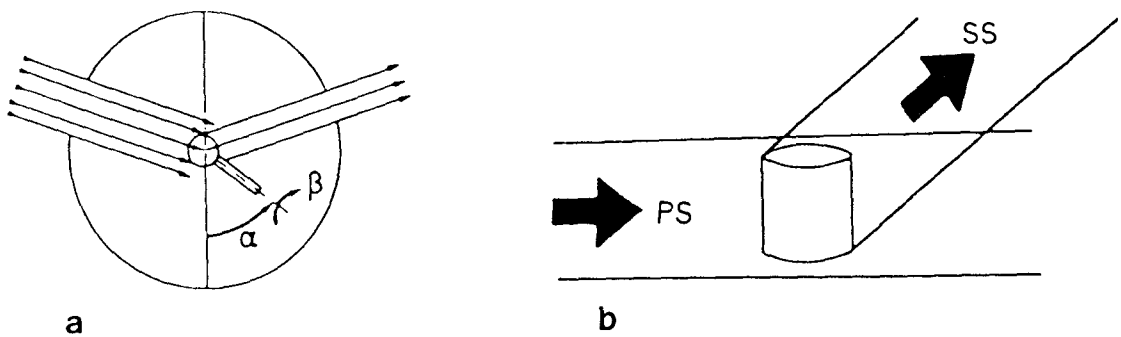
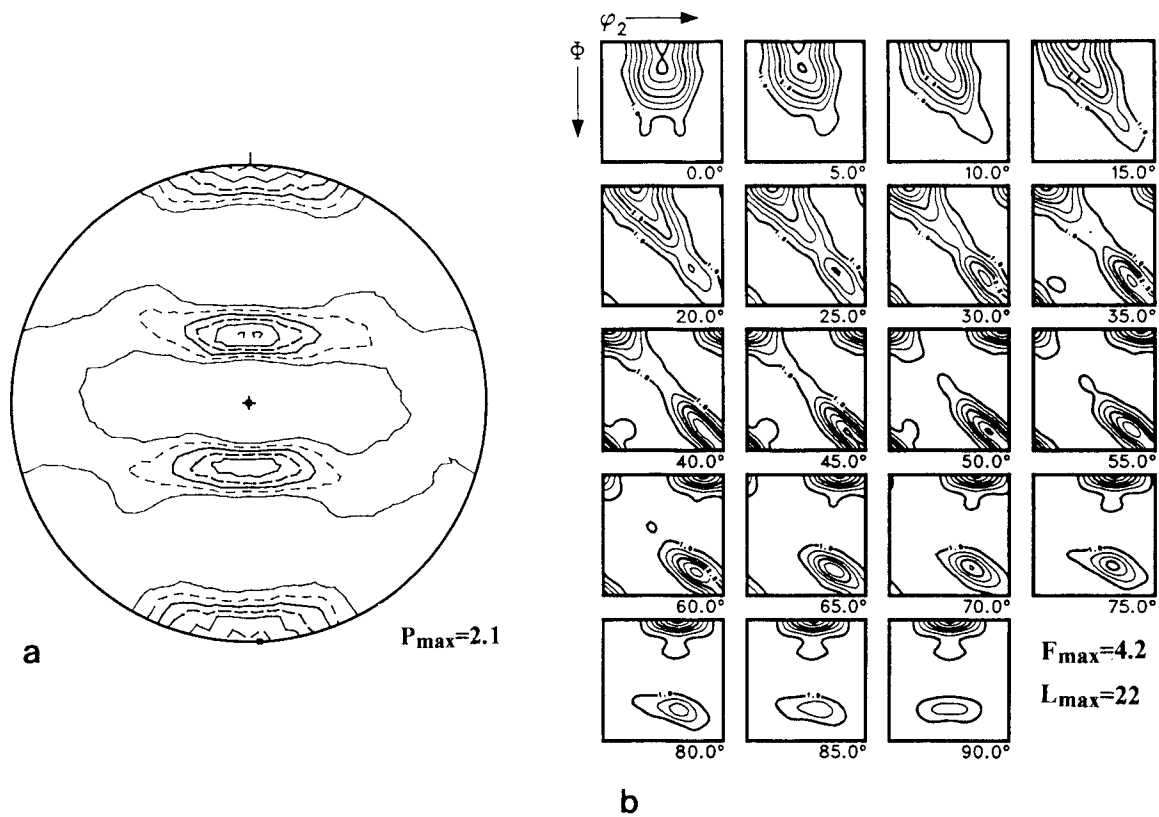


Abb.2a: Neutronographische Kugelprobenmethode

Abb.2b: Probenzylinder im Neutronenstrahl

Im Falle der röntgenographischen Polfigurmessung sind die Transmissionmethode von Decker et al. (1948) und die Reflexionsmethode von Schulz (1949) am weitesten verbreitet. In beiden Meßverfahren können bekanntermaßen aus methodischen Gründen nur unvollständige Polfiguren gemessen werden. Die bei neutronographischen Messungen problemlos zu erzeugenden vollständigen Polfiguren können röntgenographisch nur über spezielle Präparationsverfahren erhalten werden (röntgenographische Kugelprobenmethode nach Jetter und Borie (1953); Schrägschnitt bei Proben mit orthorhombischer Probensymmetrie (Meiran 1962, Welch 1980), Kombination von Reflexionsmeß- und Transmissionsmeßtechnik (van Dijke Beatty 1950); Kombination von drei Messungen mittels Reflexionstechnik an den Oberflächen eines Probenwürfels in Walz-, Quer- und Normalenrichtung (Bunge 1982b)). In der Neutronenbeugung sind vollständige Polfiguren bis auf wenige Ausnahmen Standard; in der Röntgenbeugung sind vollständige Polfiguren die Ausnahme, so daß spezielle mathematische Verfahren eingesetzt werden, um die dreidimensionale Orientierungsverteilungsfunktion zu berechnen. Abbildung 3a zeigt die vollständige Polfigur des (110) Reflexes von  $\beta$ -Titan, das mit der in Abbildung 2 dargestellten Methode am Diffraktometer TEX-2 des GKSS-Forschungszentrums untersucht worden ist. In Abbildung 3b ist die aus den drei Titanreflexen (110), (200) und (211) berechnete Orientierungsverteilung dargestellt.

Abb.3a:  $\beta$ -Ti (110) PolfigurAbb.3b: Orientierungsverteilungsfunktion von  $\beta$ -Ti

### 2.1.1.3 Kornstatistik, Korngrößenverteilung

Bei Proben mit einer definierten Korngrößenverteilung bedeutet die Messung großvolumiger Proben mit Neutronen eine deutliche Verbesserung der Kornstatistik. Wird die Kornstatistik konstant in gleicher Größenordnung belassen wie in der Röntgenbeugung, so kann die maximale Korngröße, die mit Neutronenstrahlen untersucht werden kann, bis in den mm-Bereich angehoben werden. Damit können Probenmaterialien mit typisch grobkörnigen Rekristallisationsgefügen, wie sie in vielen Gesteinen, in Gußproben oder zum Teil in getemperten Materialien auftreten, bezüglich ihrer Orientierungsverteilung untersucht werden. Neben der Grobkörnigkeit tritt noch ein zweites Phänomen bezüglich der Korngrößen auf, daß die röntgenographische Texturbestimmung einschränkt, nämlich die Homogenität der Korngrößenverteilung. Je größer das meßbare Probenvolumen, desto inhomogener kann die Korngrößenverteilung des untersuchten Materials sein. Beide Faktoren sind für die Untersuchung von geologischen Materialien von besonderer Bedeutung, die häufig grobkörnig sind und bei denen die Korngrößenverteilung der einzelnen Minerale ein breites Spektrum vom unteren  $\mu\text{m}$ -Bereich bis in den

mm-Bereich teilweise auch in den cm-Bereich abdeckt. Entsprechend der Probengrößen, die mit Neutronenstrahlen untersucht werden können, sind extrem grobkörnige Materialien nicht meßbar. In diesen Fällen liegt die Korngröße in Bereichen, die es ermöglichen Einzelkornmessungen durchzuführen.

#### 2.1.1.4 Anisotrope Absorption in mehrphasigen Materialien

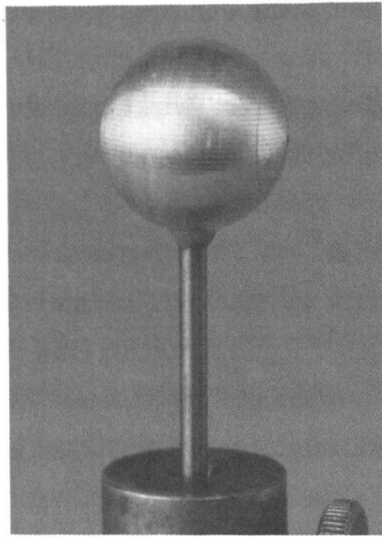
Für Röntgenbeugungsexperimente ist in zwei- oder mehrphasigen Materialien anisotrope Absorption nachgewiesen worden (Bunge 1986), wenn die Absorptionskoeffizienten der einzelnen Phasen signifikant unterschiedlich sind und wenn ein stark geregeltes Gefüge vorliegt. In einem stark geregelten Gefüge zum Beispiel mit lamellarer Struktur weist der Strahlengang innerhalb der Probe bezüglich des Absorptionverhaltens starke Anisotropien auf. Dieser Effekt ist texturunabhängig, kann die Texturbestimmung aber erheblich beeinflussen. Wie in Tabelle 2 zu sehen, ist die Transmission des Neutronenstrahles für viele Materialien besonders groß. Um den in der Röntgenbeugung gezeigten Effekt der anisotropen Absorption auf die Neutronenbeugung übertragen zu können, ist es notwendig zwischen der reinen Absorption und der Streuung der Neutronen zu unterscheiden. Tabelle 4 gibt einen Vergleich von Streu- und Absorptionsquerschnitten für einige Elemente um den geringen Beitrag der reinen Absorption an der Gesamtschwächung darzustellen. Dabei sind die in der Neutronenstreuung gebräuchlichen Wirkungsquerschnitte verwendet worden (Bacon 1975). Die Daten sind den International Tables for X-Ray Crystallography Vol.III (Tabelle 3.2.5 und Tabelle 3.3.4a) sowie aus dem Bacon (1975) entnommen.

Tab.4: Vergleich von Streu- und Absorptionsquerschnitten  
für Neutronenstrahlung (in barn; 1 barn= $10^{-24}$  cm<sup>2</sup>)  
Wellenlänge 1.08 Å

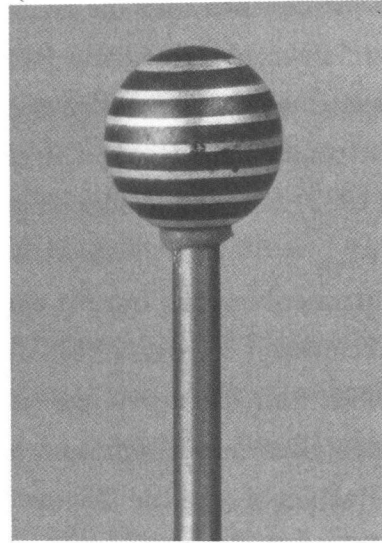
Element	$\sigma_{abs}$	$\sigma_{koh}$	$\frac{\sigma_{abs}}{\sigma_{koh}}$
C	0.003	5.50	$5 \cdot 10^{-4}$
O	0.0001	11.00	$9 \cdot 10^{-6}$
Si	0.06	2.16	0.028
Al	0.13	1.50	0.087
Cu	2.2	7.80	0.282
Fe	1.4	11.40	0.123
Ti	3.5	1.45	2.414
Pb	0.1	11.50	0.009

Tabelle 4 macht deutlich, daß die reine Absorption im Falle der Neutronenbeugung für viele Elemente eine untergeordnete Bedeutung spielt. Auch im Falle von Titan bei dem die Absorption einen stärkeren Beitrag als die Streuung liefert, wirkt sich ein Vergleich zwischen Neutronen- und Röntgenstrahlen positiv für die Neutronen aus, wie Lechner und Riekel (1982) für eine Wellenlänge von 1.542 Å gezeigt haben ( $\sigma_{abs}^n/\sigma_{koh}^n = 3.44$  bzw.  $\sigma_{abs}^x/\sigma_{koh}^x = 34.25$ ). Deshalb ist das Auftreten von anisotroper Absorption im Falle der Neutronenbeugung nur für einige Materialien zu beachten, kann aber im allgemeinen vernachlässigt werden. Abbildung 4 zeigt zwei Probenkugeln, eine aus reinem Aluminiumblech und die zweite aus abwechselnd aufeinandergestapelten Aluminium-Kupfer-Blechen. Bei dem Aluminium handelt es sich um identisches Ausgangsmaterial. Von beiden Proben wurde die Textur gemessen und in Form der Orientierungsverteilung in Abbildung 5 dargestellt. Bis auf geringfügige Unterschiede in dem absoluten Regelungsgrad sind beide Ergebnisse identisch. Die Wechsellagerungen zwischen Aluminium und Kupfer haben das experimentelle Ergebnis der mit Neutronen bestimmten Aluminiumtextur nicht negativ beeinflußt. Die Neutronenbeugungsexperimente dieses Versuchs sind am Diffraktometer TEX-2 des GKSS-Forschungszentrums durchgeführt worden.





a



b

Abb.4a: Kugelprobe aus gewalztem Aluminium ( $r=9.9$  mm)

Abb.4b: Kugelprobe aus gewalztem Aluminium und gewalztem Kupfer ( $r= 5.5$  mm)  
(lamellare Schichtung)

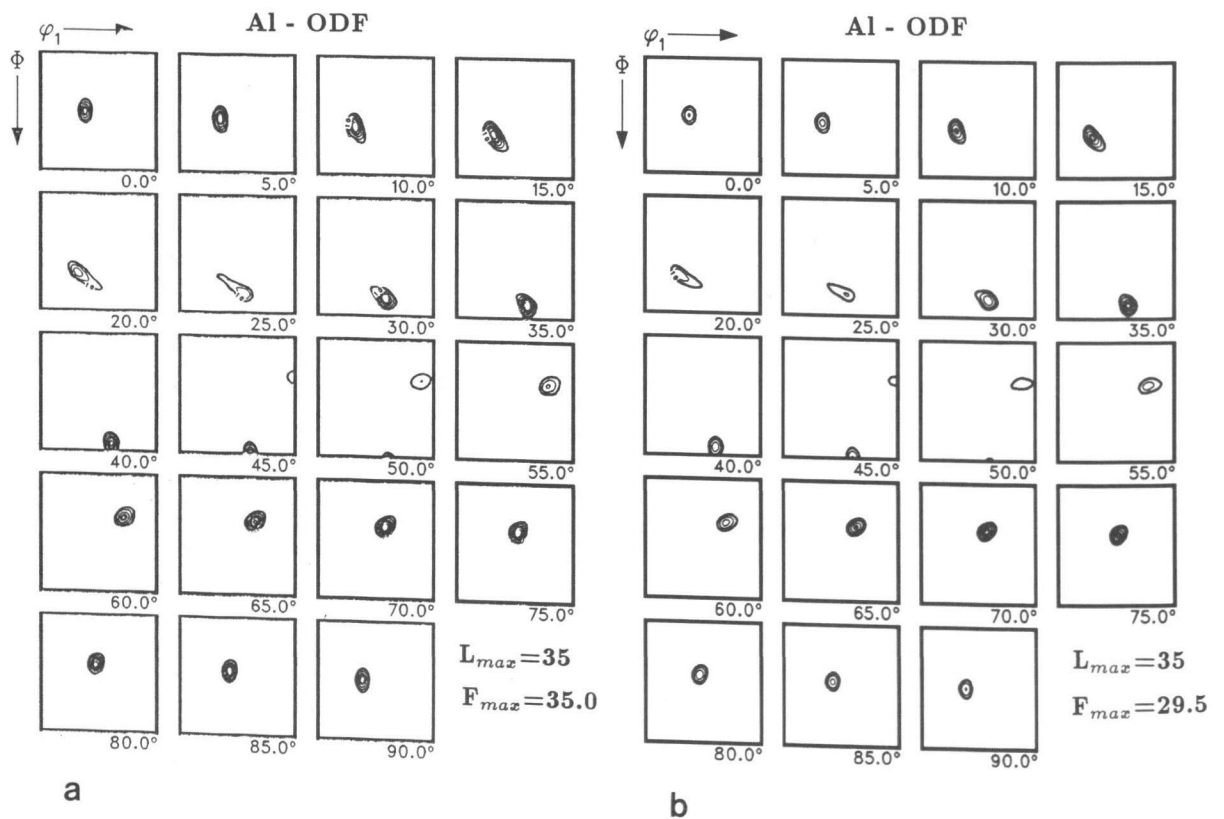


Abb.5a: Aluminium ODF von Probe 4a

Abb.5b: Aluminium ODF von Probe 4b

### 2.1.1.5 Texturbestimmung von Phasen mit geringem Mengenanteil

Die Untersuchung von großvolumigen Proben beinhaltet neben einer deutlichen Verbesserung der Kornstatistik auch eine Anhebung der absoluten Mengen der einzelnen Phasen, die während eines Beugungsexperimentes erfaßt werden. Je nach Streuvermögen der einzelnen Phasen, können Phasenbestimmungen und Texturanalysen von untergeordneten Begleitsubstanzen (Begleitminerale, Ausscheidungen etc.) um oder unter 1% Volumenanteil durchgeführt werden. Wie Messungen von Brokmeier und Bunge (1988) am Diffraktometer TEX-1 gezeigt haben ist die Texturbestimmung von 1 Vol.% Cu in einer Aluminiummatrix ohne Probleme durchführbar. Abbildung 6 zeigt die inversen Polfiguren der Aluminiummatrix und des Kupferbestandteiles eines Al99-Cu1 Verbundwerkstoffes.

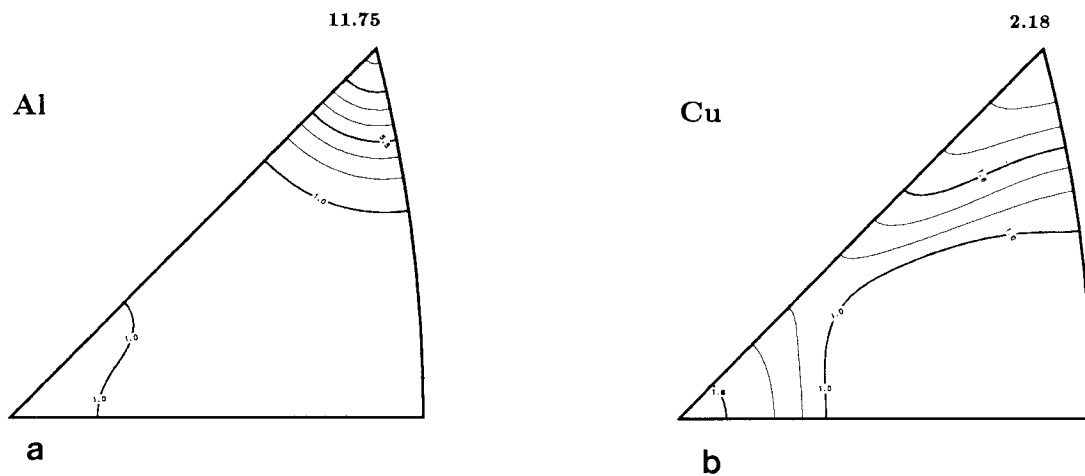


Abb.6a: Inverse Polfigur von Aluminium der Probe Al99-Cu1

Abb.6b: Inverse Polfigur von Kupfer der Probe Al99-Cu1

Die Testmessung einer Aluminiumprobe mit 0.1 Vol.% Cu am Hochflußreaktor in Grenoble (Instrument D1B) hat ergeben, daß im System Al-Cu selbst kleine Spuren von Kupfer mit einem empfindlichen Meßinstrument zu analysieren sind. Für dieses Experiment ist die Detektorausstattung (siehe im Detail in Kapitel 3) besonders wichtig. Der am D1B installierte linear ortsauflösende Detektor überdeckt einen Winkel von  $80^\circ$  in  $2\theta$ . Abbildung 7 zeigt ein Neutronendiffraktogramm der Probe Al99.9-Cu0.1, in dem deutlich der Cu (111) Reflex nachzuweisen ist.

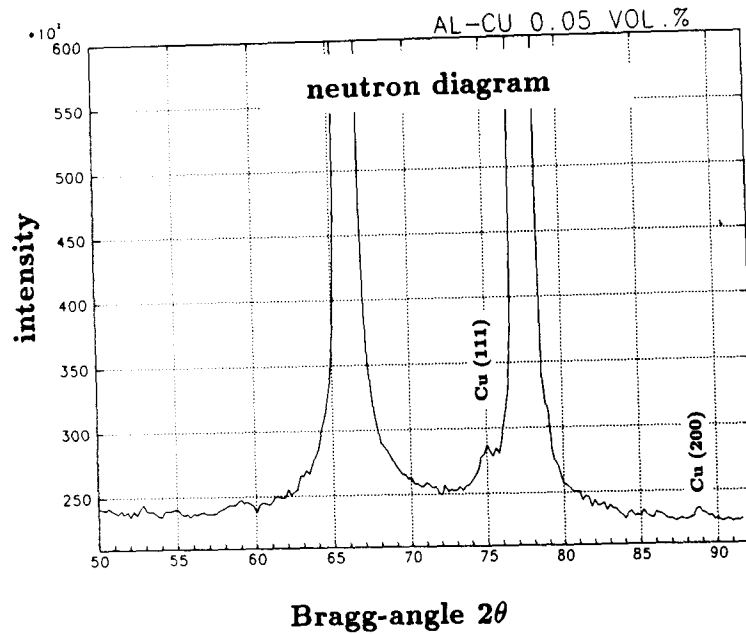


Abb.7: Neutronendiffraktogramm von Al99.9-Cu0.1

Wie in Kapitel 5.2 an einem speziellen Beispiel gezeigt wird, kann die Texturuntersuchung von geringvolumigen Anteilen einer kompakten Probe dazu benutzt werden, um die Textur einer dünnen Schicht auf einem Substrat zu bestimmen.

#### 2.1.1.6 Einfluß der Probenoberfläche

Im Vergleich zum gesamten Probenvolumen ist die Oberfläche einer typischen Texturprobe für die Neutronenbeugung (siehe Tabelle 3) relativ klein. Im Falle der neutronographischen Texturmessung wird in der Regel die gemittelte Textur des gesamten Probenvolumens bestimmt, so daß der Texturbeitrag der Probenoberfläche entsprechend seinem geringen Anteil nur sehr gering ist. Daraus ergeben sich im wesentlichen zwei Vorteile:

1. Da der Texturbeitrag der Probenoberfläche einer großvolumigen Probe relativ gering ist, sind die Anforderungen an die Güte der Probenoberfläche nicht sehr hoch. Die Probenpräparation ist deshalb sehr unproblematisch, so daß zum Beispiel Oberflächenrauigkeiten im Bereich von  $100\ \mu\text{m}$  toleriert werden können. Makroskopisch sichtbare Spuren von Verformungsmaschinen oder Materialprüfmaschinen brauchen ebensowenig überarbeitet zu werden wie im Material eingearbeitete Orientierungsmarken. Selbst im Falle von extrem problematischen Probenmaterialien, wie zum Beispiel schwach verfestigter Sedimente oder Bruchstücke sehr spröder Keramiken, kann eine zufriedenstellende Probenpräparation durchgeführt werden.

Als Beispiel ist in Abbildung 8a ein Bruchstück eines geborstenen Siliciumcarbidgleitlagers dargestellt von dem die Textur bestimmt worden ist, ohne daß die Probe behandelt worden ist. Abbildung 8b zeigt die Basispolfigur mit einer schwachen aber ausgeprägten Regelung, die in diesem speziellen Fall unerwünscht ist.

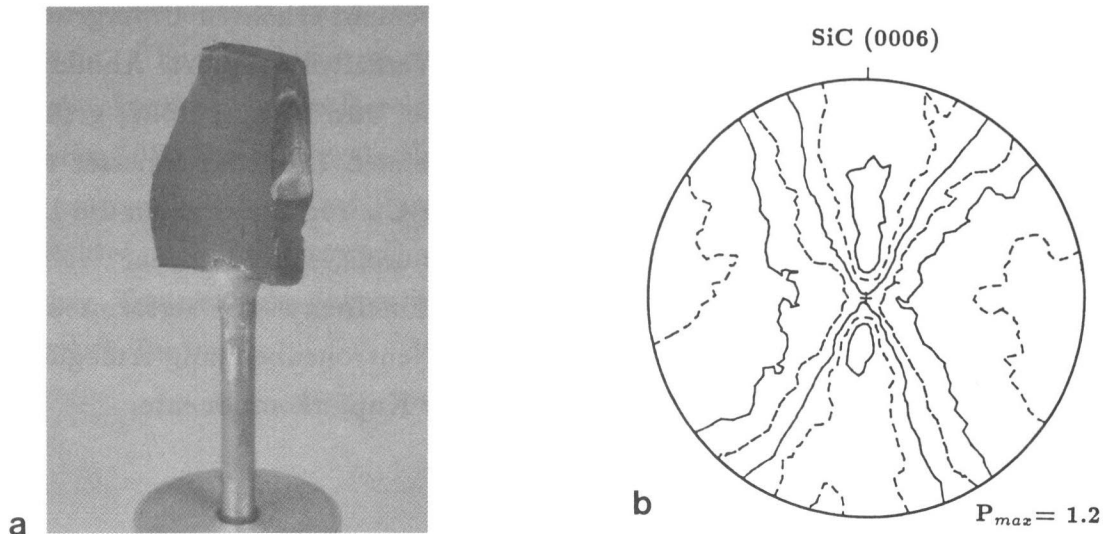


Abb.8a: Bruchstück eines SiC-Gleitlagers

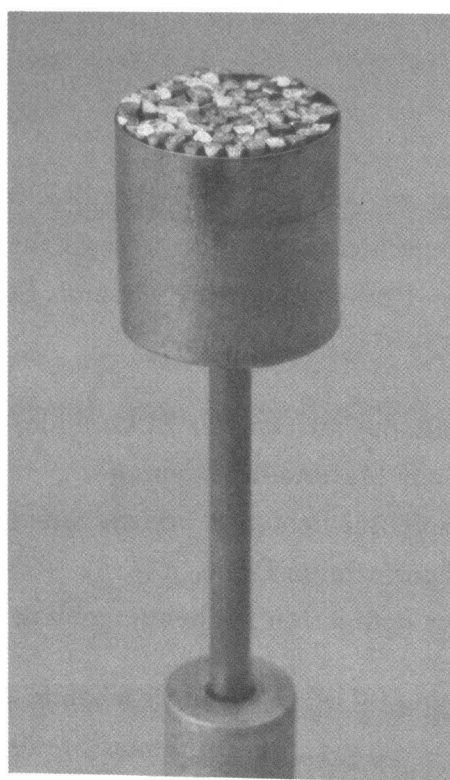
Abb.8b: Basispolfigur von SiC

2. Die eigentliche Probe, deren Textur bestimmt werden soll, kann gewollt oder ungewollt gekapselt sein. Ungewollte Oberflächenschichten sind im wesentlichen Reaktionsprodukte der Probenoberfläche mit der Probenumgebung wie zum Beispiel Oxidschichten (Materialkorrosion). Als gewollte Kapselung kann

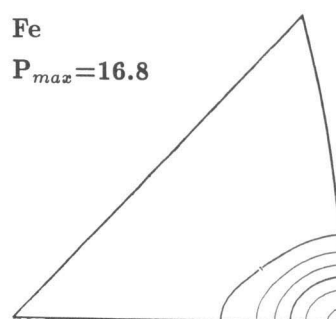
- eine Oberflächenschicht zur Eigenschaftsoptimierung ( z.B. Carbide)
- eine Oberflächenschicht als Kapselmaterial zur Materialumformung
- eine Oberflächenschicht als Schutz zum Beispiel für lichtempfindliche Substanzen
- ein Probenbehälter zur Aufnahme von hochverformten Drähten
- ein Ofen oder Kryostat zur Einstellung einer definierten Probenumgebung

betrachtet werden. In allen Fällen liefert sowohl die zu untersuchende Probe als auch die Kapselung beziehungsweise die Probenumgebung einen Streubeitrag während des Beugungsexperimentes. Der Streubeitrag von der Probe und der Streubeitrag der Kapselung sind voneinander zu trennen, so daß der Fall eines Mehrphasenwerkstoffes behandelt werden muß (siehe Kapitel 3.2). Grundsätzlich läßt sich festhalten, daß je nach Art und Volumenanteil der Kapselung der Streubeitrag relativ gering ausfällt. Im Falle der Probenbehälter, die zur Pulverdiffraktometrie oder zur Aufnahme hochverformter Drähte benutzt werden, wird Vanadium

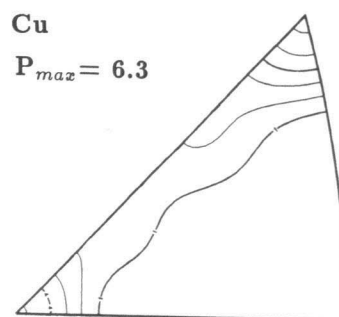
als Material gewählt. Vanadium hat den Vorteil eines sehr geringen kohärent elastischen Streuanteiles (Bragg-Streuung), so daß der Probenbehälter keine störenden Bragg-Reflexe liefert. Im Beugungsexperiment (Texturmessung) kann die Probe als ungekapselt betrachtet werden. Nachteil des Vanadiums gegenüber anderen Materialien, die als Kapselmaterial eingesetzt werden (z.B. Aluminium), ist der deutliche Anteil inkohärenter Strahlung, was zu einem erhöhten Untergrund und zu einer Verschlechterung des Peak/Untergrund-Verhältnisses führt. Abbildung 9a zeigt eine Vanadiumdose von 20 mm Durchmesser und 20 mm Höhe, gefüllt mit einem Kupferdraht von 99.3% Verformung und einem Drahtdurchmesser von 1.6 mm. In dieser Weise sind Texturmessungen an Fe-Cu Verbunddrähten am Diffraktometer TEX-2 des GKSS-Forschungszentrums durchgeführt worden. Abbildung 9b zeigt die inversen Polfiguren in Drahrichtung für einen 99.3% verformten Fe-Cu Verbunddraht im Mischungsverhältnis 1:1. Die Neutronenbeugung ermöglicht die Texturbestimmung sowohl der Eisen als auch der Kupferkomponente.



a



b



c

Abb.9a: Vanadiumdose mit einer Drahtprobe

Abb.9b: Inverse Polfigur von Fe eines Fe-Cu Verbunddrahtes (Mischungsverhältnis 1:1)

Abb.9c: Inverse Polfigur von Cu eines Fe-Cu Verbunddrahtes (Mischungsverhältnis 1:1)

### 2.1.1.7 Lokale Texturbestimmung mit Neutronen

Im Falle der neutronographischen Texturbestimmung, die als Standardmethode zur Globaltexturanalyse eingesetzt wird, wird mit lokaler Texturbestimmung die Texturanalyse eines ausgesuchten lokalen Bereiches einer großvolumigen Probe bezeichnet. Dieser ausgesuchte lokale Bereich kann sowohl an der Probenoberfläche als auch im Inneren der Probe sein. Über die Auswahl eines Blendensystems (Choi et al. 1979), vor und nach der Probe, kann der lokale Bereich in der Probe festgelegt und analysiert werden (siehe Abbildung 10). Die minimale Probengröße, die für eine neutronographische Untersuchung notwendig ist, ist sehr stark vom Streuvermögen der Probe (Abtrennung des Streueffektes vom Untergrund) und von der Textur abhängig. So muß im Falle von schwachen Texturen der lokale Volumenbereich größer eingestellt werden als im Falle von starken Texturen.

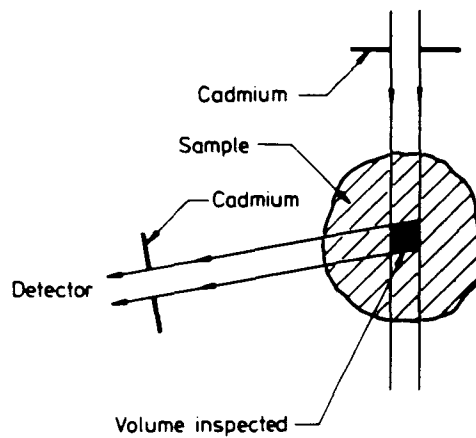
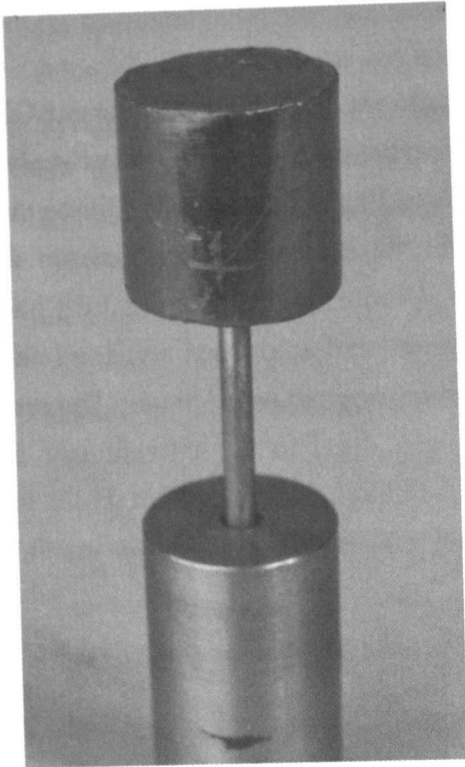


Abb.10: Lokale Texturbestimmung mit Neutronen

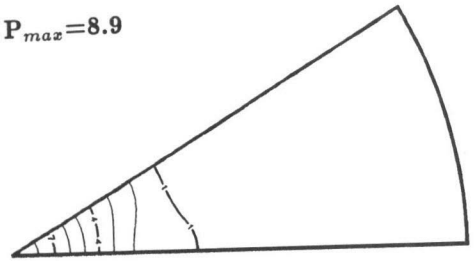
Auf diese Weise können Texturprofile großvolumiger Proben bestimmt werden, ohne daß das Probenmaterial zerstört werden muß (zerstörungsfreie Werkstoffprüfung). Abbildung 11a zeigt einen kompakten Graphitzylinder von 20 mm Höhe und 20 mm Durchmesser, der aus Graphitpulver uniaxial verdichtet worden ist. Abbildungen 11b zeigt die Textur der Gesamtprobe (Messung am Diffraktometer TEX-2 am GKSS-Forschungszentrum). Die Abbildungen 11c-d zeigen die Textur im Zentrum des Pulverzylinders sowie an der Zylinderoberfläche. Der Volumenbereich wurde jeweils mit 4 mm Lochblenden eingegrenzt. Wie zu erwarten, ist die Textur im Zentrum des Zylinders geringer als die Textur der Gesamtprobe. Im Kontaktbereich von Probenzylinder und Druckstempel ist eine stärkere Textur zu beobachten.



a

Globaltextur

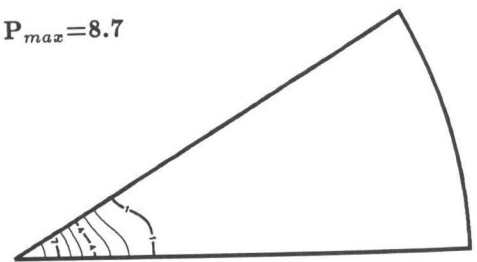
$$P_{max} = 8.9$$



b

Lokaltextur

$$P_{max} = 8.7$$

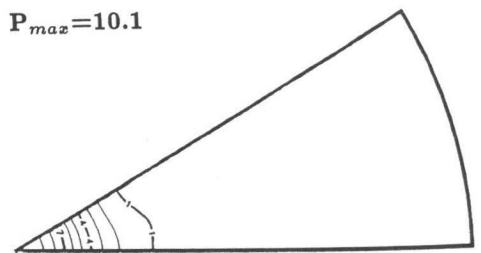


c

im Zentrum

Lokaltextur

$$P_{max} = 10.1$$



d

Zylinderoberkante

Abb.11a: Graphitzylinder (20 mm Durchmesser und 20 mm Höhe)

Abb.11b: Globaltextur des Graphitzylinders

Abb.11c: Lokaltextur im Zentrum des Graphitzylinders

Abb.11d: Lokaltextur an der Zylinderoberfläche

### 2.1.2 Neutronenstreuamplitude der Elemente

Im Falle der elektromagnetischen Röntgenstrahlen ist die Streuamplitude der einzelnen Elemente eine Funktion der Elektronenzahl (Buerger 1977). So gibt es in der Röntgenbeugung eine systematische Zunahme der Streuamplitude mit steigender Zahl von Elektronen (Ordnungszahlabhängigkeit). Die Folge ist, daß schwere Elemente wie zum Beispiel Niob, Zinn und Wismut einen deutlich stärkeren Beitrag liefern als die leichten Elemente Sauerstoff und Kohlenstoff. Bei der Streuung der Neutronen am Atomkern gibt es diesen Zusammenhang nicht (Bacon 1975). Das bedeutet, in der neutronographischen Kernstreuung, die zur Bestimmung der kristallographischen Textur benutzt wird, gibt es keine Systematik der Streuamplitude. Die Streuamplitude ist abhängig vom Kern aber nicht proportional zur Kerngröße, so daß leichte Elemente ebenso stark streuen können wie schwere und daß die einzelnen Isotope eines Elementes zum Teil stark unterschiedliche Streuamplituden besitzen. Abbildung 12 zeigt die Streuamplituden der einzelnen Elemente für Röntgen- und Neutronenstrahlen.

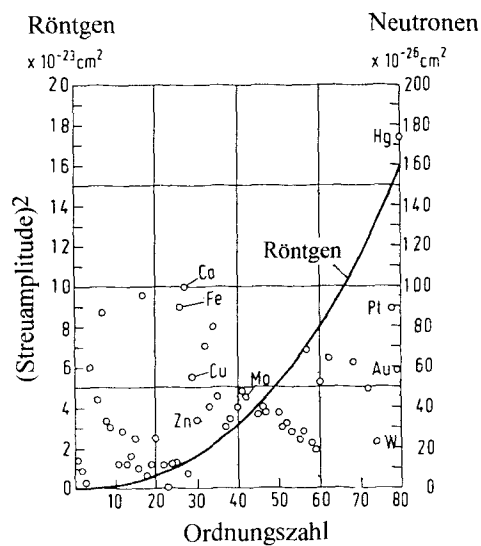


Abb. 12: Streuamplituden einzelner Elemente für Röntgen- und Neutronenstrahlen (aus Bunge 1982b)

Aus Abbildung 12 sowie aus den in Tabelle 5 dargestellten Werten ist zu ersehen, daß leichte Elemente wie Sauerstoff und Kohlenstoff im Falle der Neutronenbeugung einen ebenso starken Streubeitrag leisten wie Zinn und Wismut. Das hat zur Folge, daß sich die Intensitätsverteilung eines Neutronendiffraktogrammes sehr stark von der entsprechenden Intensitätsverteilung eines Röntgendiffraktogrammes unterscheiden kann. Dadurch werden Untersuchungen von Substanzen mit leichten Elementen erheblich vereinfacht oder in Grenzfällen erst ermöglicht.



Tab 5: Streuamplituden für Neutronen- und Röntgenstrahlung  
(Auszug aus Bacon 1963)

Element	$b_{Neutronen}$ ( $10^{-12}$ cm)	$f_{Röntgen}$ ( $\sin\theta/\lambda = 0.0$ ) ( $10^{-12}$ cm)	$f_{Röntgen}$ ( $\sin\theta/\lambda = 0.5$ ) ( $10^{-12}$ cm)
C	0.66	1.69	0.48
O	0.58	2.25	0.62
Fe	0.95	7.30	3.10
Al	0.35	3.65	1.55
Ti	-0.34	6.20	2.70
V	-0.05	6.50	2.80
Cu	0.76	8.20	3.80
Sn	0.61	13.90	7.10
W	0.48	20.80	10.9
Pb	0.94	23.10	12.9

### 2.1.2.1 Phasen mit leichten Elementen

Im Rahmen kristallographischer Untersuchungen zur Strukturbestimmung von Festkörpern hat sich die Neutronenbeugung sehr schnell für die Positionsbestimmung leichter Elemente wie Wasserstoff und Sauerstoff im Kristallgitter etabliert. Der Vorteil der Neutronenstrahlung zur Untersuchung leichter Elemente kann auch in der Texturanalytik ausgenutzt werden. Ein Beispiel dafür ist die Untersuchung von Restgraphit in Metallen oder von Graphitfasern, die in einer stark streuenden Matrix eingebunden sind. In den meisten Fällen ist der Vorteil der Messung von leichten Elementen mit dem Vorteil der Messung großvolumiger Proben gekoppelt. Abbildung 13 zeigt als Beispiel das Neutronendiffraktogramm von stranggepreßtem Aluminium mit einem Graphitgehalt von 5 Vol.%. Die Messungen sind am KARL-Diffraktometer des 1MW Reaktors FMRB der PTB in Braunschweig durchgeführt worden (Gertel et al. 1988). Das Aluminium zeigt die bekannte Doppelfasertextur  $\langle 111 \rangle$   $\langle 100 \rangle$  und Graphit eine Fasertextur mit den (001) Ebenen senkrecht zur Faserachse. Wie aus Abbildung 13 zu erkennen ist, sind die Graphitreflexe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) und (0004) eindeutig zu bestimmen. Des weiteren ist eine Überlagerung von Al (200) und C (10 $\bar{1}$ 1) zu beobachten. Anhand dieses Diffraktogramms kann festgestellt werden, daß Textur- und Phasenbestimmungen von Graphit zum Beispiel in Aluminium deutlich unter 5 Vol.% durchgeführt werden können.

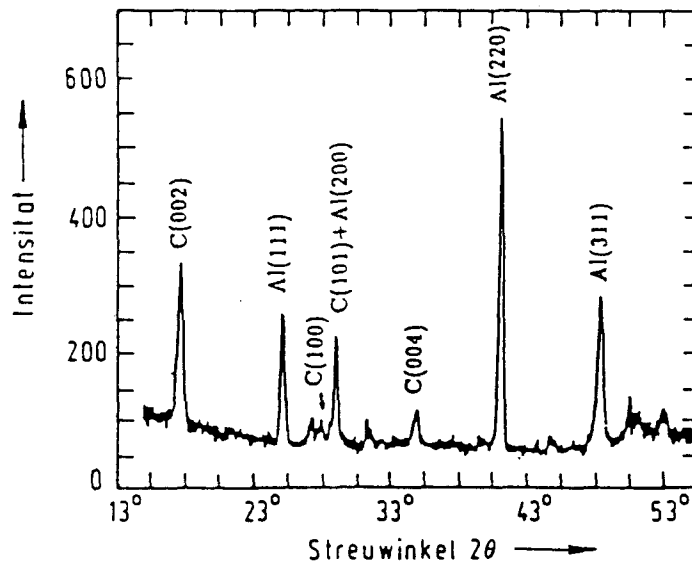


Abb. 13: Neutronendiffraktogramm von Al-5Vol.% C  
(Messung am KARL-Diffraktometer  $\lambda = 0.982 \text{ \AA}$ )

### 2.1.2.2 Neutronendiffraktogramme

Wie schon im Kapitel 2.1.2 kurz erwähnt, sind das Neutronen- beziehungsweise das Röntgendiffraktogramm der gleichen Substanz bezüglich der Intensitätsverteilung zum Teil sehr unterschiedlich. Bei der Betrachtung zweier Minerale wie Calcit  $\text{CaCO}_3$  und Korund  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wird das Röntgendiffraktogramm von den Streubeiträgen der Kationen  $\text{Ca}^{2+}$  beziehungsweise  $\text{Al}^{3+}$  bestimmt. Die Streubeiträge von Kohlenstoff (C) und Sauerstoff (O) sind dagegen verhältnismäßig unbedeutend. Im Falle der Neutronenbeugung liefern alle Elemente einen deutlichen Streubeitrag wie in Tabelle 4 zu sehen ist. Wie von Wenk et al. (1984) gezeigt wurde, führt dies dazu, daß der für geologische Beschreibungen besonders interessante Basisreflex (0006) mittels Röntgenbeugung nicht gemessen werden kann (geringer Strukturfaktor); dagegen ist im Neutronendiffraktogramm der (0006) Basisreflex des Calcits ein relativ starker Reflex, der direkt meßbar ist. Im Gegensatz dazu sind die röntgenographisch gut meßbaren Reflexe wie der  $(11\bar{2}0)$  und  $(20\bar{2}2)$  mit Neutronen nur mit sehr hohem Meßaufwand zu analysieren.

Eine ähnliche Intensitätsverteilung der einzelnen Bragg-Reflexe zeigt auch Korund, ein Material sowohl aus den Geowissenschaften als auch aus dem Keramikbereich. Abbildung 14 zeigt zwei Korunddiffraktogramme, eins für Neutronen- und eins für Röntgenstrahlung, der Wellenlänge  $1.54 \text{ \AA}$ . Bei den Diffraktogrammen handelt es sich um theoretische Spektren, die mit dem LAZY PULVERIX Programm (Yvon et al. 1977) berechnet worden sind. Wie aus den Abbildungen zu ersehen ist, ist der (0006) Reflex

mit Neutronen direkt meßbar. Im Falle der Röntgenbeugung kann die Polfigur dieses Reflexes nur über eine Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion (ODF), die mit Hilfe anderer gemessener Polfiguren durchgeführt werden kann, und einer sich anschließenden Rückrechnung erhalten werden (siehe Böcker et al. 1991). Als Basisreflex ist der (0006) besonders interessant für Textur- und Eigenschaftsdiskussionen.

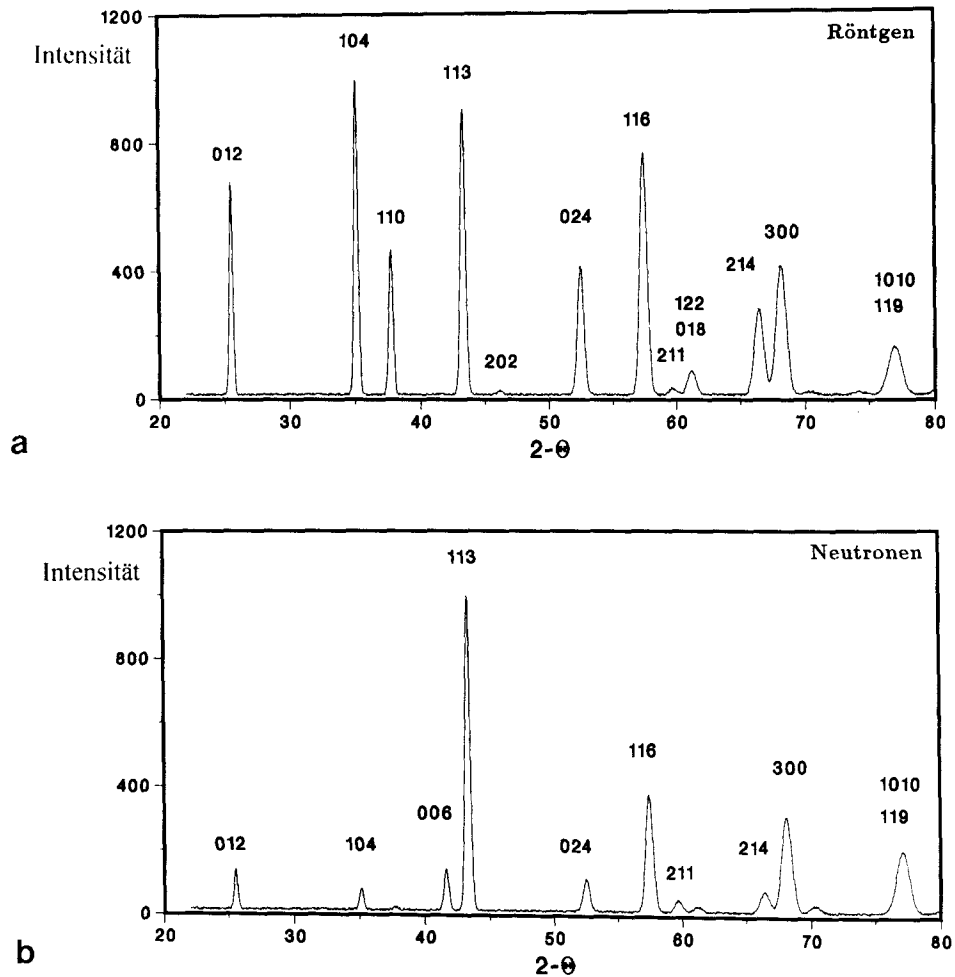


Abb. 14a: Röntgendiffraktogramm von Korund  
(Wellenlänge  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ )

Abb. 14b: Neutronendiffraktogramm von Korund  
(Wellenlänge  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ )

Ein weiteres Beispiel soll den Einfluß der unterschiedlichen Streuanplituden ( $f_{\text{Röntgen}}$  bzw.  $b_{\text{Neutronen}}$ ) noch stärker verdeutlichen. TiAl ist eine intermetallische Titan-Aluminium Verbindung, die sich stöchiometrisch bei einem Ti/Al-Verhältnis von 1:1 bildet und in der tetragonalen Raumgruppe  $P 4/mmm$  kristallisiert. Die Struktur setzt sich aus sich abwechselnden Titan und Aluminium Schichten senkrecht zur  $c$ -Achse zusammen. Bei der Strukturfaktorberechnung zeigt sich, daß die Bragg-Reflexe in zwei Gruppen aufgeteilt werden können.

Typ 1: Die Streubeiträge von Ti und Al werden addiert

Typ 2: Die Streubeiträge von Ti und Al werden subtrahiert

Bei den bekannten Streuamplituden  $f_{Ti} = 6.20$  und  $f_{Al} = 3.65$  (Röntgen) beziehungsweise  $b_{Ti} = -0.34$  und  $b_{Al} = +0.35$  (Neutronen) ist sofort zu erkennen, dass alle Bragg-Reflexe, die auf Grund der Addition der Streubeiträge im Falle der Röntgenbeugung als starke Reflexe im Beugungsbild erscheinen, im Falle der Neutronenbeugung nicht meßbar sind. Abbildung 15 zeigt die beiden TiAl Diffraktogramme (Röntgen und Neutronen), die die oben gemachte Aussage graphisch untermauert.

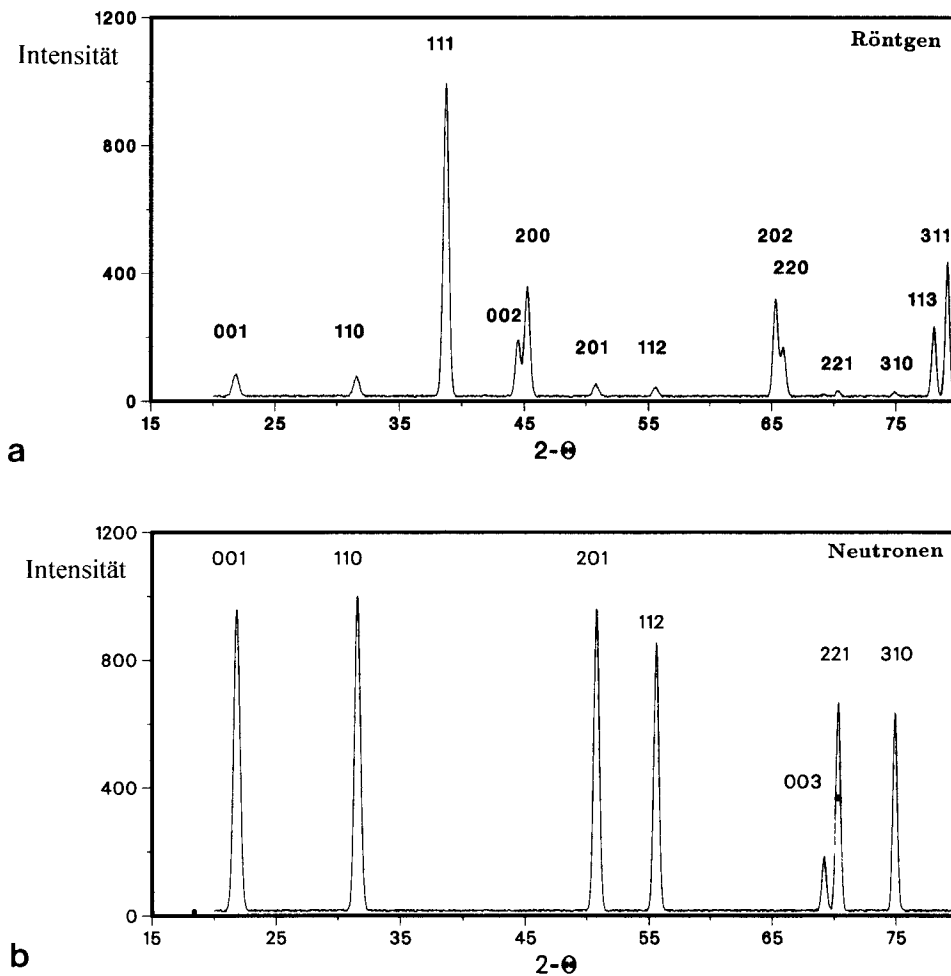


Abb. 15a: Röntgendiffraktogramm von TiAl

(Wellenlänge  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ )

Abb. 15b: Neutronendiffraktogramm von TiAl

(Wellenlänge  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ )

### 2.1.2.3 Winkelunabhängigkeit der Neutronenstreuamplitude

Im Falle der neutronographischen Kernstreuung sind die Streuzentren, die Atomkerne, relativ klein ( $10^{-12}$  cm) gegenüber der verwendeten Neutronenstreuamplitude ( $10^{-7}$  -  $10^{-8}$  cm). Das bedeutet, daß eine Abnahme der Streuamplitude  $b$  mit steigendem Beugungswinkel  $\theta$  nicht zu beobachten ist. Im Gegensatz dazu hat die Atomhülle eine räumliche Ausdehnung, die der Wellenlänge der Röntgenstrahlung entspricht, so daß die Röntgenstreuamplitude  $f$  eine Funktion des Beugungswinkels ist (siehe zum Beispiel Buerger 1977). Für die praktische Durchführung von Neutronen- beziehungsweise Röntgentexturmessungen bedeutet dieser Zusammenhang zwischen dem Beugungswinkel und der verwendeten Strahlung, daß im Falle der Neutronenbeugung auch hochindizierte Bragg-Reflexe relativ starke Intensitäten haben. Damit wird die Zahl der Bragg-Reflexe mit zufriedenstellenden Intensitäten im Diffraktogramm erhöht. Daraus kann sich je nach Probenmaterial ein Vorteil (hohe Auswahlmöglichkeit meßbarer Polfiguren) oder ein Nachteil (sehr hohe Anzahl von Reflexen und eine hohe Anzahl von Reflexkoinzidenzen) ergeben. Abbildung 16 zeigt die Röntgenstreuamplitude  $f$  und die Neutronenstreuamplitude  $b$  für Graphit (Brokmeier 1991a) als Funktion des Beugungswinkels.

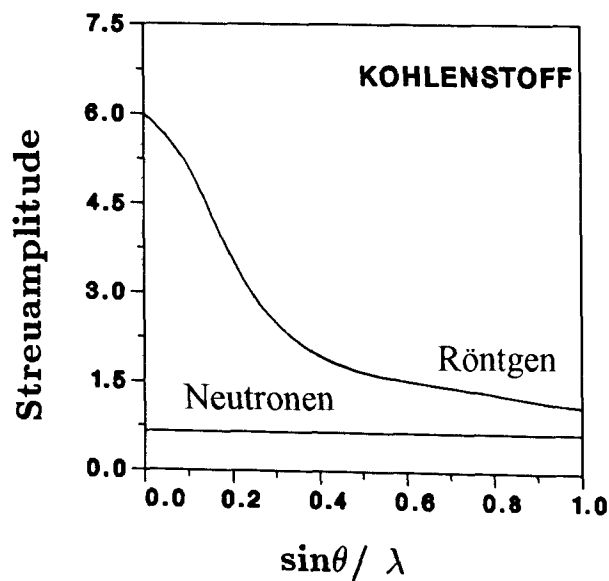


Abb. 16: Röntgen- und Neutronenstreuamplitude für Graphit

### 3.0 Texturmessung mit Neutronen

Das Ziel einer quantitativen Texturanalyse ist die Bestimmung der dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktion  $f(g)$ , siehe Gleichung 1 (Kapitel 1). Als besonders vorteilhaft hat sich die Darstellung der Orientierungsverteilungsfunktion  $f(g)$  mit Hilfe der Euler'schen Winkel  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  erwiesen. Besonders geeignet zur Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion ist die Reihenentwicklung von  $f(g)$  nach verallgemeinerten Kugelfunktionen, die unabhängig voneinander von Bunge (1965) und Roe (1965) vorgeschlagen wurde.

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l C_l^{mn} T_l^{mn}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (5)$$

Aus Neutronenbeugungsmessungen kann die dreidimensionale Funktion  $f(g)$  nicht direkt bestimmt werden, sondern nur über zweidimensionale Projektionen von  $f(g)$  mathematisch ermittelt werden. Die Poldichteverteilung (PDF - pole density function) eines Bragg-Reflexes  $hkl$  stellt eine zweidimensionale Projektion der ODF dar. Die Poldichteverteilung  $P(\alpha, \beta)$ , die aus historischen Gründen als Polfigur bezeichnet wird, kann wie die ODF in eine Reihe entwickelt werden.

$$P_{hkl}(\alpha, \beta) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{n=-l}^l F_l^n(hkl) k_l^n(\alpha, \beta) \quad (6)$$

Die Reihenentwicklungskoeffizienten der PDF  $F_l^n(hkl)$  und der ODF  $C_l^{mn}$  sind über folgende Beziehung verbunden, so daß aus gemessenen Polfiguren die gesuchte Orientierungsverteilungsfunktion ermittelt werden kann.

$$F_l^n(hkl) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{m=-l}^l C_l^{mn} k_l^m(\theta_{hkl}, \beta_{hkl}) \quad (7)$$

Sowohl die dreidimensionale Orientierungsverteilungsfunktion  $f(g)$  als auch die zweidimensionale Polfigur  $P(\alpha, \beta)$ , sind Dichteverteilungen und somit reelle nicht negative Funktionen. Die mathematische Behandlung der Textur ist nicht unmittelbar von der Meßmethode sondern von den Eingabedaten, also von den gemessenen Intensitäten und den Orientierungsdaten, abhängig. Deshalb ist es aus experimenteller Sicht eines der wesentlichen Ziele, die für das aktuelle Projekt benötigten zufriedenstellenden Intensitätsdaten zu erzeugen, was von vielen Faktoren abhängt.

Während es also das Ziel einer quantitativen Texturanalyse ist, die Orientierungsverteilungsfunktion zu bestimmen, ist es das Ziel einer Texturmessung mehrere Polfiguren des zu untersuchenden Materials zu bestimmen. Diese grundlegende experimentelle Anforderung ist unabhängig von der benutzten Strahlungsart (Röntgen- oder Neutronenstrahl) und auch unabhängig von dem untersuchten Material (Metall, Keramik, Mineral etc.). Als Polfigur wird die Projektion einer Kugeloberfläche in die Ebene bezeichnet, in der die Flächendichte von Netzebenenormalen einer definierten Kristallfläche (Bragg-Reflex) dargestellt wird. Es haben sich zwei Projektionen mit jeweils charakteristischen Eigenschaften als sinnvoll für die Darstellung von Polfiguren erwiesen.

In den material- und werkstoffkundlich orientierten Bereichen wird die aus der Kristallographie bekannte stereographische Projektion bevorzugt. Die wesentliche Eigenschaft der stereographischen Projektion ist die winkelgetreue Abbildung. Als wichtiges Hilfsmittel wird das Wulff'sche Netz eingesetzt, das eine Projektion des Gradnetzes der Kugeloberfläche gebildet aus Meridianen und Breitenkreisen in die Ebene darstellt. Abbildung 17a zeigt die Projektion eines Punktes in die Projektionsebene und Abbildung 17b das Wulff'sche Netz mit einem Raster von  $10^\circ \cdot 10^\circ$ . In der Kristallographie wird die stereographische Projektion zum Beispiel zur Darstellung von Einkristallen und von Symmetrieeigenschaften benutzt. Ein Ergebnis der stereographischen Projektion in der Einkristalldiffraktometrie ist die Bestimmung von Einkristallorientierungen zum Beispiel aus Kristallzuchtexperimenten. Analog dazu wird die stereographische Projektion in der Polykristalldiffraktometrie zur Darstellung von kristallographischen Vorzugsorientierungen eingesetzt.

Neben der stereographischen Projektion wird in den Geowissenschaften die Lambert'sche Projektion benutzt. Die Haupteigenschaft der Lambert'schen Projektion ist die flächengetreue Abbildung, so daß die Darstellung beziehungsweise die Übertragung von Flächenelementen ermöglicht wird. Analog zur stereographischen Projektion wird in der flächengetreuen Projektion das Schmidt'sche Netz als Hilfsmittel konstruiert. Abbildung 17c zeigt die flächengetreue Abbildung eines Punktes in die Projektionsebene und Abbildung 17d gibt das Schmidt'sche Netz mit einem Raster von  $10^\circ \cdot 10^\circ$  wieder.

Beide Projektionen stellen gemeinsam die Grundlage für die Darstellung von Texturen in Form von Polfiguren dar. Dazu ist es notwendig für eine hinreichend große Anzahl von Polfigurpunkten die Orientierungsdichte, das heißt die Häufung von Kristallen bezüglich einer makroskopischen Probenorientierung zu ermitteln. In den Materialwissenschaften hat sich als Probenkoordinatensystem die Geometrie von gewalztem Blech als besonders effizient erwiesen (Walzfläche, Walz-, Quer- und Normalenrichtung). In den Geowissenschaften ist ein häufig verwendetes Probenkoordinatensystem, mit der Foliation (analog

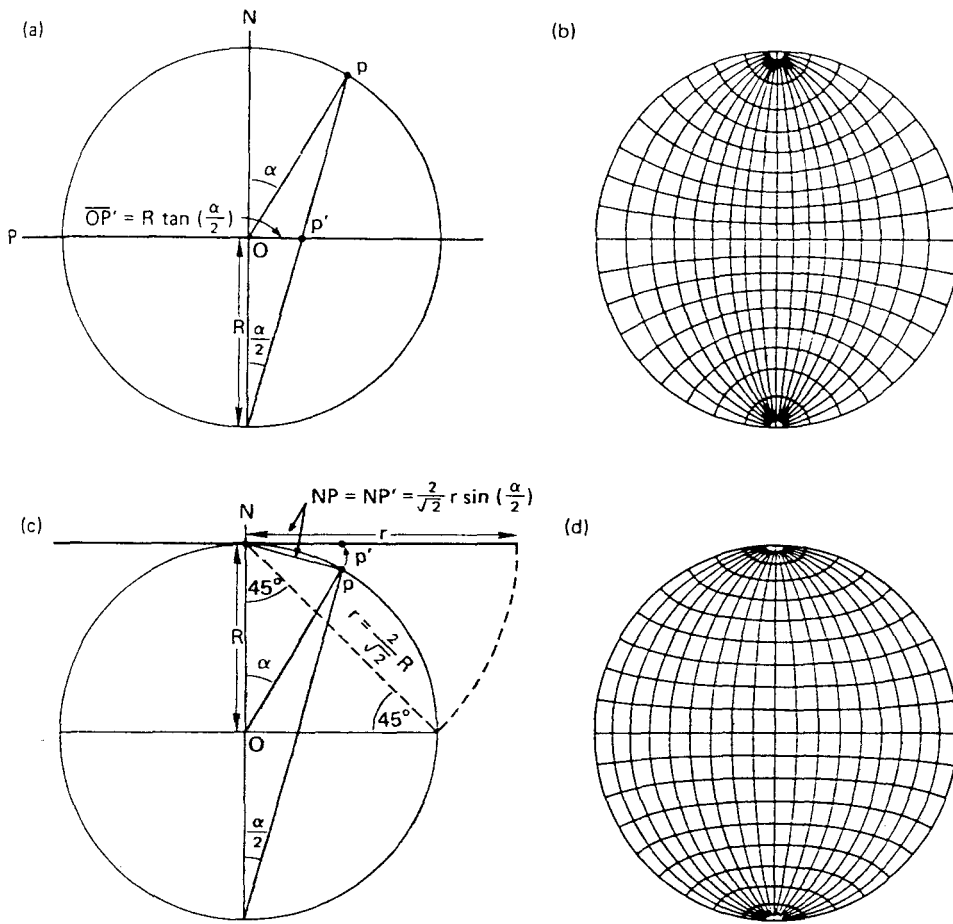


Abb. 17a: Stereographische Projektion

17b: Wulff'sches Netz

Abb. 17c: Lambert'sche Projektion

17d: Schmidt'sches Netz

(Abbildungen aus Wenk 1985)

zur Walzfläche) und der Lineation (analog zur Walzrichtung) als markante Gefügemerkmale, sehr ähnlich zur materialkundlichen Beschreibung definiert worden.

Eine rein geometrische Betrachtung der Kugeloberfläche zeigt die beiden in der Praxis gebräuchlichen Methoden zum Erfassen der Poldichteverteilung. Als Meßraster hat sich zum einen die 'equal angular Methode' bewährt, bei der die Polfigur mit konstanten Winkeln abgetastet wird. Unabhängig von der Projektionsart, von der Meßmethode und von gerätespezifischen Winkeldefinitionen werden Polfigurwinkel mit  $\alpha$  für die Meridian- oder Azimutwinkel und mit  $\beta$  für die Winkel der Breitenkreise bezeichnet. In der Neutronendiffraktometrie werden das  $5 \cdot 5$  Raster mit 1368 Polfigurpunkten ( $\Delta\alpha = 5^\circ$  und  $\Delta\beta = 5^\circ$ ) und das  $3.6 \cdot 5$  Raster mit 1900 ( $\Delta\alpha = 5^\circ$  und  $\Delta\beta = 3.6^\circ$ ) besonders häufig benutzt. Bei den Meßrastern, die auf der 'equal area Methode' basieren, wird die Kugeloberfläche in gleichgroße Flächenlemente aufgeteilt. Um diese Methoden anwenden zu können, benötigt das Texturdiffraktometer eine große Freiheit beim Einstellen der gewünschten und notwendigen Winkelkombinationen. Neutronenvierkreisdiffrakto-



meter sind in der Regel mit Steuerungen (Hardware und Software) ausgestattet, die es ermöglichen beliebige Winkelkombinationen anzusteuern, so daß 'equal area Methoden' Standardmeßroutinen in der Neutronentexturanalytik sind.

Wie in der kurzen Zusammenfassung zur Entwicklung der neutronographischen Texturanalytik in Kapitel 2.0 dargestellt, sind winkeldispersive und energiedispersive Techniken auch im Bereich der neutronographischen Texturmessung im Einsatz. Die Standardverfahren zur Texturmessung basieren im Falle der Neutronenbeugung auf winkeldispersiven Meßtechniken (analog zur Röntgenbeugung). Der in Kapitel 2.1.1 beschriebene Vorteil der Neutronenstrahlung, die hohe Transmission, bedingt, daß die Volumenmethode benutzt wird. Bei der Volumenmethode wird im Gegensatz zur Einkristallmessung ein definiertes Volumen der zu untersuchenden Probe simultan erfaßt, so daß eine größere Anzahl von Kristalliten gleichzeitig am Streuprozess beteiligt ist. Das Ergebnis einer Texturmessung mittels der Volumenmethode ist die mittlere Textur des gesamten Volumenbereiches, der bei der Messung erfaßt wird. Die Orientierungsinformation jedes einzelnen Kristalls kann mit der Volumenmethode nicht erfaßt werden. Die Texturmessung mit Neutronen ist auf Grund der hohen Transmission also besonders geeignet, um die Globaltextur größerer Proben zu bestimmen. Zur Bestimmung der Orientierungskorrelationsfunktion können Neutronen nicht eingesetzt werden.

Zur Texturmessung mit Neutronen wird ein Neutronenvierkreisdiffraktometer benutzt. Abbildung 18a zeigt den schematischen Aufbau des Neutronenvierkreisdiffraktometers TEX-1 am FRG-1 (GKSS-Forschungszentrum/ Geesthacht) und Abbildung 18b zeigt eine Eulerwiege mit einer montierten Probe. Im Zentrum der Eulerwiege ist eine Probe aus stranggepreßtem Al- Pb zu sehen, die zur Verbesserung der Statistik, zur Ausnutzung eines möglichst großen Neutronenstrahles und zur Optimierung der Meßzeit aus mehreren Teilsegmenten besteht.

Eine Detailbeschreibung der einzelnen Komponenten eines Neutronenvierkreisdiffraktometers erfolgt im Rahmen der Vorstellung von TEX-2, dem neuen Neutronentexturmeßplatz am FRG-1 in Geesthacht (Kapitel 4). Da die Mindestanforderungen an einen Texturmeßplatz beziehungsweise an die Polfigurmessung stark vom Probenmaterial abhängig sind, wird die Texturmessung getrennt für ein- und zweiphasige Materialien behandelt.

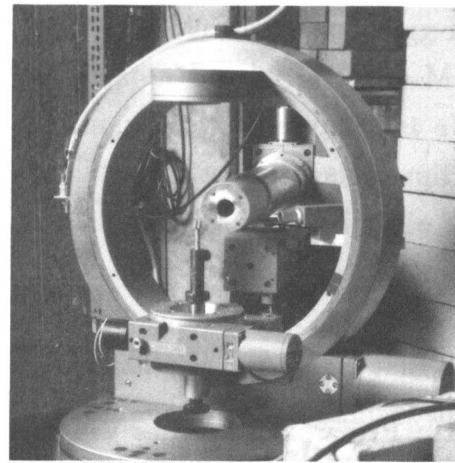
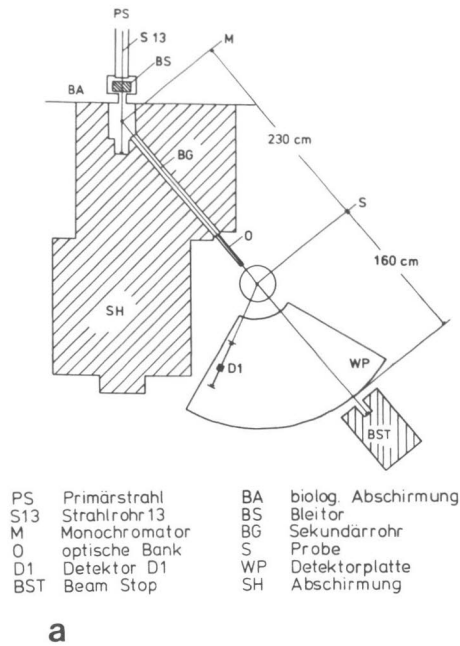


Abb. 18a: TEX-1, Schema eines typischen Neutronentexturdiffraktometers

Abb. 18b: Eulerwiege mit montierter Probe

### 3.1 Texturmessung von einphasigen Materialien

Am Beispiel einer Texturmessung von experimentell verformtem Calcit wird die neutrographische Texturmessung dargestellt (Brokmeier 1989). Bei der Calcitprobe handelt es sich um eine Standardprobe, die an verschiedenen Forschungszentren der Welt nach einem vorgegebenen Analyseplan untersucht worden ist (Wenk et al. 1988). Calcit,  $\text{CaCO}_3$ , ist ein Mineral das in der trigonalen Raumgruppe  $R\bar{3}c$  kristallisiert. Damit ist Calcit im Vergleich zu den Standardmaterialien der Metallkunde und Werkstofforschung (einphasige kubische oder hexagonale Metalle) eine linienreiche Substanz. Die dargestellte Texturmessung ist am Diffraktometer TEX-1 (Brokmeier et al. 1987) des FRG-1 in Geesthacht durchgeführt worden. In Abbildung 19 ist die Prinzipskizze eines Vierkreisdiffraktometers dargestellt, wie es in der Röntgen- und in der Neutronenbeugung benutzt wird.

$2\theta$  ist der doppelte Beugungswinkel (Braggwinkel  $\theta$ ), der die Kristallographie des Materials widerspiegelt. Der Winkel  $\omega$  hat die gleiche Drehachse wie  $\theta$  und ist als Winkel zwischen dem Beugungsvektor und der Ebene des  $\chi$ -Kreises definiert. Beide Winkel ( $\omega$ ,  $2\theta$ ) sind aus der Pulverdiffraktometrie (Zweikreisdiffraktometrie) bekannt und werden dort mit  $\theta$ ,  $2\theta$  bezeichnet. Die beiden anderen Winkel korrespondieren mit den Polfigurwinkeln  $\alpha$  und  $\beta$ , siehe Bunge (1982b). Auf beide Winkel wird im Rahmen der Beschreibung von Polfigurmessungen näher eingegangen.

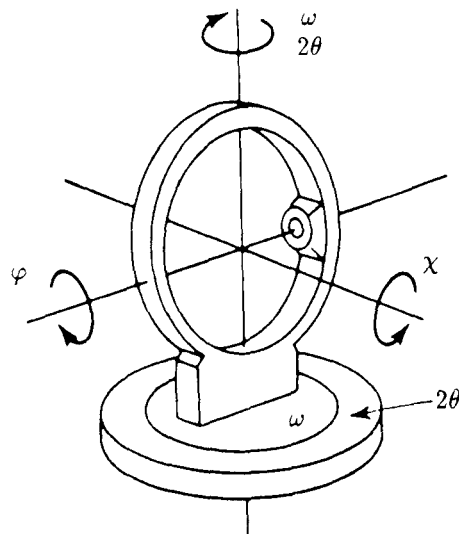


Abb. 19: Prinzipskizze eines Vierkreisdiffraktometers

Bevor jedoch mit der Messung von Polfiguren begonnen werden kann, muß ein Neutronendiffraktogramm ermittelt werden, um die Beugungswinkel ( $2\theta$ -Werte) der neutronographisch meßbaren Bragg-Reflexe zu erhalten. Des weiteren muß eine Liste der für die Texturanalyse notwendigen beziehungsweise wünschenswerten Polfiguren zusammengestellt werden. Aus dem Neutronendiffraktogramm werden als weitere Informationen die Positionen der Untergrundmessungen gewonnen. Es bieten sich folgende Schritte an:

1. Unter Vernachlässigung der Streuintensitäten kann ein Diffraktogramm mit Hilfe der JCPDS-Pulverdatei erstellt werden. Reflex- und Untergrundpositionen lassen sich bestimmen, wenn die entsprechende Pulverdatei existiert. Diese sehr schnelle Methode hat den Nachteil, daß eine Abschätzung bezüglich der Reflektivität der einzelnen Bragg-Reflexe fehlt.
2. Falls die Pulverdatei nicht vorhanden ist, kann die Messung eines Röntgendiffraktogrammes die notwendige Information liefern. Die röntgenographische Messung ist unproblematisch und liefert ebenfalls die Reflex- und Untergrundpositionen. Im Vergleich zur neutronographischen Messung ist die röntgenographische Messung sehr zeitsparend. Der Nachteil ist, wie schon unter Punkt 1 bemerkt, das Fehlen der Reflexintensitäten für die Neutronenbeugung.
3. Ist die Kristallstruktur des Materials bekannt, so kann ein theoretisches Diffraktogramm berechnet werden. Damit können sowohl die Reflex- als auch die Untergrundpositionen festgelegt, als auch die Auswahl geeigneter Reflexe zur Polfigurmessung bezüglich der Reflexintensitäten vorgenommen werden. Die Methode ist schnell, meßzeitsparend und am Neutronentexturmeßplatz einzusetzen. Die Nachteile sind zum einen die Struktur, die hinreichend bekannt sein muß. Außerdem werden mit einem theoretischen Diffraktogramm mögliche Verunreinigungen oder

Ausscheidungen ebensowenig erfaßt wie das Verhältnis Peak zu Untergrund.

4. Das Neutronendiffraktogramm kann experimentell erstellt werden. Im Falle einer annähernd regellosen Verteilung werden neben den  $2\theta$ -Werten der Bragg-Reflexe und der Untergrundpositionen auch die Reflektivitäten bestimmt. Die Methode ist im Vergleich zu den drei anderen Methoden sehr zeitaufwendig, liefert aber ein Höchstmaß an Informationen, da die gerätespezifischen Besonderheiten mit erfaßt werden. Der Hauptnachteil neben dem zeitaufwendigen Experiment ist die Voraussetzung der Regellosigkeit.

Generell läßt sich sagen, daß Neutronenbeugungsexperimente in der Regel sehr zeitaufwendig sind, so daß die Summe der Vorkenntnisse (Röntgendiffraktogramm, theoretische Diffraktogramme) immer zu einer optimalen Ausnutzung der Neutronenmeßzeit beiträgt.

In Abbildung 20 ist das an TEX-1 erstellte Neutronendiffraktogramm der Calcitprobe dargestellt. Bei der untersuchten Probe handelt es sich um einen Würfel von 1 cm Kantenlänge mit leicht abgerundeten Kanten. Die Wellenlänge für diese und alle weiteren Calcitmessungen betrug  $1.618 \text{ \AA}$ . Bei einem Neutronenfluß von  $8 * 10^4 \text{ n/cm}^2\text{sec}$ , einer Schrittweite von  $0.2^\circ$  in  $2\theta$  und einem  $^3\text{He}$  Einzelzähler wurden 3.5 h für die dargestellte Messung benötigt. Im Gegensatz zur Standardpulverdiffraktometrie für hochauflösende Messungen wie zum Beispiel zur Strukturbestimmung oder zur Phasenanalyse sind typische Geräteparameter zur Texturbestimmung benutzt worden. Die Detektorblende ist vollständig geöffnet, so daß der gesamte Detektorquerschnitt von 25 mm in der Breite und 80 mm in der Höhe ausgenutzt wird. Außerdem ist auf jegliche Kollimation verzichtet worden. Alle diese Maßnahmen dienen der Meßzeitreduzierung. Die Folge ist eine Verbreiterung der Bragg-Reflexe im Diffraktogramm. Eine deutliche Verbesserung um hochauflösende Diffraktometrie betreiben zu können ist möglich, sie erfordert jedoch einige Umbauten und vor allen Dingen eine erheblich längere Meßzeit.

Das in Abbildung 20 dargestellte Diffraktogramm weist sechs separate Bragg-Reflexe und außerdem einige überlagerte Reflexe auf. Zur Bestimmung der Textur beziehungsweise zur Messung der Polfiguren sind die Reflexe  $(10\bar{1}2)$ ,  $(10\bar{1}4)$ ,  $(0006)$ ,  $(11\bar{2}0)$ ,  $(11\bar{2}3)$  und  $(20\bar{2}2)$  festgelegt worden. Außerdem sind drei Untergrundpositionen BG1, BG2, BG3 notwendig, um eine Untergrundkorrektur durchführen zu können.

Entsprechend der in Abbildung 19 dargestellten Definitionen der Winkel eines Vierkreisdiffraktometers, wird die Intensitätsverteilung als Funktion der Eulerwiegenwinkel  $\varphi$  und  $\chi$  gemessen. Der Zusammenhang zwischen den Eulerwiegenwinkel  $\varphi$  und  $\chi$ , die

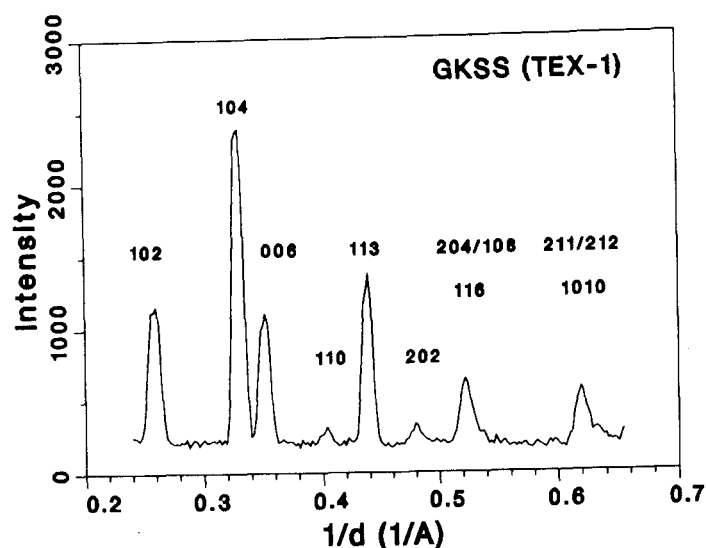


Abb. 20: Neutronendiffraktogramm von Calcit gemessen an TEX-1

abhängig von der Meßmethode sind, und den Polfigurwinkeln  $\alpha$  und  $\beta$  sind im Falle der umspülenden Neutronentechnik:

$$\alpha = 90^\circ - \chi \quad (8)$$

$$\beta = \varphi \quad (9)$$

Die Standardtexturdiffraktometer sind in der Röntgen- als auch in der Neutronenbeugung mit Einzelzählern ausgestattet. Für die Durchführung von Polfigurmessungen wird deshalb der erste ausgesuchte Reflex mit Hilfe der ersten beiden Kreise des Vierkreisdiffraktometers ( $\omega$ ,  $2\theta$ ) in Reflexionsstellung gebracht. Im Anschluß daran wird die Intensitätsverteilung als Funktion der beiden anderen Winkel des Vierkreisdiffraktometers ( $\varphi$ ,  $\chi$ ) experimentell bestimmt. Während dieser Messung bleibt der Detektor bei der Position des ausgesuchten Bragg-Reflexes. Außerdem wird das Detektorfenster so eingestellt, daß während der gesamten Messung der abgebeugte Strahl vollständig erfaßt wird. Für das Abtasten der Intensitätsverteilung sind eine Reihe unterschiedlicher Meßroutinen im Gebrauch, siehe zum Beispiel Welch (1986), Höfler et al. (1986), Brokmeier (1989). Abbildung 21a zeigt das Meßraster, das für die Polfigurmessungen der Calcit Reflexe benutzt worden ist. Es handelt sich um ein 'equal angular' Netz, bei dem durch konstante Winkelschritte von  $\Delta\varphi$  und  $\Delta\chi$  1368 Punkte der Intensitätsverteilung gemessen wurden. Das Ergebnis der Polfigurmessung von Calcit (0006) ist in Abbildung 21b dargestellt.

Die Poldichteverteilung  $P(\alpha \beta)$  eines gemessenen Bragg-Reflexes hkl ist die normierte Intensitätsverteilung  $I(\alpha \beta)$  des Reflexes hkl, die mittels Neutronen-, Röntgen- oder

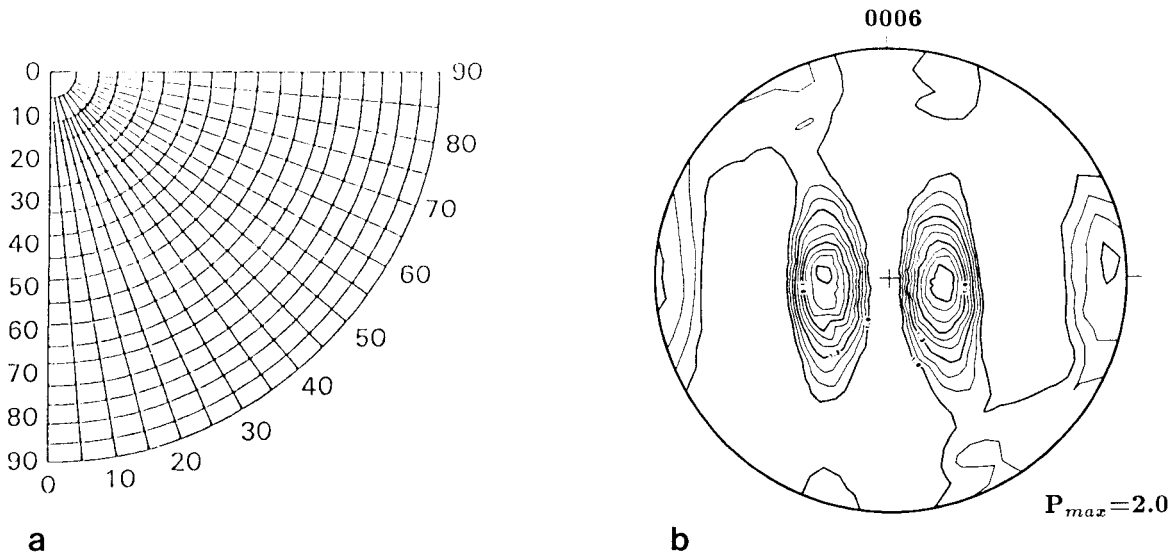
Abb. 21a: Meßraster von  $5^\circ \cdot 5^\circ$ 

Abb. 21b: Polfigur von Calcit (0006)

Elektronenbeugung als Funktion der Orientierungswinkel  $\alpha$  und  $\beta$  gemessen werden kann, siehe Wassermann und Grewen (1962) oder Bunge (1982b).

$$P_{hkl}(\alpha\beta) = I_{hkl}(\alpha\beta)/N_{hkl} \quad (10)$$

Der Normierungsfaktor  $N_{hkl}$  kann durch Messung einer entsprechenden Eichprobe mit regelloser Verteilung ermittelt oder aus der gemessenen Intensitätsverteilung berechnet werden. Für die Berechnung von  $N_{hkl}$  ist es wichtig, daß über die gesamte Polfigur integriert wird. Gleichung 10 gibt die in der Praxis gebräuchliche Summationsgleichung, die alle Meßpunkte  $n$  der vollständigen Polfigurmessung berücksichtigt.

$$N_{hkl} = \frac{1}{\sum \sin\alpha} \sum_{n=1}^{n_{max}} I_{hkl}^n(\alpha\beta) \sin\alpha \quad (11)$$

Mit der Normierung der gemessenen Intensitätsdaten werden alle Faktoren zur Darstellung der Poldichtevertelung berücksichtigt, die den direkten Vergleich zwischen Polfiguren unterschiedlicher Bragg-Reflexe, unterschiedlicher Strahlungen und unterschiedlicher Meßinstrumente beeinflussen. Methodisch bedingte Unterschiede, die Korrekturen der Meßdaten  $I(\alpha\beta)$  erforderlich machen, sind jedoch nicht erfaßt. Die Poldichtevertelung wird als Vielfaches der regellosen Verteilung dargestellt (mrd - multiple random density).

Im Falle des trigonalen Calcits ist ein Satz von 6 Polfiguren ausreichend zur Bestimmung der Orientierungsverteilungsfunktion bei einem Reihenentwicklungsgrad von 22.

Deshalb wird jeder der ausgesuchten Calcit Reflexe nach dem gleichen Prinzip vermessen. Dazu werden sowohl die einzelnen Calcit-Reflexe als auch die Untergrundpositionen nacheinander eingestellt ( $\omega$ ,  $2\theta$ ) und jeweils einer nach dem anderen mit dem in Abbildung 21a dargestellten Meßraster abgetastet. Die Ergebnisse der fünf Polfigurmessungen sowie einer Untergrundmessung sind in Abbildung 22a-f dargestellt.

Wegen der hohen Transmission der Neutronen für Calcit wurde auf eine Absorptionskorrektur verzichtet, so daß nur eine Untergrundkorrektur durchgeführt wurde. Der so erhaltene Datensatz von 6 Poldichteverteilungen ist anschließend mit den Standardprogrammen zur quantitativen Texturanalyse bearbeitet worden. Dieser Verfahrensschritt ist eine mathematische Auswertung und unabhängig von der Messung und der Strahlungsart. Dabei ist zu bedenken, daß die Güte der Orientierungsverteilungsfunktion sehr wohl von der Messung beeinflusst wird. Das Ergebnis der ODF-Analyse der Calcitmessungen ist in Abbildung 23 dargestellt.

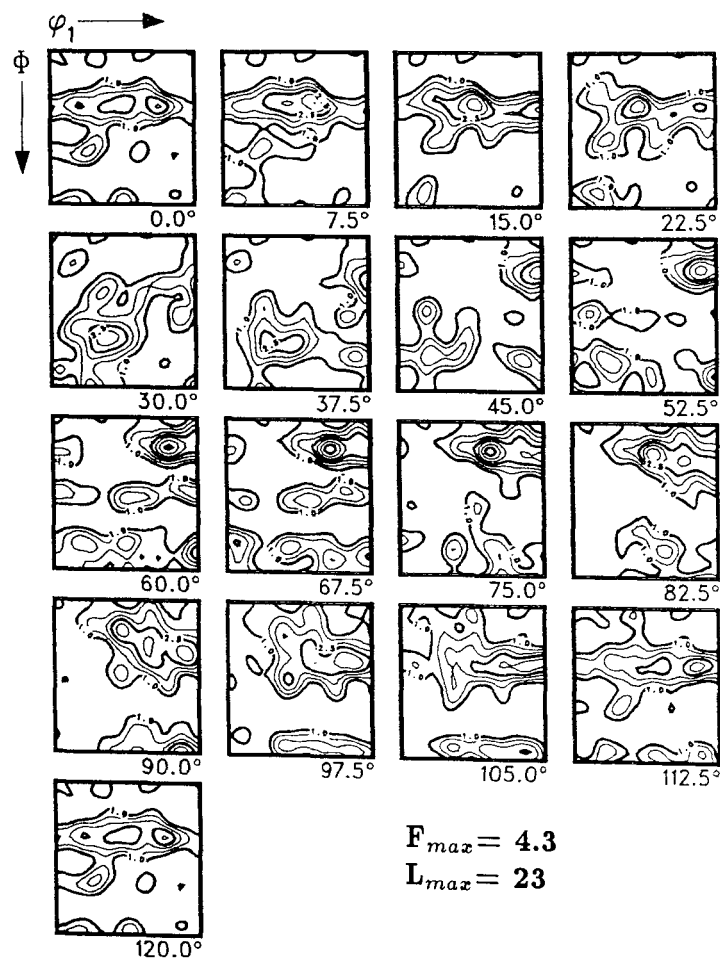


Abb. 23: Orientierungsverteilung einer experimentell verformten Calcitprobe

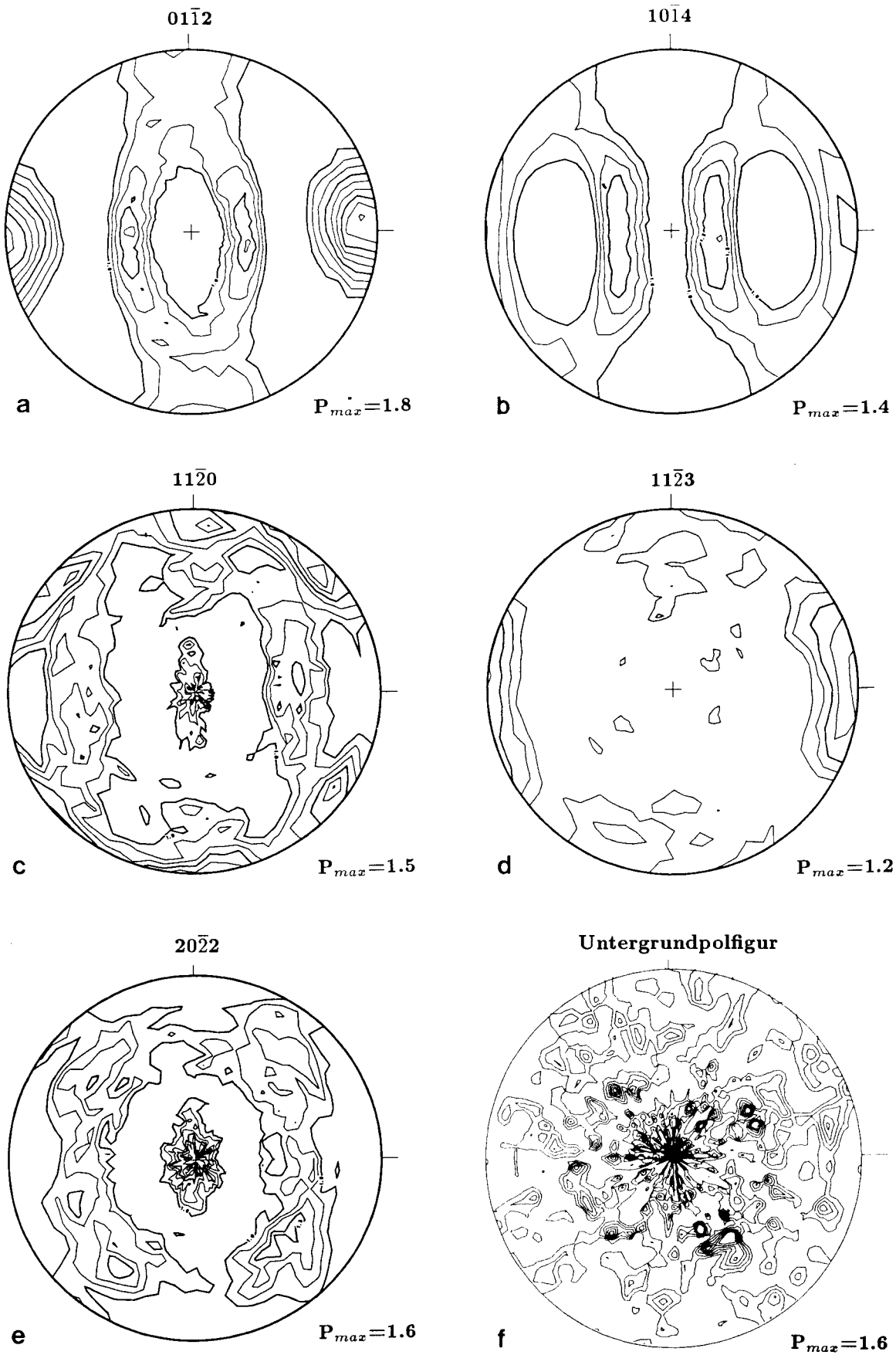


Abb.: 22a-f Calcit Polfiguren



### 3.2 Texturmessung von zwei- und mehrphasigen Materialien

Eine vollständige Texturanalyse eines mehrphasigen, polykristallinen Materials besteht aus der Texturbestimmung jeder einzelnen Phase. Das bedeutet im Gegensatz zur Texturmessung einer einphasigen Probe eine Zunahme der Anforderungen an die Meß- aber auch an die Auswertemethoden. Der Ablauf der Texturbestimmung einer mehrphasigen Probe ist identisch mit dem bei einphasigen Proben. Der erste Schritt ist ebenfalls die Bestimmung eines Neutronendiffraktogrammes. Zusätzlich zur Bestimmung der Reflex- und Untergrundpositionen zur späteren Polfigurmessung ist eine Phasenanalyse notwendig. Dazu bieten sich die schon im Falle der einphasigen Proben dargestellten Methoden an (Kapitel 3.1). Bei der Betrachtung verschiedener mehrphasiger Systeme sind grundsätzlich drei Typen zu unterscheiden:

1. Der ausgewählte Bereich des Neutronendiffraktogramms zeigt nur separate Bragg-Reflexe.
2. Der ausgewählte Bereich des Neutronendiffraktogramms weist eine geringe Anzahl von Reflexkoinzidenzen auf.
3. Der ausgewählte Bereich des Neutronendiffraktogramms zeigt eine Vielzahl von Reflexkoinzidenzen.

Nach der Beschreibung und Auswertung des Neutronendiffraktogramms folgt als zweiter Schritt die eigentliche Texturmessung. Je nach dem Typ des Diffraktogramms muß das Meßverfahren angepaßt werden.

#### 3.2.1 Texturmessung mehrphasiger Proben ohne Koinzidenzen

Treten im Neutronendiffraktogramm keine Koinzidenzen auf, so kann, wie schon im Falle des einphasigen Calcits die Messung der Polfiguren nach dem im Kapitel 3.1 beschriebenen Verfahren erfolgen. Von jedem der ausgesuchten Reflexe wird eine vollständige Polfigur gemessen, eine nach der anderen, so daß der Standardmeßaufbau eines Vierkreisdiffraktometers benutzt werden kann. Im Anschluß an jede Polfigurmessung wird der Untergrund bestimmt, um die notwendige Untergrundkorrektur durchführen zu können. Ein Beispiel für diesen Typ sind Al-Pb Verbundwerkstoffe. Die Messung des Neutronendiffraktogramms mit einer Wellenlänge von  $1.618 \text{ \AA}$  lieferte 6 separate Bragg-Reflexe, je drei vom Aluminium (111), (200), (220) und vom Blei (111), (200), (220). Mit dieser Reflexauswahl ist sowohl die ODF-Analyse vom Aluminium als auch vom Blei möglich. Als Auszug einer umfangreichen Arbeit von Brokmeier, Böcker und Bunge (1988) sind in Abbildung 24 die inversen Polfiguren von Aluminium der Probe Al80-Pb20 sowie von Blei der Probe Al20-Pb80 dargestellt.

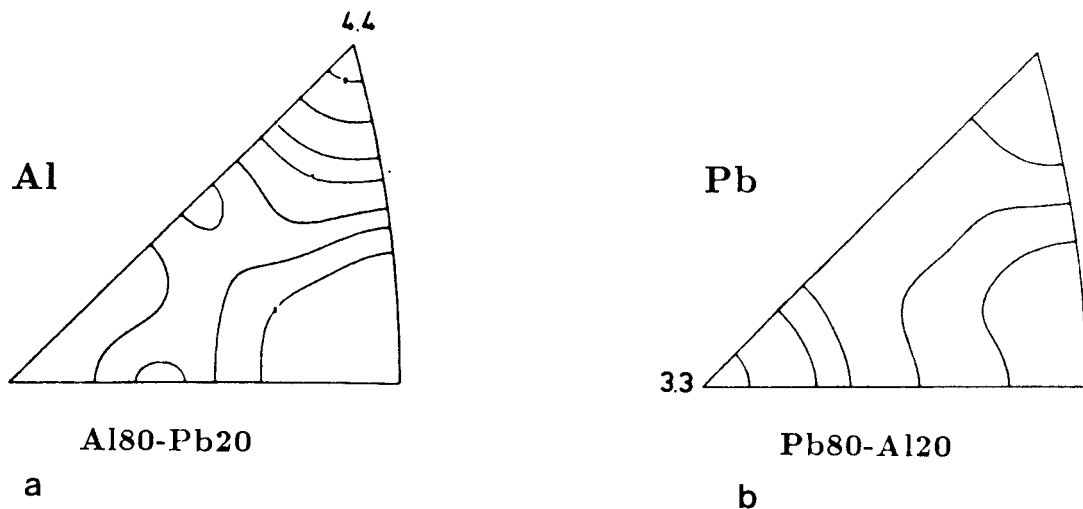


Abb. 24a: Inverse Polfigur von Al der Probe Al80-Pb20

Abb. 24b: Inverse Polfigur von Pb der Probe Pb80-Al20

Bei diesem stranggepreßten Material bilden sich die charakteristischen Fasertexturen aus, wie sie von den reinen Metallen (100% Al bzw. 100% Pb) bekannt sind. Im Falle von Aluminium ist dies die  $\langle 111 \rangle$  Faser und für Blei die  $\langle 200 \rangle$  Faser. Die Orientierungsdichte der jeweiligen Faser also der Regelungsgrad für Aluminium und Blei sowie der Faserverformungsgrad der härteren Aluminiumphase werden vom Mischungsverhältnis und vom Verformungsgrad bestimmt. Je reiner das Material desto schärfer ist die Textur der Hauptkomponente.

Die Untersuchung des zweiphasigen Al-Pb Verbundwerkstoffes stellt vom Standpunkt der experimentellen Anforderungen im Vergleich zur Texturbestimmung des einphasigen Calcits keine höheren Ansprüche. Der wesentliche Unterschied besteht in der Verdünnung des Materials. Das bedeutet, daß die Meßzeit entsprechend dem Mischungsverhältnis angepaßt werden muß. Tabelle 6 zeigt als Beispiel die charakteristischen Daten einer Bleitexturanalyse von Flachprofilen von zweiphasigem Al-Pb, gemessen an TEX-2. Die Meßzeit variiert zwischen 6 sec. bei reinem Pb und 38 sec. bei nur 40 Vol.% Pb. Sowohl die Verdünnung als auch der geringere Regelungsgrad sind bei der Wahl der Meßzeit zu berücksichtigen.

Wie am Beispiel der (200) Polfiguren von Pb gezeigt werden kann (siehe Abbildung 25), setzt sich die Bleitextur aus drei Komponenten zusammen. Komponente eins ist der Anteil von Kristallen, die regellos orientiert sind. Diese regellose Komponente ist abhängig vom Mischungsverhältnis und vom Verformungsgrad. Wie die Experimente gezeigt haben, nimmt die regellose Komponente mit abnehmendem Bleigehalt beziehungsweise mit abnehmendem Verformungsgrad zu. Komponente zwei ist eine Würfellage und Komponente drei ist eine Fasertextur. Das Verhältnis der drei Komponenten ist als Funktion

Tab.6: Pb-Texturmeßdaten von zweiphasigem Al-Pb  
97.5% verformt, Flachprofile

Probe	Reflex	Meßzeit	$I_{max}$	$I_{min}$	$BG_{max}$	$BG_{min}$
Pb100	111	6 sec.	1098	19	24	10
	200	6 sec.	2427	18	24	6
	220	12 sec.	999	33	40	14
Pb90	111	12 sec.	1862	54	44	25
	200	12 sec.	2370	37	44	22
	220	19 sec.	1277	70	64	33
Pb80	111	25 sec.	2822	248	115	72
	200	25 sec.	2949	156	119	70
	220	25 sec.	1060	171	115	78
Pb60	111	31 sec.	1483	375	134	90
	200	31 sec.	1455	233	128	94
	220	31 sec.	661	262	149	99
Pb40	111	38 sec.	903	456	129	104
	200	38 sec.	665	294	143	101
	220	38 sec.	446	290	142	109

von Verformungsgrad und Mischungsverhältnis zu interpretieren. Vom Standpunkt der experimentellen Texturanalytik folgt aus den Untersuchungen der zweiphasigen Al-Pb Werkstoffe, daß Materialien ohne Überlagerung wie einphasiges Material zu behandeln sind, daß mehrphasige Materialien ohne Überlagerungen jedoch nur sehr selten und nur bei hochsymmetrischen Metallen angetroffen werden.

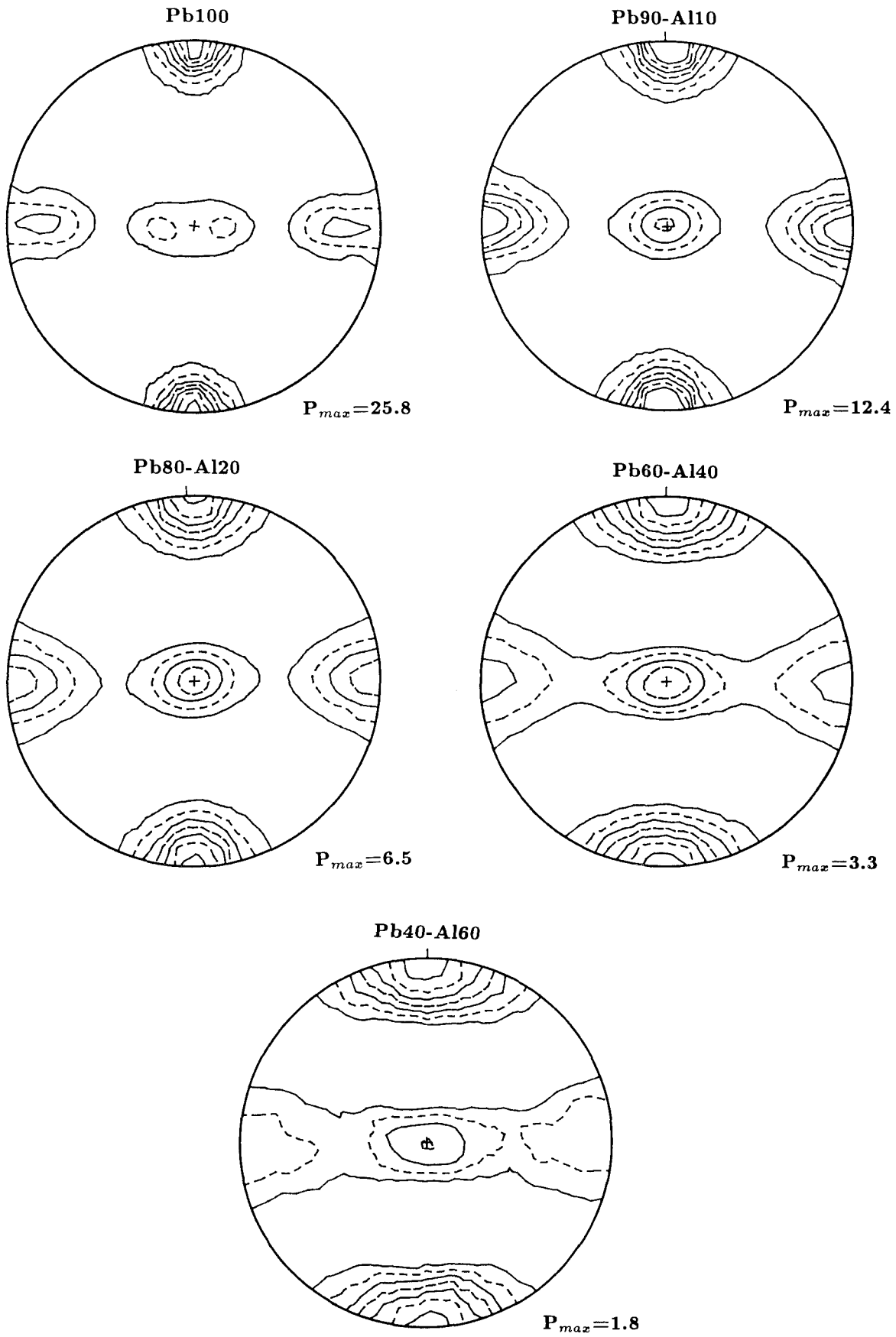


Abb. 25: (200) Polfiguren von Pb

### 3.2.2 Texturmessung mehrphasiger Proben mit wenig Koinzidenzen

In vielen Fällen werden im Neutronendiffraktogramm jedoch Reflex-Koinzidenzen beobachtet, die die anschließenden Polfigurmessungen beeinflussen. Ein Beispiel von vielen ist im System Aluminium - Kupfer festzustellen. Bei der Verbundwerkstoffherstellung werden die elementaren Pulver (Al und Cu) gemischt, anschließend zu einem Vorpreßling (Grünling) vorverdichtet und im letzten Schritt kalt stranggepreßt. Es bildet sich ein Al-Cu Verbundwerkstoff, der ohne weitere Wärmebehandlung keine intermetallischen Verbindungen bildet. Bei diesem Zweiphasenverbundwerkstoff handelt es sich, wie schon im Falle der Pb-Al Verbundwerkstoffe, um die Kristallsysteme kubisch - kubisch. Wie aus Abbildung 26 zu entnehmen ist, tritt eine partielle Überlagerung von Cu (111) mit Al (200) auf.

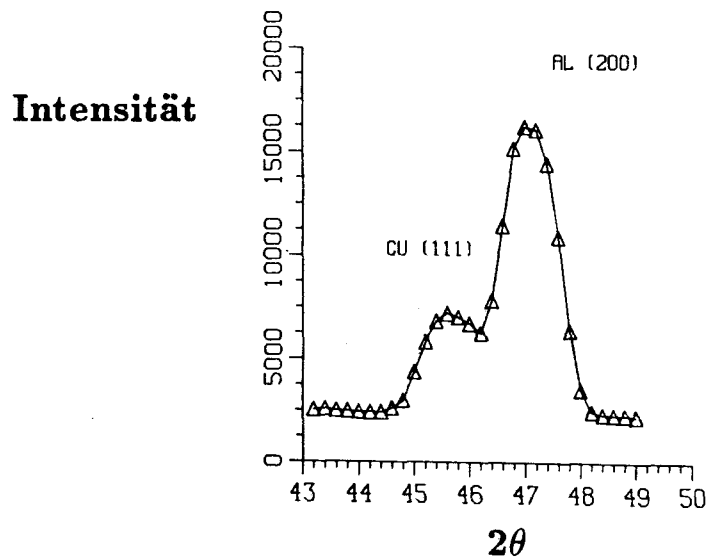


Abb.26: Überlagerung von Cu (111) und Al (200)

Die Texturanalyse von partiellen Überlagerungen, wie sie im System Al-Cu oder auch im System Al-Ti zu beobachten sind, kann mit verschiedenen Ansätzen durchgeführt werden.

1. Die Anzahl von separaten Bragg-Reflexen in beiden Phasen ist groß. Das bedeutet, daß die ODF-Analyse ohne die überlagerten Reflexe durchgeführt werden kann. Sind die sich überlagernden Reflexe interessant und notwendig für die Texturbeschreibung, können diese Reflexe aus der ODF zurückgerechnet werden. Das direkte Einbeziehen der überlagerten Reflexe in das Meßprogramm ist nicht notwendig.
2. Die Anzahl von separaten Bragg-Reflexen ist zu gering für eine ODF-Analyse. Durch eine Änderung in der Wahl der Kollimation und/oder in der Wahl der Wellenlänge der benutzten Neutronen kann die Geräteauflösung verändert werden. Auf diese Weise kann eine experimentelle Trennung der überlagerten Reflexe erfolgen.

3. Die Reflexüberlagerung ist total oder kann im Falle von partiellen Überlagerungen nicht experimentell getrennt werden. Aus der Einkristalldiffraktometrie (Vierkreisdiffraktometrie von Einkristallen) ist bekannt, daß sich Reflexe mit identischem Netzebenenabstand (gleicher d-Wert) aber unterschiedlicher Indizierung hkl im Orientierungsraum unterscheiden. Diese Eigenschaft wird nach Bunge (1969) während der Berechnung der ODF ausgenutzt, um eine Reflextrennung im Orientierungsraum durchzuführen. Damit ist es möglich, bei einphasigen Materialien Bragg-Reflexe mit gleichem Beugungswinkel aber unterschiedlicher Indizierung zur ODF-Berechnung einzubeziehen (Quarz  $10\bar{1}1/01\bar{1}1$ ) und bei zweiphasigen Materialien Bragg-Reflexe mit partieller Überlagerung beider Phasen ( $200_{Al}/111_{Cu}$ ) für die ODF-Berechnung einzubeziehen. Es ist jedoch notwendig von beiden Phasen die ODF-Berechnung simultan in einem Rechenzyklus durchzuführen. Im Falle von wenigen Koinzidenzen führt diese Methode in der Regel zu einer schnellen und zufriedenstellenden Lösung der dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktion. Vorgeschaltete mathematische Analysen im Neutronendiffraktogramm (Profiltrennung) oder im Polfigurraum (Komponententrennung) können durchgeführt werden, sind jedoch nicht erforderlich.

Mit den in Position 1-3 beschriebenen Lösungswegen ist es möglich, die Texturmessung von Zwei- bzw. Mehrphasensystemen durchzuführen, ohne den Meßaufbau wesentlich zu verändern. Die Textur ist mit einem Meßaufbau mit Einzelzählergeometrie zu bestimmen, so daß jedes Neutronenvierkreisdiffraktometer für diese Messungen eingesetzt werden kann. Die Anpassung der Wellenlänge zur experimentellen Reflextrennung ist auf Grund der Strahlabschirmung (siehe Kapitel 4) oft nur über einen Monochromatorwechsel möglich. Deshalb kann die Wellenlänge im allgemeinen nicht kontinuierlich sondern für einige feste Wellenlängen (abhängig vom Monochromatormaterial) eingestellt werden.

Die Texturen einer Probenserie aus Al-Cu Verbundwerkstoffen, mit der in Abbildung 26 dargestellten Überlagerung, sind mit unveränderter Wellenlänge von  $\lambda=1.618 \text{ \AA}$  gemessen und mittels simultaner ODF-Berechnung der beiden Phasen Aluminium und Kupfer analysiert worden. Die Texturmessungen sind am TEX-1 Diffraktometer des GKSS-Forschungszentrums durchgeführt worden (Brokmeier et al. 1987). Bedingt durch den Aufbau der Abschirmung konnten die Reflexe Al (111), (200), (220) und Cu (111), (200) gemessen werden. Alle weiteren Reflexe lagen in einem Winkelbereich, der von dem Detektor nicht angefahren werden konnte. Die ODF-Analyse ist nach dem von Dahms et al. (1988) beschriebenen Verfahren durchgeführt worden, indem alle oben aufgelisteten Reflexe simultan zur ODF-Berechnung einbezogen worden sind. Mit sehr

hoher Genauigkeit konnte die quantitative Textur von Aluminium und Kupfer berechnet und beschrieben werden (Brokmeier et al. 1988). Abbildung 27 zeigt als Beispiel die inversen Polfiguren von Aluminium und Kupfer der Probe Al70-Cu30. In beiden Fällen sind die bekannten Doppelfasertexturen (Merz und Wassermann 1965, Ratke et al. 1984) der reinen Metalle erkennbar ( $\langle 111 \rangle / \langle 100 \rangle$ ). Die Regelungsgrade werden von der Zusammensetzung des Verbundwerkstoffes bestimmt, wobei Kupfer als härtere Phase die Textur beider Phasen prägt.

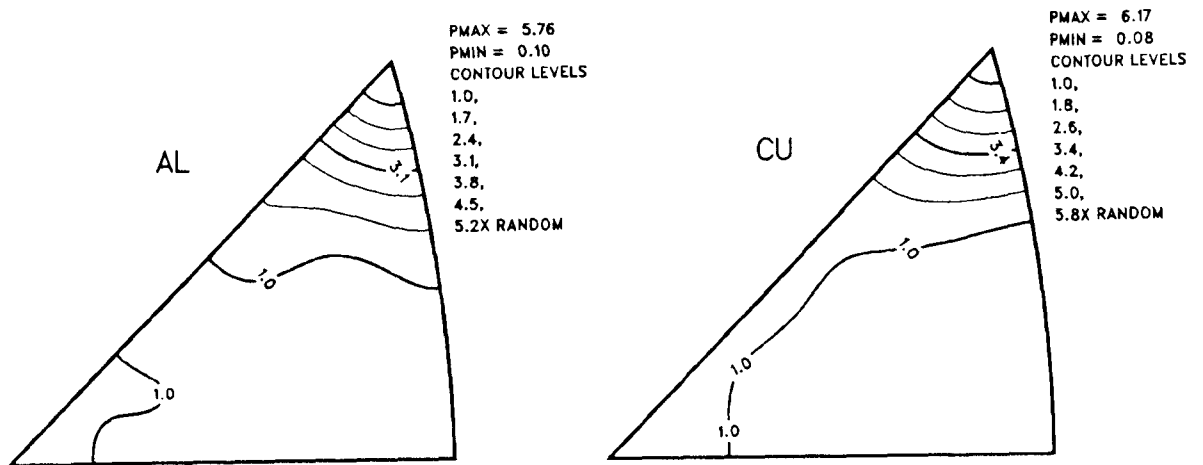


Abb. 27: Inverse Polfiguren von Al70-Cu30 (in Stabrichtung)

Die dargestellte Methode, neutronographisch die Textur eines Zweiphasenwerkstoffes mit Reflexüberlagerung zu bestimmen, ist von Gertel (1992) benutzt worden, um systematisch die Texturen im System Al-Cu zu untersuchen. Es wurde der gesamte Konzentrationsbereich einbezogen. Vergleiche von warm und kalt stranggepreßten Materialien wurden durch kalt stranggepreßte und anschließend getemperte Proben ergänzt. Mit diesem umfangreichen Meßprogramm wurde die neutronographische Texturanalyse als Meßmethode für große Probenserien eingeführt.

Nach dem hier vorgestellten Verfahren als Kombination von Meß- und Auswertemethodik können viele Texturen von Materialien mit hoher Kristallsymmetrie untersucht werden. Das oben dargestellte Beispiel zeigt die Einsetzbarkeit für die Kristallsymmetrien kubisch-kubisch. Es kann ebenso erfolgreich in Systemen wie hexagonal-kubisch, tetragonal-kubisch oder hexagonal-hexagonal eingesetzt werden. Ist eine Komponente mit niedriger Symmetrie vorhanden, so wird die Auswahl der Reflexe schwieriger und die Zahl der Koinzidenzen nimmt deutlich zu. Ob das bisher beschriebene Meßverfahren auch in solchen Fällen benutzt werden kann, muß für jedes System getrennt untersucht werden.

### 3.2.3 Texturmessung mehrphasiger Proben mit zahlreichen Koinzidenzen

Das Auftreten von zahlreichen Koinzidenzen, die sowohl total als auch partiell sein können, ist in Mehrphasensystemen häufig zu beobachten. Beispiele sind viele Gesteine, die zum einen oft aus mehreren Mineralen aufgebaut sind (Quarz, Feldspat, Glimmer, Carbonate, Chlorite, Tonminerale, Hornblenden etc.) und zum anderen sind diese gesteinsbildenden Minerale in der Regel niedrigsymmetrisch (trigonal, monoklin, triklin). Aber auch im werkstoffkundlichen Bereich sind linienreiche Substanzen mit entsprechenden Reflex-Koinzidenzen keine Seltenheit. Besonders neue mehrphasige Werkstoffe zum Beispiel aus intermetallischen Verbindungen gehören in diese Kategorie. Ein Beispiel ist in Abbildung 28 dargestellt.

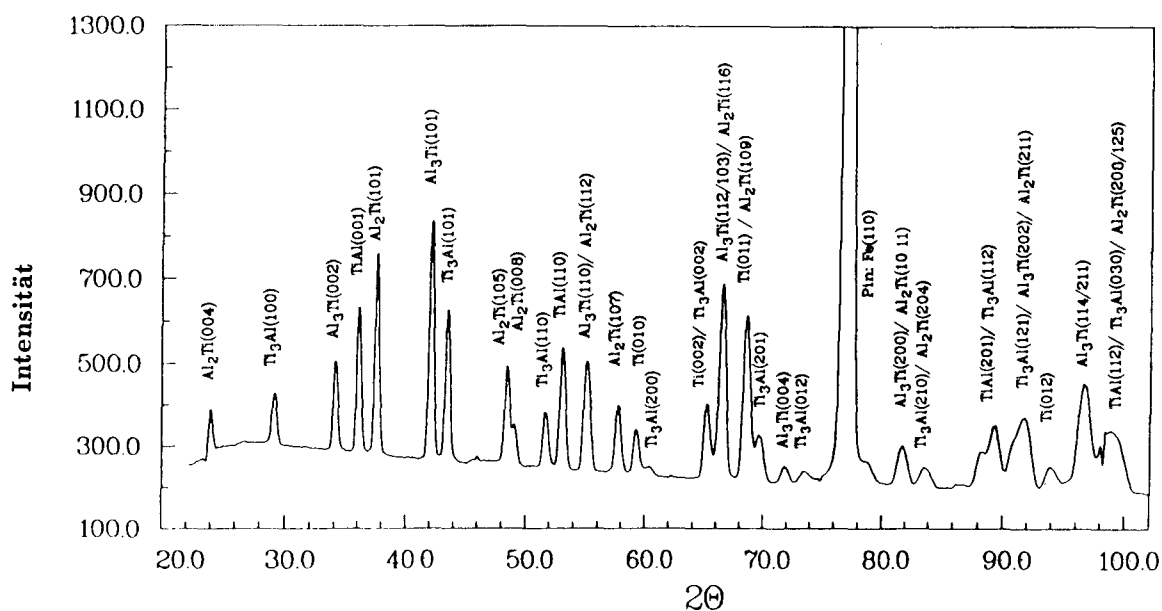


Abb. 28: Neutronendiffraktogramm einer Titan-Aluminid Probe

Es handelt sich um eine Probe, die aus vier Titan-Aluminiden besteht, die alle hexagonal oder tetragonal kristallisieren. Zusätzlich ist noch eine geringe Menge von reinem  $\alpha$ -Titan in der Probe enthalten. Das Diffraktogramm, das am D1B des Institut Laue-Langevin aufgenommen worden ist, besteht aus 32 Bragg-Reflexen. Die vollständige Texturanalyse linienreicher Substanzen, wie sie in Abbildung 28 dargestellt ist, das heißt die Texturbestimmung mehrerer oder aller Phasen, benötigt einen Texturmeßplatz, der mit einem linear ortsauflösenden Detektor ausgerüstet ist. Eine ausführliche Diskussion der Texturmessung, -analyse und -beschreibung der in Abbildung 28 dargestellten Titan-Aluminid Probe ist in Kapitel 5.1 durchgeführt worden.



In Gesteinen mit den oben erwähnten gesteinsbildenden Mineralen ist die Reflexvielfalt noch wesentlich höher. Das führt zum einen dazu, daß das Neutronendiffraktogramm eine große Anzahl von Mehrfachüberlagerungen zeigt und zum anderen ist auf Grund der linienreichen Minerale bezüglich der ODF-Analyse eine Überbestimmung festzustellen. Das bedeutet, die Zahl der im Diffraktogramm enthaltenen Bragg-Reflexe ist unnötig hoch. Deshalb sind, wie schon im Kapitel 3.2.2 kurz angedeutet, die Meßbedingungen im Rahmen der vorhandenen Möglichkeiten so einzustellen, daß eine hinreichend große Anzahl von Polfiguren für die ODF-Analyse gemessen werden kann und daß andererseits eine Überbestimmung vermieden wird. Tabelle 7 gibt einen Vergleich der Linienhäufigkeit für den Meßbereich von  $0^\circ$ - $80^\circ$  in  $2\theta$  für verschiedene Substanzen in Abhängigkeit von der Wellenlänge.

Tabelle 7: Zahl der Bragg-Reflexe für verschiedene Wellenlängen  
( $\leq 80^\circ$  in  $2\theta$ )

Substanz	$\lambda=0.12$ nm	$\lambda=0.16$ nm	$\lambda=0.20$ nm	$\lambda=0.25$ nm
Aluminium	6	3	2	2
Calcit	44	23	12	6
Al/ $Al_2O_3$	40	18	10	8
TiAl-Ti <sub>3</sub> Al	33	21	13	10
Lherzolith	234	171	116	76

Wie am Beispiel des Calcits zu sehen ist, für den 6 Reflexe eine hinreichend große Anzahl von Polfiguren für eine ODF-Analyse darstellen, liefert eine Wellenlänge von  $1.2 \text{ \AA}$  44 Bragg-Reflexe. Das Diffraktogramm ist für eine Texturanalyse eindeutig überbestimmt, so daß im Falle von Koinzidenzen mit anderen Mineralen eine Wellenlänge von  $2.5 \text{ \AA}$  zu bevorzugen ist, um das Diffraktogramm zu entzerren. Je linienreicher die Substanz und je größer die Anzahl der Phasen desto notwendiger kann eine Anpassung der Wellenlänge werden.

Um die Textur von linienreichen Substanzen mit zahlreichen Überlagerungen bestimmen zu können, bieten sich neben den in Kapitel 3.2.2 (Texturmessung mehrphasiger Proben mit wenig Koinzidenzen) vorgestellten drei Lösungsmöglichkeiten zwei weitere Wege an.

1. Geschickte Auswahl von meßbaren Reflexkombinationen
2. Anpassung der Wellenlänge und der Geräteauflösung

3. Trennung von Überlagerungen im Orientierungsraum
4. Steht ein linear ortsauflösender Detektor zur Verfügung, so kann von jeder Probenorientierung  $I(\alpha, \beta)$  ein hinreichend großer Bereich des Diffraktogrammes gemessen werden, der die überlagerten Reflexe beinhaltet. Im Anschluß daran wird mittels Profilanalyse eine Reflextrennung für jede Probenorientierung durchgeführt. Die Reflexprofilanalyse ist von Jansen et al. (1986) in die Texturanalytik eingeführt und von Will et al. (1989) ausführlich beschrieben worden. Zur Untersuchung von linienreichen Substanzen ist die Einbeziehung der Reflexprofilanalyse in die Texturanalytik zu einem Standardverfahren geworden und an zahlreichen Beispielen eingesetzt worden (Hämatiterze - Will et al. 1990; Titanaluminide - Brokmeier et al. 1991; Eisenmeteorite - Höfler et al. 1988; Plagioklas - Wenk et al. 1986; Chalkopyrite - Jansen et al. 1991; Paragneise - Heinicke et al. 1991; Granodiorite - Wenk et al. 1990).

In Abbildung 29 ist ein Satz von 19 Diffraktogrammen einer Paragneisprobe dargestellt, die im wesentlichen aus Glimmer, Chlorit, Feldspat und Quarz besteht. Zum einen ist der Linienreichtum dieses Materials zu erkennen und zum anderen ist ein Beispiel für totale Reflexkoinzidenz von Quarz  $10\bar{1}1$  und Glimmer (0006) dargestellt. Totale Reflexkoinzidenzen sind mit Hilfe der Peakprofilanalyse nicht zu trennen. Die in Abbildung 29 dargestellte Untersuchung ist am Diffraktometer D1b des Institut Laue-Langevin in Grenoble durchgeführt worden. Abbildung 30 zeigt den Ausschnitt von  $28.30^\circ$  -  $35.50^\circ$  aus dem Summendiffraktogramm dieser Paragneisprobe. Das Summendiffraktogramm einer Probe ist das gemittelte Diffraktogramm über alle gemessenen Probenorientierungen (Einzeldiffraktogramme). In Abbildung 31 ist das Ergebnis der Profilanalyse für diesen Winkelbereich dargestellt, in dem 8 Reflexe angepaßt worden sind. Die Profilanalyse ist mit dem ABFit-Programm von Filhol et al. (1988) durchgeführt worden. Von den 8 Reflexen der Profilanalyse konnten 6 eindeutig identifiziert werden (siehe Tabelle 8). Mit den überlagerungsfreien Datensätzen kann nach konventioneller Methode die ODF jeder Phase bzw. jedes Minerals getrennt berechnet werden. In der Pulverdiffraktometrie (Zweikreisdiffraktometrie) ist die Peakprofilanalyse seit längerem ein Standardverfahren.

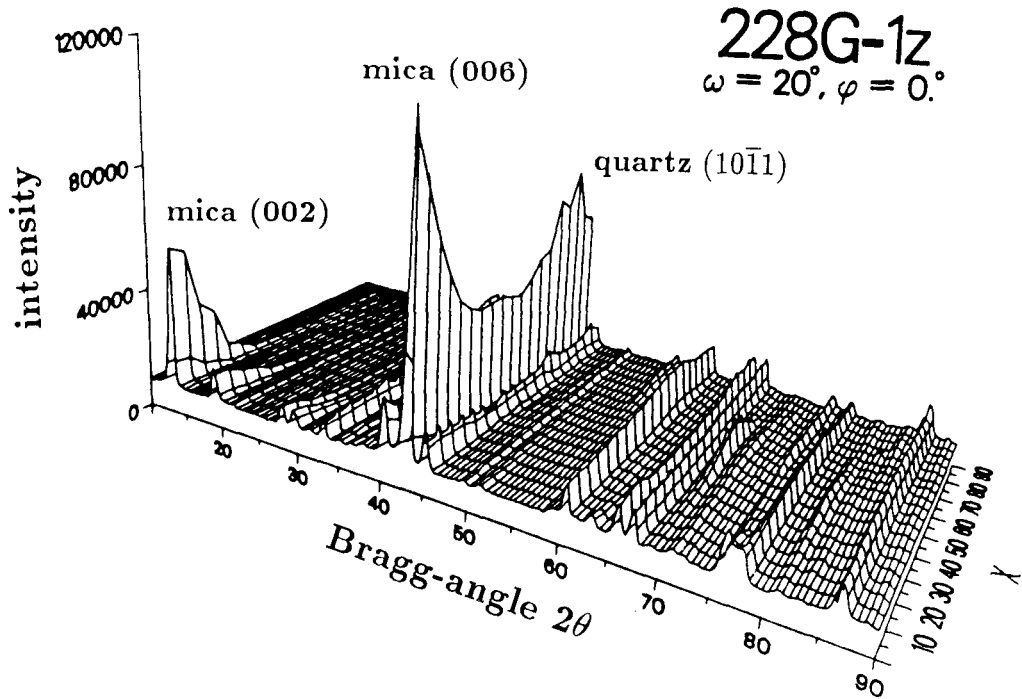


Abb.29: Darstellung eines Satzes von 19 Diffraktogrammen der Paragneisprobe 228G1z

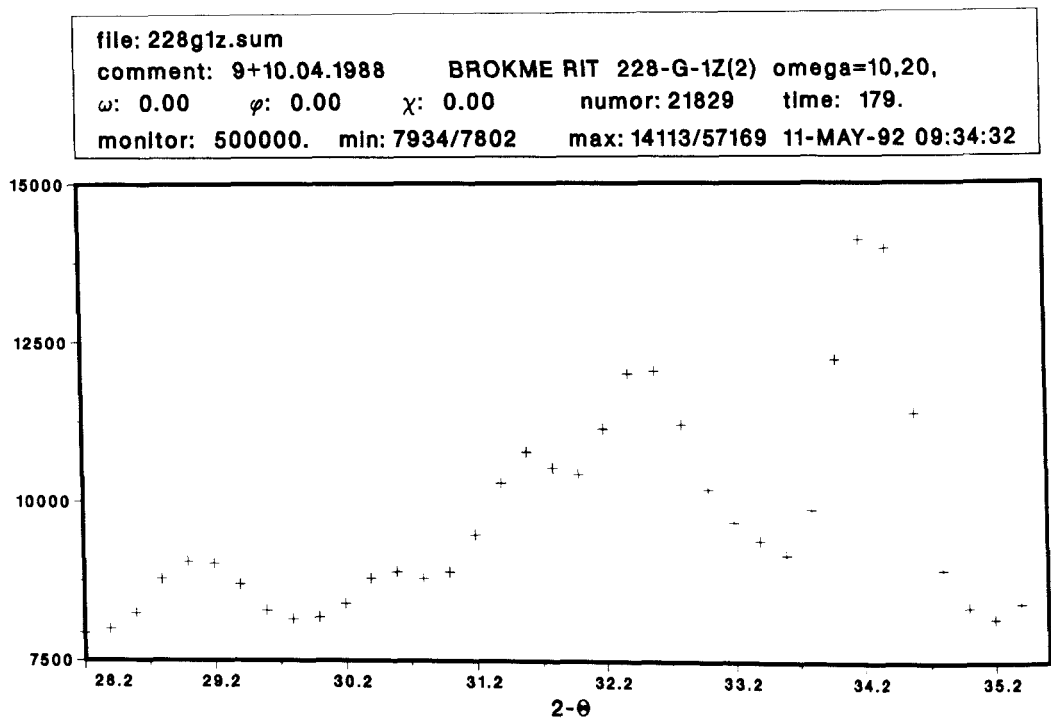


Abb.30: Ausschnitt aus dem Summendiffraktogramm der Paragneisprobe 228G1z

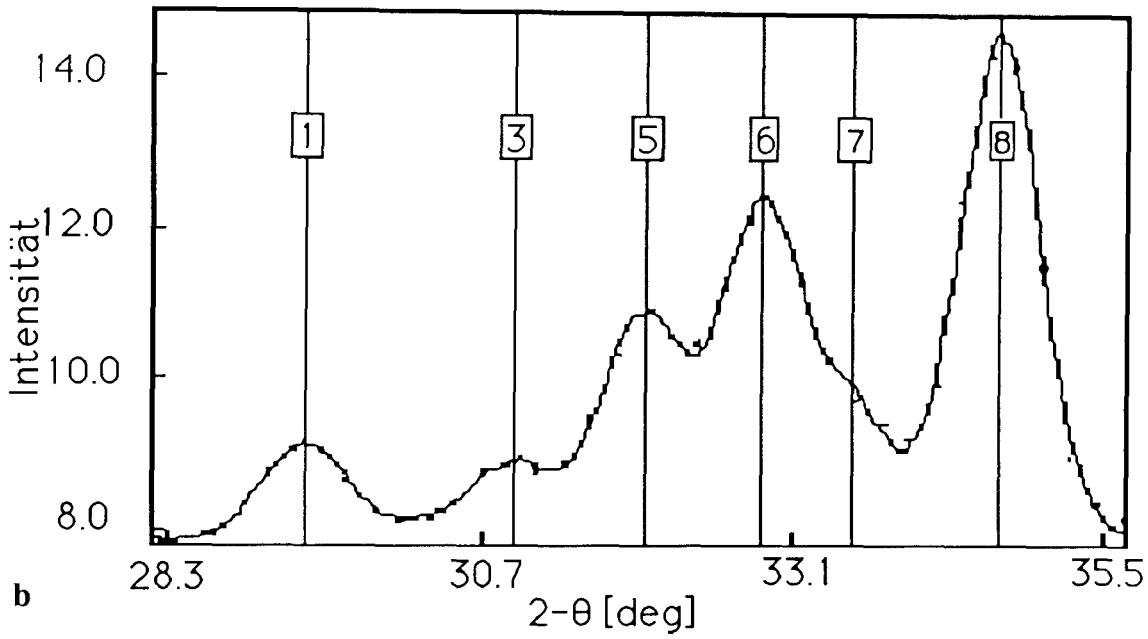


Abb.31: Profilanalyse des in Abb. 30 gezeigten Summendiffraktogrammes  
(die nummerierten Reflexe konnten eindeutig zugeordnet werden siehe  
Tabelle 8)

Tab.8: Ergebnis der Profilanalyse Abb. 29b

Nr.	$2\theta$ [°]	$\sigma(2\theta)$ [°]	$d$ [Å]	Indizierung
1	29.24	0.07	4.9993	Muskovit (004)
2	29.55	0.11	4.9480	?
3	30.76	0.08	4.7578	Chlorit (003)
4	31.28	0.09	4.6806	Plagioklas ( $0\bar{2}1$ )(?)
5	31.84	0.10	4.6003	Chlorit (020)
6	32.67	0.05	4.4865	Muskovit (110)
7	33.33	0.09	4.4001	Plagioklas ( $\bar{2}01$ )
8	34.45	0.04	4.2612	Quarz (100)

Auf die oben dargestellte Weise kann aus einer mehrphasigen Probe umfangreiches Informationsmaterial bezüglich der Orientierungsverteilung der einzelnen Minerale eines Gesteins gewonnen werden. Am Beispiel der Paragneisprobe 71B5b aus der Vorbohrung des Kontinentalen Tiefbohrprojekt (KTB) (siehe KTB-Reports) wird ein Einblick in die vielfältigen Möglichkeiten der neutronographischen Texturuntersuchung an komplexen Gesteinen gegeben (Heinicke 1991 et al., Heinicke und de Wall 1992, Brokmeier 1992).

Die Probe 71B5b aus einer Teufe von 470 m repräsentiert den Disthen-führenden Gneistyp (Emmermann et al. 1988). Der modale Mineralbestand der Hauptphasen wurde mittels Röntgendiffraktionsanalyse im KTB-Feldlabor (Emmermann et al. 1989) zu Quarz 34 Gew.%, Plagioklas 29 Gew.%, Biotit 21 Gew.%, Granat 12 Gew.% und Chlorit 4 Gew.% bestimmt. Das Gefüge (siehe Abbildung 32) zeichnet sich durch Feinkörnigkeit aus, so daß eine gute Kornstatistik bei der neutronographischen Texturanalyse gewährleistet.

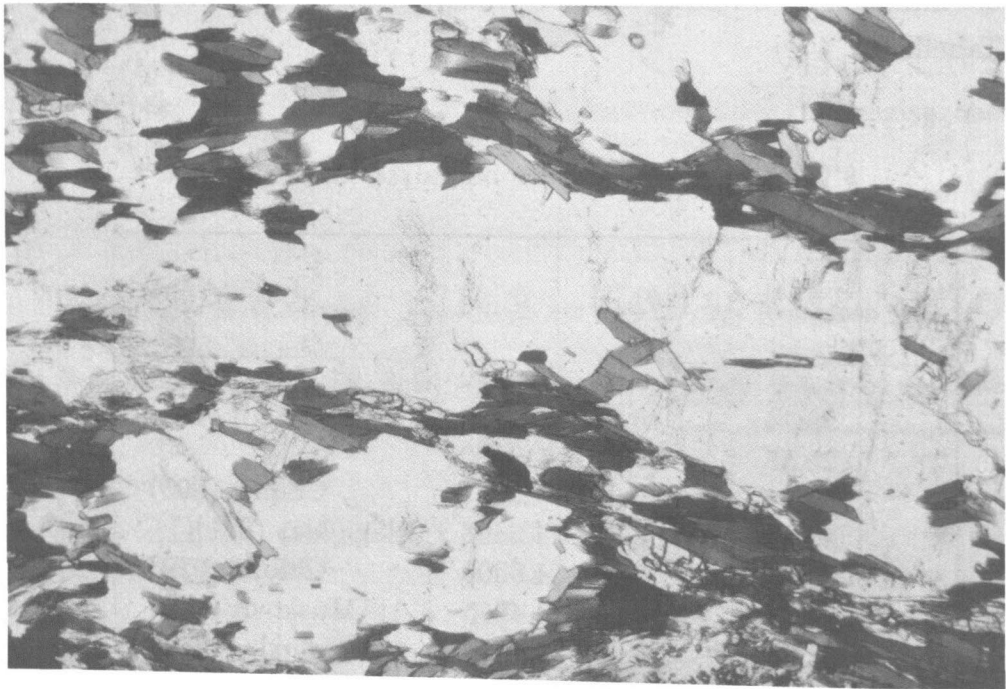


Abb. 32: Gefüge der Probe 71B5b

(Schnittlage senkrecht zur Lineation; lange Bildkante = 1.2 mm)

Die Texturmessung der Paragneisprobe 71B5b ist am D1B Diffraktometer des Institut Laue-Langevin in Grenoble (Proposal 5-23-331 Brokmeier, Heinicke, Bunge) durchgeführt worden. In Abbildung 33 ist eine Auswahl von Quarz-, Plagioklas-, Glimmer- und Chloritpolfiguren der Paragneisprobe 71B5b dargestellt.

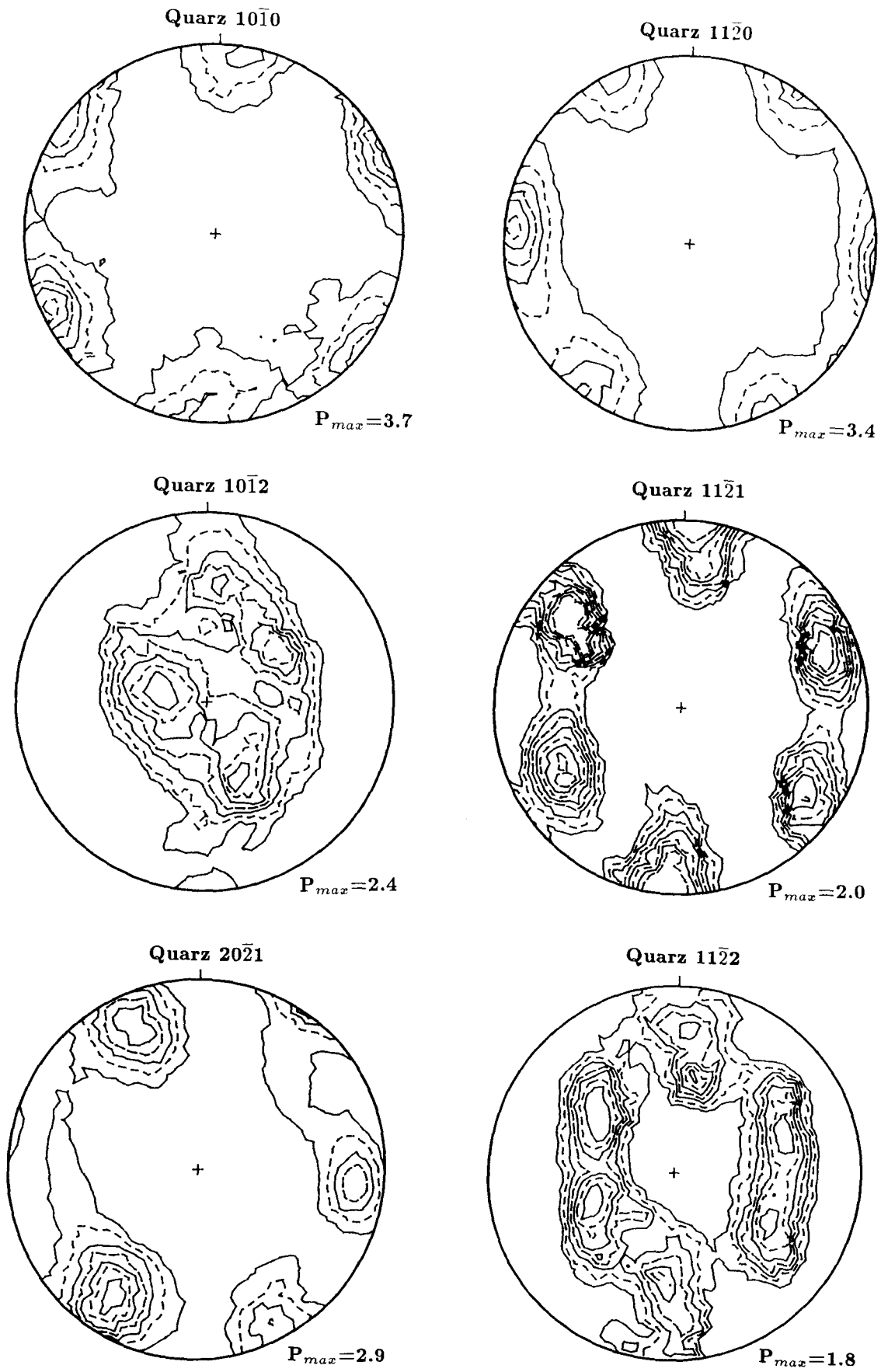


Abb. 33: Quarz Polfiguren der Paragneisprobe 71B5b

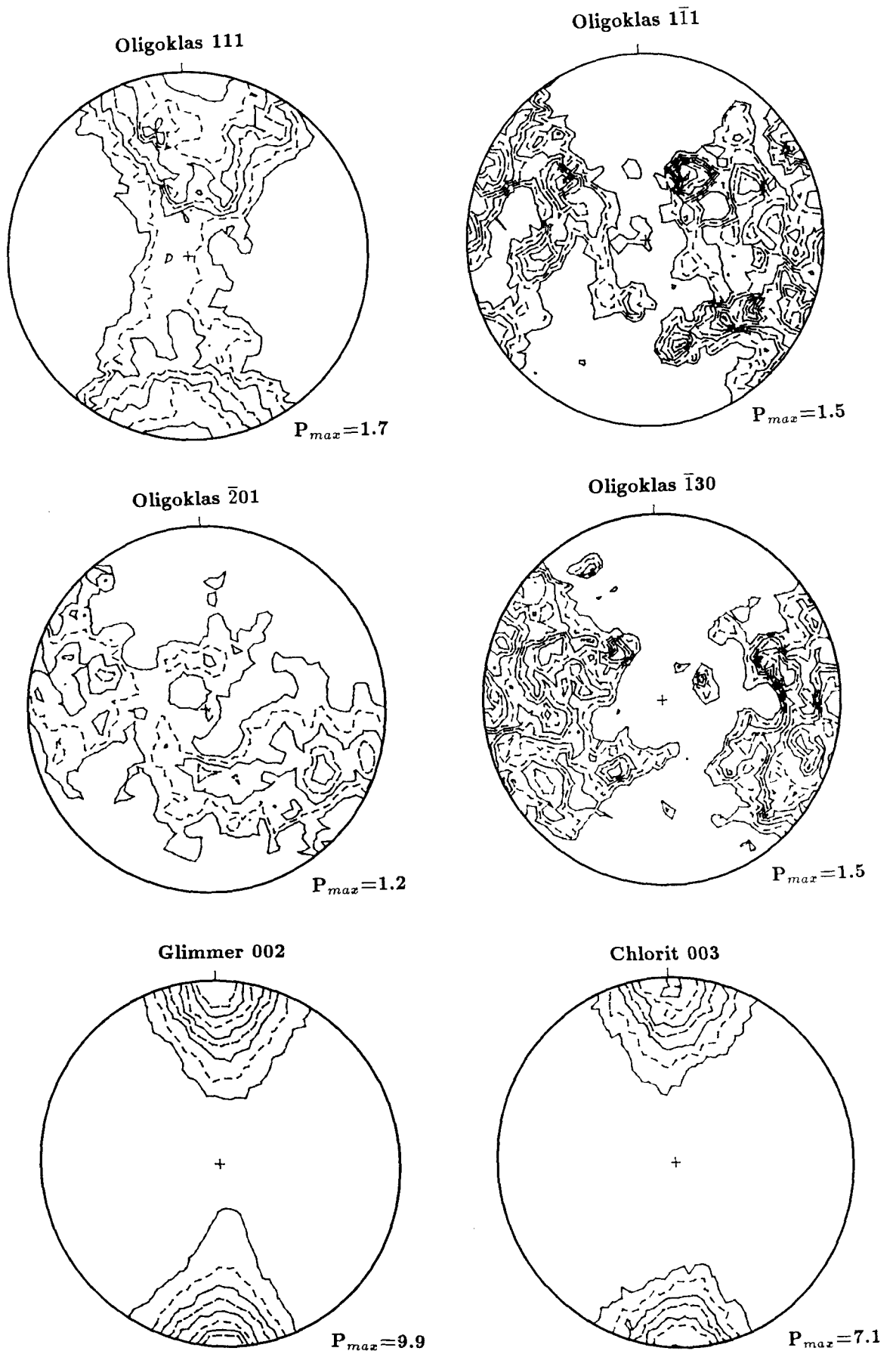


Abb. 33: Plagioklas-, Glimmer- und Chloritpolfiguren der Probe 71B5b

Mit Hilfe der iterativen Reihenentwicklungsmethode ist die ODF des trigonalen Quarzes berechnet worden. Sowohl durch die Messung als auch durch die sich anschließende Peakprofilanalyse sind Reflexe vom Typ (hkil) nicht von den Reflexen vom Typ (khil) zu trennen. Strukturell sind diese Reflexe verschieden (Young und Post 1962, Schmid et al. 1981), so daß eine Trennung im Orientierungsraum möglich ist. Wie schon im Falle der Zweiphasenüberlagerung Al(200) und Cu(111) (siehe Kap. 3.2.2) konnte dieses Problem für die Berechnung der Quarz-ODF gelöst werden. Zur Polfigurinversion sind die gemessenen Polfiguren  $(10\bar{1}2)$ ,  $(11\bar{2}0)$ ,  $(10\bar{1}2)+(01\bar{1}2)$ ,  $(11\bar{2}1)$ ,  $(20\bar{2}1)+(02\bar{2}1)$  und  $(11\bar{2}2)$  benutzt worden. Die Überlagerungsfaktoren der trigonalen Polfiguren sind mit den Kristallstrukturdaten der bekannten Quarzstruktur ( $P3_121$ ) berechnet worden.

$$(10\bar{1}2) : (01\bar{1}2) \leftrightarrow 0.907 : 0.093$$

$$(20\bar{2}1) : (02\bar{2}1) \leftrightarrow 0.103 : 0.897$$

In Abbildung 34 ist die Orientierungsverteilung von Quarz dargestellt. Als Darstellungsform sind  $\sigma_2$  Schnitte gewählt worden (Helming et al. 1988, Bunge 1988b, (Matthies et al. 1990). Als Ergänzung ist als Projektion der ODF die rückgerechnete Basispolfigur von Quarz (0001) angegeben, die nicht direkt meßbar ist. Die Basispolfigur zeigt ein starkes Zentrumsmaximum sowie einen schwachen Gürtel. Die ODF zeigt diese Aufspaltung in zwei Komponenten ganz deutlich mit dem Zentrumsmaximum in  $2\sigma=30^\circ$  und dem Gürtel bei  $2\sigma=105^\circ$ . Die Berechnung der Quarz-ODF ermöglicht also die quantitative Trennung von zwei Texturkomponenten, die geologisch als zwei Deformationstypen gedeutet werden können.

#### 4.0 Beschreibung des Texturmeßplatzes TEX-2

TEX-2 ist der Neutronentexturmeßplatz am Geesthachter Forschungsreaktor FRG-1. Nach einer mehrjährigen Umbauphase des FRG-1 (Aufbau einer Kalten Quelle und einer neuen Versuchshalle sowie aller Experimente in der Versuchshalle) konnte TEX-2 am 19. März 1990 für Routinemessungen in Betrieb genommen werden. Abbildung 35 zeigt das Texturdiffraktometer TEX-2. Der Aufbau des Neutronentexturmeßplatzes ist ein Projekt des Instituts für Metallkunde und Metallphysik der Technischen Universität Clausthal, Außenstelle am GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH (Abteilung W-TUC). Dieses Projekt wird gefördert vom Verbund für nukleare Festkörperforschung des Bundesministeriums für Forschung und Technologie (BMFT) sowie dem GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH. Unter Berücksichtigung der Reaktorleistung von 5 MW und dem breiten Spektrum unterschiedlicher polykristalliner Materia-



a

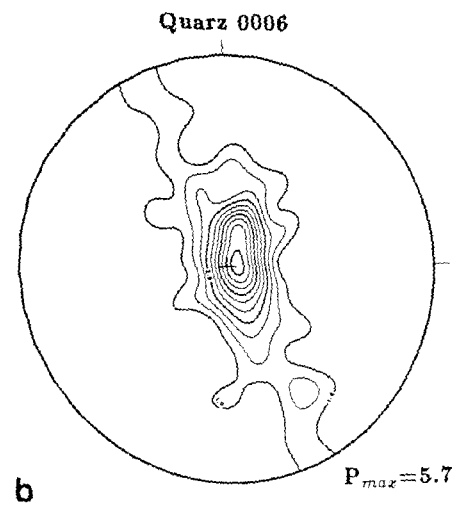
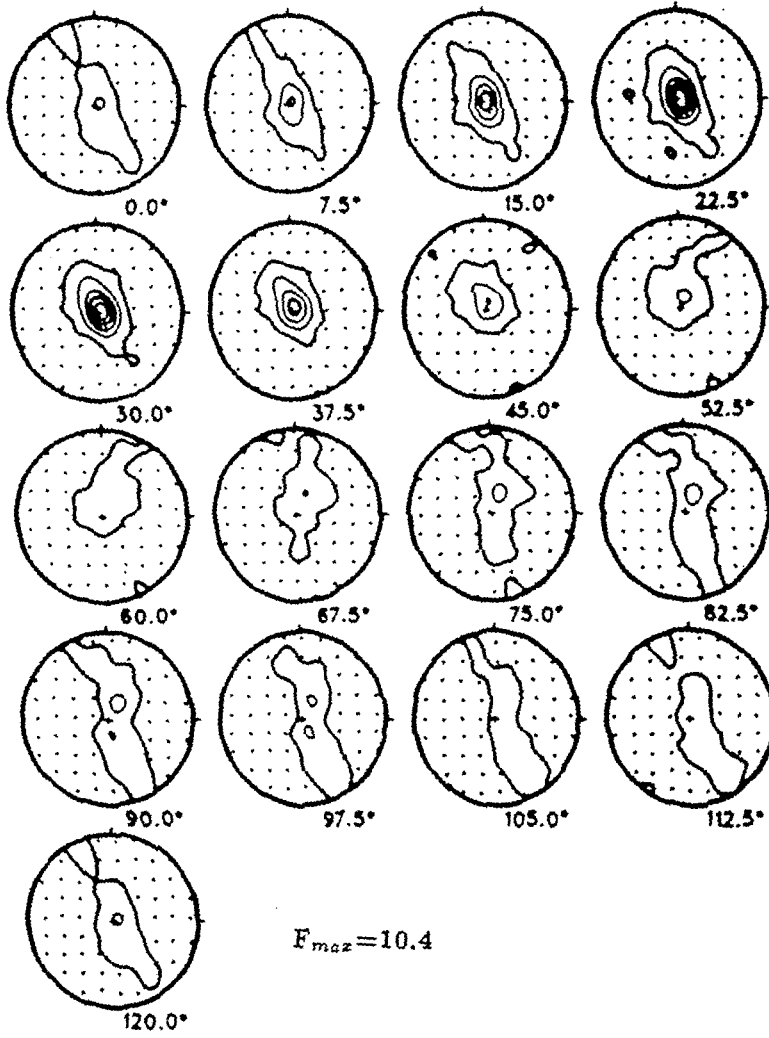


Abb. 34a: Quarz ODF der Probe 71B5b

Abb. 34b: Aus der ODF berechnete (0006) Polfigur

5. Im Falle von totalen aber auch von partiellen Reflexüberlagerungen kann eine Trennung im Polfigurraum durchgeführt werden (Helming und Eschner 1990, Eschner 1992, Dahms 1993). Eine beliebig ausgewählte, gemessene Polfigur wird in einzelne Komponenten (Fasern, ideale Lagen etc.) zerlegt. Diese interaktiv festgelegten Komponenten werden in jeder gemessenen Polfigur interaktiv dargestellt und angepaßt. Als Basis hierfür dient die kristallographische Beziehung der einzelnen Polfiguren untereinander. Dadurch wird sofort deutlich, daß Fremdanteile in einer der gemessenen Polfiguren, die durch die Überlagerung des Bragg-Reflexes einer zweiten Substanz entstehen, erkennbar und für die weitere Analyse separiert und ausgenutzt werden können. Auf Grund der Zerlegung der Polfiguren in einzelne Komponenten wird dieses Verfahren als Komponentenmethode oder als Komponentenfit bezeichnet. Die Vorteile sind eine schnelle Erkennung der Hauptkomponenten der Textur, die Reflextrennung von Mehrfachüberlagerungen sowie die Bestimmung der Volumenanteile der einzelnen Komponenten. Voraussetzung ist wie in Punkt 3 (Trennung im ODF-Raum) eine eindeutige Indizierung der Polfiguren. Die Nachteile sind oft hohe Komponentenzahlen zur Beschreibung komplexer Texturen. Außerdem ist dieses Verfahren noch nicht automatisiert. Erste Anwendungen deuten an (Helming et al. 1992, Bermig et al. 1992), daß sich die Komponentenmethode zu einer wertvollen Ergänzung zu den etablierten Analysemethoden entwickeln kann.

#### 4.0 Beschreibung des Texturmeßplatzes TEX-2

TEX-2 ist der Neutronentexturmeßplatz am Geesthachter Forschungsreaktor FRG-1. Nach einer mehrjährigen Umbauphase des FRG-1 (Aufbau einer Kalten Quelle und einer neuen Versuchshalle sowie aller Experimente in der Versuchshalle) konnte TEX-2 am 19. März 1990 für Routinemessungen in Betrieb genommen werden. Abbildung 35 zeigt das Texturdiffraktometer TEX-2. Der Aufbau des Neutronentexturmeßplatzes ist ein Projekt des Instituts für Metallkunde und Metallphysik der Technischen Universität Clausthal, Außenstelle am GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH (Abteilung W-TUC). Dieses Projekt wird gefördert vom Verbund für nukleare Festkörperforschung des Bundesministeriums für Forschung und Technologie (BMFT) sowie dem GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GmbH. Unter Berücksichtigung der Reaktorleistung von 5 MW und dem breiten Spektrum unterschiedlicher polykristalliner Materialien ist ein möglichst flexibler Meßplatz entstanden. Im folgenden wird der Neutronentexturmeßplatz TEX-2 beschrieben, ein Ausblick auf eine Weiterentwicklung von TEX-2 aufgezeigt sowie ein Vergleich mit anderen Neutronentexturmeßplätzen erarbeitet.



Abb.35: Das Neutronentexturdiffraktometer TEX-2 am FRG-1

Das Gesamtkonzept von TEX-2 besteht aus drei funktionalen Teilbereichen. Das Kernstück eines Texturmeßplatzes ist das Diffraktometer. Bei TEX-2 handelt es sich um ein 2-Achsen-Vierkreisdiffraktometer. Aufbau und Funktionsweise werden in Kapitel

4.1 näher vorgestellt. Im Falle der Neutronenstreuung sind im Vergleich zur Röntgenbeugung, bei der mit Vollschutzgeräten gearbeitet werden kann, besondere Sicherheitsanforderungen zu erfüllen. Eine besondere Bedeutung hat das 'Sicherheitspaket', insbesondere da an TEX-2 auch externe Gruppen experimentieren werden. Integriert in das 'Sicherheitspaket' ist ein 'Geräteeinstellpaket', da die gerätespezifischen Einstellgrößen eng mit den Sicherheitsauflagen gekoppelt sind. Dieses 'Sicherheits- und Geräteeinstellpaket' wird im Detail in Kapitel 4.2 behandelt. Neben dem reinen Messen von Texturen kommt der anschließenden Datenbehandlung eine entscheidende Rolle zu. Der vielfältige Einsatz von TEX-2 wird durch den Einsatz einer hochwertigen Software und einer Rechneranbindung an internationale Netzwerke vervollständigt. Eine Beschreibung dieses dritten Bausteines im Gesamtkonzept von TEX-2 wird in Kapitel 4.3 gegeben.

#### 4.1 Das Texturdiffraktometer

Der Neutronentexturmeßplatz TEX-2 befindet sich am Strahlrohr 5 des FRG-1. Der FRG-1 ist ein wassermoderierter Mittelflußforschungsreaktor mit 5 MW thermischer Leistung, der seit Januar 1958 als Strahlenquelle für Strahlrohrexperimente genutzt wird (Deutsches Atomforum 1991). In Abbildung 36 sind der schematische Aufbau und der Strahlengang, von der Strahlquelle (Reaktorkern) bis zum Neutronendetektor, dargestellt.

Der Strahlengang in einem Zweiachsen Vierkreisdiffraktometer läßt sich wie folgt beschreiben:

1. Reaktorkern als Strahlenquelle
2. Strahlrohr als Neutronenkanal durch die biologische Abschirmung des Forschungsreaktors
3. Inpilebauteile im Neutronenkanal (Filter, Kollimator)
4. Bleitor als Abschluß der biologischen Abschirmung des Forschungsreaktors
5. Primärkollimator (als Inpilebauteil oder als Zusatzbauteil vor dem Monochromator)
6. Monochromator
7. Strahlführung zwischen Monochromator und Probe (z.B. Sekundärkollimator)
8. Vierkreisdiffraktometer mit Probenposition
9. Neutronendetektor und Strahlfänger

Ein Vergleich mit dem ersten Diffraktometer von Wollan und Shull (1948) zeigt, daß das Aufbauprinzip unverändert ist. Die Bezeichnung Zweiachsengerät bekommen alle Geräte, bei denen der Neutronenstrahl im Laufe des Strahlenganges zweimal die Richtung



#### 4.1.1 Der Primärstrahl

Die Neutronenstrahlquelle, der Forschungsreaktor, liefert ein weißes Spektrum von Neutronen, welches für Strahlrohrexperimente genutzt werden kann. Die Spektralverteilung der Neutronen entspricht einer Maxwellverteilung mit einem Flußmaximum das am Strahlrohr 5 bei  $1.1 \text{ \AA}$  liegt. Der gesamte an TEX-2 nutzbare Wellenlängenbereich erstreckt sich von  $1.0 \text{ \AA}$  -  $2.5 \text{ \AA}$ . Das Strahlrohr 5, an dem TEX-2 aufgebaut ist, ist ein Radialstrahlrohr mit direkter Sicht auf den Reaktorkern. Das bedeutet, daß zusätzlich zu den 'thermischen Nutzneutronen' weitere Strahlung mit zum Teil erheblichen Intensitäten zu erwarten ist, so daß der Primärstrahl insbesondere schnelle Neutronen und Gammastrahlung (Primär- oder Reaktorgammastrahlung) enthält. Diese Tatsache wird sowohl bei der Strahlführung als auch bei der Abschirmung des Diffraktometers, die sich an die biologische Abschirmung des Reaktors anschließt, berücksichtigt. Innerhalb der biologischen Abschirmung wird der Primärstrahl durch ein Strahlrohr geleitet. Das Eintrittsfenster ist  $10.5 \cdot 6.0 \text{ cm}$ . Nach einer Länge von  $317 \text{ cm}$  verläßt der Primärstrahl das Strahlrohr durch ein Austrittsfenster von  $7.0 \cdot 5.0 \text{ cm}$ . Innerhalb des Strahlrohres ist ein Silizium-Einkristall von  $15 \text{ cm}$  Länge als Primärstrahlfilter eingebaut. Dieser Filterkristall hat die Eigenschaften thermische Neutronen, die für die Texturmessung benötigt werden, nur relativ gering zu schwächen. Dafür werden schnelle Neutronen stark absorbiert (Brugger 1976, Mikula et al.(1983) und Freund et al. 1985). Am Ausgang des Strahlrohres hat der Primärstrahl Divergenzen von  $0.99^\circ$  horizontal sowie  $1.58^\circ$  vertikal. Diese Geometrie ist vom Experimentator nicht zu verändern.

Im Anschluß an das Strahlaustrittsfenster an Strahlrohr 5 befindet sich ein Bleitor. Damit kann der Strahlengang unterbrochen werden, so daß die vom Reaktorkern emittierte Gammastrahlung abgeschirmt wird. Das Bleitor befindet sich, wie in Abbildung 36 zu sehen ist, am Ende der biologischen Abschirmung. Abbildung 37 zeigt den Strahlausgang an Strahlrohr 5 mit geschlossenem Bleitor.

Während des Meßbetriebes ist das Bleitor sowie der gesamte Strahlengang geöffnet. Deshalb ist eine Abschirmung des weiteren Strahlenganges notwendig. Eine speziell für TEX-2 ausgelegte 'Abschirmburg' schließt sich lückenlos an die biologische Abschirmung des Forschungsreaktors an. Eine Detailbeschreibung zum Aufbau der 'Abschirmburg' wird in Kapitel 4.2 (Sicherheitspaket) erfolgen.

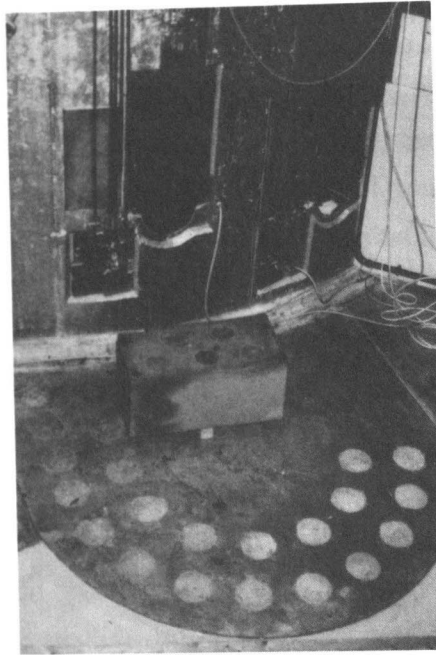


Abb.37: Strahlrohr 5 mit geschlossenem Bleitor

Innerhalb der Monochromatorabschirmburg befinden sich zwei Gerätebauteile. Nach dem Verlassen der biologischen Abschirmung (Passieren des offenen Bleitores) wird die durch die Strahlrohrgeometrie (Eintritts- bzw. Austrittsfenster) vorgegebene Primärkollimation des Primärstrahles durch einen zweiten Kollimator weiter eingeschränkt (siehe im Detail in Kapitel 4.1.2). Des Weiteren sind in der Monochromatorabschirmburg zwei Monochromatorpositionen vorgesehen. Die hohe Transmission des Neutronenstrahles erlaubt den Parallelbetrieb von zwei Meßplätzen. An Monochromator M1 wird entsprechend der Bragg'schen Gleichung der polychromatische Primärstrahl monochromatisiert. Das heißt, es wird eine Wellenlänge entsprechend dem Material und der Orientierung des Monochromators M1 aus dem Primärstrahl reflektiert und dem Meßplatz TEX-2a zugeführt. Der restliche Neutronenstrahl durchdringt den Monochromator M1 gering geschwächt. Am Monochromator M2 wird eine zweite signifikant andere Wellenlänge reflektiert, so daß ein zweites Experiment TEX-2b mit Neutronen gespeist werden kann. Der verbleibende Primärstrahl, der beide Monochromatoren durchdrungen hat, wird in Geradeausrichtung innerhalb der Monochromatorabschirmburg vernichtet. An TEX-2 ist zur Zeit nur die zweite Monochromatorposition besetzt (siehe Kapitel 4.1.3). Abbildung 38 zeigt schematisch die Funktionsweise von zwei Monochromatoren in einem Primärstrahl. Wahl und Güte der Monochromatormaterialien entscheiden über die Ausbeute der reflektierten monochromatisierten Neutronen.

Primärstrahl

Angebotsspektrum

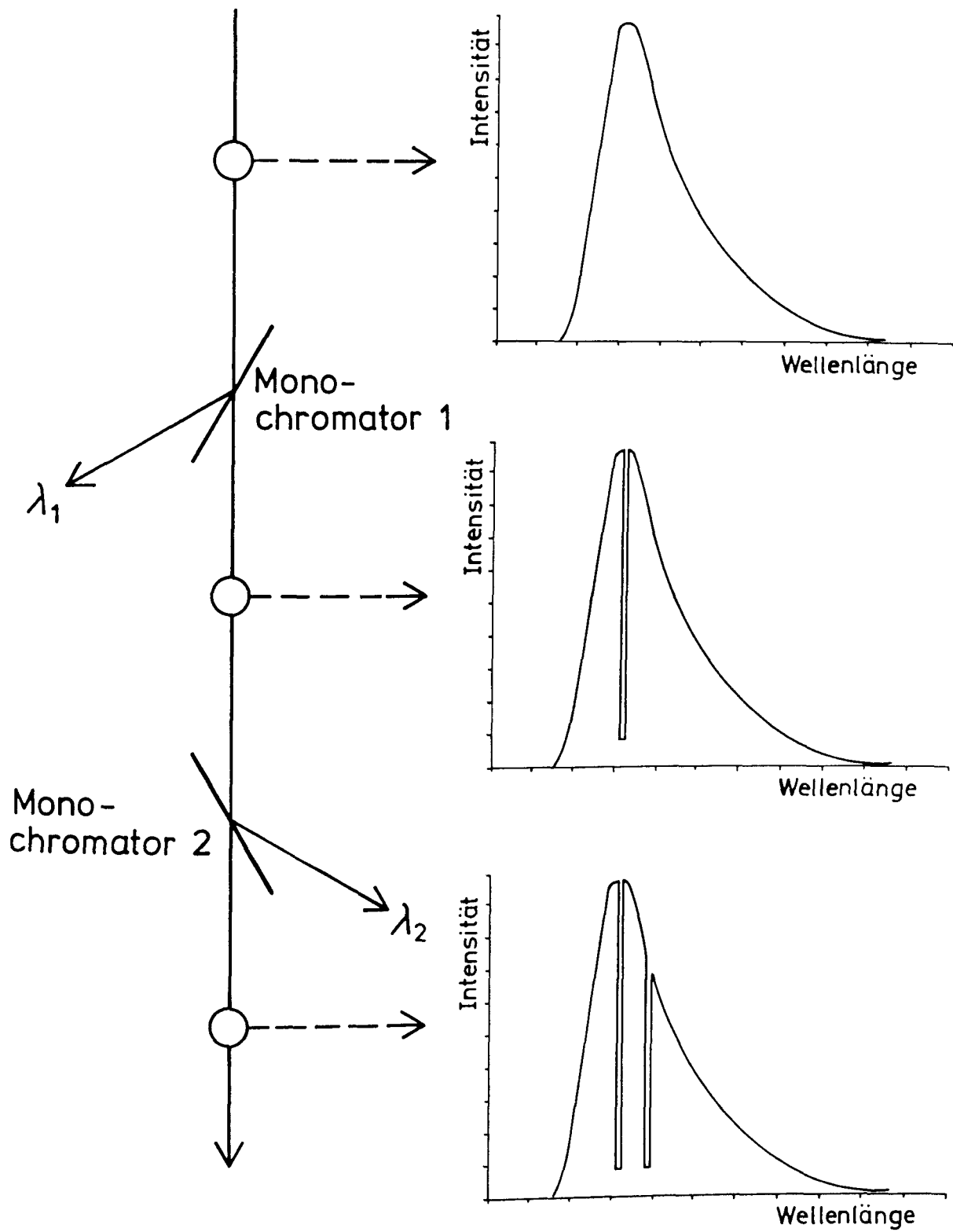


Abb.38: Funktionsweise von zwei Monochromatoren in einem Primärstrahl



### 4.1.2 Trommelkollimator von TEX-2

TEX-2 ist mit einem Trommelkollimator ausgerüstet, der wie in Abbildung 36 zu sehen ist, zwischen dem Bleitor und dem Monochromator angeordnet ist. Der Trommelkollimator besteht aus einem Gußkörper mit vier Einschüben von je 40 cm Länge. Durch dieses Zusatzgerät besitzt der Experimentator die Möglichkeit zwischen vier Primärkollimationen zu wählen. Zur Zeit sind folgende Einschübe eingebaut und verfügbar:

- Position A - Lochkollimator mit 42' Horizontaldivergenz
- Position B - Sollerkollimator mit 30' Horizontaldivergenz
- Position C - Lochkollimator mit 51' Horizontaldivergenz
- Position D - Einschub aus Abschirmmaterial

Die gewünschte Einstellung kann vor jeder Messung durchgeführt werden, wobei die Verstellung direkt am Mosaikbild (siehe Kapitel 4.2 Geräteeinstellpaket) vorgenommen wird. Bis auf die Position D, die aus sicherheitsrelevanten Gründen vorgeschrieben ist, können die einzelnen Einschübe durch neue ersetzt werden. Die Primärstrahlkollimation des Neutronenstrahles, die mit  $\alpha_1$  bezeichnet wird, geht als eine der wesentlichen Größen in die Auflösungsfunktion des Diffraktometers ein (Caglioti et al. 1958 und Dachs 1978).

$$(FWHM)^2 = \alpha_1^2(1 - 2a)^2 + 4\eta^2(1 - a)^2 + \alpha_3 \quad (12)$$

mit

$$a = \frac{\tan\Theta_B}{\tan\Theta_M} \quad (13)$$

FWHM	-	Halbwertbreite von Reflexen
$\alpha_1$	-	Primärkollimation
$\alpha_2$	-	Sekundärkollimation
$\alpha_3$	-	Tertiärkollimation
$\eta$	-	Mosaikbreite des Monochromators
$\Theta_M$	-	Bragg-Winkel Monochromator
$\Theta_B$	-	Bragg-Winkel Probe

Da an TEX-2 wie an vielen anderen Neutronendiffraktometern kein zusätzlicher Sekundärkollimator eingebaut ist, ist  $\alpha_2$  in Gleichung 12 eliminiert worden. Für die Wahl der Primärkollimation sind zwei gegenläufige Effekte von Bedeutung. Eine relativ hohe Primärstrahlkollimation (Position C) liefert breite Bragg-Reflexe bei einem relativ hohen Neutronenfluß. Im Gegensatz dazu trägt ein kleines  $\alpha_1$ , bei einem reduzierten Neutronenfluß, zu schärferen Bragg-Linien und somit zu einer besseren Linientrennung

in linienreichen Substanzen bei. TEX-2 kann also entsprechend dem zu messenden Probenmaterial eingestellt werden. Dies trägt im wesentlichen zur optimaleren Ausnutzung der zur Verfügung stehenden Neutronen bei, da bei hochsymmetrischen Probenmaterialien auf eine gute Auflösung verzichtet werden kann. Tabelle 9 zeigt den Einfluß der Primärkollimation auf den Neutronenfluß und auf das Quadrat der Halbwertsbreite (FWHM)<sup>2</sup>, gemessen mit einem Nickelstandardpulver.

Tab.9: Reflexbreiten FWHM<sup>2</sup> für Ni-Reflexe

$\alpha_1$	Fluß am Probe ort	FWHM <sub>111</sub> <sup>2</sup>	FWHM <sub>200</sub> <sup>2</sup>	FWHM <sub>220</sub> <sup>2</sup>	FWHM <sub>311</sub> <sup>2</sup>
30'	$7.5 \cdot 10^4 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$	0.764	0.788	1.025	1.689
42'	$8.3 \cdot 10^4 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$	0.773	0.808	1.277	2.123
51'	$1.3 \cdot 10^5 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$	0.783	0.841	1.590	2.624

#### 4.1.3 Monochromatoren von TEX-2

TEX-2 verfügt über drei verschiedene ebene Monochromatoren, die in Tabelle 10 aufgelistet sind. Der Aluminiummonochromator ist von TEX-1 übernommen worden. Dieser Monochromator ist bisher an TEX-2 nicht eingesetzt worden. Der Cu (200) Monochromator ist ebenfalls ein Monochromator aus GKSS-Beständen und wegen seiner Dimension in Transmissionsgeometrie eingestellt worden. Neben einigen Testmessungen wurde der Cu (200) Monochromator (siehe Schroeder 1991) für Texturmessungen im wesentlichen mit einer Wellenlänge von 1.160 Å betrieben.

Tab.10: Monochromatoren von TEX-2

Monochromator	Dimension (in cm)	Wellenlänge (bisher benutzt)
Al (111)	17.6 · 5.0 · 1.0	—
Cu (200)	10.0 · 5.6 · 0.9	1.160 Å
Cu (111)	20.0 · 5.0 · 0.5	1.344 Å 1.001 Å

Wie der Trommelkollimator befindet sich auch der Monochromator innerhalb der Monochromatorabschirmburg. Ein Austausch des Monochromators während des Meßbetriebes ist nicht möglich. Aber im Gegensatz zu den inpile Bauteilen können sowohl der Monochromator als auch die Einschübe des Trommelkollimators, unter Beachtung einiger Sicherheitsauflagen, ausgetauscht werden. Eine Steigerung der Effizienz von TEX-2 wird durch die Erweiterungen der verfügbaren Monochromatoren erreicht, zum Beispiel neue Monochromatormaterialien (Graphit, Germanium, Nickel, Beryllium) (Riste und Otnes 1969, Freund 1983, Freund und Jönsson 1983) und neue Monochromatorgeometrien (einfach und/oder doppelt gekrümmt). Abbildung 39 zeigt den Cu (200) Monochromator montiert auf dem in der Abschirmburg befindlichen 'Monochromator-turm'. Die Lineartische, sowie das Dreh- bzw. Kippmodul werden zum Justieren des Monochromators benötigt.

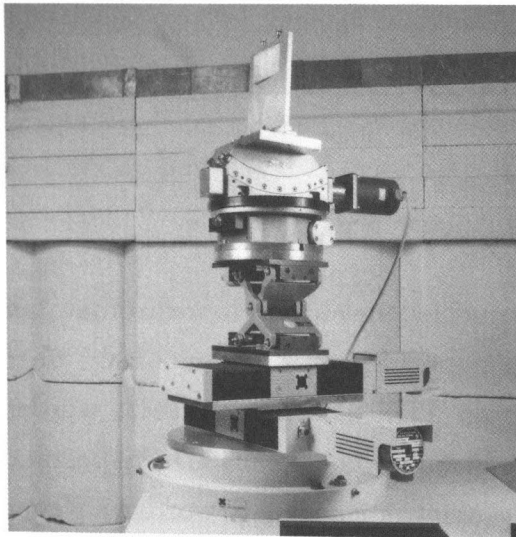


Abb.39 Cu (200) Monochromator montiert auf einer Justiereinrichtung

#### 4.1.4 Der Sekundärstrahl

Im Rahmen der Sekundärstrahlführung wird der vom Monochromator abgebeugte Neutronenstrahl auf die Probe geführt. TEX-2 besitzt eine für Neutronendiffraktometer dieser Kategorie besondere Anordnung, die es dem Experimentator ermöglicht, in kurzer Zeit die Wellenlänge zu ändern, ohne einen Monochromatorwechsel vornehmen zu müssen. Um den Neutronenstrahl vom Monochromator zur Probe führen zu können, ist ein verschließbarer Kanal durch die Monochromatorabschirmburg erforderlich. TEX-2 verfügt über fünf derartige Kanäle, von denen jeweils einer ausgewählt werden kann. Entsprechend der Bragg'schen Gleichung wird zu jedem Kanal der Monochromator einjustiert (Einstellen des Monochromator take off Winkels), so daß als Funk-

tion des take off Winkels jeweils eine andere Wellenlänge aus dem Angebotsspektrum des Primärstrahles gebeugt werden kann. Tabelle 11 zeigt die möglichen Wellenlängen bei Benutzung der in Tabelle 10 aufgelisteten Monochromatoren sowie als Ergänzung dazu die eines Graphitmonochromators.

Tab.11: Monochromator take off Winkel und mögliche Wellenlängen an TEX-2

Monochromator	Pos.1	Pos.2	Pos.3	Pos.4	Pos.5
Al (111)	0.72	1.12	1.51	1.89	2.26
Cu (200)	0.56	0.87	1.16	1.46	1.75
Cu (111)	0.65	1.00	1.34	1.69	2.01
C(002)	1.03	1.61	2.17	2.71	3.24

Es sind jedoch nicht alle theoretisch möglichen Wellenlängen für Texturmessungen einsetzbar, da auf Grund der Intensitätsverteilung der vom Forschungsreaktor gelieferten thermischen Neutronen nur Wellenlängen zwischen 0.8 - 2.7 Å mit einem ausreichenden Neutronenfluß zur Verfügung stehen. Abbildung 40 zeigt den Einfluß der beiden Extremwellenlängen von  $\lambda = 0.87 \text{ \AA}$  und  $\lambda = 2.71 \text{ \AA}$ , die an TEX-2 für Texturmessungen genutzt werden können, am Beispiel des Neutronendiffraktogramms von Aluminium. Dargestellt ist jeweils der Winkelbereich bis  $90^\circ$  in  $2\theta$ .

Alle außerhalb der Monochromatorburg befindlichen Bauteile (Vierkreisdiffraktometer, Detektoreinheit und Strahlfänger) sind auf Schwebefüße installiert. Dadurch kann mit wenig Aufwand die Möglichkeit genutzt werden, den Monochromator take off Winkel zu verändern. Nach Wahl einer Neutronenwellenlänge kann also das gesamte Texturdiffraktometer auf den entsprechenden Abnahmewinkel (take off Winkel) eingefahren werden.

Nach dem Verlassen der Monochromatorabschirmburg, siehe Abbildung 36, passiert der monochromatische Neutronenstrahl einen Durchflußzähler, der als Monitor bezeichnet wird. Mit Hilfe des Monitors wird aus einem geringen Anteil des Neutronenstrahles die Primärstrahlintensität als Funktion der Meßzeit ermittelt. Die so gewonnene Monitorzählrate wird während der Texturmessung als Korrekturgröße benutzt (siehe Kapitel 4.1.7). Eingeschränkt durch den Durchflußzähler, der wie beschrieben am Strahlausgang der Monochromatorburg installiert ist, kann der monochromatisierte Neutronenstrahl auf maximal  $45 \cdot 45 \text{ mm}^2$  eingestellt werden. Eine Monitoraustrittsblende erlaubt die

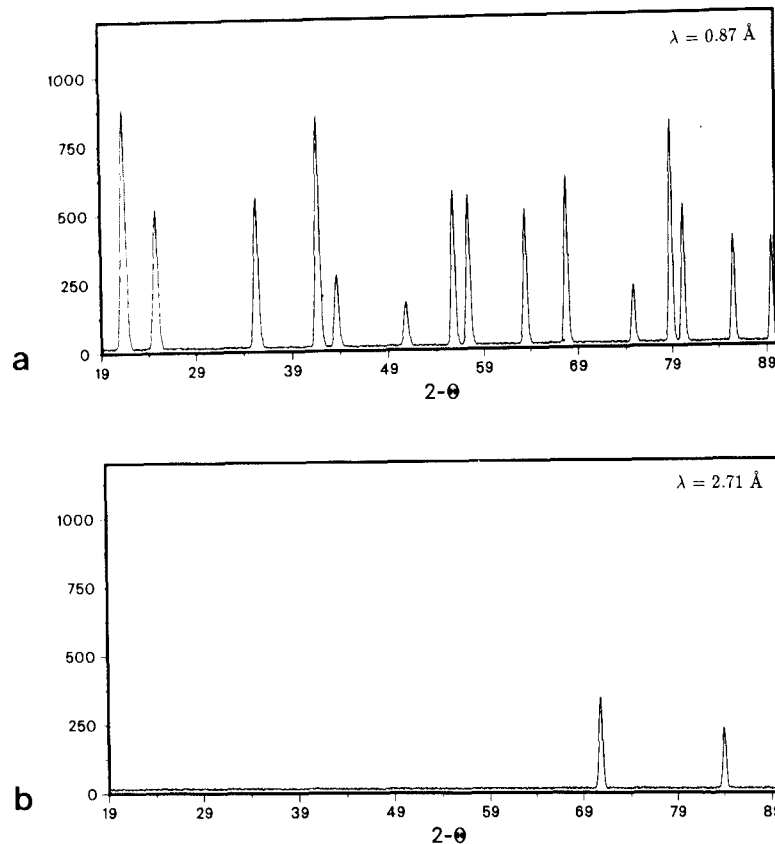


Abb. 40a: Neutronendiffraktogramm von Aluminium ( $\lambda=0.87 \text{ \AA}$  )

Abb. 40b: Neutronendiffraktogramm von Aluminium ( $\lambda=2.71 \text{ \AA}$  )

Reduzierung des Strahlenquerschnittes, um den Strahl optimal auf die Probengröße einstellen zu können, da ein zu großer Strahl nur zum Streuuntergrund beiträgt und so das Peak-Untergrund Verhältnis negativ beeinflusst. Anschließend wird der Strahl auf die Probe geleitet, die sich im Zentrum der Eulerwiege befindet.

#### 4.1.5 Das Vierkreisdiffraktometer

Das Vierkreisdiffraktometer stellt, wie in der Röntgentechnik, die wesentliche Komponente von TEX-2 als Texturdiffraktometer dar, um nach dem in Kapitel 3 eingehend beschriebenen Verfahren Polfiguren messen zu können. In Abbildung 41 ist das Kernstück des Vierkreisdiffraktometers, die Eulerwiege, dargestellt.

TEX-2 verfügt über eine azentrische Eulerwiege vom Typ Huber 512. Die Kombination des großen Innendurchmessers der Eulerwiege von 400 mm mit dem nach vorn versetzten Proben Tisch (Azentrizität) ermöglicht den Aufbau von Zusatzgeräten zur Einstellung bestimmter Probenumgebungen. So sind die Voraussetzungen geschaffen worden, um zum Beispiel lichtempfindliche Stoffe zu kapseln, bestimmte Proben temperaturen durch den Einsatz von Öfen oder Kryostaten einstellen zu können oder in-situ Zugversuche durchführen zu können.

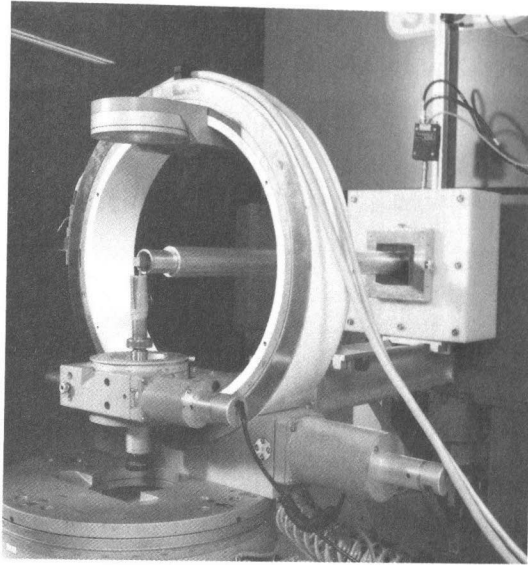


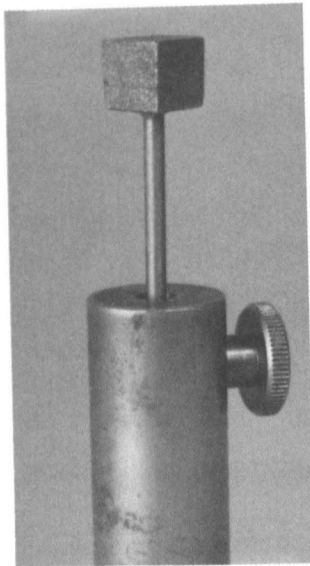
Abb.41 Eulerwiege mit Probe

In Tabelle 12 sind die aktuellen Winkelbereiche der vier Winkel des Vierkreisdiffraktometers aufgelistet, die an TEX-2 ausgenutzt werden können. Die Einschränkungen für  $2\theta$  und  $\omega$  sind festgelegt durch die Monochromatorabschirmburg und die Strahlführung. Gerinfügige Änderungen sind möglich, da der Abstand Monochromator Probe verändert werden kann.

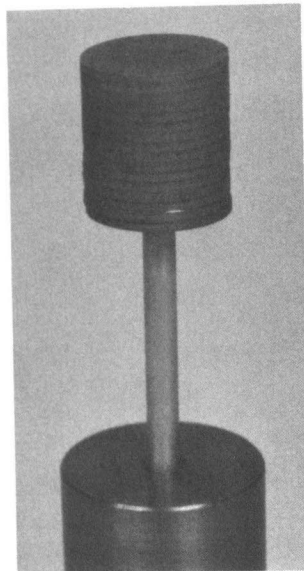
Tab.12: Benutzbare Winkelbereiche an TEX-2

Winkel	Bereich
$2\theta$	$-75.0^\circ - +123.0^\circ$
$\omega$	$-46.0^\circ - + 46.0^\circ$
$\chi$	$0^\circ - 360^\circ$
$\phi$	$0^\circ - 360^\circ$

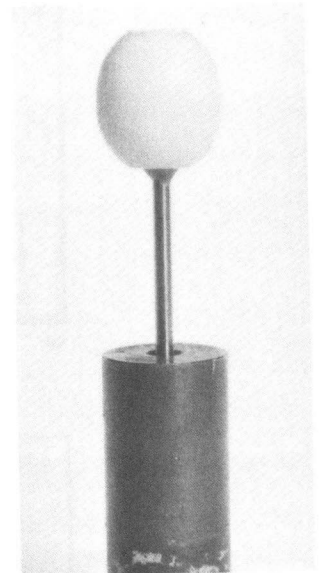
Die Standardprobengrößen, die an TEX-2 untersucht werden, liegen bei  $1-3 \text{ cm}^3$  mit variabler Probengeometrie (Würfel, Zylinder, Kugel). Abbildung 42 zeigt drei Probenbeispiele, die an TEX-2 untersucht worden sind.



a



b



c

Abb.42a: Würfelprobe aus einem Flachprofilverbundwerkstoff (Al-Pb)  
(Kantenlänge 10mm)

Abb.42b: Zylinderprobe aus einem gewalztem Kupfer  
(Durchmesser 13 mm)

Abb.42c: Kugelprobe aus Steinsalz (NaCl)  
(Durchmesser 20 mm)

Der Neutronenfluß am Probenort ist eine der wesentlichen Größen zur Festlegung der Meßzeiten pro Polfigur (neben der Reflektivität des Probenmaterials, der Reflektivität des Bragg-Reflexes und dem Grad der Vorzugsorientierung). Wie in Kapitel 4.1.2 gezeigt wurde, ist die Wahl der Primärkollimation aber auch die Wahl der Wellenlänge (Angebotsspektrum des Primärstrahles) und die Wahl des Monochromatormaterials für den zur Verfügung stehenden Neutronenfluß verantwortlich. Die bisher gemessenen Neutronenflüsse am Probenort von TEX-2 lagen zwischen  $5.8 \cdot 10^4 - 2.4 \cdot 10^5 \text{ ncm}^{-2}\text{s}^{-1}$ .

#### 4.1.6 Der Detektor

TEX-2 verfügt zur Zeit über zwei  $^3\text{He}$ -Einzelzähler. Die Kenndaten der Detektoren sind 25 mm effektiver Durchmesser, 80 mm effektive Höhe und ein Gasfülldruck von 8 atm. Der Nachweis der Neutronen erfolgt nach folgender Gleichung (Convert und Forsyth 1983):



Jeder Detektor ist mit einer Detektorabschirmung aus Polyäthylen und Cadmium umgeben, um den Streuuntergrund zu minimieren. Außerdem verfügt jeder Detektor über eine Detektorblende als Eintrittsfenster, so daß die gerätespezifische Auflösungsfunktion (siehe Kapitel 4.1.2) dem aktuellen Meßproblem angepaßt werden kann. Zur weiteren Optimierung ist jeder Einzelzähler getrennt auf einen Lineartisch montiert. Auf diese Weise kann der Abstand zwischen Probe und Detektor zwischen 86 - 116 cm eingestellt werden. Zusammen mit der Einstellung der Detektorblende kann somit die experimentelle Reflextrennung im Diffraktogramm verbessert werden. Abbildung 43 zeigt einen  $^3\text{He}$  - Einzelzähler mit (a) und ohne (b) Detektorabschirmung.

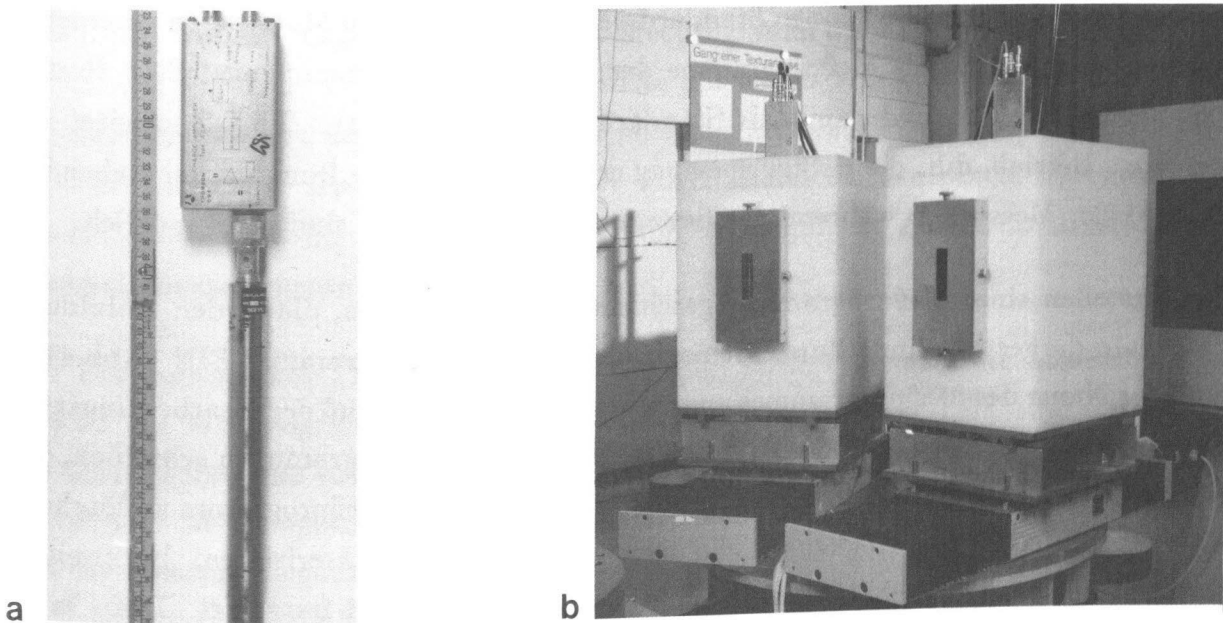


Abb.43a:  $^3\text{He}$ -Einzelzähler ohne Abschirmung (Durchmesser 25 mm)

Abb.43b:  $^3\text{He}$ -Einzelzähler mit Abschirmung (Kantenlänge 400 mm)

Eine deutliche Steigerung der Effizienz von TEX-2 wird durch den Einbau eines linear ortsauflösenden Detektors erreichbar sein. Für TEX-2 ist der JULIOS-Detektor (Schäfer et al. 1984) vorgesehen.



#### 4.1.7 Der Meßbetrieb

Zur Messung der Textur beziehungsweise der Polfiguren sind im wesentlichen zwei Aufgaben zu lösen. Zum einen muß ein Meßprogramm zum Abtasten der Polfiguren erstellt werden und zum anderen muß dieses Meßprogramm anschließend abgearbeitet und die Meßdaten zur weiteren Bearbeitung zur Verfügung gestellt werden. Die Organisation des Meßbetriebes an TEX-2 wird mit Hilfe einer PDP 11/23 plus als Zentraleinheit durchgeführt. Als wesentliche Hardwarekomponenten sind neben dem Rechner eine Phytron-Schrittmotorsteuerung als Experimentkopplung (Meßrechner - Vierkreisdiffraktometer) zur Koordinierung der Meßroutinen sowie eine Timer/Zähler - Einheit zur Datenerfassung (Kopplung Meßrechner - Detektoren) installiert. Zur Bearbeitung der oben genannten Aufgaben sind an TEX-2 zwei Programmpakete vorhanden (Schroeder 1991).

Das Programmpaket EIN (EIN - Eingabe) gibt die Möglichkeit ein beliebiges Meßprogramm mit beliebigen Winkelkombinationen, soweit die Winkel im Rahmen des erlaubten Winkelbereiches liegen (Tabelle 12 in Kapitel 4.1.4), zu erstellen. Es besteht weiter die Möglichkeit bestehende Meßprogramme zu modifizieren, wie zum Beispiel eine Anpassung der Meßzeit oder eine Änderung der Reflexionswinkel  $2\theta$  und  $\omega$  für die zu messenden Polfiguren. So können Standardmeßroutinen für viele Materialien eingesetzt werden. Bisher sind als Meßprogramme der in Tabelle 13 zusammengefaßten Routinen benutzt worden und damit als Standardroutinen verfügbar. TEX-2 arbeitet im step-scan Betrieb, d.h. die Polfigurmessung erfolgt an diskreten Punkten bei stehender Eulerwiege. Messungen während der Bewegung der Eulerwiege sind nicht möglich.

Das Erstellen eines Meßprogrammes geschieht in drei Schritten, die in den Abbildungen 44a-c dargestellt sind. Zunächst nach dem Start des Programmes EIN (Abb.44a) muß der Name des Meßprogrammes angegeben werden, dann muß der Bearbeitungsmodus ausgewählt werden (SELEKT-Taste), um ein neues Meßprogramm zu schreiben, ein vorhandenes Meßprogramm zu ändern oder ein bestehendes Meßprogramm zu löschen. Außerdem besteht die Möglichkeit die Messung kurz zu charakterisieren. Im zweiten Bearbeitungsschritt (Abb.44b) wird die Meßzeit pro Meßpunkt festgelegt. Dazu kann zwischen einer Zeitvorwahl und einer Monitorvorwahl gewählt werden. Die Zeitvorwahl besagt, daß die Intensität für jeden Meßpunkt der Polfigur mit einer an dieser Stelle des Programms festgelegten Zeit gemessen wird. Die Monitorvorwahl besagt, daß die Intensität für jeden Meßpunkt der Polfigur so lange gemessen wird, bis eine hier gewählte Impulsrate im Monitorzähler (Intensität des Primärstrahles siehe Kapitel 4.1.4) erreicht wird. Mit der zweiten Variante werden Schwankungen der Primärstrahlintensität direkt während der Messung ausgeglichen. Der Schritt drei (Abb. 44c) beschreibt die

Tab.13: Bisher an TEX-2 benutzte Polfigurmeßroutinen

Meßroutine	Meßpunkte	Winkel	Ergebnis
1. equal area	678	$\Delta\varphi = \text{variabel}$ $\Delta\chi = \text{variabel}$	vollst. PDF
2. equal angular	1368	$\Delta\varphi = 5.0^\circ$ $\Delta\chi = 5.0^\circ$	vollst. PDF
3. equal angular	1900	$\Delta\varphi = 3.6^\circ$ $\Delta\chi = 5.0^\circ$	vollst. PDF
4. equal angular	19	$\Delta\varphi = \text{beliebig}$ $\Delta\chi = 5.0^\circ$	chi - Scan
5. equal angular	342	$\Delta\varphi = 5.0^\circ$ $\Delta\chi = 5.0^\circ$	1/4 PDF

Meßroutine, die für die jeweilige Messung notwendig ist. Als Eingabe sind die vier Ausgangspositionen der Winkel  $2\theta$ ,  $\omega$ ,  $\chi$  und  $\varphi$  einzugeben. In dem angegebenen Beispiel ist  $\theta$  der doppelte Bragg-Winkel des Kupfer (111) Reflexes,  $\omega$  der Bragg-Winkel des Kupfer (111) Reflexes,  $\chi$  und  $\varphi$  die Startwinkel zur Polfigurmessung (Zentrum der Polfigur). Als weitere Angaben benötigt das Meßprogramm die Zahl der Schritte und die Verstellwinkel. Zeile 1 besagt, daß 2 Schritte mit einem Verstellwinkel von  $\Delta\varphi=120^\circ$  durchgeführt werden sollen. Zeile 2 des Meßprogrammes gibt an, daß 1 Schritt mit  $\Delta\chi=5.4^\circ$  und mit  $\Delta\varphi=60^\circ$  durchgeführt wird. Dieser Aufbau des Meßprogrammes erlaubt eine vielfältige Struktur der Meßroutinen. Damit ist TEX-2 für diverse Neutronenstreuexperimente einsetzbar.

Das Programmpaket TEX (TEX-Texturmessung) steuert die gesamte Messung, d.h. es wird ein Meßprogramm abgearbeitet. Nach dem Aufruf von TEX sind der Name des Meßprogrammes sowie der Name des Meßdatenfiles einzugeben. Danach wird das angegebene Meßprogramm zugeladen, die Datei zur Aufnahme der Meßdaten angelegt und die Messung begonnen. Auf dem Rechnerterminal mit dem TEX-2 gestartet wird, wird der jeweils letzte Meßpunkt zur Ablaufkontrolle dargestellt (siehe Abbildung 45). Enthalten sind die vier Winkelpositionen des Meßpunktes, die benötigte Meßzeit sowie die Zählerstände (counter 1 und 2 sind installiert; counter 3 ist zur Zeit ein unbenutzter Reservekanal; counter 4 gibt die Monitorzählrate wieder; der Monitor liefert eine Kontrollangabe der Timer/Zähler-Einheit). Jeder Meßpunkt wird nach dem Abarbeiten sofort abgespeichert und steht für eine erste Auswertung zur Verfügung (siehe Kapitel 4.3)

**Messprogramm Erstellung**

Messprogramm Name : kupfer  
Bearbeitungsmodus : AENDERN

Programm ID    Erstellt:29-MAY-91    Geändert:25-MAY-92

Equal area Netz mit 678 Punkten  
3 Punkte im Zentrum; Aussenkreis nur halb  
Probe= Kupferzylinder  
Reflex=111

Weiter PF1

Abb.44a: Programmpaket EIN

**Messprogramm Erstellung**

Messzeitbegrenzung durch : MONITOR  
Vorwahl in [counts/sec] : 100000  
Time - out Wert [sec] : 900

Abb.44b: Programmpaket EIN

Programmname : kupfer		Erstellt am : 25-MAY-92			
Ausgangs- position		THETA: 36.8	OMEGA: 18.4	CHI: 90	PHI: 0
lfd. NR.	SCHRITTE	THETA	OMEGA	CHI	PHI
1	2	0	0	0	120
2	1	0	0	-5.4	60
3	5	0	0	0	-60
4	1	0	0	-5.42	0
5	11	0	0	0	30
6	1	0	0	-5.44	10
7	17	0	0	0	-20
8	1	0	0	-5.48	0
9	23	0	0	0	15
10	1	0	0	-5.53	3
11	29	0	0	0	-12
12	1	0	0	-5.59	0

Abb.44c: Programmpaket EIN

MESSUNG	
COUNTER 1 :	4129
COUNTER 2 :	134
COUNTER 3 :	0
COUNTER 4 :	10001
MONITOR :	-665339
2-THETA :	36.7995
OMEGA :	18.4000
CHI :	89.9999
PHI :	0.0004
ZEIT :	00:56.19
FAHREN	

Abb.45: Meßprotokoll eines Polfigurpunktes

Im Rahmen des Meßbetriebes, der vom Steuerrechner organisiert wird, sind Veränderungen der Meßbedingungen (Wellenlänge, Abstand zwischen Probe und Detektor, Kollimation etc. ) aus sicherheitsrelevanten Aspekten nicht möglich. Alle Einheiten beziehungsweise Funktionen, die die Sicherheit an TEX-2 beeinflussen könnten, sind vom Steuerrechner nicht anzusprechen (keine Hardwarekopplung), so daß fehlerhafte Meßprogramme keinen Einfluß auf die Sicherheit an TEX-2 haben.

#### 4.2 Das Sicherheits- und Geräteeinstellpaket

Für einen störungsfreien und sicheren Meßbetrieb an TEX-2 ist ein vom reinen Meßbetrieb entkoppeltes Sicherheitspaket installiert worden. Um die notwendige Flexibilität zur Texturmessung sehr unterschiedlicher Probenmaterialien zu gewährleisten, ist ein Geräteeinstellpaket in das Sicherheitspaket integriert worden. Alle sicherheitsrelevanten Bausteine von TEX-2 sind deshalb in das Sicherheitskonzept aufgenommen und auf einem Schaltbild dargestellt. Das Schaltbild befindet sich direkt am Meßplatz und umfaßt folgende Bausteine:

- Stellung des Primärkollimators
- die Wahl des Monochromator take-off Winkles (Wellenlänge)
- die Stellung des Strahlfängers
- Zustand des Bleitores
- Zustand der Tür in der Abschirmburg
- Verriegelung des Experimentierfeldes

Alle Funktionen werden mittels einer SPS-Steuerung (SPS - Speicher programmierbare Steuerung) überwacht und nach sicherheitsrelevanten Gesichtspunkten gegeneinander verriegelt. Die Bedienung erfolgt direkt am Schaltbild, auf eine Koppelung mit dem Experimentrechner (PDP 11/23 plus) wurde verzichtet, um keine Hardwareschnittstelle zwischen Geräteeinstellung und Meßbetrieb aufzubauen. Das Sicherheits- und Geräteeinstellpaket ist Bestandteil der Versuchshallenordnung, die sichtbar am Texturmeßplatz TEX-2 ausgehängt ist. Damit ist eine auch für externe Benutzer einfache und sichere Anlage aufgebaut worden. Abbildung 46 zeigt das Schaltbild, das zur Überwachung der Geräteeinstellung dient.

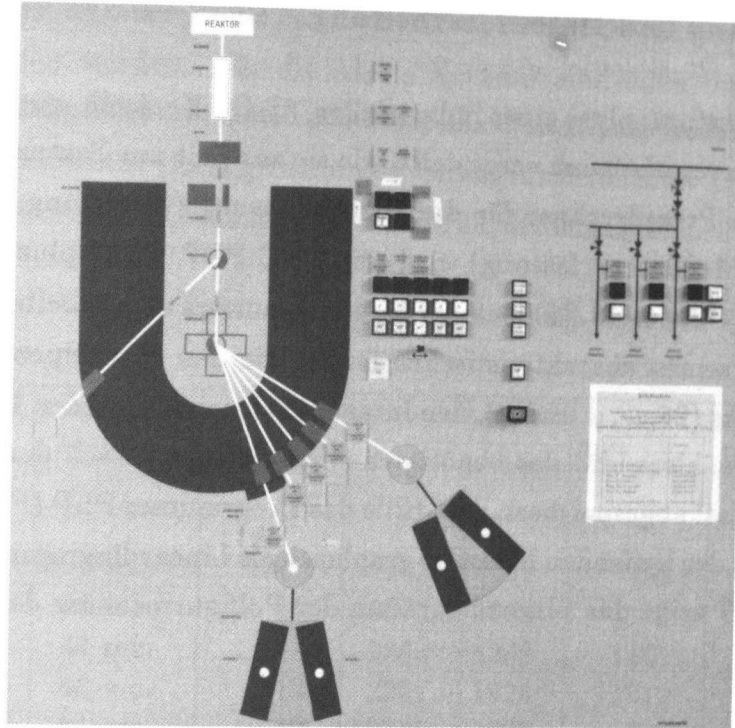


Abb.46: Schaltbild zur Strahlführung an TEX-2

Generell zeigen drei Lampen, die am oberen Kranz der Monochromatorabschirmburg angebracht sind, den Zustand der Anlage: grün - nicht in Betrieb; rot - in Betrieb. Der erste Teil der Strahlführung (Trommelkollimator und Monochromator) ist nicht zugänglich. Diese gesamte Einheit ist von einer Abschirmung, die aus mit Schwerbeton (Dichte= $4.2 \text{ g cm}^{-3}$ ) gefüllten Stahlkammern besteht, umgeben. Die Abschirmburg ist so ausgelegt, daß bei laufendem Reaktor und geöffnetem Primärstrahl (Primärkollimator und Bleitor) der gesamte Strahl abgeschirmt wird. Das Experimentierfeld umfaßt alle zugänglichen Bereiche des Diffraktometers (Eulerwiege mit Probe, Detektor, Strahlfänger etc.). Das gesamte Experimentierfeld ist durch eine Umzäunung von der Versuchshalle abgegrenzt. Das Experimentierfeld kann durch zwei Türen betreten werden, zum Beispiel um eine Probe zu wechseln. Beim Öffnen einer der beiden Türen ertönt ein akustisches Signal. Alle Funktionen wie das Bedienen des Schaltbildes zur Geräteeinstellung oder das Durchführen einer Texturmessung werden an den Bedienungseinheiten außerhalb des Experimentierfeldes betätigt.



die die Texturmessung einer Probe bzw. einer Probenserie charakterisieren und zu jeder Messung angefertigt werden. Für die  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Keramik sind diese Daten (Bragg-Reflex (hkl), Zahl der Meßpunkte, Meßzeit pro Meßpunkt, maximale Reflexintensität ( $I_{max}$ ), minimale Reflexintensität ( $I_{min}$ ), maximale Untergrundintensität ( $\text{BG}_{max}$ ) und minimale Untergrundintensität ( $\text{BG}_{min}$ )) in Tabelle 14 wiedergegeben.

Tab.14: Texturmeßdaten einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik

Reflex	Meßzeit	Punkte	$I_{max}$	$I_{min}$	$\text{BG}_{max}$	$\text{BG}_{min}$
$10\bar{1}4$	361 sec.	1368	183	101	109	99
$10\bar{1}4$	44 sec.	19	1972	1024	1161	1057
$01\bar{1}2$	44 sec.	19	2383	1288	1161	1057
$11\bar{2}0$	88 sec.	19	2262	1924	1912	1638
0006	44 sec.	19	19315	1007	990	811
$11\bar{2}3$	44 sec.	19	13502	2039	990	811
$02\bar{2}4$	44 sec.	19	2364	996	950	795
$11\bar{2}6$	44 sec.	19	7669	1312	950	795

Neben der Möglichkeit, den Linearplot als Diagramm Reflexintensität gegen die Meßpunkte darzustellen, besteht die Möglichkeit als Ordinate die Meßzeit oder die Monitorzählrate pro Meßpunkt zu wählen. Abbildung 48 zeigt einen Linearplot mit der Meßzeit als Abszisse. Diese Darstellung ermöglicht eine Kontrolle der Reaktorleistung, die besonders wichtig ist, wenn der Reaktor kurzfristig ausfällt. In Abbildung 48 ist der Einfluß der Reaktorleistung auf die Meßzeit der einzelnen Polfigurmeßpunkte als Sprung in der Graphik zu erkennen. Wie oben erwähnt, wird die Polfigurmessung in der Regel mit einer vorgegebenen Monitorzählrate durchgeführt, so daß geringfügige Schwankungen beziehungsweise Änderungen in der Reaktorleistung wie sie in Abbildung 48 zu sehen sind, tolleriert werden können. Der Einfluß auf das Ergebnis der Texturmessung ist nur unwesentlich. Bei starken Schwankungen zum Beispiel bei einem kurzfristigen Abschalten des Reaktors muß die Texturmessung unterbrochen werden.



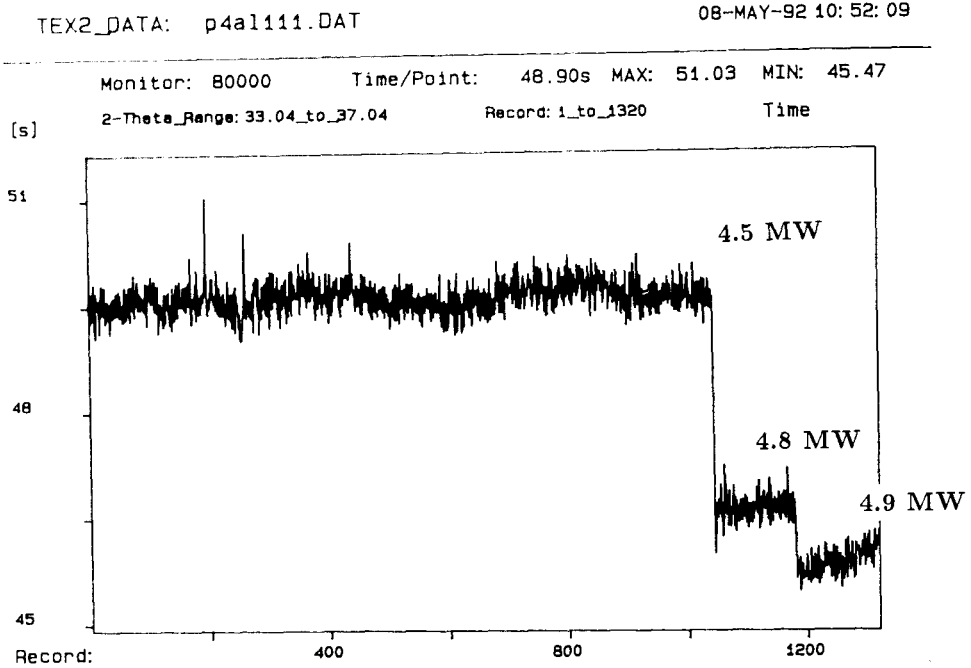


Abb.48: Linearplot der Polfigurmessung (Probe Al-Al<sub>3</sub>Ni)  
 (Meßzeit gegen die Meßpunkte)

Die Philosophie an TEX-2 besagt, daß der Prozeßrechner im wesentlichen für die Steuerung des Meßbetriebes eingesetzt werden soll. Deshalb sind weitergehende Auswertoroutinen und notwendige Hilfsprogramme auf einem zweiten Rechner, einer  $\mu$ VAX-2000 als Auswerterechner, installiert. Sowohl die PDP 11/23 plus als auch die  $\mu$ VAX-2000 sind an das GKSS VAX-Cluster angeschlossen, so daß ein problemloser Datentransfer zwischen beiden Rechnern gewährleistet ist.

Auf der  $\mu$ VAX-2000 sind zur Zeit folgende Auswerte- und Hilfsprogramme installiert:

PPF	Darstellung gemessener Polfiguren
	Rotation gemessener Polfiguren
LAZY PULVERIX	Berechnung theoretischer Spektren
ABFfit	Analyse von Pulverspektren zur Bestimmung von integralen Intensitäten überlagerter Reflexe
ODFumform	Umsetzen von TEX-2 Meßdaten ins ODF-Format vollst. PDF, 1/4 PDF, chi-scan
TEX2umform	Umsetzen von TEX-2 Meßdaten ins D1B-Format
PLOT-NUMOR	Darstellen von Diffraktogrammen
Rietveld	Verfeinerung aus Pulverdaten

Abbildung 49 zeigt die Polfigur des Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (10 $\bar{1}$ 4), dargestellt aus den Meßdaten des Linearplots (siehe Abbildung 47) und der entsprechenden Untergrundkorrektur. Das in

Menuetechnik aufgebaute Programmpaket PPF (PPF-Plot Pole Figure)(Heinicke 1991) ermöglicht die Polfigurdarstellung sowohl in der winkelgetreuen stereographischen Projektion (Wulff'sches Netz) als auch in der flächengetreuen Lambert'schen Projektion (Schmidt'sches Netz), die in der Geologie bevorzugt wird. Neben der reinen Polfigurdarstellung sind unter anderem Rotationsroutinen eingebaut, die das Wälzen der Polfigur ermöglicht. Alle weitergehenden Auswertungen, die die Polfigurebene verlassen, werden zur Zeit auf dem GKSS-Großrechner durchgeführt. Die  $\mu$ VAX-2000 und der GKSS-Großrechner sind über das GKSS VAX-Cluster miteinander verbunden, so daß ein direkter Datentransfer zwischen beiden Rechnern möglich ist.

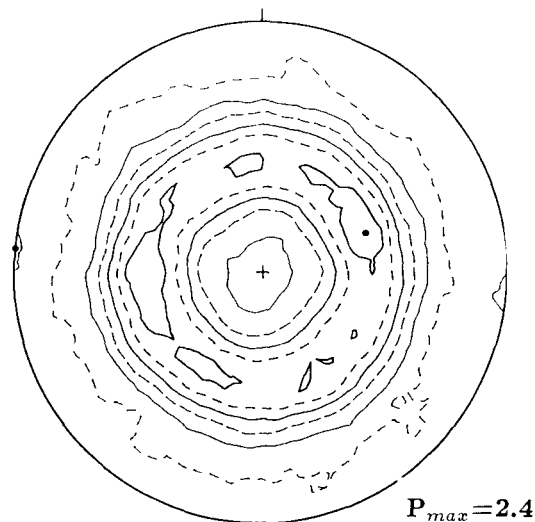


Abb.49: Polfigur von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $10\bar{1}4$ )

Die Software-Pakete zur quantitativen Texturanalyse, wie sie am GKSS-Forschungszentrum im Einsatz sind, basieren auf der Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion (ODF-orientation distribution function) nach der Reihenentwicklungsmethode von Bunge (1969, 1982c). Detailbeschreibungen, der am GKSS-Forschungszentrum installierten und weiterentwickelten ODF-Versionen, sind von Dahms und Bunge (1988, 1989) und von Dahms (1992) ausführlich dargestellt worden. Zur Berechnung der quantitativen Textur der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Keramik sind die in Tabelle 14 enthaltenen Reflexe ( $10\bar{1}2$ ), ( $10\bar{1}4$ ), (0006), ( $11\bar{2}0$ ), ( $11\bar{2}3$ ) und ( $20\bar{2}2$ ) benutzt worden. TEX-2 konnte so eingestellt werden, daß es keine Reflexkoinzidenzen gibt. Die ODF wurde mit einem Reihenentwicklungsgrad von  $L_{max}=22$  berechnet. Abbildung 50 zeigt zwei inverse Polfigur dieser  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramikprobe, die wie schon aus der vollständigen Polfigur des ( $10\bar{1}4$ ) Reflexes zu erkennen war, (siehe Abbildung 49) eine Fasertextur aufweist. Die Faserachse, die parallel zur Flächennormalen des Basisreflexes (0006) verläuft, ist mit einem Orientierungsgrad von 24.8 mrd (mrd-multiple random) sehr ausgeprägt.

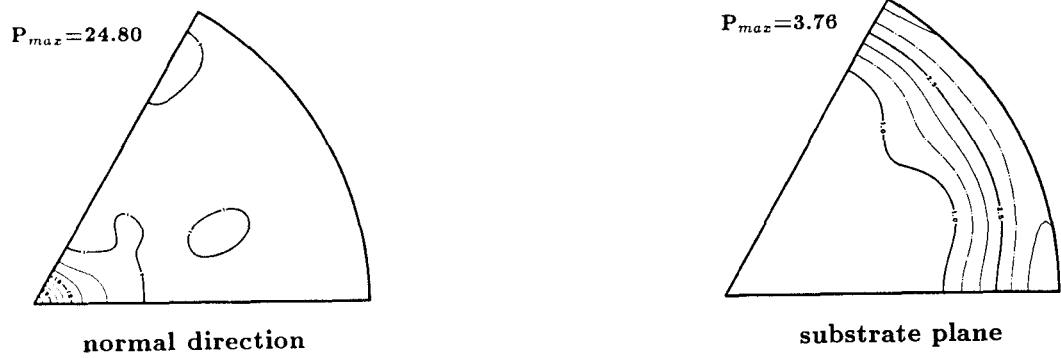


Abb.50: Inverse Polfigur der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Keramik

Wie aus den Poldichteverteilungen der einzelnen Reflexe zu entnehmen ist, ist diese starke Textur nur direkt im Basisreflex oder in der ODF zu erkennen. Tabelle 15 gibt die maximale bzw. die minimale Poldichte der einzelnen Reflexe wieder ( $P_{max}$ ,  $P_{min}$ ). Da der (0006) Reflex von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aus Intensitätsgründen röntgenographisch (siehe JCPDS 10-173) nicht meßbar ist, kann diese starke Textur röntgenographisch nicht direkt festgestellt werden. Erst die Berechnung der ODF liefert das vergleichbare Resultat (Böcker et al. 1991).

Tab.15: Maximale und Minimale Poldichte der gemessenen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Reflexe

Reflex	$P_{max}$	$P_{min}$
012	1.9	0.3
104	3.5	0.0
110	1.7	0.4
<b>006</b>	24.8	0.0
113	2.2	0.2
024	2.3	0.2
116	2.9	0.2

Mit der Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion sind alle Voraussetzungen geschaffen, um die Textur des untersuchten Materials direkt am Meßplatz qualitativ (Darstellung gemessener Polfiguren) und quantitativ (ODF-Darstellung, Darstellung rückgerechneter Polfiguren und Darstellung inverser Polfiguren) auswerten zu können.

Für externe Benutzer von TEX-2 kann der Datentransfer auf verschiedenen Wegen angeboten werden:

1. Direkter Datentransfer über E-Mail
2. Disketten im VAX-VMS Format
3. Disketten im MS-DOS Format
4. DEC Wechselplatten (RLO2) unter RSX11M
5. VAX-Magnetbänder

#### 4.4 Übersicht bisheriger Arbeiten an TEX-2

TEX-2 wurde am 19. März 1990 in Betrieb genommen und entsprechend den Reaktorbetriebszeiten intensiv zur Texturmessung genutzt. Die einzelnen Projekte gliedern sich in vier Gruppen:

- |            |   |
|------------|---|
| 1. Projekt | Zusammenarbeit mit externen Gruppen   |
| 2. Projekt | Zusammenarbeit mit Gruppen des Instituts für Metallkunde und Metallphysik, TU Clausthal |
| 3. Projekt | Zusammenarbeit mit dem GKSS-Forschungszentrum   |
| 4. Projekt | eigene Arbeiten von W-TUC   |

Sowohl die Streuung der Projekte (Spannbreite der diversen polykristallinen Materialien) als auch die Streuung der bisherigen Kooperationspartner ist sehr vielseitig und zeigt, daß TEX-2 als universell einsetzbarer Meßplatz akzeptiert worden ist. Abbildung 51 zeigt die geographische Verteilung der bisherigen Kooperationspartner. In Tabelle 16 (Aktivitäten 1990), Tabelle 17 (Aktivitäten 1991) und Tabelle 18 (Aktivitäten 1992) sind die einzelnen Projekte mit Angabe des Kooperationspartners und des Projektumfangs (Zahl der Proben und Zahl der gemessenen Polfiguren) zusammengestellt.

Wie aus den Tabellen 16, 17 und 18 zu erkennen ist, sind im wesentlichen Polfigurmessungen sowie Testmessungen zur Vorbereitung späterer Texturuntersuchungen durchgeführt worden. Das Probenspektrum variierte von einphasigen kubischen Metallen bis zu mehrphasigen Proben mit niedriger Kristallsymmetrie ( $\text{Al}_3\text{Ni}$ ; ODP-Chlorit). Entsprechend den vorhandenen Freiheitsgraden von TEX-2 (Einstellung der Divergenzen, Wahl der Wellenlänge, Wahl des Abstandes Probe - Detektor etc.) wurden auch Einkristallorientierungsexperimente (Willmer - Münster, Zeiske - Berlin, Kampmann-GKSS(WN)) sowie Pulverdiffraktogramme (Maayouf - Kairo, Seibig - Lübeck, Ostwaldt - W-TUC) durchgeführt.

Von besonderer Bedeutung für Texturuntersuchungen ist die Möglichkeit Probenserien untersuchen zu können. Damit können diverse Probenparameter wie zum Beispiel die Probenzusammensetzung, der Verformungsgrad, die Verformungsgeometrie, Temperaturbehandlungen (Erholung, Rekristallisation, Phasenumwandlungen) und so weiter in die Texturanalytik einbezogen werden. Die hohe Verfügbarkeit von TEX-2 ermöglichte es Experimente unter diesem Gesichtspunkt durchführen zu können (Al-Cu Verbundwerkstoffe - Gertel, Kupferkieserze - Jansen, Fe-Cu Verbundwerkstoffe - Opoku).

## Kooperationen 1990-1992



Abb.51: Kooperationspartner

Tab.16: Liste der 1990 an TEX-2 bearbeiteten Projekte

Probe	Zusammenarbeit	Messung	Auswertung
Al Kugel	Liu Yushu IMM-TU Clausthal	1 Probe 6 Polfiguren	ODF
Al-Cu Kugel	Liu Yushu IMM-TU Clausthal	1 Probe 3 Polfiguren	ODF
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A. Böcker IMM-TU Clausthal	1 Probe 6 Polfiguren	ODF
Paragneis	Heinicke W-TUC	1 Probe 1 Polfigur	PDF
Al-Cu	Gertel W-TUC	29 Proben 173 Polfiguren	ODF
Al-A <sub>3</sub> Ni	Barzcy Miskolic (H)	Testmessungen	DIFF
ODP-Sedimente	Ratschbacher Univ. Tübingen	Testmessungen	DIFF
RbAg <sub>4</sub> I <sub>5</sub>	Wilmer Univ. Münster	4 Proben XX-orientierung	PDF
Al-Pb	W-TUC	8 Proben 27 Polfiguren	ODF
Al-C	W-TUC	Testmessungen	DIFF
SiC	Fa. Dorney/Seibig Lübeck	Testmessungen	DIFF
Ba <sub>2</sub> YCu <sub>3</sub> O <sub>8-x</sub>	Zeiske HMI-Berlin	3 Proben XX-orientierung	RDAT
Fe (Guß)	Döpp EHK-TU Clausthal	Testmessungen	DIFF
Fe-Zn	W-TUC	1 Probe 8 Polfiguren	ODF

- ODF - Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktion  
 PDF - Darstellung der Polfiguren  
 DIFF - Darstellung des Diffraktogrammes  
 RDAT - Rohdaten ohne weitere Auswertung  
 ABffit - Pulverdatenauswertung

Tab.17: Liste der 1991 an TEX-2 bearbeiteten Projekte

Probe	Projekt	Messung	Auswertung
Aluminium	Fischer	2 Proben	ODF
	Alu-Ranshofen	6 Polfiguren	
Titanlegierungen	Gregory	12 Proben	PDF
	GKSS-WD	14 Polfiguren	ODF
Calcit	Ratschbacher	8 Proben	
	Univ. Tübingen	9 Polfiguren	PDF
ODP-Proben	Ratschbacher	8 Proben	
	Univ. Tübingen	Testmessungen	DIFF
		8 Polfiguren	PDF
ODP-Proben	Meschede	8 Proben	
	Univ. Tübingen	Testmessungen	DIFF
		2 Polfiguren	PDF
Graphit	Brokmeier	1 Probe	ODF
	W-TUC	8 Polfiguren	
Halit	Brokmeier	1 Probe	PDF
	W-TUC	1 Polfigur	
Al-Cu	Gertel	2 Proben	ODF
	W-TUC	6 Polfiguren	
Cu	Ostwaldt	9 Proben	ODF
	W-TUC	54 Polfiguren	
		27 Diffraktog.	ABFit
Fe-Cu	Opoku-Adusei	52 Proben	ODF
	IMM-TUC	243 Polfiguren	
TiAl-gestaucht	Brokmeier	6 Proben	ODF
	W-TUC/GKSS-W	26 Polfiguren	
Al-Al <sub>3</sub> Ni	Barczy	6 Proben	ODF
	Miskolic/Ungarn	20 Polfiguren	
Ti-Aluminide	Dahms	1 Probe	PDF
	GKSS-WM	1 Polfigur	
ZnFeGaO <sub>4</sub>	Maayouf/Kairo	Pulverdiffrak.	ABFit
NiFeGaO <sub>4</sub>	Maayouf/Kairo	Pulverdiffrak.	ABFit
Ti <sub>3</sub> Al	Kumpfert	3 Proben	ODF
	DLR-Köln	11 Polfiguren	
$\gamma/\alpha$ Fe	Keuter	1 Probe	ODF
	GKSS-WN	5 Polfiguren	
Erze	Bankwitz/Feldmann	6 Proben	ODF
	Potsdam/Rosendorf	13 Polfiguren	
Cu-Einkristall	Kampmann	1 Probe	PDF
	GKSS-WN	2 Polfiguren	



Tabelle 18a: Liste der 1992 an TEX-2 bearbeiteten Projekte

Probe	Projekt	Messung	Auswertung
Ti <sub>3</sub> Al	Kumpfert	10 Proben	ODF
	DLR-Köln	52 Polfiguren	
Titanlegierungen	Gregory	9 Proben	PDF
	GKSS-WD	9 Polfiguren	
Al-Ni	Gertel	3 Proben	ODF
	W-TUC	16 Polfiguren	
Al-Sn	W-TUC	5 Proben	ODF
		45 Polfiguren	
Al-Pb	W-TUC	7 Proben	ODF
		14 Polfiguren	
CuFeS <sub>2</sub>	Jansen	27 Proben	ODF
	RWTH-Aachen	61 Polfiguren	
Fe	Schneider	11 Proben	ODF
	BA Freiberg	33 Polfiguren	
Cu	Schneider	9 Proben	ODF
	BA Freiberg	27 Polfiguren	
Al	Weiland	5 Proben	ODF
	ALCOA	11 Polfiguren	
CdTe	Carsughi	1 Probe	
superconductor	Uni. Ancona	Transmission	
	Carsughi	1 Probe	PDF
	Uni. Ancona	2 Polfiguren	
GaAs	Carsughi	1 Probe	
	Uni. Ancona	Mosaikstruktur	
CuZn <sub>20</sub>	Schneider	9 Proben	ODF
	BA Freiberg	27 Polfiguren	
Al	Schneider	9 Probe	ODF
	BA Freiberg	27 Polfiguren	
X <sub>8</sub> CrNiTi <sub>18.1</sub>	Schneider	6 Probe	ODF
	BA Freiberg	18 Polfiguren	
Fe	Döpp	4 Proben	
	TUC	8 Polfiguren	
Fe-Ni	Draugelates	2 Proben	
	TUC	11 Polfiguren	
Fe	Zink	1 Probe	
	W-TUC	Testmessungen	
Korund	W-TUC	Testmessungen	
Ni-Pulver	W-TUC	Testmessungen	

Tabelle 18b: Liste der 1992 an TEX-2 bearbeiteten Projekte  
(Fortsetzung von Tabelle 18a)

Probe	Projekt	Messung	Auswertung
Ni-Basis	Schröder GKSS-WN	2 Proben 4 Polfiguren	ODF
Magnetkies	Niederschlag RWTH-Aachen	17 Proben 35 Polfiguren	ODF
AgBr-AgCl	W. Böcker IMM - TU Clausthal	1 Probe 4 Polfiguren	ODF
Fe-TMCP	Keuter GKSS-WN	1 Probe 2 Polfiguren	ODF
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Siemes RWTH-Aachen	1 Probe 4 Polfiguren	ODF

#### 4.5 TEX-2 im Vergleich mit anderen Texturmeßplätzen

Wie in Kapitel 3 beschrieben, kann die Textur von einer Vielzahl der auftretenden polykristallinen Materialien mit Hilfe eines Vierkreisdiffraktometers gemessen werden. In seinem jetzigen Ausbauzustand ist TEX-2 in die Gruppe der Standardvierkreisdiffraktometer einzugliedern. Als Standardvierkreisdiffraktometer gilt ein Gerät mit Einzelzähler und Eulerwiege, das in der Regel zur hochauflösenden Einkristalldiffraktometrie eingesetzt wird. Deshalb sind an TEX-2 wesentliche Randbedingungen zur Texturmessung wie die Einstellung bestimmter (größerer) Strahldivergenzen und die Möglichkeit zur ungenaueren Positionierung berücksichtigt worden. Im Vergleich zur Einkristalldiffraktometrie kann die Positionierung in der Texturdiffraktometrie ungenauer sein, da die Probenahme der Texturprobe häufig schon Ungenauigkeiten von  $1^\circ$  bezüglich der Probenorientierung beinhaltet. Es ist an TEX-2 möglich, eine zufriedenstellende Abstimmung zwischen Polfigurfenster, siehe Welch und Graf (1986), und dem notwendigen Meßrastrer, siehe Brokmeier und Graf (1988), einzustellen und gleichzeitig eine Meßzeitoptimierung bei einer hohen Meßpunktdichte zu erreichen. An TEX-2 werden seit dem Meßbeginn im März 1990 pro Woche zwischen 5000 und 50000 Positionierungen ohne einen Ausfall der Schrittmotore beziehungsweise der Schrittmotorsteuerung durchgeführt.

Zu diesem standartisierten Meßaufbau, der an jedem Forschungsreaktor mit Strahlrohr-experimenten realisiert ist (siehe Tabelle 1 in Kapitel 2.0), gibt es zwei Alternativen, wenn die Benutzung der winkeldispersiven Meßtechnik betrachtet wird. Typ 1 ist ein Meßaufbau, bei dem das Vierkreisdiffraktometer mit einem linear ortsauflösenden Detektor in horizontaler Geometrie kombiniert wird (HLPSD - horizontal linear position sensitive detector). Im Gegensatz dazu wird beim Typ 2 der linear ortsauflösende Detektor in vertikaler Geometrie angeordnet (VLPSD - vertical linear position sensitive detector).

Der Unterschied zwischen TEX-2 und einem HLPSD-Gerät (Typ 1) besteht darin, daß mit einem HLPSD ein definierter Winkelbereich des Neutronendiffraktogrammes erfaßt wird, so daß mehrere Polfiguren simultan gemessen werden können. Die Zahl der gleichzeitig erfaßten Polfiguren hängt von der Substanz (linienreich oder linenarm), von der benutzten Wellenlänge (eine kleine Wellenlänge liefert bei gleicher Substanz mehr Polfiguren als eine große Wellenlänge) und von der Detektorgröße ab ( $10^\circ$ ,  $40^\circ$  oder  $80^\circ$ ). Für Texturmessungen stehen zur Zeit HLPSD - Geräte am Hochflußreaktor des Institut Laue-Langevin (ILL) in Grenoble 'D1B und D20' (Blank und Maier 1988) sowie an der KFA-Jülich 'Vierkreisdiffraktometer NANCY' (Springer 1986) zur Verfügung. Erstmals

wurde diese Technik von Bunge et al. (1982) zur Texturbestimmung einer Anorthositprobe eingesetzt. Abbildung 52 zeigt das Diffraktometer D1B mit einem HLPSPD (Ritter 1989). Der Vorteil mehrere Polfiguren simultan zu erfassen, wirkt sich ganz besonders bei linienreichen Substanzen (niedrigsymmetrische Materialien, mehrphasige Werkstoffe, und bei Gesteinen) aus. Aber auch bei hochsymmetrischen kubisch einphasigen Metallen ist die Verkürzung der Meßzeit ein wesentlicher Vorteil gegenüber TEX-2. In Kapitel 5.1 wird der Einsatz des D1B zur Texturbestimmung von Titan-Aluminiden vorgestellt.

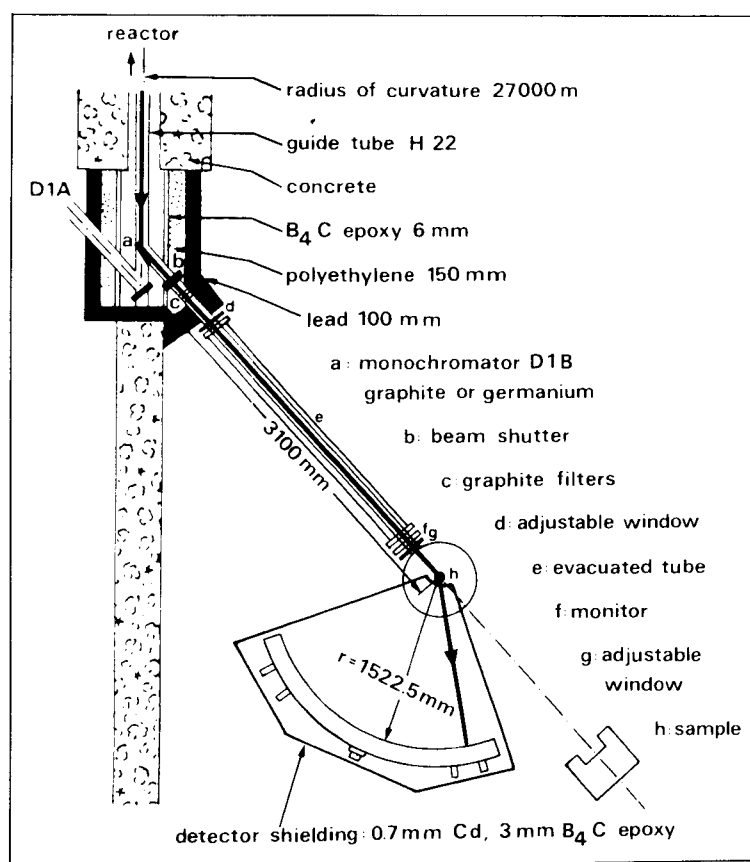


Abb.52: Schema des D1B Diffraktometers am ILL

Beim Typ 2 ist mit dem Aufbau eines VLPSD eine ganz andere Geometrie gewählt worden. Die vertikale Anordnung des ortsauffösenden Detektors bewirkt, daß ein Bereich der zu messenden Polfigur simultan ortsauffösend erfaßt wird. Der Vorteil ist, daß die Meßzeit pro Polfigur deutlich reduziert wird. Auf diese Weise ist es möglich, in ausgesuchten Materialien die zeitliche Änderung der Textur zum Beispiel während eines Temperungsexperimentes in situ zu bestimmen (Juul Jensen 1992). Wie im Falle von TEX-2, einem Standarddiffraktometer, müssen beim VLPSD-Gerät die einzelnen Polfiguren getrennt und nacheinander gemessen werden. Wird eine größere Anzahl von Polfiguren zur Texturanalyse benötigt wie bei linienreichen oder mehrphasigen Materia-

lien so steigt die Gesamtmeßzeit deutlich an, so daß der besondere Vorteil, zeitabhängige Texturänderungen erfassen zu können, nicht mehr gegeben ist. Der Schwerpunkt dieses Gerätetyps liegt deshalb bei Texturbestimmungen von Metallen (kubisch bis hexagonale Kristallstruktur), um zum Beispiel in situ die Texturentwicklung ausgehend von der Deformationstextur über den Einfluß der Erholung bis zu den einzelnen Stadien der Rekristallisationstexturen verfolgen zu können. Ein derartiges Gerät ist am Forschungsreaktor DR3 des Risø National Laboratory in Roskilde (Dänemark) (Lebech und Sønderbeg Petersen 1989) installiert. Abbildung 53 zeigt den schematischen Aufbau dieses Gerätes, mit dem zum Beispiel Meßzeiten von 45 Minuten zur vollständigen ODF-Analyse von gewalztem Kupfer benötigt werden (Juul Jensen und Kjems 1983). Die Tatsache, daß der ortsauflösende Detektor vertikal angeordnet ist, bedingt, daß der Detektor bei  $90^\circ$  in  $2\theta$  fixiert ist. Unterschiedliche Reflexe werden mit unterschiedlichen Wellenlängen gemessen. Dazu ist es erforderlich den Monochromator drehbar anzuordnen und den Monochromatorabnahmewinkel kontinuierlich ändern zu können, was eine Spezialkonstruktion der Monochromatorabschirmung erforderlich macht. Damit ist eine einfache Übertragbarkeit dieser Meßtechnik an ein Standarddiffraktometer nicht möglich. Abbildung 54a zeigt die erfaßten Polfigurpunkte mit einer Messung und Abbildung 54b zeigt das Meßraster für eine 1/4 Polfigur. Abbildung 55 zeigt die Aufnahme einer 1/4 Polfigur von stranggepreßtem Zink (Reflex 0002). Die Messung ist während eines Gastaufenthaltes am Risø National Laboratory in Roskilde durchgeführt worden.

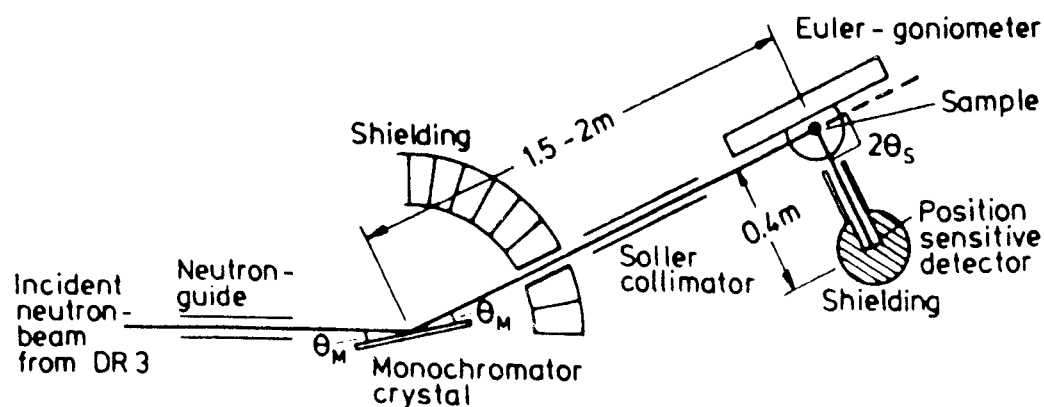


Abb.53: Schema des VLPD-Gerätes am Risø National Laboratory

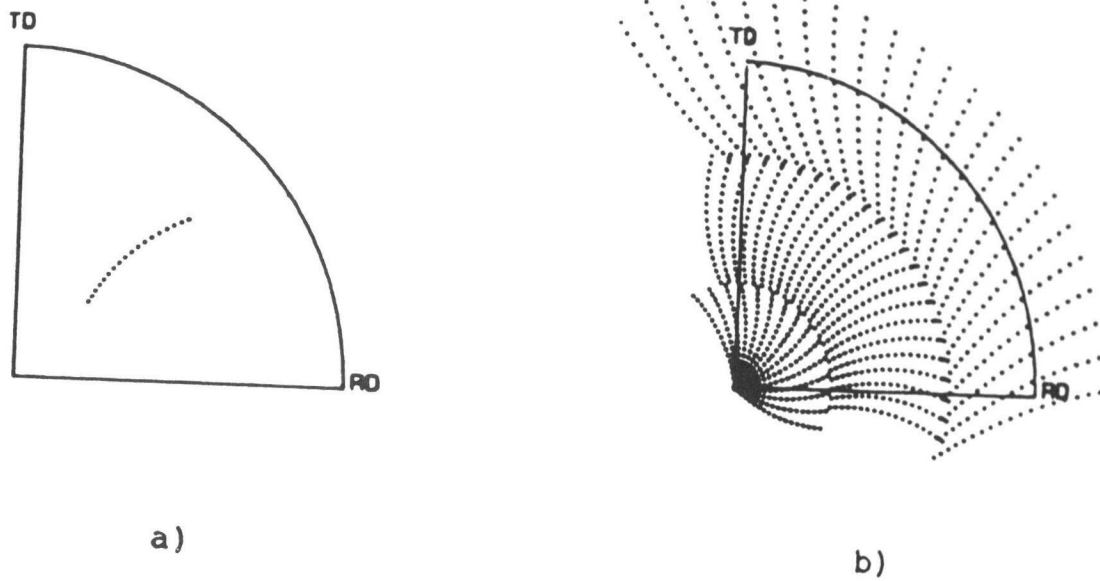


Abb.54a: Meßpunkte für eine Probenposition

Abb.54b: Meßraster für eine 1/4 Polfigur

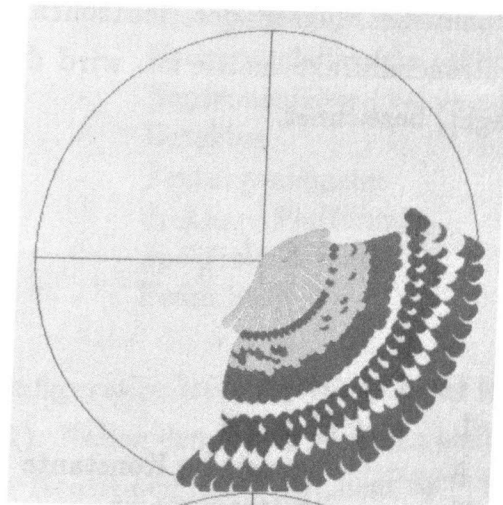


Abb.55: Rohdatenpolfigur von Zn (0002) gemessen mit 57 Probenpositionen  
(siehe Meßraster Abb. 54b)

Wie schon in Kapitel 2 kurz dargestellt, werden Neutronenstrahlen nicht nur mittels winkeldispersiver Meßtechnik zur Texturbestimmung eingesetzt, dem Schwerpunkt dieser zusammenfassenden Arbeit, sondern auch energiedispersiv. Die energiedispersive neutronographische Texturanalyse, wie sie zum Beispiel von Feldmann (1989) ausführlich beschrieben und am Joint Institute for Nuclear Research JINR in Dubna (UDSSR)

durchgeführt worden ist, läßt sich vom Ergebnis mit der winkeldispersiven Neutronentexturanalyse bei Benutzung eines HLPD-Gerätes vergleichen. Beide Methoden liefern bei simultaner Messung eine Vielzahl von Polfiguren. Die energiedispersive Diffraktometrie basiert ebenso wie die winkeldispersive Diffraktometrie auf der Bragg'schen Gleichung, nur wird die strukturbedingte Größe  $d_{hkl}$ , der Netzebenenabstand der kristallographischen Ebenen (hkl), als Funktion der Wellenlänge bei fixiertem Bragg-Winkel  $2\theta$  betrachtet.

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = n\lambda \quad (15)$$

Im Falle der energiedispersiven Diffraktometrie wird also der gesamte polychromatische Neutronenstrahl ausgenutzt. Eine Trennung in einzelne definierte Wellenlängen erfolgt über die Flugstrecke der Neutronen, da die Wellenlänge der Neutronen umgekehrt proportional der Geschwindigkeit der Neutronen ist.

$$\lambda = h/mv \quad (16)$$

Da die Flugstrecke und damit die Flugzeit der Neutronen die Bestimmungsgröße in der energiedispersiven Neutronendiffraktometrie ist, wird diese Methode als Flugzeitmethode (TOF- time of flight) bezeichnet.

$$t = L \frac{m\lambda}{h} \quad (17)$$

t	-	Flugzeit
L	-	Flugweg
h	-	Planck'sche Konstante
m	-	Neutronenmasse
$\lambda$	-	Wellenlänge

Mit dem NSVR am JINR in Dubna ist eine Weiterentwicklung der Flugzeittechnik zur Texturmesung im Einsatz (Betzl et al. 1984, Belushkin 1991). Das NSVR stellt mit einer Fluglänge von 103 m und 7 Einzelzählern eine Kombination der beiden Geometrien in der winkeldispersiven Meßtechnik dar (HLPD und VLPD). Die Flugzeittechnik liefert viele simultan gemessene Polfiguren wie ein HLPD-Gerät und die Zahl von Einzeldetektoren erfaßt jeweils einen Bereich aus der Polfigur wie ein VLPD-Gerät. Abbildung 56 zeigt ein Schema dieses Meßplatzes

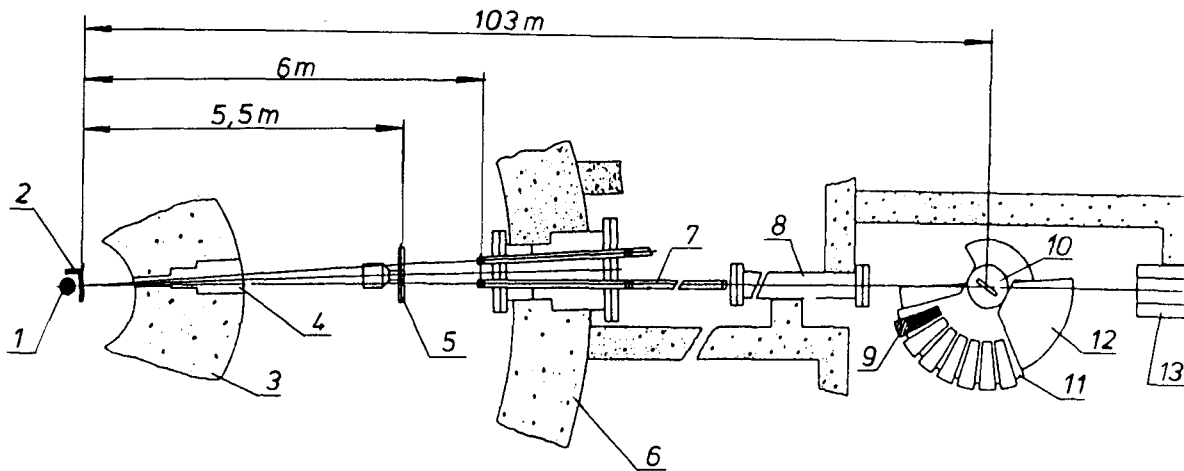


Abb.56: Schema des Flugzeitdiffraktometers NSVR in Dubna

- |    |   |                              |
|----|---|------------------------------|
| 1  | - | Reaktorkern                  |
| 2  | - | Moderator                    |
| 3  | - | innere Abschirmung           |
| 4  | - | Strahlschieber               |
| 5  | - | Chopper                      |
| 6  | - | Biologische Abschirmung      |
| 7  | - | Neutronenleiter (Ar gefüllt) |
| 8  | - | Neutronenleiter (Vakuum)     |
| 9  | - | Detektor                     |
| 10 | - | Texturgoniometer             |
| 11 | - | drehbare Plattform           |
| 12 | - | Spektrometebasis             |
| 13 | - | Beam Stop                    |

Mit dieser neuen Gerätekonfiguration ist die Effizienz dieses Meßplatzes erheblich gesteigert worden (Walther 1991). Neben den vielen Vorteilen bleibt als wesentlicher Nachteil dieses Gerätes der geringe Neutronenfluß ( $1 \cdot 10^6 \text{ ncm}^{-2}\text{s}^{-1}$  bei  $\lambda = 0.8 - 7.6 \text{ \AA}$ , siehe Belushkin 1991) und damit verbunden höhere Meßzeiten. Deshalb ist die Flugzeitmethode und insbesondere auch das NSVR bevorzugt bei linienreichen Substanzen mit zahlreichen Reflexkoinzidenzen (Gesteine, mehrphasige intermetallische Verbindungen, mehrphasige linienreiche Keramiken) einzusetzen.



## 5.0 Anwendungsbeispiele zur Texturanalytik mittels winkeldispersiver Neutronenbeugung

Im Zuge der apparativ experimentellen und der auswertetechnischen Weiterentwicklung der neutronographischen Texturanalytik hat sich die Benutzung von Neutronenstrahlen zur Messung von Polfiguren zu einem Standardverfahren entwickelt. Deshalb ist besonders in jüngerer Zeit eine starke Zunahme an Neutronentexturprojekten festzustellen. Die nachfolgende Auswahl an Beispielen aus den eigenen Forschungsschwerpunkten kann deshalb nicht vollständig sein. Es ist jedoch Wert auf eine möglichst vielfältige Zusammenstellung gelegt worden, um an Hand der dargestellten Beispiele den Einsatz der Neutronentexturanalytik für ein breites Projektspektrum zu untermauern.

1. Texturbestimmung einer bei 800°C 1h getemperten Ti-Al Verbundwerkstoffprobe (Brokmeier et al. 1991).
2. Quantitative Phasenanalyse stark texturierter Materialien (Brokmeier 1991b).
3. Texturbestimmung einer elektrolytischen Zinkschicht (Brokmeier 1993a,b).

Zusammen mit den bisher dargestellten Texturuntersuchungen (Calcittextur Kap. 3.1; Al-Pb Verbundwerkstoffe Kap. 3.2.1; Al-Cu Verbundwerkstoffe Kap. 3.2.2; Paragneis Kap. 3.2.3 und Korund Kap. 4.3) geben diese 3 Beispiele einen guten Überblick über den momentanen Stand der neutronographischen Texturanalytik.

Zukünftige Forschungsgebiete, die bisher nur vereinzelt bearbeitet worden sind, werden sich verstärkt mit der Bestimmung der magnetischen Textur und mit der in situ Bestimmung der Hochtemperaturtextur beschäftigen.

## 5.1 Texturbestimmung einer bei 800°C 1h getemperten Ti-Al Verbundwerkstoffprobe

Die beiden metallischen Werkstoffe Titan und Aluminium bilden zahlreiche intermetallische Verbindungen (Murray 1988, Mc Cullough et al. 1989, Kaltenbach et al. 1989), die über verschiedene Herstellungsprozesse erzeugt werden können (Schechtmann, Blackburn und Lipsitt 1974; Lipsitt, Schechtmann und Shafrik 1975, Sastry und Lipsitt 1975; Schafrik 1976; Ibe und Penkava 1985; Huang, Hall und Gigliotti 1987; Pfullmann 1989, Dahms 1989, Beaven et al. 1990). Bei dem Ausgangsmaterial dieser Untersuchungen handelt es sich um einen Verbundwerkstoff aus 50 Vol.% (37.1 Gew.%) Titan und 50 Vol.% (62.9 Gew.%) Aluminium. Ziel dieses Experimentes ist es, die Texturererbung der beiden Ausgangstexturen (Ti bzw. Al) auf die Texturen der beim Tempern neu gebildeten intermetallischen Verbindungen zu beschreiben. Dazu sind die Texturen des Verbundwerkstoffes sowie die Texturen der neu gebildeten intermetallischen Verbindungen bestimmt worden.

### 5.1.1 Probenherstellung

Die Herstellung des Verbundwerkstoffes erfolgte aus den elementaren Pulvern, siehe auch Seifert und Wassermann (1981) und Böcker (1992), nach folgenden Verfahrensschritten.

1. Siebtrennung der elementaren Pulver in definierte Kornfraktionen
2. Entnahme des gewünschten Volumenanteils der Kornfraktion 50-100  $\mu\text{m}$
3. Erstellen einer homogenen Pulvermischung
4. Herstellung eines Vorpreßlings (Grünling)
  - Preßtemperatur: RT
  - Preßdruck: 140 N/mm<sup>2</sup>
  - Probendurchmesser: 30 mm
5. Kaltstrangpressen des Grünlings zu einem Rundstab
  - Preßtemperatur: RT
  - Preßdruck: 1400 N/mm<sup>2</sup>
  - Probendurchmesser: 8 mm
  - Verformungsgrad: 93%

Aus dem so hergestellten Verbundwerkstoff sind Probenzylinder von 8 mm Durchmesser (Durchmesser des Rundstabes) und 8 mm Höhe präpariert worden. Diese Proben wurden zunächst auf Zusammensetzung (Phasenanalyse) und Textur untersucht. Anschließend wurde eine der zylinderförmigen Proben einer Temperaturbehandlung unterzogen. Dazu wurde der Verbundstoff mit einer Zirkonfolie als Sauerstoffgetter umgeben; danach wurde die Probe in eine evakuierte und mit Argon gefüllte Quarzampulle

eingeschlossen und 1h bei 800°C getempert. Die so behandelte Probe zeigt eine Volumenzunahme von 12%. Diese Probe wurde ebenfalls auf Zusammensetzung und Textur untersucht.

### 5.1.2 Untersuchung des Verbundwerkstoffes (Ausgangsprobe)

Die Phasenzusammensetzung des Ti-Al Verbundwerkstoffes ist röntgenographisch mit einem Seifert-Pulverdiffraktometer und neutronographisch mit dem KARL-Diffraktometer des FMRB der Physikalisch Technischen Bundesanstalt in Braunschweig bestimmt worden. Für die röntgenographische Untersuchung ist aus dem stranggepreßten Rundstab eine Querschnittprobe mit 8 mm Durchmesser und eine Längschnittprobe mit einer Kantenlänge von 8 mm präpariert worden. Abbildung 57 zeigt die beiden Röntgendiffraktogramme. Die Intensitäten der Ti (01 $\bar{1}$ 0) Reflexe in beiden Diffraktogrammen zeigen deutliche Unterschiede, die auf eine Textur dieser Probe hinweisen. Für die Neutronenbeugung wurde ein Zylinder von 8 mm Durchmesser und 8 mm Höhe verwendet.

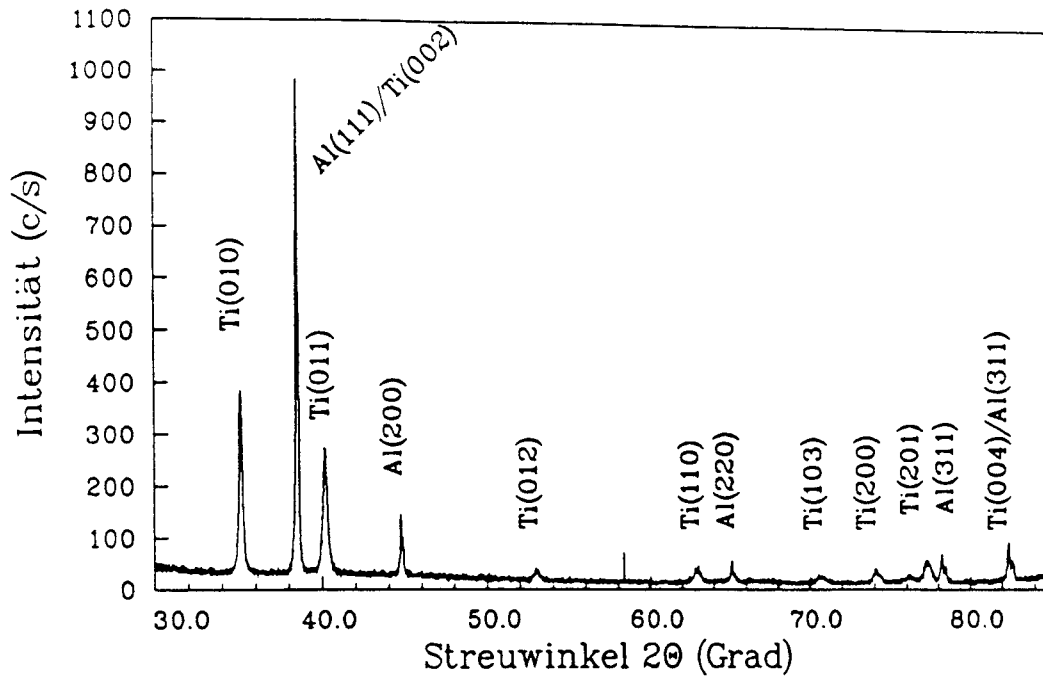
Beide Untersuchungen, sowohl die röntgenographische als auch die neutronographische Phasenanalyse liefern einen reinen Zweiphasenwerkstoff. Verunreinigungen, zum Beispiel von Metalloxiden oder ersten Bildungen intermetallischer Verbindungen, konnten nicht nachgewiesen werden.

Die Texturanalyse des Ti-Al Verbundwerkstoffes ist neutronographisch am KARL-Diffraktometer des FMRB in Braunschweig (Gertel et al. 1988) durchgeführt worden. Die Spezifikationen des Diffraktometers sind in Tabelle 19 zusammengefaßt.

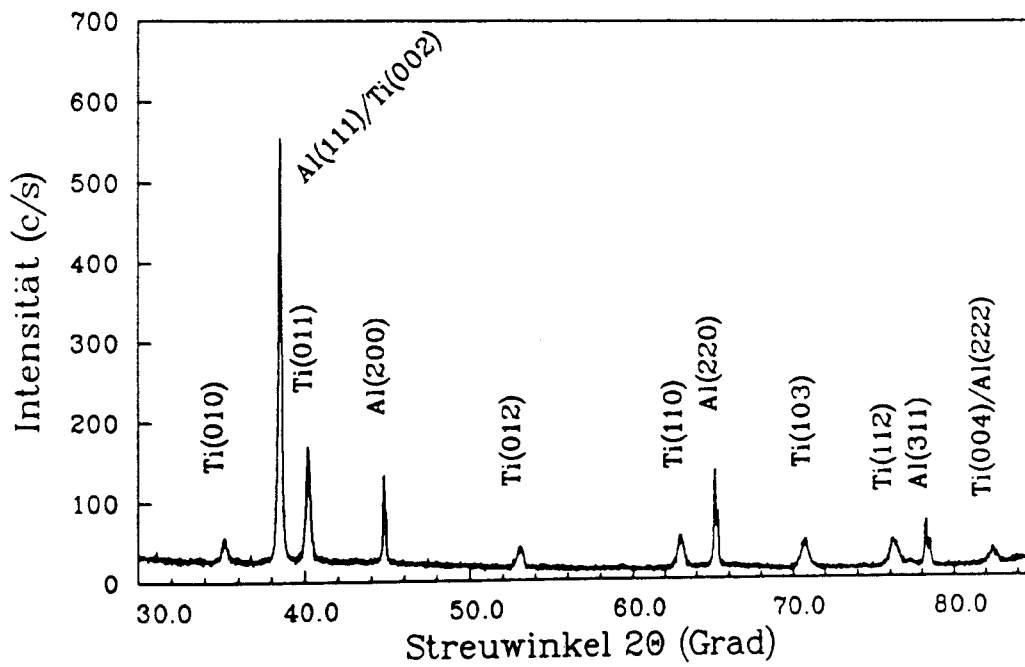
Tab.19: Spezifikationen des KARL-Diffraktometers

Monochromator	Cu (220)
Wellenlänge	0.982 Å
Take off Winkel	45.19°
max. Fluß am Probenort	$5 \cdot 10^4 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
max. Strahlquerschnitt	$3 \cdot 5 \text{ cm}^2$
meßbarer Winkelbereich	-30° - 120°
Detektorsystem	14 $^3\text{He}$ -Einzelzähler

Zur Texturbestimmung der beiden Phasen des Verbundwerkstoffes, Titan und Aluminium, sind folgende Polfiguren der Ti-Reflexe (01 $\bar{1}$ 0), (0002), (01 $\bar{1}$ 1), (01 $\bar{1}$ 2), (11 $\bar{2}$ 0), (10 $\bar{1}$ 3) sowie die Al-Reflexe (111), (200), und (220) gemessen worden. Die Annahme, daß sich durch das oben beschriebene Herstellungsverfahren eine rotationssymmetrische



a



b

Abb.57a: Röntgendiffraktogramm der Querschnittprobe

Abb.57b: Röntgendiffraktogramm der Längsschnittprobe

Textur, also eine Fasertextur ausgebildet hat, konnte am Beispiel der Messung einer vollständigen Polfigur bestätigt werden. Deshalb wurde aus Gründen der Meßzeitoptimierung jeweils ein Schnitt durch die Polfigur gemessen (chi-scan), der die volle Information der Poldichtevertelung der jeweiligen Reflexe enthält. Wie in Abbildung 57 zu sehen ist, sind der Ti (0002) und der Al (111) total überlagert, so daß für die quantitative Texturanalyse des Titans fünf separate und eine überlagerte Polfigur und für Aluminium zwei separate und eine überlagerte Polfigur zur Verfügung standen. Nach dem von Dahms et al. (1987) beschriebenen Verfahren, siehe auch Kap. 3, wurde die quantitative Textur sowohl von Titan als auch von Aluminium mit Hilfe aller Reflexe simultan in einem Rechenschritt bestimmt. Das Ergebnis ist in Form der inversen Polfiguren beider Phasen mit der Probenorientierung parallel zur Faserachse in Abbildung 58 dargestellt.

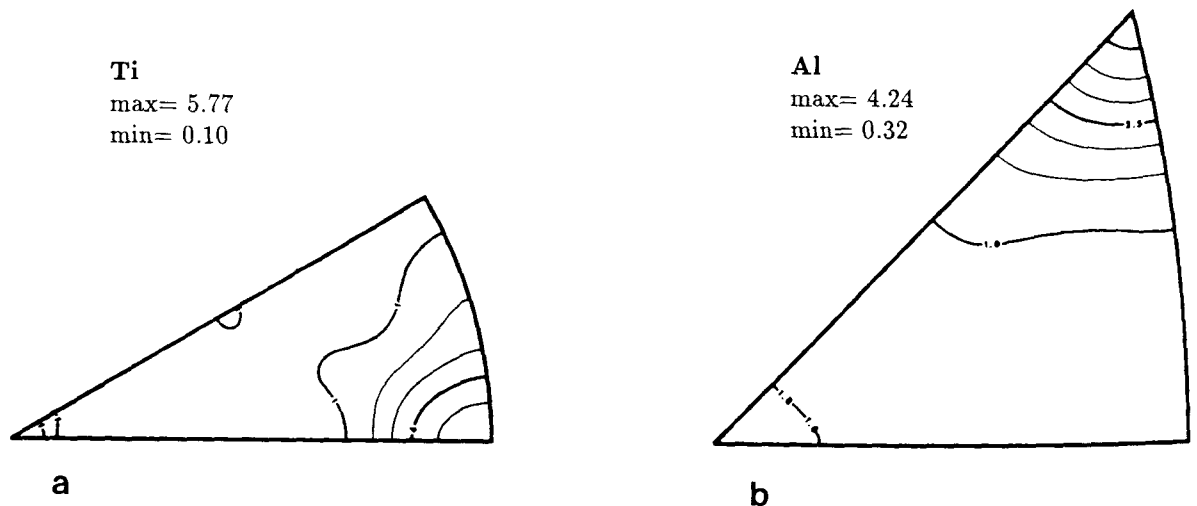


Abb.58a: Inverse Polfigur von Titan

Abb.58b: Inverse Polfigur von Aluminium

Das Ergebnis zeigt für Aluminium die bekannte Doppelfasertextur von  $\langle 111 \rangle$  und  $\langle 200 \rangle$  mit einem starken Übergewicht der  $\langle 111 \rangle$  Komponente. Der maximale Regelungsgrad  $P_{max}$  mit 4.24 ist um den Faktor 3.5 geringer als im Falle des reinen Aluminiums (Brokmeier et al. 1988). Titan zeigt eine deutliche  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  Deformationstextur, wie sie aus dem reinen Titan bekannt ist.

### 5.1.3 Untersuchung der getemperten Probe

Das Phasendiagramm von Titan-Aluminium zeigt zahlreiche intermetallische Verbindungen, wie in Abbildung 59 zu sehen ist. Bei der gewählten Probenzusammensetzung (37.1 Gew.% Ti und 62.9 Gew.% Al) liegt das Phasengleichgewicht im Grenzbereich zwischen einphasig  $\gamma$ -TiAl und zweiphasig  $\gamma$ -TiAl und  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al. Aus umfangreichen Untersuchungen ist bekannt, daß das Einstellen der Gleichgewichtskonzentration lange Temperungszeiten erfordert (Chen 1988; Ibe und Penkava 1983), so daß die vorliegende Probe nicht im Gleichgewichtszustand vorliegen kann.

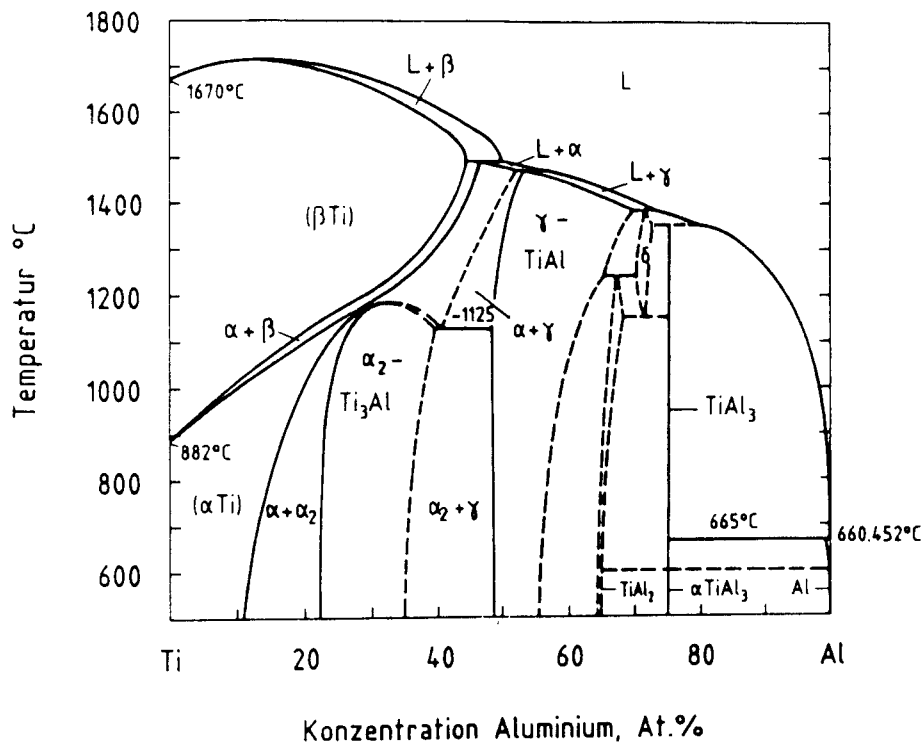


Abb.59: Phasendiagramm von Ti-Al

Sowohl die Phasenanalyse als auch die Texturanalyse ist am Neutronendiffraktometer D1B des Grenobler Hochflußreaktors durchgeführt worden. Die Spezifikationen des D1B, wie sie für diese Messungen eingesetzt worden sind, sind in Tabelle 20 zusammengefaßt. Die Besonderheit dieses Diffraktometers ist die Kombination des hohen Neutronenflusses mit einem linear ortsauflösendem Detektor von 80° und der Wellenlänge von  $\lambda = 2.523 \text{ \AA}$ . Der relativ hohe Neutronenfluß ermöglicht die Untersuchung von komplexen Mehrphasensystemen mit relativ kurzen Meßzeiten (Intensitätsproblem). Der ortsauflösende Detektor erlaubt die simultane Messung mehrerer Polfiguren und die hohe Wellenlänge sorgt für eine Entzerrung des Neutronendiffraktogrammes und für eine Reduzierung der Reflexkoinzidenzen.

Tab.20: Spezifikationen des Diffraktometers D1B

Monochromator	Graphit (0002)
Wellenlänge	2.523 Å
Take off Winkel	44.22°
max. Fluß am Probenort	$6 \cdot 10^6 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$
max. Strahlquerschnitt	$5 \cdot 2 \text{ cm}^2$
meßbarer Winkelbereich	-60° - 144°
Detektorsystem	<sup>3</sup> He-ortsauflösend
	Winkelbereich 80°
	Auflösung 0.2°

Die Bestimmung der Phasenzusammensetzung und der Textur ist mit dem gleichen Meßdatensatz durchgeführt worden. Als Meßroutine sind 667 Einzeldiffraktogramme, die nach einem 'equal area' Netz über die vollständige Polfigur verteilt worden sind, nacheinander gemessen worden. Die Meßzeit pro Diffraktogramm betrug 59 sec. Für die Phasenanalyse ist aus allen Einzeldiffraktogrammen ein Summendiffraktogramm berechnet worden. Das Summendiffraktogramm, das in Abbildung 60 dargestellt ist, enthält alle meßbaren Bragg-Reflexe der einzelnen Phasen unabhängig von der vorhandenen Textur der einzelnen Phasen.

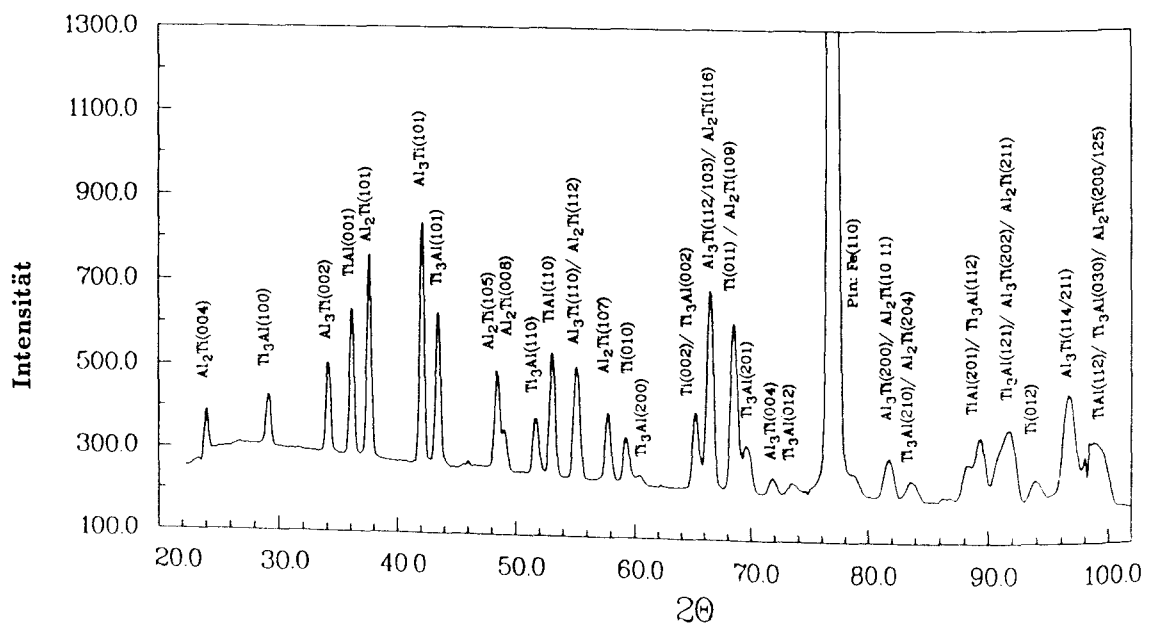


Abb.60: Summendiffraktogramm

Mit Hilfe des ABFit-Programmes wurde das Summendiffraktogramm analysiert. Die Profilanalyse ergab 39 Reflexe die separiert und eindeutig indiziert werden konnten. Daraus hat sich die in Tabelle 21 zusammengefaßte Probenzusammensetzung ergeben.

Tab.21: Phasenzusammensetzung der getemperten Probe

Phase	Struktur	a (Å)	c (Å)
Ti	hexagonal	2.951	4.679
Ti <sub>3</sub> Al	hexagonal	5.789	4.669
TiAl	tetragonal	3.998	4.076
Al <sub>2</sub> Ti	tetragonal	3.976	24.360
Al <sub>3</sub> Ti	tetragonal	3.850	8.596

Das Problem sowohl bei der Phasenanalyse als auch bei der anschließenden Texturanalyse besteht in der engen Strukturverwandtschaft der einzelnen Phasen, so daß zum Beispiel nur ein Titanreflex eindeutig bestimmt werden konnte, da zum einen der Resttitanengehalt sehr gering ist und zum anderen eine Vielzahl von Koinzidenzen festgestellt werden konnte. Damit sind alle wesentlichen Titanaluminide in der Probe enthalten. Die Bildung der einzelnen intermetallischen Verbindungen erfolgt über Stufen, indem sich das Aluminium umsetzt. Zunächst bildet sich die Aluminium reichen Phase Al<sub>3</sub>Ti und anschließend die weiteren intermetallischen Verbindungen in Richtung fallender Aluminiumgehalte, siehe Klatt (1989) und Brokmeier et al. (1991). Nach den Untersuchungen von Klatt bildet sich kein Ti(Al) Mischkristall sondern direkt die intermetallischen Verbindungen.

Ziel der Texturanalyse ist es, die Texturererbung der beiden Ausgangstexturen des Verbundwerkstoffes (Titan und Aluminium) auf die sich beim Tempern neu bildenden Phasen zu verfolgen. Dazu ist es notwendig, die Texturen möglichst aller neu gebildeten intermetallischen Verbindungen zu bestimmen. Die Auswertung, der im Rahmen der Phasenanalyse indizierten 39 Reflexe, ergab, daß 16 Polfiguren zur Texturanalyse geeignet waren. Die Einschränkung von 39 Bragg-Reflexen auf 16 Polfiguren wurde im wesentlichen aus zwei Gründen vorgenommen. Zum einen wurden alle Reflexe höherer Ordnung unberücksichtigt gelassen, zum Beispiel Ti<sub>3</sub>Al (01 $\bar{1}$ 0) und (02 $\bar{2}$ 0) oder Al<sub>2</sub>Ti (004) und (008). Zum zweiten konnten Reflexe mit geringen Intensitäten und damit sehr hohen statistischen Fehlern nicht in die Texturanalyse einbezogen werden, wie zum Beispiel der Reflex Al<sub>2</sub>Ti (105). In Tabelle 22 sind alle Reflexe der einzelnen Phasen



aufgelistet, die zur Texturanalyse benutzt wurden. Zum Vergleich sind auch die Reflexe der beiden Ausgangsphasen, die zur Texturanalyse des Verbundwerkstoffes verwendet worden sind, angegeben.

Tab.22: Liste der zur Texturbeschreibung benutzten Polfiguren

Phase	Probe	Polfiguren	
		Zahl	Typ
Ti <sub>3</sub> Al	getempert	6	(01 $\bar{1}$ 0), (10 $\bar{1}$ 1), (11 $\bar{2}$ 0), (0002), (20 $\bar{2}$ 1), (21 $\bar{3}$ 0)
Al <sub>3</sub> Ti	getempert	5	(002), (101), (110), (112)/(103)
TiAl	getempert	3	(001), (110), (201)
Al <sub>2</sub> Ti	getempert	2	(004), (101)
Ti	getempert	1	(01 $\bar{1}$ 0)
Ti	unbehandelt	6	(01 $\bar{1}$ 0), 0002), (01 $\bar{1}$ 1), (01 $\bar{1}$ 2), (11 $\bar{2}$ 0), (10 $\bar{1}$ 3)
Al	unbehandelt	3	(111), (200), (220)

Abbildung 61 zeigt eine Auswahl der gemessenen Polfiguren. Es kann sofort festgestellt werden, daß die Texturschärfe gegenüber den Ausgangstexturen abgenommen hat. Die Textursymmetrie, die durch den Strangpreßvorgang von Rundstangen im Ausgangsmaterial erzeugt worden ist, bleibt auch nach den Phasenumwandlungen erhalten. Die quantitative Texturanalyse ist mit den in Tabelle 22 angegebenen Polfiguren für alle Phasen, bis auf das Resttitan in der getemperten Probe, durchgeführt worden.  $L_{max}$  als maximaler Reihenentwicklungsgrad wurde zwischen 22 für das hexagonale Ti<sub>3</sub>Al, 16 für die beiden tetragonalen Verbindungen TiAl und Al<sub>3</sub>Ti sowie 8 für das tetragonale Al<sub>2</sub>Ti gewählt.

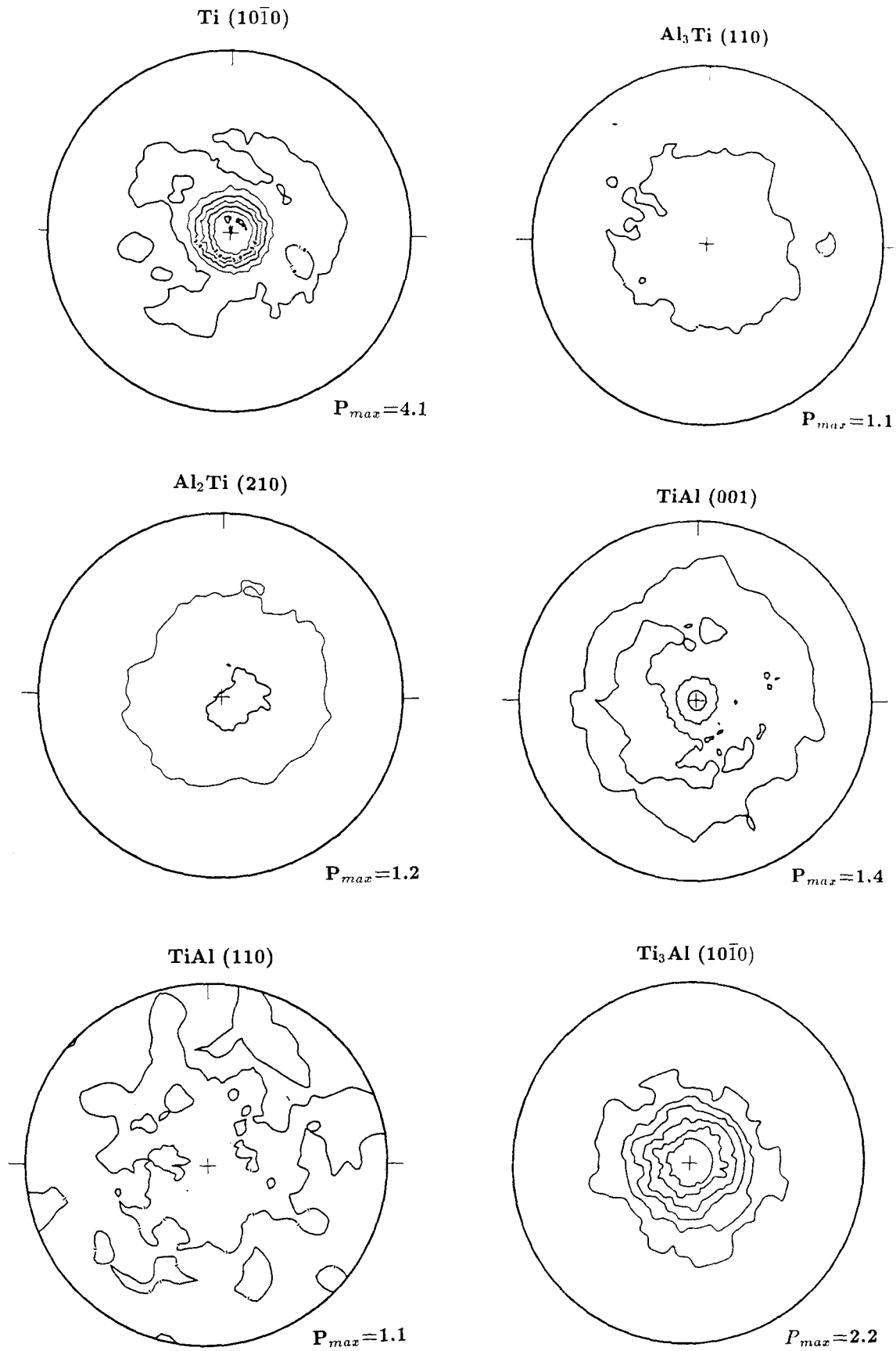


Abb.61: Auswahl einiger Polfiguren der Titanaluminide

#### 5.1.4 Texturvererbung

Wie schon aus den gemessenen Polfiguren deutlich gemacht wurde, haben die Orientierungsgrade der einzelnen intermetallischen Verbindungen gegenüber den Orientierungsgraden im Ausgangsmaterial zum Teil stark abgenommen. Es sind jedoch Unterschiede zwischen den einzelnen neu gebildeten Verbindungen festzustellen. So zeigt das hexagonale  $Ti_3Al$  eine ausgeprägte  $(10\bar{1}0)$  Fasertextur, wie sie auch im Titan des Ausgangsmaterials bestimmt worden ist. Wie aus Tabelle 21 zu ersehen ist, ist  $Ti_3Al$  eine Überstruktur des Titans mit einer Verdoppelung der a-Achse des hexagonalen Titan-Gitters. Die Texturbeziehung zwischen Ti und  $Ti_3Al$  ist also auf die Strukturverwandtschaft zurückzuführen und sehr deutlich an den  $(10\bar{1}0)$  Polfiguren des Ausgangstitans im Verbundwerkstoff, des Resttitans in der getemperten Probe und des neu gebildeten  $Ti_3Al$  darzustellen. Abbildung 62 zeigt die drei  $(10\bar{1}0)$  Polfiguren. Die Textur des Titans wird also auf die geordnete Verbindung  $Ti_3Al$  übertragen.

Ein Vergleich der Titantextur im Ausgangszustand (Abb. 62a) mit der Textur im Resttitan (Abb. 62b) zeigt einen deutlichen Unterschied in der Texturschärfe. Die Texturbestimmung ist an unterschiedlichen Diffraktometern und mit unterschiedlichen Meßtechniken durchgeführt worden.

Ausgangstitan: Karl-Diffraktometer am 1 MW Reaktor mit Einzelzähler

Resttitan: Diffraktometer D1B am 57 MW Reaktor mit linear ortsauflösendem Detektor

Wie von Wenk et al. (1988) in einem Ringversuch gezeigt werden konnte, sind die Texturergebnisse, die an einer Probe aber mit verschiedenen Meßtechniken gemessen worden sind, gut vergleichbar. Der hier vorliegende Unterschied liegt außerhalb des von Wenk et al. beschriebenen Fehlerbereiches. Mit der Wahl der Meßtechnik ist die deutliche Texturdifferenz nicht zu erklären. Eine weitere Quelle für eine experimentelle Erklärung der bestimmten Texturdifferenzen ist der Volumenanteil des Titans im Ausgangsmaterial und im getemperten Material. Bedingt durch das Analysieren großvolumiger Proben eignet sich die Neutronenbeugung für die Texturbestimmung von Phasen mit geringem Volumenanteil, so daß als experimentelle Fehlerquelle nur die Separierung von Reflexüberlagerungen zu der unterschiedlichen Textur in deutlichem Maße beigetragen haben könnte. Nach Will et al. (1989) sind Profilanalysen, wie sie in der Pulverdiffraktometrie seit langem eingesetzt werden, mit sehr hoher Genauigkeit durchzuführen. Der Unterschied in der Texturschärfe ist allein mit experimentellen Fehlerquellen nicht zu erklären. Ein ähnliches Verhalten hat Liu (1991) für Restaustenit nach einer martensitischen Phasentransformation beschrieben. Bedingt durch eine selektive

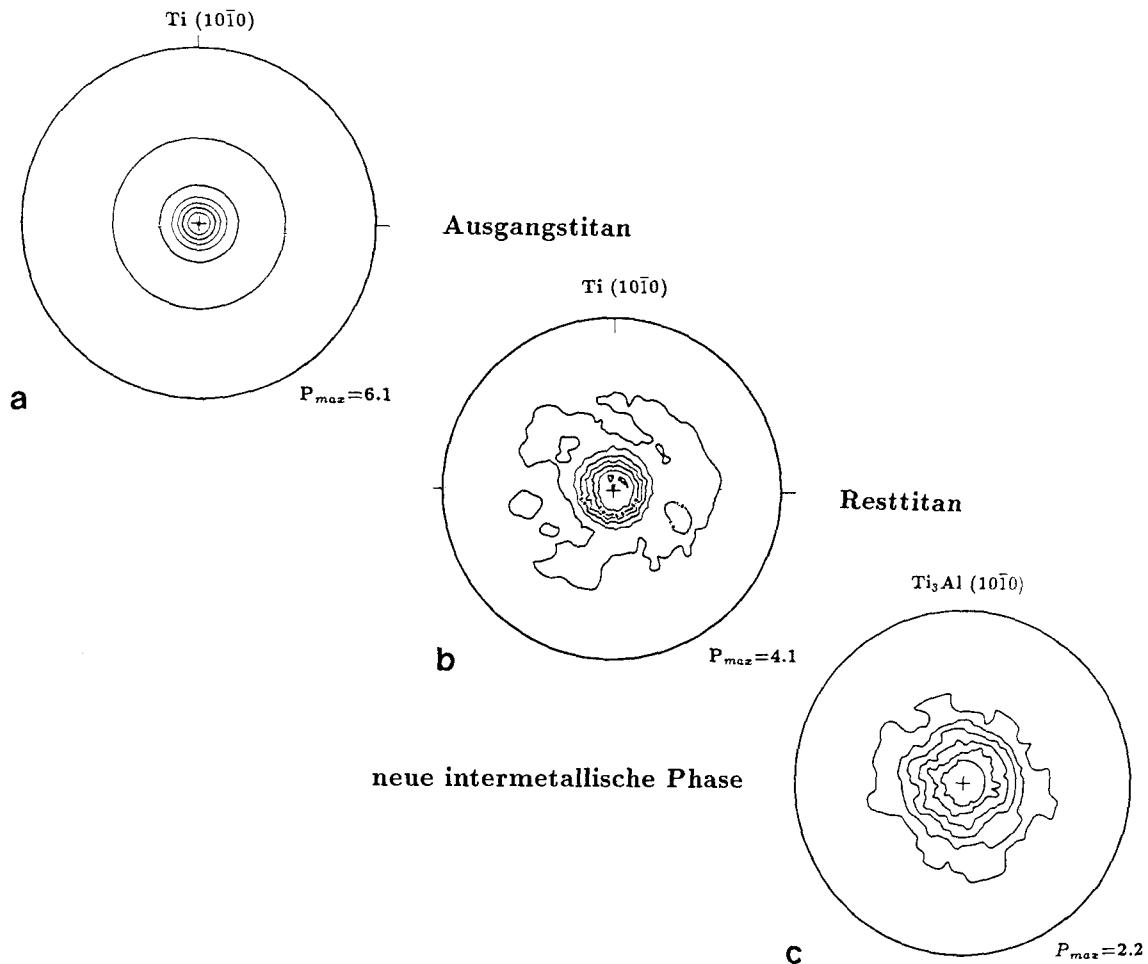


Abb.62a: (10 $\bar{1}$ 0) Polfigur des Ausgangstitans

Abb.62b: (10 $\bar{1}$ 0) Polfigur des Resttitans

Abb.62c: (10 $\bar{1}$ 0) Polfigur des Ti<sub>3</sub>Al

Phasenumwandlung, die abhängig von der Textur des Primäraustenits ist, wird die Textur des Restaustenits beeinflusst. Deshalb werden Texturunterschiede zwischen Primär- und Restaustenit beobachtet. Inwieweit die Ergebnisse der Austenituntersuchungen auf Titan übertragen werden können und um den Einfluß der Temperaturbehandlung vor der Phasenumwandlung  $\alpha$ -Ti  $\rightarrow$   $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al auf die Titantextur quantitative beschreiben zu können, sind weitere Untersuchungen notwendig. Vorteilhaft wäre eine in-situ Hochtemperaturtexturbestimmung von Titan im Temperaturbereich bis zu 600°C.

Die Textur des Resttitans (Abb. 62b) und des Ti<sub>3</sub>Al (Abb. 62c) ist in einer Messung ermittelt worden. Wie schon bei der Erklärung zum Texturverhalten von Ausgangstitan und Resttitan sind experimentelle Fehlerquellen nicht geeignet, um die aufgetretene Differenz der Texturschärfe zu beschreiben. Der Einbau des Aluminium in das hexagonale Gitter des Titans beeinflusst demnach die auftretende Textur und führt zu einer größeren Streuung und somit zu einer Abnahme der Texturschärfe. Für eine weiterge-

hende Erklärung sind Zusatzuntersuchungen notwendig. Insbesondere ist eine Reduzierung der Textursymmetrie von rotationssymmetrisch auf orthorhombisch hilfreich. Die vorliegende Studie zeigt, daß Neutronentexturmessungen geeignet sind Fragestellungen der Texturvererbung bei der Bildung neuer Verbindungen zu beschreiben.

TiAl ist eine weitere intermetallische Verbindung mit einer Struktur, die eine enge strukturelle Beziehung zum  $Ti_3Al$  beziehungsweise zum Titan hat. TiAl kristallisiert in einer leicht verzerrten kubischen Kugelpackung (Einbau von Al) während  $Ti_3Al$  in einer hexagonalen Kugelpackung kristallisiert. Ein Vergleich der inversen Polfiguren von  $Ti_3Al$  und TiAl (siehe Abbildung 63) zeigt im Falle des  $Ti_3Al$  die schon beschriebene Fasertextur während beim TiAl nur noch eine sehr geringe Orientierung zu beobachten ist. Der Trend einer Reduzierung des Orientierungsgrades mit zunehmendem Al-Gehalt wird in den Al-reichen intermetallischen Verbindungen bestätigt.  $Al_3Ti$ , die intermetallische Verbindung die sich als erste neue Phase bei  $600^\circ C$  bildet (siehe Klatt 1990), ist regellos. Es kann festgestellt werden, daß die Textur des Aluminiums in dem Verbundwerkstoff an keine der neuen intermetallischen Verbindungen übertragen wird.

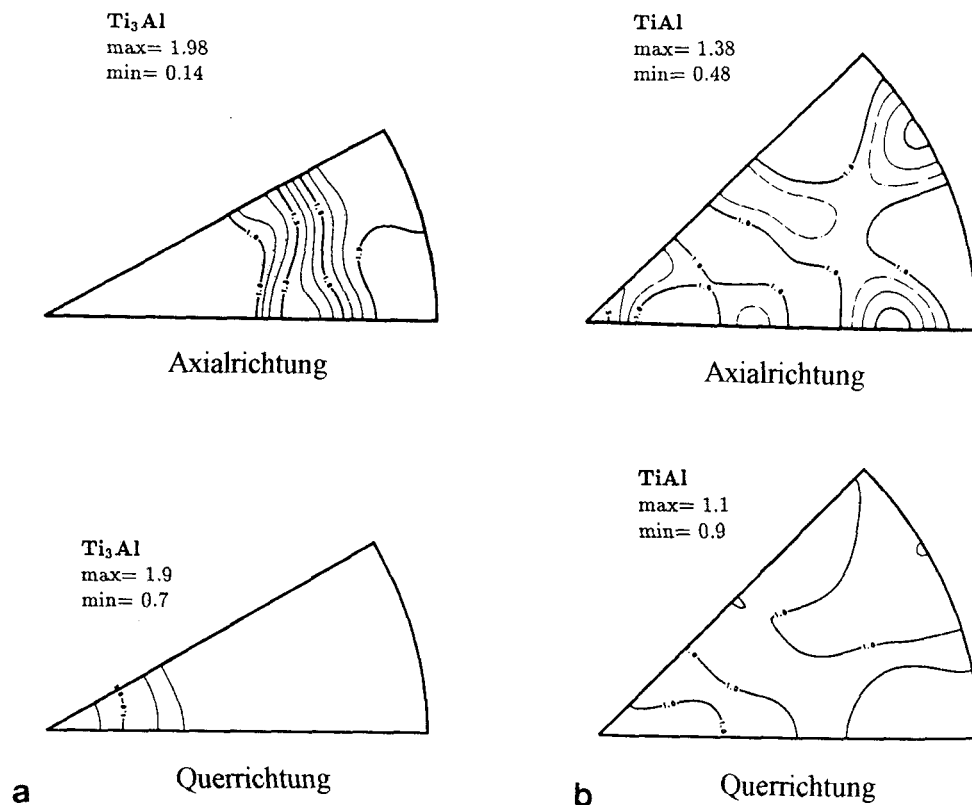


Abb. 63a: Inverse Polfiguren von  $Ti_3Al$

Abb. 63b: Inverse Polfiguren von TiAl

## 5.2 Quantitative Phasenanalyse stark texturierter Materialien

### 5.2.1 Quantitative Phasenanalyse

Die Phasenanalyse, also die Bestimmung der Zusammensetzung einer aus mehreren Phasen bestehenden polykristallinen Probe, gehört zu den Basisuntersuchungen in der Pulver- und Polykristalldiffraktometrie. Beugungsmethoden mit Hilfe der Röntgen- oder der Neutronendiffraktometrie liefern umfangreiche Informationen von dem zu untersuchenden Material. Dazu gehören zum Beispiel die Zusammensetzung in Art und Menge der einzelnen Phasen, Korngrößen, Texturen und Gitterverzerrungen. Zur Bestimmung dieser für einen Polykristall und seine Eigenschaften bedeutenden Kenndaten werden die Reflexlagen, die Reflexprofile und die Reflexintensitäten der im Beugungsbild gemessenen Bragg-Reflexe ausgewertet. Dabei wird die qualitative Phasenanalyse, also die Bestimmung der Art der Phasen, mit Hilfe der Reflexlagen durchgeführt. Jeder Substanz kann ein charakteristischer Satz von Reflexlagen zugeordnet werden, der von der Kristallstruktur abhängig ist, und als 'Fingerabdruck' der kristallinen Phase bezeichnet werden kann. Dieser Datensatz wird auch d-Wert Liste genannt, der zum einen aus den Strukturdaten berechnet werden kann oder aus dem sehr umfangreichen Tabellenwerk, der JCPDS-Datei (JCPDS - Joint Committee for Powder Diffraction Standard), entnommen werden kann. Die qualitative Phasenanalyse ist also eine vergleichende Analyse. Die quantitative Phasenanalyse, also die Bestimmung der Mengenanteile der einzelnen Phasen, wird mit Hilfe der integralen Reflexintensitäten durchgeführt. Die Reflexintensität ist direkt proportional dem streuenden Volumen, so daß sich nach Alexander und Klug (1948) folgende Proportionalitätsbeziehung ergibt:

$$I_{hkl}^i = I_0 K_{hkl}^i \cdot A \cdot V^i \quad (18)$$

$I_0$	-	Primärstrahlintensität
$I_{hkl}^i$	-	integrale Intensität des Reflexes hkl der Phase i
$K_{hkl}^i$	-	Konstante, die von der Struktur und den experimentellen Bedingungen abhängig ist
A	-	Absorptionsfaktor der Gesamtprobe
$V^i$	-	Volumenanteil der Phase i

Zur Lösung der Gleichung 18 können verschiedene Methoden eingesetzt werden, siehe zum Beispiel Neff (1962) oder Klug und Alexander (1974). Alle Methoden zur Bestimmung von Volumenanteilen, die auf Gleichung 18 basieren, benutzen jeweils einen

Bragg-Reflex. Die Auswahl dieses Bragg-Reflexes wird nach diffraktometrischen Gesichtspunkten vorgenommen (keine Reflexüberlagerungen, gute Meßstatistik, Standardisierung in unterschiedlichen Probengemischen etc.). Dabei wird vorausgesetzt, daß die Proben beziehungsweise die einzelnen Phasen keine Vorzugsorientierungen aufweisen.

Es ist jedoch bekannt, daß die Texturen der einzelnen Phasen einen signifikanten Einfluß auf das Diffraktogramm haben. Abbildung 64 zeigt zum Beispiel das Neutronendiffraktogramm von Muskovitpulver für eine definierte Probenorientierung. Die Messung ist am TEX-1 Diffraktometer des GKSS-Forschungszentrums durchgeführt worden. Auf Grund der vorhandenen Textur, die eine Kornformregelung der blättchenförmigen Kristalle beim Einfüllen des Pulvers in den Probenzylinder (20 mm Höhe und 20 mm Durchmesser) wiedergibt, sind in dem Diffraktogramm nur die Basisreflexe des Muskovits enthalten.

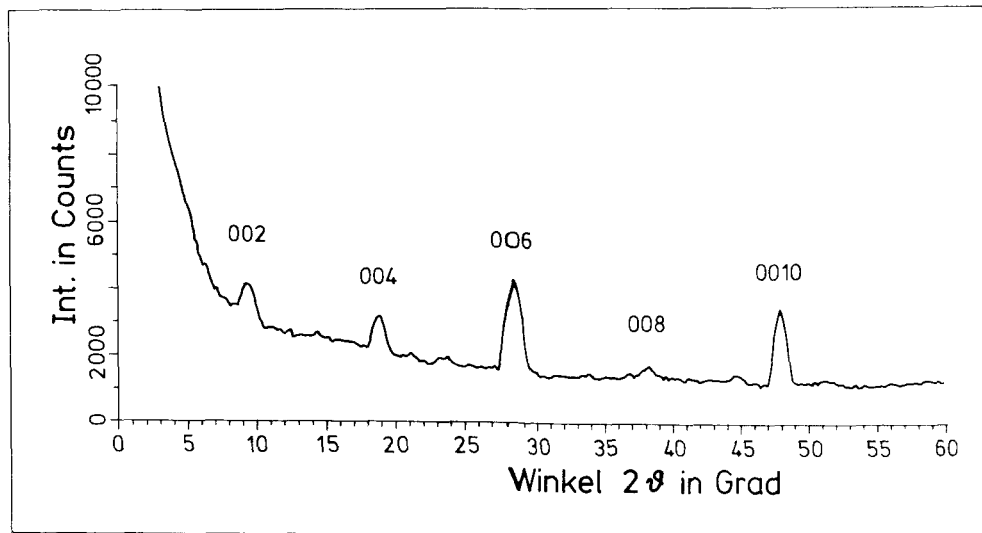


Abb.64: Pulverdiffraktogramm von Muskovit (Baumann 1987)

Am Beispiel des Biotits zeigt sich, daß im Falle von starken Vorzugsorientierungen die d-Wert Liste, also der 'Fingerabdruck' einer Substanz, verfälscht wird und so die qualitative Phasenanalyse beeinflusst. Noch stärker ist der Textureinfluß auf die quantitative Phasenanalyse. Die integrale Intensität eines Bragg-Reflexes, wie sie in Gleichung 18 dargestellt ist, ist abhängig von der Textur, so daß ein weiterer Korrekturparameter (TP) eingeführt werden muß, um den vorhandenen Textureinfluß zu eliminieren.

$$I_{hkl}^i = K_{hkl}^i \cdot A \cdot V^i \cdot TP \quad (19)$$

In der Praxis sind verschiedene Methoden vorgeschlagen worden, um Mengenbestimmungen in texturierten Materialien durchführen zu können. In vielen Fällen der Pul-

verdiffraktometrie sind Präparationstechniken entwickelt worden, um Vorzugsorientierungen zu unterdrücken. Zum einen sind diese Techniken nicht universell anwendbar und zum anderen sind derartige Präparationstechniken auf Pulver beschränkt. Das große Gebiet der Polykristalldiffraktometrie, bei der das polykristalline Material im unpulverisierten Zustand charakterisiert werden muß, wird nicht erfaßt (Werkstoffprüfung, metallische und nichtmetallische Materialkunde etc.). In Abhängigkeit von dem Grad der Vorzugsorientierung sind von verschiedenen Autoren verschiedene Methoden zur Bearbeitung und Auswertung von Diffraktogrammen texturierter Probenmaterialien beschrieben worden. Zu diesen Methoden gehören die Benutzung von Einzelreflexen wie es von Klug und Alexander (1974) für regelloses Material und von Brokmeier (1991b) für stark geregeltes Material vorgeschlagen wurde; die Benutzung einer ausgewählten Gruppe von Reflexen, wie es zum Beispiel von Dickson (1969) für metallische Werkstoffe und von Brokmeier und Brehler (1986) für Anhydrit und Halit beschrieben wurde; die Benutzung des gesamten gemessenen Diffraktogrammes mit allen im Diffraktogramm enthaltenen Bragg-Reflexen, wie es zum Beispiel von Smith et al. (1987) oder von Hill und Howard (1987) vorgeschlagen wurde. Die zu untersuchenden Materialien können mit Hilfe der jeweils gemessenen Diffraktogramme in drei Gruppen eingeteilt werden, um eine geeignete Auswahl der notwendigen Analysemethoden treffen zu können:

1. Das Diffraktogramm einer Probe mit regelloser Verteilung

- das bedeutet, daß alle theoretisch möglichen Bragg-Reflexe im Diffraktogramm enthalten sind,
- das bedeutet, daß jeder einzelne Bragg-Reflex mit jeder beliebigen Probenorientierung für die quantitative Phasenanalyse benutzt werden kann.

$$I(\alpha, \beta) / I_{random} = 1 \quad (20)$$

2. Das Diffraktogramm einer Probe mit geringem Textureinfluß

- das bedeutet, daß alle theoretisch möglichen Bragg-Reflexe im Diffraktogramm enthalten sind,
- das bedeutet, daß die Intensitäten der Bragg-Reflexe durch die Textur geringfügig beeinflußt werden,

$$I(\alpha, \beta) / I_{random} \neq 1 \quad (21)$$

- das bedeutet, daß das gesamte Diffraktogramm oder eine geeignete Auswahl einer Gruppe von Bragg-Reflexen zur quantitativen Phasenanalyse benutzt werden kann.



### 3. Das Diffraktogramm einer Probe mit starkem Textureinfluß

- das bedeutet, daß nur einige der theoretisch möglichen Bragg-Reflexe im Diffraktogramm enthalten sind,
- das bedeutet, daß die Intensitäten der Bragg-Reflexe durch die Textur stark beeinflußt werden,

$$I(\alpha, \beta) / I_{random} \neq 1 \quad (22)$$

- das bedeutet, daß die Poldichteverteilung eines ausgesuchten Bragg-Reflexes zur quantitativen Phasenanalyse benutzt werden kann.

Technologisch interessante Materialien weisen oft ausgeprägt starke Texturen auf, wie zum Beispiel hochverformte Werkstücke (Bleche, Drähte etc.), Materialien mit Faserkomponenten (Graphit, Siliziumkarbidwischer etc.) oder Materialien mit lamellaren Gußstrukturen. Ziel der Texturanalyse im Rahmen der quantitativen Phasenanalyse derartiger Materialien ist es, den Textureinfluß zu erkennen und bei der Bestimmung der Mengenanteile der einzelnen Phasen eines Mehrphasensystems zu berücksichtigen.

#### 5.2.2 Berücksichtigung starker Texturen

Die Textur eines Materials ist definiert als die Orientierungsverteilungsfunktion aller in einem bestimmten Volumen erfaßten Kristalle in Bezug zu einer festen Probenorientierung, wie zum Beispiel einer Drahtachse. Im Gegensatz zur quantitativen Texturanalyse, die als Ziel die Bestimmung der Orientierungsverteilung hat, wird bei der quantitativen Phasenanalyse die Einbeziehung oder die Beseitigung der Textur gefordert (Bunge et al. 1989). Deshalb ist die Kenntnis der vorliegenden Textur hilfreich aber nicht notwendige Bedingung. Wie von Wassermann und Grewen (1962) gezeigt wurde, kann aus der vollständigen Polfigur eines Bragg-Reflexes  $hkl$  die Intensität im Falle einer regellosen Probe berechnet werden. Dazu ist über die gesamte Polfigur zu integrieren. In Formel 23 ist der Spezialfall für fasertexturierte Proben, wie er im weiteren benötigt wird, dargestellt.

$$I_{random} = \frac{1}{\int \sin\alpha} \int I(\alpha) \sin(\alpha) d\alpha \quad (23)$$

Damit kann über Gleichung 23 ein Intensitätswert mit regelloser Kristallitverteilung berechnet werden, so daß die Standardmethode von Klug und Alexander, die für Materialien mit regelloser Verteilung entwickelt worden ist, wieder Anwendung finden kann. In Abhängigkeit von der benutzten Meßmethode (Röntgen- oder Neutronenbeugung)

oder der bevorzugten Analysetechnik (interner Standard, externer Standard, Absorptionsbestimmung) sind die jeweils notwendigen Korrekturen durchzuführen (Klug und Alexander 1974).

Einer der Vorteile der Neutronenbeugung zur Messung von Polfiguren ist, wie schon in Kapitel 2.1.1.2 dargestellt, die direkte Bestimmung der vollständigen Polfigur mit einer Messung. Außerdem ist die Transmission im Falle der Neutronenbeugung relativ groß, so daß das Auftreten von anisotroper Absorption in Mehrphasenwerkstoffen zu vernachlässigen ist. Die beiden genannten Eigenschaften von Neutronenstreuexperimenten lassen im Rahmen der quantitativen Phasenanalyse eine Methode mit geringen Korrekturen und einer vergleichsweise hohen Genauigkeit erwarten, was für die Untersuchung stark texturierter Werkstoffe notwendig ist. Die quantitative Phasenanalyse von zwei Probenreihen, die anschließend beschrieben wird, ist nach den folgenden Schritten durchgeführt worden:

### 1. Messung der vollständigen Polfigur

Im Falle von Fasertexturen ist die vollständige Polfigur durch einen eindimensionalen Schnitt durch die zweidimensionale Polfigur eindeutig bestimmt. Die Fasertextur kann durch das Herstellungs- oder Präparationsverfahren vorgegeben sein. Eine Fasertextur kann aber auch durch eine Probenrotation um eine vorgegebene Faserachse während des Experimentes erzeugt werden. Die Messung von Fasertexturen erfordert wesentlich weniger Meßzeit und wird deshalb für die quantitative Phasenanalyse bevorzugt.

### 2. Untergrundkorrektur

Zusätzlich zur Polfigurmessung (Punkt 1) wird zu jedem Polfigurpunkt der Untergrund, links und rechts neben dem Bragg-Reflex, gemessen. Anschließend wird eine Untergrundkorrektur der Polfigurmeßwerte durchgeführt.

### 3. Korrektur konstanter Meßbedingungen

Die quantitative Phasenanalyse ist eine vergleichende Messung (Standardsubstanzen), so daß während der Experimente darauf zu achten ist, daß die einzelnen Messungen mit definierten und konstanten Meßbedingungen durchgeführt werden. Nach Abschätzung des unbekanntem Mengenanteils (Testmessungen oder andere begleitende Untersuchungen) ist die Meßzeit für die jeweilige Messung anzupassen, um eine gute Meßstatistik bei möglichst kurzer Meßzeit zu erreichen. Im Falle der Neutronenbeugung sind derartige Optimierungen für einen möglichst effektiven Einsatz der Neutronen notwendig. Entsprechend wird eine Meßzeitkorrektur durchgeführt.

#### 4. Absorptionskorrektur

Zur Korrektur der Absorption ist die Formel von Rouse et al. (1970), siehe Gleichung 24 benutzt worden, die die Schwächung einer zylindrischen Probe beschreibt, die vollständig vom Neutronenstrahl umspült wird.

$$A_{hkl} = \exp(-a + b \sin^2 \Theta) \mu R \quad (24)$$

$$a = +1.4523$$

$$b = -0.2252$$

$\Theta$  = Bragg-Winkel

$\mu$  = linearer Absorptionskoeffizient

R = Probenradius

$A_{hkl}$ , bekannt als Absorptionsfaktor, ist nicht nur von der reinen Absorption abhängig, sondern auch von diversen Streuprozessen. Diese Streuprozesse (siehe Kapitel 2.1.2) liefern im Falle der Neutronenbeugung zum Teil sehr starke Beiträge zur Gesamtschwächung des Neutronenstrahles. Deshalb wurde der lineare Absorptionskoeffizient  $\mu$  mit Hilfe der totalen Wirkungsquerschnitte  $\sigma_{total}$  für die einzelnen Elemente berechnet (Gleichung 25). Die Werte für  $\sigma_{total}$  sind aus Hughes und Schwartz (1958) entnommen. N ist die Zahl der Atome pro  $\text{cm}^3$ .

$$\mu = \sum (\sigma_{i,total} \cdot N_i) \quad (25)$$

#### 5. Standard

Als Bezugsgröße wird ein externer Standard benutzt, der ebenfalls nach den Punkten 1-4 behandelt wird.

#### 5.2.3 Anwendungsbeispiel Al-Cu Verbundwerkstoff

Die Al-Cu Verbundwerkstoffe sind pulvermetallurgisch aus den reinen Phasen, Aluminium- bzw. Kupferpulver, hergestellt worden. Nach dem Kaltstrangpressen weisen die Proben starke Fasertexturen auf, wie begleitende Texturuntersuchungen gezeigt haben (Brokmeier et al. 1988). Intermetallische Verbindungen, wie sie beim Warmstrangpressen gebildet werden (Gertel 1992), sind bei kaltstranggepreßtem Material nicht festgestellt worden. Die Bildung von intermetallischen Verbindungen setzt erst beim anschließenden Tempern ein. Ziel dieses Experimentes ist es, die quantitative Zusammensetzung von hochverformten Verbundwerkstoffen, die entsprechend ausgeprägte Texturen entwickelt haben, zu bestimmen. Für diese Versuchsserie sind die Zusammensetzungen auf Grund der Probenherstellung (Einwaage) bekannt. Dieses Experiment

dient der Methodenentwicklung, da starke Texturen und kompakte Materialien, wie zum Beispiel Verbundwerkstoffe, mit den bekannten Methoden nur ungenügend behandelt werden können.

Die Neutronenbeugungsexperimente sind am Vierkreisdiffraktometer TEX-1 des GKSS-Forschungszentrums (Brokmeier et al. 1987) durchgeführt worden. Die Spezifikationen der Messungen sind in Tabelle 23 zusammengefaßt.

Tab.23: Spezifikation der quantitativen Phasenanalyse der Al-Cu Verbundwerkstoffe

Proben	Al-Cu Verbundwerkstoff verschiedener Zusammensetzung (10 - 60 Vol.% Cu)
Probenherstellung	pulvermetallurgisch mischen, verdichten, kaltstrangpressen
Probengröße	Zylinder: 8 mm Durchmesser, 8 mm Höhe
Standardmaterial	reines Aluminium
Diffraktometer	TEX-1 am GKSS-Forschungszentrum
Wellenlänge	1.618 Å
Strahlquerschnitt	16 mm
Meßmethode	umspülend
Bragg-Reflexe	Al (111), Cu (111)
Polfigurmessung	$\alpha$ -scan (19 Meßpunkte) mit $\Delta\alpha = 5.0^\circ$
Meßzeiten	Funktion der Zusammensetzung

Auf Grund der hohen Symmetrie der Fasertextur wird die Al (111) Polfigur, die zur quantitativen Phasenanalyse des Aluminiums herangezogen wird, durch einen  $\alpha$ -scan vollständig beschrieben. Wie in Abbildung 65a für die Probe Al50-Cu50 dargestellt, besteht ein  $\alpha$ -scan aus 19 Meßpunkten. Die aus den 19 Meßpunkten dargestellte vollständige Polfigur (Abbildung 65b) zeigt ein starkes Intensitätsmaximum im Zentrum der Polfigur. Sowohl aus dem  $\alpha$ -scan (Maxima bei  $\alpha=0^\circ$  und  $\alpha=70^\circ$ ) als auch aus der vollständigen Polfigur (Maximum im Polfigurzentrum und Intensitätsring bei  $\alpha=70^\circ$ ) ist die  $\langle 111 \rangle$  Fasertextur herzuleiten. Diese Textur wird sowohl in den Verbundwerkstoffproben als auch im reinen Aluminium gefunden. Die notwendige Meßzeit pro Meßpunkt ( $\alpha$ -scan) ist abhängig von der Zusammensetzung und variierte für die Messung des Al (111) zwischen 120 - 364 sec.

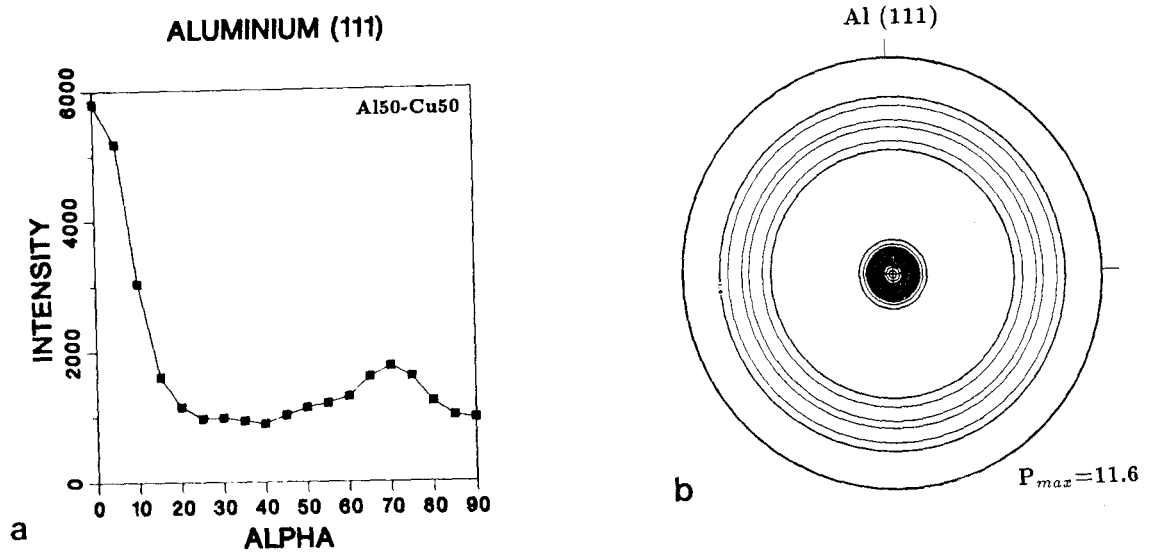


Abb.65a:  $\alpha$ -scan des Al (111) Reflexes der Probe Al50-Cu50

Abb.65b: Polfigur des Al (111) Reflexes der Probe Al50-Cu50

Die Datenauswertung erfolgte nach den oben beschriebenen Einzelschritten (Kapitel 5.2.2): Untergrundkorrektur, Berechnung der regellosen Intensität, Meßzeitkorrektur, Absorptionskorrektur. In Tabelle 24 sind die einzelnen Schritte zusammengefaßt und als  $I_{random}$  in Spalte 4 aufgelistet. Als Vergleich ist der jeweilige Meßwert  $I_{max}$ , der Intensitätswert im Zentrum der Polfigur, in Spalte 3 angegeben (Werte sind texturbehaftet und ohne jede Korrektur).

Tab.24: Intensitätsdaten  $I_{max}$  und  $I_{random}$  für Al (111)

Probe	Meßzeit (pro Punkt)	$I_{max}$	$I_{random}$
Al	120 sec.	8400	3271
Al90	120 sec.	4745	2798
Al80	168 sec.	4117	2537
Al70	248 sec.	3869	2065
Al60	306 sec.	5026	1797
Al50	306 sec.	5805	1567
Al40	364 sec.	4330	1125

Nach dem gleichen Prinzip sind zur Bestimmung der Kupfergehalte für jede der 6 Probenzusammensetzungen der Cu (111) Reflex sowie die notwendigen Untergrundmessungen durchgeführt worden. Angepaßt an die Reflektivität von Kupfer variiert die Meßzeit

pro Meßpunkt von 100 sec. für die Probe mit 60 Vol.% Cu und 480 sec. für die Probe mit 10 Vol.% Cu. Die Präparationstechnik eines reinen Kupferstandards war aus verfahrenstechnischen Gründen nicht möglich, so daß die Probe Al40-Cu60 als Standard für die Kupferauswertung benutzt worden ist. In den Abbildungen 66a und 66b sind die Ergebnisse der Auswertungen für beide Phasen dargestellt. Die Eichgeraden verbinden den jeweiligen Standardwert (reines Aluminium bzw. Al40-Cu60 für Kupfer) mit dem Nullpunkt. Die korrigierten Intensitätswerte zeigen eine sehr gute Übereinstimmung mit der Eichgeraden.

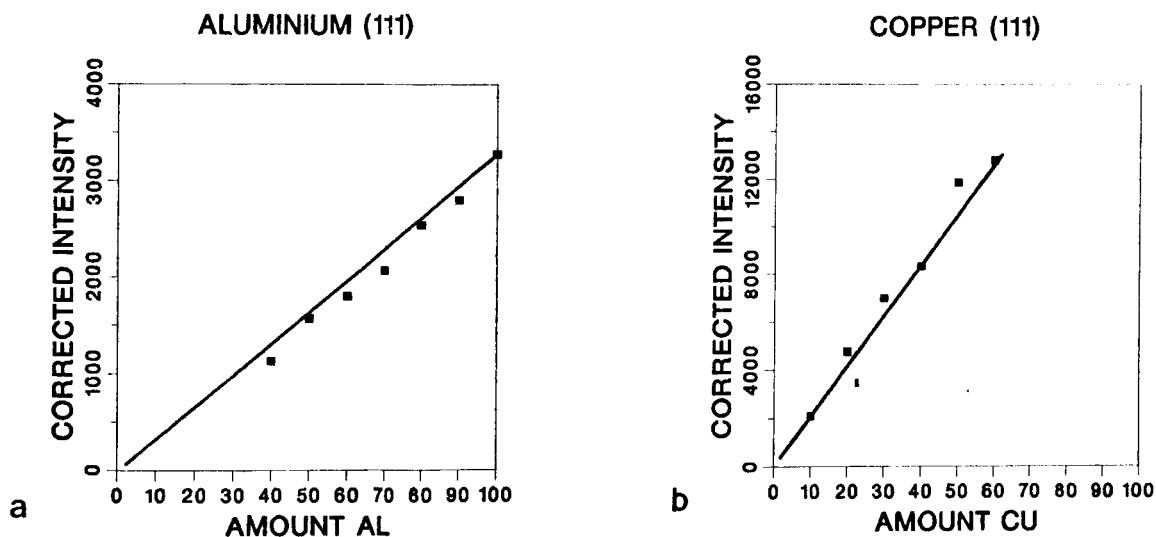


Abb.66a: Quantitative Phasenanalyse von Aluminium

Abb.66b: Quantitative Phasenanalyse von Kupfer

Eine bessere Abschätzung der Genauigkeit ist aus Tabelle 25 möglich. Neben den berechneten Volumenanteilen für Aluminium (mit Al100 als Standardprobe) bzw. Kupfer (mit Al40-Cu60 als Standardprobe) wird ein Vergleich der Al/Cu Verhältnisse der Einwaage (Spalte 1) und der neutronographischen Bestimmung (Spalte 4) durchgeführt. Unter Berücksichtigung der sehr unterschiedlichen Regelungsgrade der einzelnen Proben, die bis zu 15 mrd (mrd = multiple random) gehen, kann eine sehr gute Übereinstimmung zwischen der Einwaage und den bestimmten Mengenanteilen festgestellt werden.

Tab.25: Quantitative Phasenanalyse der Al-Cu Verbundwerkstoffe

Al/Cu (Einwaage)	Al Vol.% (berechnet)	Cu Vol.% (berechnet)	Al/Cu (berechnet)
100/00	100	-	100.0/00.0
90/10	86	10	89.5/09.5
80/20	78	22	78.0/22.0
70/30	63	33	65.6/34.4
60/40	55	39	58.5/41.5
50/50	48	56	46.1/53.2
40/60	35	60	36.8/63.2

#### 5.2.4 Anwendungsbeispiel Graphit-Siliziumkarbid

Es ist bekannt, daß Minerale mit Schichtstrukturen und plättchenförmigen Kristallformen schon im Vorstadium einer Deformation, also beim Pulverkompaktieren oder beim Sedimentieren, zu starken Vorzugsregelungen nach der Kristallform neigen. Beispiele sind insbesondere Ton- und Glimmerminerale sowie Graphit, bei denen der Effekt der Vorzugsregelung ausgenutzt werden kann, um in der qualitativen Phasenanalyse den experimentell noch nachweisbaren Mindesanteil zu senken. Durch die vorhandene starke Textur werden bestimmte Reflexe bevorzugt und deshalb auch bei geringen Volumenanteilen mit ausreichendem Peak/Untergrund-Verhältnis noch meßbar. Demgegenüber führt die starke Textur in der quantitativen Phasenanalyse zu erheblichen Problemen. Ziel dieses Experimentes ist es, die oben beschriebene Methode der quantitativen Phasenanalyse mit Hilfe einer vollständig gemessenen Polfigur auf stark geregelte Pulver anzuwenden.

Aus den Pulvern von Graphit und Siliziumkarbid sind homogene Zylinder von 20 mm Durchmesser und 20 mm Höhe hergestellt worden. Das uniaxiale Kompaktieren ist mit einer Laborhandpresse bei einmaligem kurzzeitigem Aufbringen eines Preßdruckes von 10 MPa durchgeführt worden. Dabei sind Dichten von 98% erreicht worden. Bedingt durch die uniaxiale Beanspruchung stellt sich im Graphit eine rotationssymmetrische Vorzugsorientierung mit den Basisflächen (0001) senkrecht zur Preßrichtung ein. Siliziumkarbid als harte Phase in dieser zweiphasigen Probe ist ungerichtet. Die Fasertextur nach der Basisfläche führt dazu, daß im Neutronendiffraktogramm nur (0001) Reflexe gemessen werden. Erst die gleichzeitige Benutzung einer Eulerwiege ermöglicht andere Probenorientierungen einzustellen und so Neutronendiffraktogramme mit einer anderen

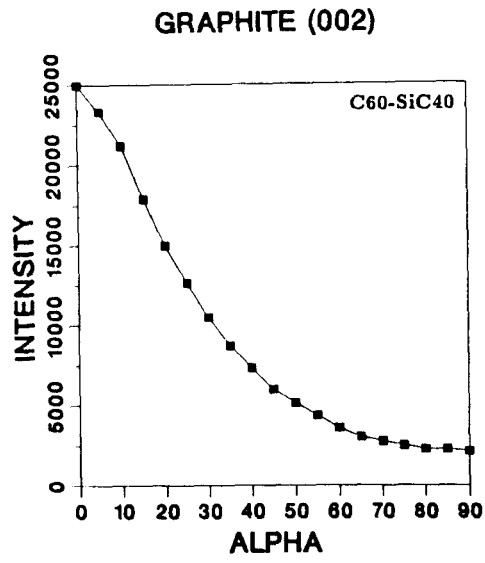
Reflexschar zu messen. Die Neutronenbeugungsexperimente sind am D1S Diffraktometer des Hahn-Meitner-Instituts in Berlin (Graf 1980) durchgeführt worden. In Tabelle 26 sind die Spezifikationen dieser Experimente zusammengestellt.

Tab.26: Spezifikation der quantitativen Phasenanalyse der Graphit-Siliziumkarbid Pulverpreßlinge

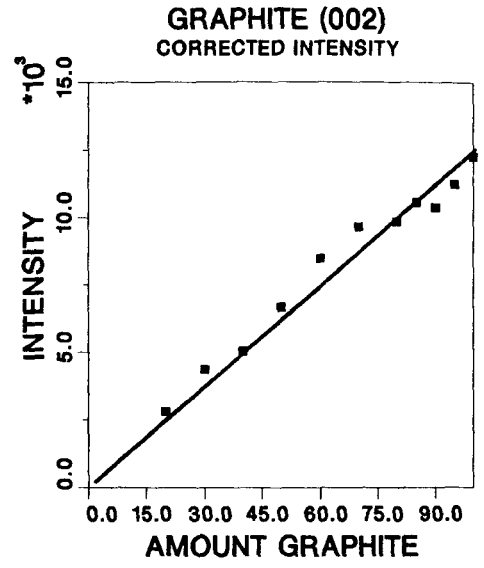
Proben	Graphit-SiC Pulverpreßlinge
Probenherstellung	Zusammensetzung (20 - 90 Vol.% SiC)
Probengröße	Pulver mischen, uniaxial Kompaktieren
Standardmaterial	Zylinder: 20 mm Durchmesser, 20 mm Höhe reines Graphit
Diffraktometer	D1S am HMI in Berlin
Wellenlänge	1.118 Å
Strahlquerschnitt	30 mm
Meßmethode	umspülend
Bragg-Reflexe	Graphit (0002)
Polfigurmessung	$\alpha$ -scan (19 Meßpunkte) mit $\Delta\alpha = 5.0^\circ$
Meßzeiten	Funktion der Zusammensetzung

Wie schon im Beispiel 1, den Al-Cu Verbundwerkstoffen, dargestellt, wird die vollständige Polfigur einer fasertexturierten Probe durch einen  $\alpha$ -scan beschrieben. In Abbildung 67a ist der  $\alpha$ -scan der Probe C60-SiC40 dargestellt. Die starke Basisflächentextur ist deutlich an dem Maximum bei  $\alpha=0^\circ$  zu erkennen. Der maximale Regelungsgrad des Graphits wurde in der Standardprobe (reiner Graphit) mit 20 mrd gefunden. Die Orientierungsdichte nimmt mit steigendem SiC-Gehalt ab. Die Meßdaten wurden nach dem oben beschriebenen Verfahren ausgewertet (Untergrundkorrektur, Meßzeitkorrektur, Absorptionskorrektur). In Abbildung 67b sind die korrigierten Intensitätsdaten gegen den Volumenanteil der Einwaage aufgetragen. Die Eichgerade ist mit Hilfe des reinen Graphits ermittelt worden. Die Güte der Anpassung der experimentell ermittelten Intensitätsdaten spiegelt die Genauigkeit wieder, die bei der quantitativen Phasenanalyse erzielt werden kann, wenn vollständige Polfiguren verwendet werden.





a



b

Abb.67a:  $\alpha$ -scan von Graphit (0002) von C60-SiC40

Abb.67b: Quantitative Phasenanalyse von Graphit

### 5.3 Texturbestimmung von Zink auf Eisen

Dieses Anwendungsbeispiel der neutronographischen Texturbestimmung beschreibt die Untersuchung einer elektrolytischen Zinkschicht aufgetragen auf einer Stahlunterlage. Zur Angabe von Eigenschaftsparametern, zur Einstellung optimaler Schichtdicken, zur Beurteilung der Haftung zwischen Schicht und Substrat sowie zur Optimierung des Herstellungsprozesses ist es vorteilhaft, sowohl die Textur des Substrates als auch die Textur der aufgetragenen Schicht zu kennen. Deshalb sind Untersuchungsmethoden anzuwenden, die es ermöglichen, beide Texturen zu bestimmen.

Der Einsatzbereich der neutronographischen Texturbestimmung liegt im Allgemeinen beim Messen von Globaltexturen, also von Texturen, die einem großen Volumenbereich zugeordnet werden. Deshalb werden Texturuntersuchungen von dünnen Schichten mittels Röntgenbeugung durchgeführt. Im Falle von Dünnschichtpräparaten ist jedoch das Standardverfahren von Schulz (1949), das nach der Bragg-Brentano Geometrie und dem Reflexionsverfahren arbeitet, stark eingeschränkt. Bei dem Schultz'schen Reflexionsverfahren werden sowohl die Oberfläche als auch das Substrat simultan erfaßt. Dadurch können sich zum einen Probleme mit sich überlagernden Reflexen von Schicht- und Substratmaterial ergeben. Zum anderen aber wird das Meßergebnis der Schicht durch den geringen Mengenanteil erschwert und das Ergebnis des Substrates durch die Absorption der Schicht stark beeinflusst. Deshalb wird für röntgenographische Texturanalysen eine Technik mit parallelem Strahlenbündel unter Kleinwinkelbedingungen bevorzugt. Die Methode, die wegen des kleinen Einstrahlwinkels nur die Schicht erfaßt, wird ausführlich bei Segmüller und Murakami (1985) oder Segmüller (1991) beschrieben und dient allgemein zur Charakterisierung von dünnen Schichten und Filmen. Zur Texturanalyse ist diese Methode von Heizmann et al. (1989) eingesetzt worden, um die Textur eines  $0.6 \mu\text{m}$  Aluminiumfilms auf Kupfer zu untersuchen. Aber auch für diese Methode ist in der Regel eine Oberflächenbehandlung notwendig, um die Textur des Substrates zu bestimmen. Auf Grund der hohen Absorption der Röntgenstrahlung muß die zunächst untersuchte Oberflächenschicht abgetragen werden, damit zufriedenstellende Meßergebnisse des Substrates erzielt werden können.

Als Ergänzung zur Röntgenbeugung können Neutronen eingesetzt werden. Von Neutronen ist bekannt, daß Texturbestimmungen von kleinen Mengenanteilen einer zweiten Phase in einer Probenmatrix durchgeführt werden können (Brokmeier und Bunge 1988). Im Falle von Dünnschichtproben wird das Substrat als Probenmatrix und die dünne Schicht als begleitende Phase mit geringem Volumenanteil betrachtet, so daß die Textur sowohl von dem Substrat als auch von der dünnen Schicht zerstörungsfrei bestimmt werden kann.

### 5.3.1 Texturmessung

Bei dem Probenmaterial handelt es sich um ein Stahlblech von 0.7 mm Dicke, das mit einer elektrolytisch aufgetragenen Zinkschicht von 8-10  $\mu\text{m}$  vergütet wurde. Aus diesem Blech sind quadratische Segmente von  $12 \cdot 12 \text{ mm}^2$  präpariert worden, die alle mit den Orientierungsmarken der Blechprobe versehen wurden. Anschließend wurde eine 'Neutronenprobe' durch Stapelung der einzelnen Blechsegmente zu einem Würfel von  $12 \cdot 12 \cdot 12 \text{ mm}^3$  hergestellt. Dabei wurde darauf geachtet, daß die Orientierung der einzelnen Teilbleche auf die 'Neutronenprobe' übertragen wurde. In Abbildung 68 ist der Probenwürfel dargestellt, der ein Probenvolumen von  $1728 \text{ mm}^3$  hat.

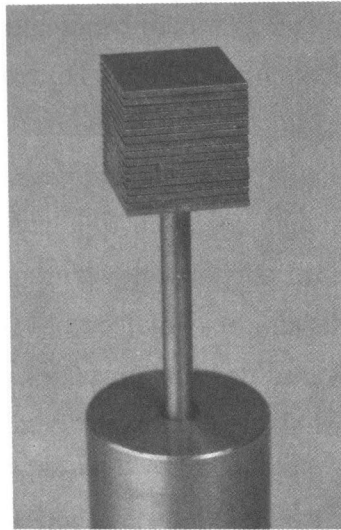


Abb. 68: Probenwürfel des mit Zink beschichteten Stahlbleches

Auf Grund der bekannt hohen Transmission der Neutronen sowie des großen Strahlquerschnittes wurde der Probenwürfel während der gesamten Messung vom Neutronenstrahl umspült. Auf diese Weise wird eine Texturprobe untersucht, die einen lamellaren Aufbau hat, bei der sich Eisen- und Zinklamellen abwechseln. Somit ermöglicht die Kombination einer aus mehreren Teilsegmenten kompaktierten großvolumigen Probe mit einem großvolumigen Neutronenstrahl die Globaltexturbestimmung von Eisen-Zink mit einem Volumenverhältnis von 98.6 Vol.% Fe zu 1.4 Vol.% Zn, ohne auf die spezifischen Besonderheiten des Ausgangsmaterials eingehen zu müssen.

Die Neutronenbeugungsexperimente sind am Diffraktometer TEX-2 des GKSS-Forschungszentrums durchgeführt worden. Mit einer Primärkollimation von  $50'$  und einem Cu (111) Monochromator wurde ein Neutronenfluß von  $1.5 \cdot 10^5 \text{ n cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$  der Wellenlänge von  $1.338 \text{ \AA}$  erzielt.

Für die Auswahl der Polfiguren, die für die Texturanalyse benutzt werden können, sind die theoretischen Diffraktogramme von Zink und Eisen sowie das mit Neutronen gemessene experimentelle Diffraktogramm herangezogen worden. Tabelle 27 gibt die relativen Intensitäten für Eisen und Zink wieder, wie sie die Berechnung mit dem LAZY PULVERIX Programm (Yvon et al. 1977) ergeben haben. In Abbildung 69 ist ein Ausschnitt aus dem gemessenen Neutronendiffraktogramm dargestellt. Trotz des geringen Volumenanteils von nur 1.4% Zink sind drei Zink-Reflexe deutlich zu erkennen. Der Zn (0002) und der Zn (10 $\bar{1}$ 1) sind separat und demzufolge für die Texturmessung, bis auf die relativ geringe Intensität, gut geeignet. Der stärkste Zinkreflex, der Zn (10 $\bar{1}$ 1), zeigt eine partielle Überlagerung mit dem Fe (110). Da Eisen die stark dominante Phase ist, wird die Trennung der beiden Reflexe problematisch.

Tab.27: Relative Intensitäten für Eisen und Zink  
(Berechnung für 1.338 Å Neutronen)

hkl	Fe		hkl	Zn
110	100		0002	46
200	27		10 $\bar{1}$ 0	20
211	77		10 $\bar{1}$ 1	100
222	31		10 $\bar{1}$ 2	34
			10 $\bar{1}$ 3	67
			11 $\bar{2}$ 0	44
			0004	13

Im Falle des Eisens sind die vollständigen Polfiguren der Reflexe (110), (200) und (211) gemessen worden, während für Zink die Reflexe (0002), (10 $\bar{1}$ 0), (10 $\bar{1}$ 1), (10 $\bar{1}$ 3) und (11 $\bar{2}$ 0) gemessen wurden. Da TEX-2 mit einem  $^3\text{He}$ -Einzelzähler ausgestattet ist, werden alle Polfiguren sowie die notwendigen Untergrundmessungen nacheinander durchgeführt (Brokmeier 1989). Dadurch werden sehr lange Meßzeiten für die gesamte Probe benötigt. Trotzdem ist mit einem Standardmeßrastrer von  $\Delta\varphi=5^\circ$  und  $\Delta\chi=5^\circ$  eine 'equal angular' Messung mit 1368 Meßpunkten pro Polfigur durchgeführt worden. Der Nachteil der geringen Intensität für die Zinkphase wird durch die hohe Meßpunktdichte gemildert, so daß auch die Polfiguren mit sehr geringen absoluten Intensitäten für die weitere Auswertung benutzt werden können. Tabelle 28 gibt die charakteristischen Daten der Messungen wieder, wie zum Beispiel die Zahl der Meßpunkte, die Meßzeit pro

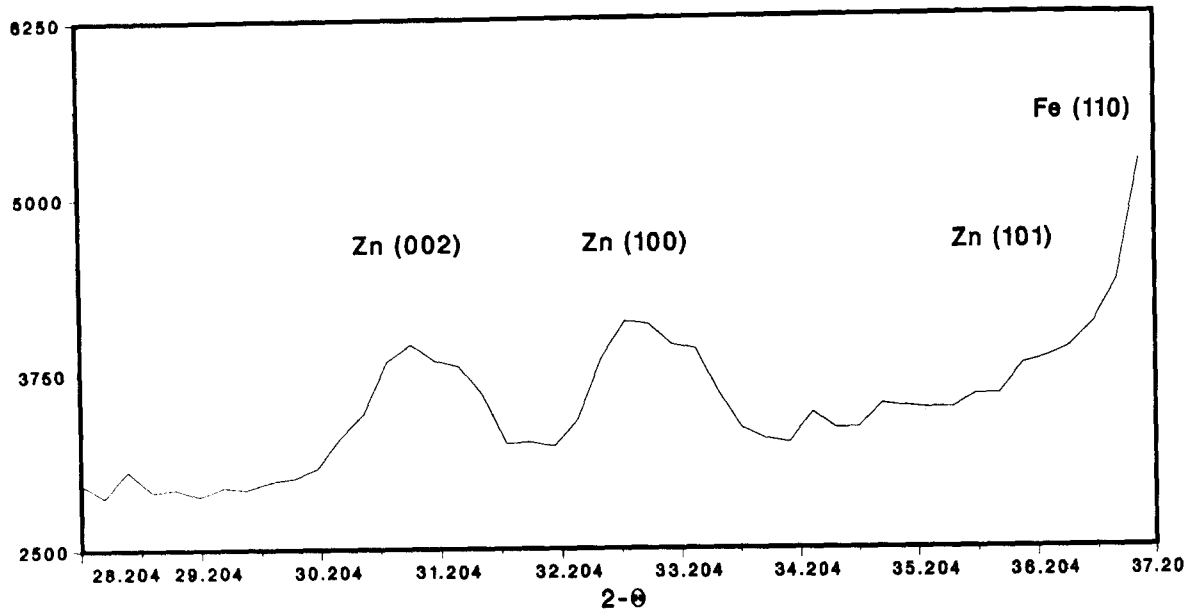


Abb. 69: Neutronendiffraktogramm mit den Zinkreflexen (0002),  $(10\bar{1}0)$  und  $(10\bar{1}1)$

Meßpunkt, maximale und minimale Intensität in der Polfigur ( $I_{max}$ ,  $I_{min}$ ) sowie der maximale und minimale Untergrundwert ( $BG_{max}$ ,  $BG_{min}$ ).

Tab.28: Daten der Texturmessung Zn-Schicht auf Eisen

Phase	hkl	Punkte	Zeit (pro Pkt)	$I_{max}$	$I_{min}$	$BG_{max}$	$BG_{min}$
Zn	0002	1368	80 sec.	966	494	557	506
	$10\bar{1}0$	1368	120 sec.	1210	750	809	768
	$10\bar{1}1$	1368	85 sec.	2381	495	551	475
	$10\bar{1}3/11\bar{2}0$	1368	85 sec.	799	527	552	502
Fe	110	1368	6 sec.	4848	105	50	36
	200	1368	8 sec.	1606	55	75	44
	211	1368	10 sec.	2687	296	107	61

### 5.3.2 Datenauswertung

Die Datenauswertung beider Phasen, Zink und Eisen, wurde mittels der iterativen Reihenentwicklungsmethode durchgeführt. In Abbildung 70 ist die gemessene (110) Polfigur von Eisen der rückgerechneten gegenübergestellt.

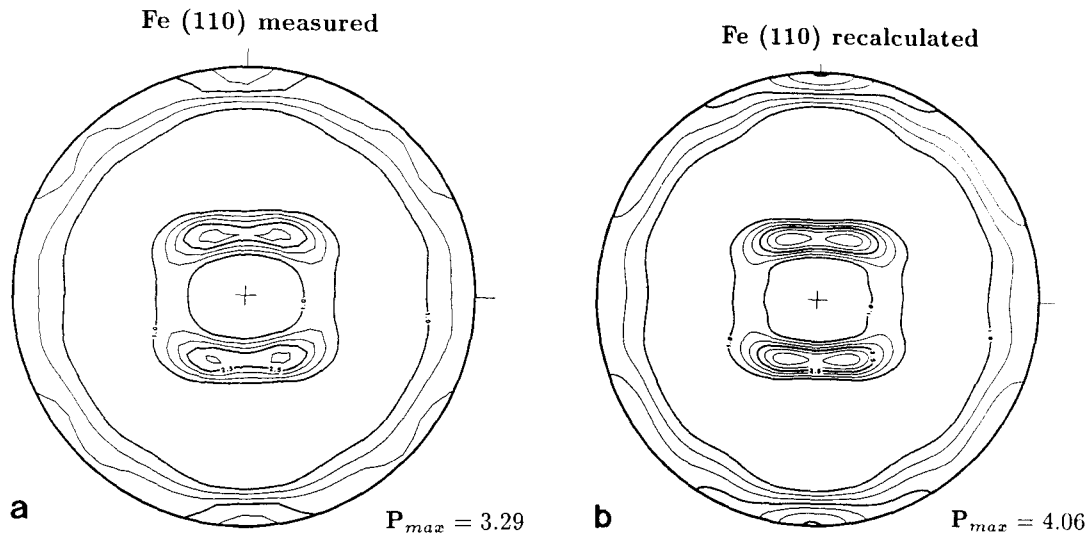


Abb. 70a: Eisen Polfigur (110) gemessen

Abb. 70b: Eisen Polfigur (110) rückgerechnet

Die vollständige ODF wurde mit den in Tabelle 28 enthaltenen Fe-Reflexen und einem Reihenentwicklungsgrad von  $L_{max}=23$  berechnet. Wie Abbildung 70 zeigt, gibt es eine sehr hohe Übereinstimmung zwischen der gemessenen und der berechneten Fe (110) Polfigur. Dies trifft auch auf die anderen gemessenen Fe Polfiguren zu. Das bedeutet, daß die Zinkschichten dieser lamellaren Probe keinen Einfluß auf die Texturmessung des Eisens also des Substrates haben. Dies hängt im wesentlichen mit der hohen Transmission der Neutronen zusammen, so daß anisotrope Absorption, wie im Falle der Röntgenbeugung bei solchen Probenstrukturen beobachtet (Bunge 1986), vernachlässigt werden kann.

Im Falle der Berechnung der Zinktextur sind die zwei separaten Reflexe (0002) und (10 $\bar{1}$ 0) sowie die überlappenden Reflexe (10 $\bar{1}$ 3) und (11 $\bar{2}$ 0) benutzt worden. Zufriedenstellende Ergebnisse konnten mit einem Reihenentwicklungsgrad von  $L_{max}=17$  für die vollständige ODF-Analyse sowie einem regellosen Anteil von  $RTC=0.50$  (RTC - random texture component siehe Dahms 1992b) erzielt werden. Als Beispiel sind die (0002) Polfiguren der Zinkschicht, gemessen und berechnet, in Abbildung 71 dargestellt. Auch in diesem Fall kann eine hohe Übereinstimmung der beiden Polfiguren festgestellt werden.

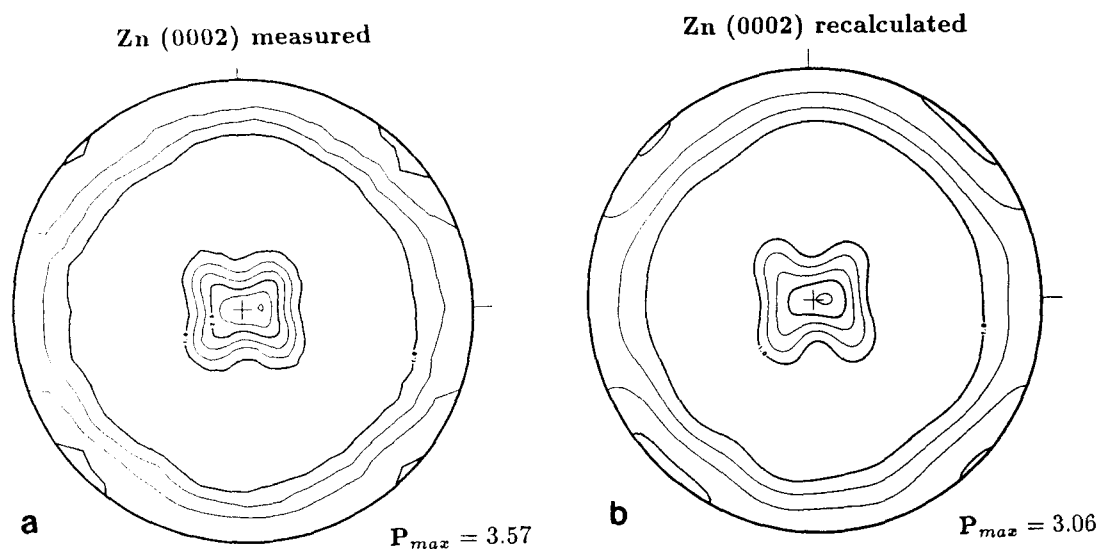


Abb. 71a: Zink Polfigur (0002) gemessen

Abb. 71b: Zink polfigur (0002) rückgerechnet

Die Orientierungsverteilungen  $f(g)$  für beide Phasen, dem Eisensubstrat und der elektrolytischen Zinkschicht, sind in Abbildung 72 dargestellt. Ein Vergleich der erzielten Ergebnisse mit früheren Untersuchungen von Vlad et al. (1988) zeigen sehr gute Übereinstimmungen. Die Eisentextur besteht im wesentlichen aus einer unvollständigen  $\langle 111 \rangle$  Fasertextur. Dies kann sehr deutlich an der nicht meßbaren (111) Polfigur sowie an der inversen Polfigur in Normalenrichtung erkannt werden. In Abbildung 73a ist die rückgerechnete (111) Polfigur des Eisens und in Abbildung 73b ist die entsprechende inverse Polfigur dargestellt. Die Textur der Zinkschicht kann mittels zwei Komponenten erklärt werden. Komponente 1 zeigt eine  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Diese Komponente repräsentiert die erste Bildung von Zink auf Eisen welche von Vlad et al. als Legierungsschicht bezeichnet wird. Die zweite Komponente ist die erwünschte Fasertextur nach der Basisfläche.

Zusammenfassend zu diesem Beispiel der Texturanalyse mittels Neutronenbeugung läßt sich festhalten, daß die Neutronendiffraktometrie die quantitative Texturbestimmung von Zinkschichten auf Eisensubstraten ermöglicht. Die Methode ist bedingt zerstörungsfrei. Das heißt konkret, daß die Zinkschicht nicht abgetragen werden muß um das Substrat zu untersuchen. Eine Abschätzung der Mindesdicke der dünnen Schicht, die mit dieser Methode untersucht werden kann, kann nicht gegeben werden. Die Mindesdicke ist sehr stark von der Textur der Schicht und von Reflektivität des Schichtmaterials abhängig. Sowohl die Textur als auch die Reflektivität beeinflussen das Peak/Untergrund-Verhältnis stark. Deshalb kann abschließend festgehalten werden, daß bei einer scharfen Textur die Mindesdicke der Schicht kleiner sein kann als bei einer relativ schwachen Textur. Die untersuchte Probe ist vergleichsweise schwach geregelt.

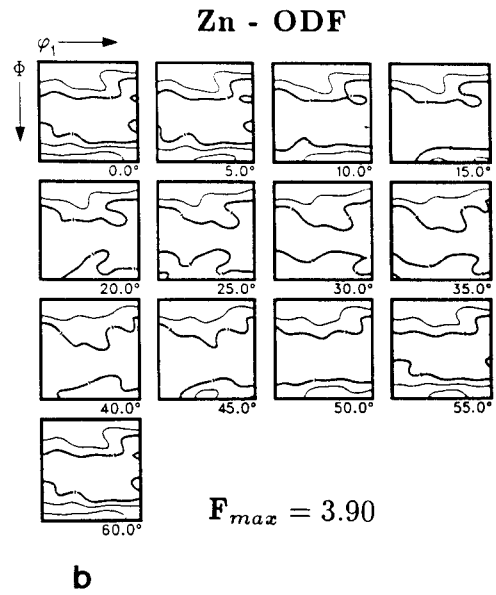
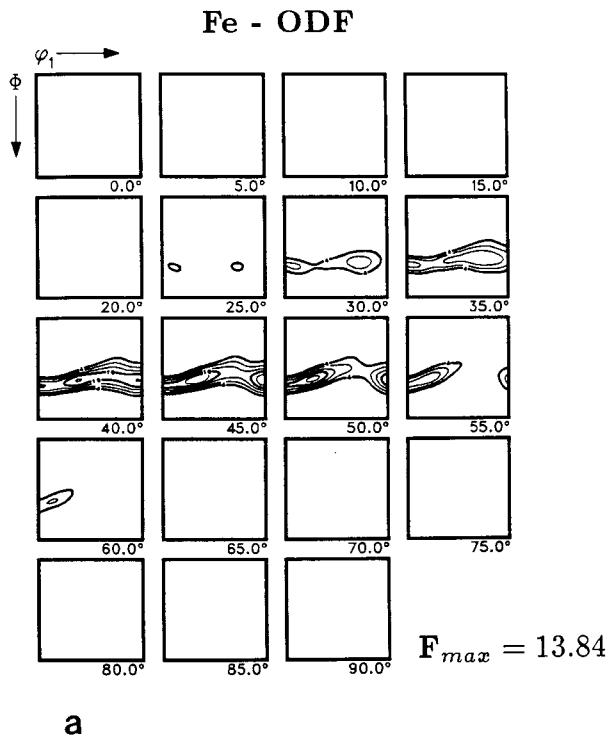


Abb. 72a: ODF von Eisen

Abb. 72b: ODF von Zink

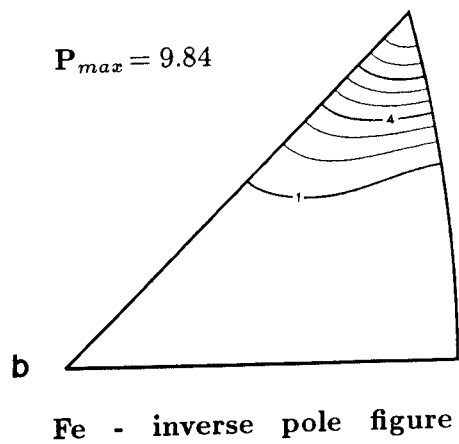
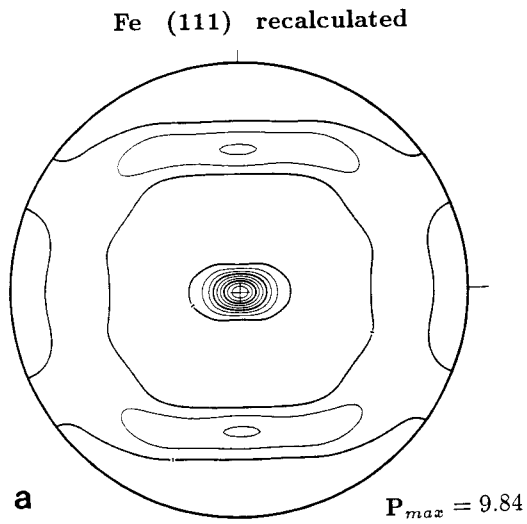


Abb. 73a: Eisen Polfigur (111) rückgerechnet

Abb. 73b: Inverse Polfigur von Eisen



## 6.0 Zusammenfassung

Die Textur ist eine der wesentlichen Kenngrößen zur Beschreibung von polykristallinen Materialien aus den unterschiedlichsten Bereichen (Material- und Werkstoffkunde, Keramik, Geowissenschaften, Biologie und Polymerchemie). Im Rahmen der experimentellen Texturanalytik hat die neutronographische Polfigurmessung einen festen Platz für viele Fragestellungen gewonnen und wird als Ergänzung zu anderen Texturbestimmungsmethoden insbesondere aber als Ergänzung zur röntgenographischen Polfigurmessung eingesetzt. Die Vorteile der Neutronenstrahlung sind im wesentlichen durch die hohe Transmission gegeben, so daß eine Reihe von Texturprojekten bevorzugt oder nur mit Neutronen durchgeführt werden können.

- Bestimmung der Globaltextur großvolumiger Proben
- Texturbestimmung von grobkörnigen Materialien
- Texturbestimmung von Mehrphasensystemen
- Texturbestimmung von Komponenten mit geringem Volumenanteil
- Texturbestimmung von niedrigsymmetrischen linienreichen Substanzen
- Textur- und Gefügeuntersuchung an identischem Probenmaterial
- Texturbestimmung von Substrat und Oberfläche an einer Probe
- Messung vollständiger Polfiguren
- Texturmessung mit geringen Korrekturen und hoher Genauigkeit
- Texturbestimmung von gekapseltem Probenmaterial
- Texturbestimmung von Proben mit unebenen Oberflächen
- Lokale Texturbestimmung in kompakten Proben
- Texturbestimmung von extrem schwach geregelten Materialien
- In situ Untersuchung von Texturkinetik
- Magnetische Texturbestimmung
- Hochtemperaturtexturbestimmung
- Tieftemperaturtexturbestimmung

Seit der ersten neutronographischen Texturbestimmung 1953 durch Brockhouse sind zahlreiche Veröffentlichungen erschienen, die die Vorteile der neutronographischen Texturbestimmung beschreiben. Die in dieser Arbeit dargestellten Besonderheiten der Neutronenstrahlung sowie die apparativen, experimentellen und mathematischen Weiterentwicklungen in der neutronographischen Texturanalytik haben zu einer stetig steigenden Nachfrage nach Neutronentexturmeßzeit geführt. Neutronentexturmessungen werden an vielen Forschungszentren der Welt durchgeführt.

## 7.0 Literatur

- M.-A. Albertini, T. Bandin, J.C. Guezon, R. Penelle (1991)  
Texture study of naturally deformed quartzites from the Betic Cordilleras (Spain)  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 371-376.
- L.E. Alexander, H.P. Klug (1948)  
Basic aspects of X-ray absorption in quantitative diffraction of powder mixtures  
Anal. Chem. 20, 886-889.
- D.R. Allen, C.M. Sayers (1981)  
Neutron scattering studies of textures in mild steel  
NDT Int. 14, 263-269.
- A.M.V. de Azevedo (1978)  
Determination of crystalline textures in aluminium-uranium alloys by neutron diffraction  
IEA-DT-16
- A.M.V. de Azevedo, C.B.R. Parente (1978)  
Textures of hot-rolled aluminium-uranium alloys measured by neutron diffraction  
Acta Crystallogr. A34, S385.
- G.E. Bacon (1963)  
Applications of Neutron Diffraction in Chemistry  
Pergamon Press Oxford
- G.E. Bacon (1975)  
Neutron Diffraction  
Clarendon Press Oxford
- P. Bankwitz, M. Betzl, L.P. Drechsler, K. Feldmann, L. Fuentes, H. Kaempf, S. Matthies, K. Walther (1984)  
Investigation of preferred orientations of the quartz crystallites in granulite rocks by neutron time-of-flight diffraction  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 473-478.
- J. Baumann (1986)  
Texturuntersuchungen an pulverförmigen Mineralgemischen mit Hilfe von Neutronenstreuung  
Diplomarbeit Techn. Univ. Clausthal Institut f. Mineralogie (unveröffentlicht).
- P.A. Beaven, J.S. Wu, B. Dogan, Ch. Hartig, J. Seeger, R. Wagner (1990)  
Entwicklung von intermetallischen Verbindungen für neue Hochtemperaturwerkstoffe  
GKSS Jahresbericht 1989, 49- 61.
- A.V. Belushkin (1991)  
Neutron experimental facilities at JINR - user guide -  
Joint Institut for Nuclear Research, Dubna,(USSR).
- G. Bermig, J. Tobisch, H.-G. Brokmeier, K. Wurzwallner (1992)  
Texture of uniaxial compressed two-phase titan-aluminides  
Materials Science Forum 133-136, 555-560.

- M. Betzl, L.P. Drechsler, K. Feldmann, L. Fuentes, K. Hennig, K.H. Kleinstück, S. Matthies, W. Matz, J. Tobisch, K. Walther (1984)  
Progress in neutron time-of-flight texture studies at pulsed reactor IBR-30  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk , 753-758.
- M. Betzl, E.N. Vlasova, N.B. Djakonova, V.I. Matorin (1987)  
Effect of structural transformation on the texture of Ni Fe base alloys  
Cryst. Res. Technol. 22, 1249.
- H. Blank, B. Maier (1988)  
Guide to neutron research facilities at the ILL  
Institut Max von Laue - Paul Langevin Grenoble, Frankreich
- W. Böcker (1992)  
Verformungsverhalten zweiphasiger metallischer Verbundwerkstoffe  
Dissertation Technische Universität Clausthal.
- W. Böcker, H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge (1988)  
Neutron diffraction determination of texture development two-phase alloys  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 959-964.
- A. Böcker, H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge (1991)  
Determination of preferred orientation textures in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ceramics  
J. European Ceramic Soc. 8, 187- 194.
- B. Brehler, H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge, P.I. Welch (1980)  
Texturbestimmung an mittel -grobkörnigen Salzgesteinen  
HMI-B 332, 148-152.
- B.N. Brockhouse (1953)  
The initial magnetization of nickel under tension  
Can. J. Phys. 31, 339-355.
- H.-G. Brokmeier (1983)  
Texturuntersuchungen an natürlichen und experimentell verfestigten Halit-Gesteinen mit Neutronen- und Wolfram  $K_\alpha$ -Strahlung  
Dissertation Technische Universität Clausthal
- H.-G. Brokmeier (1989)  
Neutron diffraction texture analysis of multi-phase systems  
Textures Microstruc. 10, 325- 346.
- H.-G. Brokmeier (1991a)  
Neutron diffraction texture analysis, in: Advances and Application of Quantitative Texture Analysis ed. H.J. Bunge, C. Esling  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel, 73- 88.
- H.-G. Brokmeier (1991b)  
Quantitative phase analysis of textured materials  
Materials Science Forum 79, 67-72.

- H.-G. Brokmeier (1991c)  
Compression texture of powdered rock-salt  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 377-381.
- H.-G. Brokmeier (1993a)  
Texture analysis of a zinc layer on a steel substrate using neutron diffraction  
Textures Microstruct. 21, 71-78, 1993.
- H.-G. Brokmeier (1993b)  
Texture analysis of a zinc layer on a steel substrate using neutron diffraction  
Materials Science Forum 133-136, 403-408.
- H.-G. Brokmeier (1993c)  
Experimental textures of Al-Pb, Al-Cu and Fe-Cu metal-metal composites  
Materials Science and Engineering A175, 131-139, 1994.
- H.-G. Brokmeier, W. Böcker, H.J. Bunge (1988)  
Neutron diffraction texture analysis in extruded Al-Pb composites  
Textures Microstruc. 8/9, 429- 441.
- H.-G. Brokmeier, B. Brehler (1982)  
Neutronenbeugungsguntersuchungen zur Bestimmung von Steinsalztexturen  
HMI-B 370, 165-160
- H.-G. Brokmeier, B. Brehler (1984)  
Texturbestimmung eines Anhydritgängchens in einer grobkristallinen Halitmatrix und  
Vergleich mit der Matrixtextur  
HMI-B 412, 226-229
- H.-G. Brokmeier, B. Brehler (1986)  
Röntgenographische Mengenbestimmung von Steinsalz und Anhydrit  
Fortschr. Mineral. Beih. 1 64, 23.
- H.-G. Brokmeier, B. Brehler, H.J. Bunge (1981)  
Texture analysis of natural rock-salt by neutron diffraction  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, Topic 6.
- H.-G. Brokmeier, B. Brehler, H.J. Bunge, P.I. Welch (1980)  
Texturbestimmung an mittel -grobkörnigen Salzgesteinen  
HMI-B 332, 148-152.
- H.-G. Brokmeier, B. Brehler, G. Rakuttis, A. Haase (1988)  
Tungsten  $K_{\alpha}$ -radiation for texture analysis of coarse-grained rock-salt  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 235-240.
- H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge (1988)  
Neutron diffraction texture analysis of 1 Vol.% Cu in aluminium  
Textures Microstruc. 10, 1- 8.
- H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge (1988b)  
Neutronographic texture analysis of KTB samples (ARGE 5 )  
GKSS Bericht 88/E/25.

- H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge, B. Brehler, R. Wagner, P. Wille (1987a)  
Texturmessungen am FRG-1 (Arbeitsbericht 1985)  
GKSS-Bericht 87/E/42.
- H.-G. Brokmeier, H.J. Bunge, A. Wedel, K. Weber (1987)  
Texturuntersuchungen an Lherzolith mittels Neutronenbeugung  
Fort. Mineral. 65 Bh 1, 30.
- H.-G. Brokmeier, M. Dahms, W. Böcker, H.J. Bunge (1987b)  
Texture of extruded Al-Cu fibre composites, in Mechanical and Physical Behaviour of  
Metallic and Ceramic Composites ed. S.I. Anderson, H. Lilholt, O.B. Petersen  
Risø National Laboratory, Roskilde (DK) 309-314.
- H.-G. Brokmeier, R.C.M.W. Franssen, M. Dahms (1988)  
Texturuntersuchungen an simple shear verformten Steinsalzen  
Fort. Mineral. 66 Bh 1., 17.
- H.-G. Brokmeier, H.A. Graf (1988)  
The influence of the measurement mesh on pole figure measurement by neutron diffrac-  
tion, Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 223-228.
- H.-G. Brokmeier, F. Heinicke, H.J. Bunge, C. Ritter (1990)  
Quantitative texture analysis of quartz using neutron diffraction  
KTB-Report 89-3, 408.
- H.-G. Brokmeier, M. Klatt (1991)  
Zur Phasenentwicklung pulvermetallurgisch hergestellter Ti-Aluminide  
Z. Kristallogr. Supplement 3, 35.
- H.-G. Brokmeier, M. Klatt, M. Dahms, C. Ritter, V. Wagner (1991)  
Texture of a 1h 800°C treated Ti-Al composite  
Textures Microstruc. 14, 501- 506.
- R.M. Brugger (1976)  
A single crystal silicon thermal neutron filter  
Nuclear Instruments and Methods 135, 289-291.
- M.J. Buerger (1977)  
Kristallographie  
de Gruyter Verlag Berlin.
- H.J. Bunge (1965)  
Zur Darstellung allgemeiner Texturen  
Z. Metallkunde 56, 872-874.
- H.J. Bunge (1969)  
Mathematische Methoden der Texturanalyse  
Akademie Verlag Berlin.
- H.J. Bunge (1982a)  
Texture Analysis in Materials Science  
Butterworths Verlag London

- H.J. Bunge (1982b)  
Experimental Techniques, in: Quantitative Texture Analysis ed. H.J. Bunge, C. Esling  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel 85-128.
- H.J. Bunge (1982c)  
General outline and series expansion method, in: Quantitative Texture Analysis  
ed. H.J. Bunge, C. Esling  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel 1-72.
- H.J. Bunge (1986)  
Anisotropic absorption in multiphase texture analysis, in: Experimental Techniques of  
Texture Analysis ed. H.J. Bunge  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel 395-402.
- H.J. Bunge (1988a)  
Fifty years textures in research and practice  
Textures Microstruc. 8/9, 55-78.
- H.J. Bunge (1988b)  
Calculation and representation of complete ODF Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe,  
69-78.
- H.J. Bunge (1989a)  
Advantages of neutron diffraction in texture analysis  
Textures Microstruc. 10, 265-308.
- H.J. Bunge (1989b)  
Texture and magnetic properties  
Textures Microstruc. 11, 75-92.
- H.J. Bunge, M. Dahms, H.-G. Brokmeier (1989)  
The determination of integrated intensities from polycrystalline samples with preferred  
orientations  
Cryst. Rev. 2, 67-88.
- H.J. Bunge, D. Schleusener, D. Schläfer (1974)  
Neutron diffraction texture studies of the recrystallization textures in cold-rolled low-C  
steel.  
Metal Sci. 8, 413-423.
- H.J. Bunge, J. Tobisch (1968)  
Bestimmung der Walztextur des Kupfers mit Hilfe der Neutronenbeugung  
Z. Metallkunde 59, 471-475.
- H.J. Bunge, J. Tobisch (1972)  
Texture transition in alpha-brass determined by neutron diffraction  
J. Appl. Crystallogr. 5, 27-40.
- H.J. Bunge, J. Tobisch, W. Sonntag (1971)  
Development of the rolling texture in Cu measured by neutron diffraction  
J. Appl. Crystallogr. 4, 303-310.

- H.J. Bunge, H.R. Wenk, J. Pannetier (1982)  
Neutron diffraction texture analysis using a  $2\theta$ -position sensitive detector  
Textures Microstruc. 5, 153- 170.
- J. Chadwick (1932)  
Possible existence of a neutron  
Nature 129, 312.
- C. Caglioti, A. Paoletti, F.P. Ricci (1958)  
Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutrons  
Nucl. Instruments 3, 223-228.
- S. Chen (1988)  
Microstructural analysis of intermetallic TiAl(Nb)-compunds prepared by arc melting  
an dby powder metallurgy  
Dissertation Technische Universität Hamburg Harburg, GKSS Report 88/E/32.
- C.S. Choi, H.J. Prask, S.F. Trevino (1979)  
Non-destructive investigations of texture by neutron diffraction  
J. Appl. Cryst. 12, 327- 331.
- C.S. Choi, H.J. Prask (1985)  
Texture of extruded uranium alloy by neutron diffraction  
J. Appl. Crystallogr. 18, 413-418.
- A. Cles (1980)  
Neutron Diffraction studies of texture in metals and structure of industrial graphites.  
Final report  
IAEA-R-1398-F
- P. Convert, J.B. Forsyth (1983)  
Position sensitive detection of thermal neutrons  
Academic Press London.
- R. Currat und R. Pynn (1979)  
Phonons and Structural Phase Transition  
in: Treatise on Materials Science and Technology Vol. 15 Neutron Scattering  
ed. G. Kostorz  
Academic Press London, 132-189.
- H. Dachs (1978)  
Principles of neutron diffraction, in: Neutron Diffraction ed. H. Dachs  
Springer-Verlag Berlin.
- M. Dahms (1989)  
Formation of titanium aluminides by heat treatment of extruded elemental powders  
Materials Science and Engineering A110, L5-L8.
- M. Dahms (1992a)  
The Iterative Series Expansion Method for Quantitative Texture Analysis  
- Part II: Applications  
J. Appl. Cryst. 25, 258- 267.

M. Dahms (1992b)

Introduction of the phone-concept into pole figure inversion using the iterative series expansion method

Textures Microstruc. 19, 169- 174.

M. Dahms (1993)

Privatmitteilung

M. Dahms, H.-G. Brokmeier, H. Seute, H.J. Bunge (1987)

Quantitative texture analysis in multiphase materials with overlapping Bragg-reflections, in: Mechanical and Physical Behaviour of Metallic and Ceramic Composites ed. S.I.

Anderson, H. Lilholt, O.B. Petersen

Risø National Laboratory, Roskilde (DK) 327-332.

M. Dahms, H.J. Bunge (1988)

A positivity method for the determination of complete orientation distribution functions

Textures Microstruc. 10, 21-35.

M. Dahms, H.J. Bunge (1989)

The iterative series-expansion method for quantitative texture analysis.

I. General outline.

J. Appl. Cryst. 22, 439-447.

B.F. Decker, E.T. Asp, D. Harker (1948)

Preferred orientation determination using a Geiger counter X-ray diffraction goniometer

J. Appl. Phys. 19, 388- 392.

Deutsches Atomforum eV (1991)

Forschungsreaktoren und Bestrahlungstechniken

Inforum Verlag Bonn.

M.J. Dickson (1969)

The significance of texture parameters in phase analysis by X-ray diffraction

J. Appl. Cryst. 2, 176- 180.

D.J. Dingley, V. Randle (1992)

Microtexture determination by electron back-scatter diffraction

J. Mat. Science 27, 4545- 4566.

L.P. Drechsler, K. Feldmann, A. Frischbutter, K. Walther (1988)

Neutronographic fabric analysis of quartz in naturally deformed gneiss

Textures Microstruc. 8/9, 737-750.

J.O. Eder, R. Kelmencic (1975)

Textures of cold-rolled pure Al measured by neutron diffraction and X-ray diffraction

J. Appl. Crystallogr. 8, 628-635.

P.A. Egelstaff (1965)

Thermal neutron diffraction

Academic Press London.



- F. Elf, W. Schäfer, S. Höfler, G. Will (1990)  
Texture investigation at low temperature by neutron diffraction shown on the example TbAg  
Textures Microstruc. 13, 55-58.
- W.M. Elsasser (1936)  
Comptes Rendus Acad. Sci. Paris 202,1029-1030.
- R. Emmermann, H.-G.Dietrich, M. Heinisch,Th. Wöhl (1988)  
Tiefbohrung KTB Oberpfalz VB - Ergebnisse der geowissenschaftlichen Bohrungsarbeiten im KTB-Feldlabor - Teufenbereich von 0-480 m  
KTB-Report 88/1
- R. Emmermann, J. Lauterjung, A. Stroh (1989)  
Das lithostratigraphische Profil der KTB-Vorbohrung bestimmt durch röntgenographische Phasenanalyse von Bohrklein  
KTB-Report 89/3, 152-164.
- A. Ertel, M. Betzl, P. Paufler, W. Voitus (1987)  
Application of neutron diffraction methods to texture studies on natural rock salt  
Cryst. Res. Techn. 22,209.
- A. Ertel, H. Kämpf, M. Betzl (1987)  
Texture investigations of natural rock salt using neutron diffraction  
Geologica Carpathica 38,3.
- T. Eschner (1992)  
Texture investigations by means of model functions  
Materials Science Forum 133-136, 139-144.
- C. Esling, F. Wagner, R. Baro, M. Englander (1978)  
Textures of iron oxides and topotactical relationships  
Proceedings ICOTOM 5 Aachen, 221-230.
- S.R. Mac Ewen, N. Christodoulou, C. Tome, J. Jackman, T.M. Holden, J. Faber Jr., R.L. Hitterman (1988)  
The evolution of texture and residual stress in zircaloy  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 825-836.
- K. Feldmann (1989)  
Texture investigations by neutron time-of-flight diffraction  
Textures Microstruc. 10, 309- 324.
- K. Feldmann, E. Bankwitz, P. Bankwitz, W. Kleinsteuber, W. Voitus, K. Walther (1991)  
Quartz fabric and microstructural analysis of mylonites from the Elbe zone  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 397-402.
- K. Feldmann, M. Betzl, A. Andreeff, K. Henning, K. Kleinstück, W. Matz (1980)  
Comparison of quantitative texture analysis results from time-of-flight and conventional neutron diffraction. Texture Cryst. Solids 4, 1- 11.
- K. Feldmann, M. Betzl, K. Walther, W. Matz (1981)  
Quantitative Analysis of fibre texture of zirconium by time-of-flight neutron diffraction  
Cryst. Res. Technol. 16, 1165-1172.

- A. Filhol, J.-Y. Blanc, A. Antoniadis, J. Berruyer (1988)  
ABFfit for the VAX  
ILL-Report 88FI05T.
- A.K. Freund (1983)  
Cross-sections of materials used as neutron monochromators and filters  
Nuclear Instruments and Methods 213, 495-501.
- A.K. Freund, S. Jönsson (1983)  
Development of beryllium single crystals for neutron monochromators  
ILL-Report 83 FR T
- A.K. Freund, H. Friedrich, W. Nistler, R. Scherm (1985)  
Neutron transmission properties of perfect silicon crystals  
Nuclear Instruments and Methods A234, 116-121.
- H.J. Franzke, M. Betzl, K. Helming, W. Voitus (1988)  
Texture investigations on fluorite vein structure by neutron diffraction  
Z. geol. Wiss. Berlin 16, 465.
- G. Frommeyer, P. I. Welch, W. Skrotzki (1981)  
Extended plasticity and fibre texture in axisymmetrically deformed ionic polycrystals  
with NaCl structure  
Proceeding ICOTOM 6 Tokio, 1032-1037
- L. Fuentes (1985)  
Neutron texture investigations of hard magnetic Mn-Al bars  
Cryst. Res. Technol. 20, 179-187.
- H. Fuess (1979)  
Modern Physics in Chemistry ed. E. Fluck und V.I. Goldanski  
Academic Press London, 1-193.
- H. Gertel (1992)  
Untersuchungen zum Texturverhalten stranggepreßter Al-Cu Verbundwerkstoffe in  
Abhängigkeit vom pulvermetallurgischen Herstellungsprozeß  
Dissertation Technische Universität Clausthal.
- H. Gertel, M. Klatt, H.-G. Brokmeier, V. Wagner (1988)  
Neutronentexturmessungen am FMRB-Teturmessungen an Al 5Vol%C-  
PTB-Jahresbericht Braunschweig.
- G. Gottstein (1988)  
Automatic Microtexture Determination with Synchrotron Radiation  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 195-202.
- W. Gläser (1973)  
Einführung in die Neutronenphysik  
Karl Thieme Verlag München.
- H.A. Graf (1980)  
The guest diffractometer at the beam tube D1S  
HMI-Report 332, 110- 127.

- E. Grant, N. Hansen, D. Juul Jensen, B. Ralph, W.M. Stobbs (1988)  
Texture and microstructure development during grain growth in copper  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 711-716.
- E. Grant, D. Juul Jensen, B. Ralph (1986)  
A determination of the texture of a directionally solidified sample of high-purity copper  
J. Mater. Sci. 21, 1688-1692.
- E. Grant, D. Juul Jensen, B. Ralph, N. Hansen (1984)  
Texture development during grain growth in pure copper  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 239-244.
- S.C. Gupta, S.K. Sikka, R. Chidambaram (1985)  
On the orientation relation between alpha and omega phases in zirconium by texture studies using neutron diffraction method  
Scr. Metall 19, 1167-1169.
- F. Haefßner (1968)  
Verfahren zur Texturbestimmung  
in: Textures in Research and Practice ed. J. Grewen and G. Wassermann  
Springer-Verlag Berlin, 1- 23.
- N. Hansen, B. Bay, D. Juul Jensen, T. Leffers (1985)  
Effect of grain size on the microstructure and texture of cold-rolled aluminium  
Proceedings Strength of Metals and Alloys, Pergamon Press Oxford, 317-322.
- N. Hansen, D. Juul Jensen (1986)  
Deformation and recrystallization textures in commercially pure aluminium  
Metall. Trans. 17A, 253-259.
- N. Hansen, T. Leffers, J.K. Kjems (1981)  
Recrystallization kinetics in copper investigated by in situ texture measurements by neutron diffraction  
Acta Met. 29, 1523- 1533.
- F. Heinicke (1991)  
Das Programmpaket PPF (PPF - Plot Pole Figures)  
unveröffentlicht
- F. Heinicke, H.-G. Brokmeier, M. Dahms, H.J. Bunge, J. Pannetier, C. Ritter, H. de Wall (1991)  
Textures of paragneisses from the KTB drilling site, NE Bavaria (FRG)  
Textures Microstruc. 14, 403- 408.
- F. Heinicke, H. de Wall (1992)  
Gefügeuntersuchungen an Paragneisen aus der KTB-Vorbohrung  
KTB-Report 92-4, 43 - 66.
- F. Heinicke, H. de Wall, H.-G. Brokmeier, C. Ritter (1990)  
Texture and shape fabric  
KTB-Report 90-4, 512.

- J.L. Heizmann, A. Vadon, D. Schlatter, J. Bessieres (1989)  
Texture analysis of thin films and surface layers by low incidence angle X-ray diffraction  
Advances in X-ray Analysis 32, 285-292.
- K. Helming, B. Leiss, S. Sigismund, W. Voitus, K. Walther, K. Weber (1992)  
Bestimmung von Gesteinstexturen  
Beitrag zum Arbeitstreffen des BMFT-Verbundes Forschung mit Neutronen  
Bad Schandau (unveröffentlicht)
- K. Helming, T. Eschner (1990)  
A new approach to texture analysis of multiphase materials using a texture component model  
Cryst. Res. Technol. 25, K203-K208.
- K. Helming, S. Matthies, G.W. Vinel (1988)  
ODF representation by means of  $\sigma$ -sections  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 55-60.
- K. Helming, A.N. Nikitin, K. Walther (1991)  
Neutron texture investigation of a meteor  
Proceeding ICOTOM 9 Avignon, 279-282.
- K. Hennig, A. Mücklich, I.I. Novikov, V.K. Portnoy, V.M. Ilenko, S. Matthies (1984)  
Study of superplasticity of Al-5Ca-5Zn via neutron texture analysis  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 499-502.
- A.W. Hewat (1992)  
Neutron Powder Diffraction and Oxide Superconductors  
Mater. Sci. Forum 79-82, 529-538.
- R.J. Hill, C. Howard (1987)  
Quantitative phase analysis from neutron powder diffraction data using the rietveld method  
J. Appl. Cryst. 20, 467-474.
- S. Höfler, W. Schäfer, G. Will (1986)  
Texture measurements at the neutron diffractometer in Jülich, in: Experimental Techniques of Texture Analysis ed. H.J. Bunge  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel, 241-251.
- S. Höfler (1989)  
Texturanalyse von Metallen und Mineralien und Bestimmung von Meteorit-Mikrostrukturen mit Neutronenbeugung  
Dissertation Univ. Bonn
- S. Höfler, G. Will, H.M. Hamm (1988)  
Neutron diffraction pole figure measurements on iron meteorites  
Earth and Planetary Science Letters 90, 1-10.
- T.M. Holden, R.R. Hosbons, J.H. Root, E.F. Ibrahim (1988)  
Neutron diffraction measurements of strain and texture in welded Zr-2.5wt.%Nb tube  
Proceeding MRS Fall Meeting Boston

- S.C Huang, E.L. Hall, M.F.X. Gigliotti (1987)  
High temperature ordered intermetallic alloys II  
MRS Symposium Boston, Ma, USA, Vol. 81, 481- 486.
- D.J. Hughes, R.B. Schwartz (1958)  
Neutron cross sections  
BNL-Report 325.
- G. Ibe, J. Penkava (1983)  
Warmfeste Werkstoffe auf der Basis intermetallischer Verbindungen des Aluminiums  
BMFT-Abschlußbericht (01ZGO89).
- G. Ibe, J. Penkava (1985)  
Warmfeste Werkstoffe auf der Basis intermetallischen Verbindung TiAl  
BMFT-Abschlußbericht (01ZGO7A2).
- International Tables for X-ray Crystallography Vol. III (1985)  
D. Reidel Publishing Company, Dordrecht (NL).
- International Tables for X-ray Crystallography Vol. III (1974)  
Kynoch Press Birmingham (GB).
- T.I. Ivankina, A.N. Nikitin, W. Voitus, K. Walther (1991)  
Texture analysis and investigations of piezoelectric properties of natural quartz  
Proceeding ICOTOM 9 Avignon, 421-429.
- Izyumov, Y.A. und Ozerov, R.P. (1970)  
Magnetic Neutron Diffraction  
Plenum Press New York.
- Jacrot, B. (1986)  
Neutrons in Biology, in: Fifty Years of Neutron Diffraction ed. G.E. Bacon  
Adam Hilger Bristol, 202-210.
- E.M. Jansen (1990)  
Experimentelle Deformation von natürlichen, polykristallinem Chalkopyrit bei  
Temperaturen bis 450°C und Verformungsraten von  $10^{-5}$  bis  $10^{-8}$  unter besonderer  
Berücksichtigung der entstehenden Texturen  
Dissertation RWTH Aachen
- E. M. Jansen, P. Merz, H. Siemes, G. Will (1991a)  
Interpretation of preferred orientation in naturally and experimentally deformed  
chalcopyrite ores by neutron diffraction texture analysis  
Textures Microstruc. 14, 431- 436.
- E. M. Jansen, P. Merz, H. Siemes, G. Will (1991b)  
Interpretation of preferred orientation in naturally and experimentally deformed  
chalcopyrite ores by neutron diffraction texture analysis  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 431-436.

- E. M. Jansen, P. Merz, H. Schaeben, W. H. Siemes, W. Schäfer, G. Will (1992)  
Determination of preferred orientation of pyrite in a chalcopyrite ore by means of neutron diffraction  
Textures Microstruc. 19, 203- 210.
- E. Jansen, W. Schäfer, G. Will (1986)  
Application of profile analysis methods in texture measurements using position-sensitive detectors, in: Experimental Techniques of Texture Analysis ed. H.J. Bunge  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel, 229-240.
- L.K. Jetter, B.S. Borie (1953)  
A method for quantitative determination of preferred orientation  
J. Appl. Phys. 24, 532- 535.
- D. Juul Jensen (1992)  
Kinetic texture measurements  
Neutron News 3, 20- 23.
- D. Juul Jensen, N. Hansen (1985)  
Effect of thermal processing on the texture and microstructure of aluminium  
Proceedings Strength of Metals and Alloys, Pergamon Press Oxford, 263-268.
- D. Juul Jensen, N. Hansen (1991)  
Texture and grain size control during annealing of an Al-SiC composite material  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 853-858.
- D. Juul Jensen, N. Hansen, F.J. Humphreys (1984)  
The development of recrystallization textures in aluminium containing large intermetallic particles followed by neutron and electron diffraction  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 251-256.
- D. Juul Jensen, N. Hansen, F.J. Humphreys (1985)  
Texture development during recrystallization of aluminium containing large particles  
Acta Met. 33, 2155-2162
- D. Juul Jensen, J.K. Kjems (1983)  
Apparatus for dynamical texture measurements by neutron diffraction using a position sensitive-detector  
Textures Microstruc. 19, 239- 251.
- J. Kajamaa (1968)  
Determination of cold rolling and recrystallization textures in copper sheet by neutron diffraction  
Trans. Met. Soc. AIME 242, 973-977.
- H. Kämpf, A. Ertel, P. Bankwitz, M. Betzl, G. Zänker (1987)  
Texturanalyse an Evaporiten der Lagerstätte Zielitz - Nachweis einer Fasertextur in Haliten  
Zeitschr. f. angew. Geologie 33, 104.
- H. Kämpf, P. Bankwitz, M. Betzl, C. Legler (1985)  
Results of neutron texture analysis of prevariscan and variscan magnetite ores of the Erzgebirge anticlinal zone  
Gerlands Beitr. Geophysik Leipzig 94, 522.

- K. Kaltenbach, S. Gama, D.G. Pinatti, K. Schulze (1989)  
A contribution to the Ti-Al phase diagram  
Z. Metallkunde 80, 511- 514 .
- M. Klatt (1990)  
Neutronen- und Röntgendiffraktometrie zur Phasen- und Texturanalyse von intermetallischen Ti-Al Verbindungen  
Diplomarbeit Univ. Hamburg Fachbereich Physik (unveröffentlicht).
- K. Kleinstück, J. Tobisch, M. Betzl, A. Mücklich, D. Schläfer, U. Schläfer (1976)  
Texturuntersuchung von Metallen mittels Neutronenbeugung  
Krist. Techn. 11, 199- 261.
- P. Klimanek, M. Betzl, G. Hötzsch, S. Matthies, A. Mücklich (1984)  
Fibre Textures in low-temperature deformation of two-phase stainless steel X5CrNiTi26.6  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 333-338.
- P. Klimanek, K.-E. Hensger, K. Kleinstück, A. Mücklich, K. Hennig (1981)  
Neutron diffraction studies of textures due to high-temperature thermomechanical treatment (HTMT) of steel  
Proceedings ICOTOM 6 Tokio, 680-689.
- P. Klimanek, A. Mücklich, K. Hennig (1981)  
Neutron diffraction studies of texture changes due to cold-rolling of two-phase stainless steel X5CrNiTi26,6  
Proceedings ICOTOM 6 Tokio, 901-910.
- H.P. Klug, L.E. Alexander (1974)  
X-ray diffraction procedures  
John Wiley New York.
- H.-J. Kopineck, H. B. Otten (1991)  
Industrial application of on-line texture measurement in: Advances and Application of Quantitative Texture Analysis ed. H.J. Bunge, C. Esling  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel, 153-166
- G. Kostorz (1979)  
Small-Angle Scattering and Its Application to Materials Science in: Treatise on Materials Science and Technology Vol.15 Neutron Diffraction ed. G. Kostorz  
Academic Press London, 227-289.
- G. Kostorz und S.W. Lovesey (1979)  
Neutron Scattering - General Introduction in: Treatise on Materials Science and Technology Vol.15 Neutron Diffraction ed. G. Kostorz  
Academic Press London, 1-67.
- A.D. Krawitz, E.F. Drake, R.L. de Groot, C.H. Vassel, W.B. Yelon (1983)  
Neutron diffraction studies of cemented carbide composites  
Proceedings Science of Hard Materials, Plenum Press New York, 72-177.
- B. Lebech, L. Sønnderberg Petersen (1989)  
Neutron scattering facilities at the research reactor DR3  
Risø National Laboratory Roskilde (Dänemark).

- R.E. Lechner, C. Riekel (1982)  
Anwendung der Neutronenstreuung in der Chemie  
Akademische Verlagsgesellschaft Wiesbaden.
- H.M. Ledbetter, R.J. Fields, R.C. Reno (1988)  
Texture in recrystallized copper rod: an ultrasonic-velocity, neutron diffraction study  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 619-623.
- H.M. Ledbetter, R.C. Reno (1988)  
Texture and dislocation effects on elastic constants of deformed copper plate  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 947-952.
- T. Leffers (1981)  
The (111) rolling texture component in brass and its relation to the formation of brass-type texture  
Proceedings ICOTOM 6 Tokio, 385-395.
- T. Leffers, D. Juul Jensen (1984)  
Correlation between texture and line width in fcc material with deformation twin lamellae  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 805-810.
- T. Leffers, D. Juul Jensen (1988)  
The early stages of the development of rolling texture in copper and brass  
Textures Microstruc. 8/9, 467-482.
- T. Leffers, D. Juul Jensen (1991)  
The relation between texture and microstructure in rolled fcc materials  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 933-952.
- H.A. Lipsitt, D. Schechtmann, R.E. Schafrik (1975)  
The deformation and fracture of TiAl at elevated temperatures  
Metall. Trans. A 6, 1991-1996.
- S.W. Lovesey (1984)  
The theory of thermal neutron scattering from condensed matter,  
Vol.1 Neutron scattering  
Oxford University Press Oxford.
- Lovesey S.W. und Springer T. (1977)  
Dynamics of Solids and Liquids by Neutron Scattering  
Springer Verlag Berlin
- B. Major (1985)  
Shear deformation in the rolling of fcc metals  
Arch. Hutn. 30, 279-293
- J.P. Mardon, M. Pernot, P. Dervin, R. Penelle (1977)  
Contribution de la diffraction neutronique a l'etude de la fonction texture d'un titane recristallise, comparaison avec la diffraction des rayons X  
J. Appl. Cryst. 10, 372-375.



- W. Marshall, S.W. Lovesey (1971)  
Theory of thermal neutron scattering  
Clarendon Press Oxford.
- S. Matthies, K. Helming, K. Kunze (1990)  
On the representation of orientation distributions in texture analysis by  $\sigma$ -sections.  
I. General Properties of  $\sigma$ -sections  
Phys. stat. sol (b) 157, 71-83.
- S. Matthies, G.W. Vinel, K. Helming (1987)  
Standard distribution in texture analysis, Vol.1  
Akademie Verlag Berlin.
- S. Matthies, G.W. Vinel, K. Helming (1988)  
Standard distribution in texture analysis, Vol.2  
Akademie Verlag Berlin.
- S. Matthies, G.W. Vinel, K. Helming (1990)  
Standard distribution in texture analysis, Vol.3  
Akademie Verlag Berlin.
- C. Mc Cullough, J.J. Valencia, C.G. Levi, R. Mehrabian (1989)  
Phase equilibria and solidification in Ti-Al alloys  
Acta met. 37, 1321- 1336.
- E.S.Meiran (1962)  
Rev. Sci. Instr. 33, 319.
- P. Merz (1991)  
Texturanalyse mit Neutronenbeugung an geologisch-mineralogischen Mehrphasenproben unter Einsatz eines ortsauflösenden Detektors und der Profilanalyse  
Dissertation Univ. Bonn
- D. Merz, G. Wassermann (1965)  
Bildung von Verformungstexturen in heterogenen Legierungen  
Z. Metallkunde 64, 516-519.
- P. Mikula, J. Kulda, J.Cervena, B. Chalupa, B. Haskova, J. Varva (1983)  
A statically bent silicon single crystal as a thermal neutron filter  
Nuclear Instruments and Methods 211, 519-523.
- D.P. Mitchell und P.N. Powers (1936)  
Phys. Rev. 50, 486-487.
- A. Mücklich, K. Hennig, J. Bouillot, S. Matthies (1984)  
Magnetic texture study of an Fe-Ni base alloy by means of Mössbauer spectroscopy and neutron diffraction  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 657-662.
- A. Mücklich, J. Tobisch, K. Kleinstück, K. Hennig (1978)  
Investigations into the development of rolling texture of some fcc metals  
Proceedings ICOTOM 5 Aachen, 237-243.

- M.H. Mueller, J.W. Richardson Jr., A.J. Schultz, F.K. Ross, D.G. Reichel (1988)  
Assessment of grain size and preferred orientation by neutron diffraction on IPNS  
zircaloy-clad uranium target material  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 209-214.
- J.L. Murray (1988)  
Calculation of the titanium-aluminium phase diagram  
Metallurgical Transaction 19A, 243- 247.
- H. Neff (1962)  
Grundlagen und Anwendung der Röntgenfeinstrukturanalyse  
Oldenbourg Verlag München.
- H. B. Otten (1988)  
Zur Bestimmung von texturabhängigen Werkstoffeigenschaften mittels eines on-line  
Röntgentexturanalysators  
Dissertation Technische Universität Clausthal.
- T. Pfullmann (1989)  
Konstitution von TiAl-Legierungen im Konzentrationsbereich 30-55 At.% Al  
GKSS 88/I/4 (unveröffentlicht)
- K.H. Puch, H. Klein, H.J. Bunge (1984)  
A new computer operated texture goniometer  
Z. Metallkunde 75, 133-139.
- H. Quade, R. Walde (1982)  
Texture examinations on hematite iron-rich ores  
Arch. Eisenhüttenkunde 53, 85-89.
- L.Ratke, R. Seifert, G. Wassermann (1984)  
Fibre composites of Al and Cu without intermetallic phases  
Z. Metallkunde 75, 903-910.
- T. Riste, K. Otnes (1969)  
Oriented graphite as a neutron monochromator  
Nuclear Instruments and Methods 75, 197-202.
- C. Ritter (1989)  
New experimental possibilities at the neutron powder diffractometer D1B in Grenoble  
Z. Kristallogr. 186, 242-244.
- R.J. Roe (1965)  
Description of crystallite orientation in polycrystalline materials  
J. Appl. Phys. 36, 2024-2031.
- J.H. Root, A. Salinas-Rodriguez (1991)  
Neutron diffraction measurement of texture variation near a weld in a Zr-2.5% Nb plate  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 989-994.
- K.D. Rouse, M.J. Cooper, E.J. York, A. Chakera (1970)  
Absorption corrections for neutron diffraction  
Acta Cryst. A26, 682- 691.

- A. Salinas-Rodriguez, J.H. Root (1991)  
Texture evolution in Zr-2.5% Nb deformed in uniaxial compression  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 1239-1244.
- S.M.L. Sastry, H.A. Lipsitt (1977)  
Fatigue Deformation of TiAl Base Alloys  
Metall. Trans. A 8, 299- 308.
- H. Schaeben (1988)  
Entropy optimization in texture goniometry  
Phys. stat. sol.(b) 148, 63-72.
- H. Schaeben, H. Siemes, S. Auerbach (1990)  
Entropy optimization in texture goniometry. II. Practical Applications  
Phys. stat. sol.(b) 158, 407-425.
- W. Schäfer, E. Jansen, F. Elf, G. Will (1984)  
A new linear position-sensitive scintillation detector for neutron powder diffractometry  
J. Appl. Cryst. 17, 159-166.
- W. Schäfer, E. Jansen, P. Merz, G. Will, H.-R. Wenk (1991)  
Neutron diffraction texture investigation on deformed quartzites  
Proceeding ICNS 91 in Oxford
- R.E. Schafrik (1976)  
Manufacture of TiAl by extrusion of blended elemental powders  
Metall. Trans. B 7, 713- 716.
- D. Schechtmann, M.J. Blackburn, H.A. Lipsitt (1974)  
The plastic deformation of TiAl  
Metall. Trans. 5, 1373- 1381 .
- D. Schläfer, H.J. Bunge (1974)  
Development of the rolling texture of Fe determined by neutron diffraction  
Texture 1, 157-171.
- S.M. Schmid, M. Casey, J. Starkey (1981)  
An illustration of a complete texture analysis described by the orientation distribution  
function (ODF) using quartz pole figure data  
Tectonophys. 78, 101-117.
- B. Schoenborn (1984)  
Neutrons in Biology  
Plenum Press New York
- U. Schreiter, K. Höttsch, K. Kleinstück, P. Klimanek, A. Mücklich, J. Tobisch,  
K.Hennig (1978)  
Neutron diffraction analysis of texture and its development in steels with a micro-duplex  
structure  
Proceedings ICOTOM 5 Aachen, 317-321.
- U. Schreiter, K. Höttsch, K. Kleinstück, P. Klimanek, A. Mücklich, J. Tobisch,  
K.Hennig (1979)  
Neutron diffraction analysis of rolling texture and its development in steels with a  
micro-duplex structure. Kristall Tech. 14, 575-580.

- J. Schroeder (1991)  
 Experimentelle Bestimmung der Auflösungsfunktion des Neutronenvierkreisdiffraktometers TEX-2  
 Diplomarbeit Univ. Hamburg Fachbereich Physik (unveröffentlicht).
- A. Schubert, K.E. Hensger, P. Klimanek, S. Matthies, A. Mücklich (1984)  
 Texture development in pass-rolling of steel rods Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk 133-138.
- L.G. Schulz (1949)  
 A direct method of determining preferred orientation of a flat reflection sample using a geiger counter X-ray spectrometer  
 J. Appl. Phys. 20, 1030- 1033.
- R. Schwarzer (1991)  
 Crystal texture analysis by means of electron diffraction, in: Advances and Application of Quantitative Texture Analysis ed. H.J. Bunge, C. Esling  
 DGM Informationsgesellschaft Oberursel, 51- 72.
- A. Segmüller (1991)  
 Characterization of epitaxial films by X-ray diffraction  
 Materials Science Forum 79, 493-502.
- A. Segmüller, M. Murakami (1985)  
 Characterization of thin films by X-ray diffraction, in: Thin Films from Free Atoms and Particles ed. J. Klabunde  
 Academic Press, New York (USA), 325-351.
- R. Seifert, G. Wassermann (1981)  
 Über Faserverbundwerkstoffe aus Metallen und Polymeren I.  
 Z. Metallkunde 72, 381- 390.
- R. Seifert, G. Wassermann (1981)  
 Über Faserverbundwerkstoffe aus Metallen und Polymeren II.  
 Z. Metallkunde 72, 854- 864.
- K. Skjöld und D. Price (1987)  
 Neutron Scattering Part A,B,C  
 Methods of Experimental Physics Vol.23, Academic Press London.
- D.K. Smith, G.G. Johnson Jr., A. Scheible, A.M. Wims, J.L. Johnson,  
 G. Ullmann (1987)  
 Quantitative X-ray powder diffraction method using the full diffraction pattern  
 Powder Diffrac. 2, 73- 77.
- J.S. Smyth, P.J. Vergamini, A. Schultz (1988)  
 Texture analysis in coarse-grained multi-phase rocks by neutron single-crystal diffraction, Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 801-809.
- T. Springer (1986)  
 Experimentiereinrichtungen im Forschungsreaktor und im Neutronenleiterlabor  
 Kernforschungsanlage Jülich GmbH.

- H.B. Stuhmann (1987)  
Molecular Biology in: Neutron Scattering Part C ed. K. Skjöld und D.L. Price  
Methods of Experimental Physics Vol. 23, Academic Press London.
- J. Szpunar (1976)  
Texture and neutron diffraction  
Atomic Energy Rev. 14, 199- 261.
- J. Szpunar, S.T. Davies (1984)  
Application of synchrotron radiation to texture experiments  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 845-849.
- J. Szpunar, J. Dutkiewicz (1969)  
X-ray and neutron diffraction methods of testing the fibre texture of aluminium, copper  
and alpha-brass  
Bull. Acad. Pol. Sci. 16, 333-339.
- J. Szpunar, A. Oles, B. Buras, I. Susnowska, E. Pietras (1968)  
Texture studies of coarse-grained metal sheets by means of neutron diffraction  
Nukleonika 13, 1111- 1118.
- J. Tobisch, H.J. Bunge (1972)  
The spherical sample method in neutron diffraction texture determination  
Texture 1, 125- 127.
- J. Tobisch, A. Mücklich (1974)  
Development of rolling textures in alpha-brass determined by neutron diffraction  
Texture 1, 211-231.
- W. Truszkowski, J. Pospiech, M. Betzl, J. Jura (1978)  
Non-homogeneity of texture in the rolling of nickel  
Proceedings ICOTOM 5 Aachen, 253-262
- W. Truszkowski, J. Szpunar, J. Dutkiewicz (1969)  
Rolling texture of brass in X-ray and neutron diffraction examination  
Bull. Acad. Pol. Sci. 17, 551-555.
- S.I.N. Ueno, H.L. Fotedar, A. Oles, C.B.R. Parente (1977)  
Preferred orientation in Nb determined by neutron diffraction  
XXXII Congresso Anual Da Assoc. Brasileira de Metais, Sao Paulo, 34 p.
- S. van Dijke Beatty (1950)  
J. Appl.Phys. 19, 940.
- H. von Halpan, Jr. und P.N. Prieswerk (1936)  
Comptes Rendus Acad. Sci. Paris 203, 73. C.M. Vlad, M. Dahms, H.J. Bunge (1988)  
ODF analysis of galfan and galvanized hot dipped coatings of low carbon steel sheets,  
in: Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 855-860.
- S. Vratislav, M. Dlouha, M. Jerabek, L. Kalvoda (1984)  
Examination of the elastic properties of worked aluminium by neutron diffraction tex-  
ture analysis  
Met. Mater. 22, 397-399.

- F. Wagner, C. Esling, R. Baro, M. Englander (1977)  
Textures of iron oxide ores by neutron diffraction and topotactical relation  
Z. Metallkunde 68, 701- 704.
- K. Walther (1991)  
The Use of a Position Sensitive Detector or a Multidetector for the Measurement of Pole Figures by Neutron Time-of Flight Technique  
Proceedings ICOTOM 9 Avignon, 251-256.
- K. Walther, D. Hinz, K. Hennig (1981)  
Texture investigations into pressed and sintered ZnO powder by neutron diffraction
- G. Wassermann, J. Grewen (1962)  
Texturen metallischer Werkstoffe  
Springer Verlag Berlin.
- P.I. Welch (1980)  
Techniques for the determination of complete pole figures using composite specimens  
Texture of Cryst. Solids 4, 99-110.
- P.I. Welch (1986)  
Neutron diffraction texture analysis, in: Experimental Techniques of Texture Analysis  
ed. H.J. Bunge  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel, 183-207.
- P.I. Welch, H.A. Graf (1986)  
The pole figure window in neutron diffraction texture measurement, in: Experimental Techniques of Texture Analysis ed. H.J. Bunge  
DGM Informationsgesellschaft Oberursel, 275-283.
- P.I. Welch, L. Ratke, G. Wassermann (1984)  
The effect of deformation on Young's modulus in iron-silver sheet composites  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 675-680.
- P.I. Welch, W. Skrotzki (1984)  
Deformation and recrystallization in extrusion of cubic ionic polycrystals  
Proceedings ICOTOM 7 Nordwijk, 531-536.
- H.R. Wenk (1985)  
Preferred orientation in deformed metals and rocks: Introduction to modern texture analysis  
Academic Press, Orlando USA, p. 610.
- H.R. Wenk, H.J. Bunge, J.S. Kallend, K. Lücke, S. Matthies, J. Pospiech,  
P. van Houtte (1988)  
Orientation distributions: Representation and determination, in: Proceedings ICOTOM  
8 Santa Fe 17-30.
- H.R. Wenk, H.J. Bunge, E. Jansen, J. Pannetier (1986)  
Preferred orientation of plagioclase - neutron diffraction and u-stage data  
Tectonophys. 126, 271-284.

- H.R. Wenk, H. Kern, J. Pannetier, S. Höfler, W. Schäfer, G. Will, H.-G. Brokmeier (1988)  
Neutron diffraction texture analysis: Standard project, in: Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 229-234.
- H.R. Wenk, H. Kern, W. Schäfer, G. Will (1984)  
Comparison of neutron and X-ray diffraction texture analysis of deformed carbonate rocks  
J. Struct. Geology 6, 687-692.
- H.R. Wenk, J. Pannetier, G. Bussod, A. Pechenik (1989)  
Preferred orientation in experimentally deformed  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$   
J. Appl. Phys. 65, 4070-4072.
- H.R. Wenk, J. Pannetier (1990)  
Texture development in deformed granodiorites from the Santa Rosa mylonite zone, southern California  
J. Struct. Geology 12, 177-184.
- H.R. Wenk, T. Takeshita, C. Tome, H. Kern, S. Höfler, G. Will, S. Matthies (1988)  
Texture development in calcite polycrystals: Theory and experiment  
Proceedings ICOTOM 8 Santa Fe, 777-781.
- H.R. Wenk, P.J. Vergamini, A.C. Larson (1988)  
Texture analysis by TOF-measurements of spallation neutrons with a 2D-position sensitive detector  
Textures Microstruc. 8/9, 443-456.
- G. Will, W. Schäfer, P. Merz (1989)  
Texture analysis by neutron diffraction using a linear position sensitive detector  
Textures Microstruc. 10, 375-387.
- G. Will, P. Merz, W. Schäfer, M. Dahms (1990)  
Application of Position-Sensitive Detectors for Neutron Diffraction Texture Analysis of Hematite Ore  
Advances in X-Ray Analysis 33, 277-283.
- B.T.M. Willis (1970)  
Thermal Neutron Scattering  
Oxford University Press Oxford.
- E.O. Wollan, C.G. Shull (1948)  
Diffraction of neutrons by crystalline powder  
Phys. Rev. 73, 830-841.
- R.A. Young, B. Post (1962)  
Electron density and thermal effects in alpha quartz,  
Acta Cryst. 15, 337-346.
- K. Yvon, W. Jeitschko, E. Parthe (1977)  
LAZY PULVERIX, a computer program for calculating X-ray and neutron diffraction powder patterns  
J. Appl. Cryst. 10, 73-74.

## 7.1 Liste der ICOTOM Proceedingsbände International Conference on Textures of Materials

- 1969 ICOTOM 1 Textures in Research and Practice  
Proc. of the International Symposium in Clausthal Zellerfeld  
ed. J. Grewen and G. Wassermann  
Springer-Verlag Berlin.
- 1971 ICOTOM 2 Quantitative Analysis of Textures  
Proc. of the International Seminar in Cracow  
ed. J. Karp, S. Gorczya, H.J. Bunge, J. Pospiech and W. Dabrowski  
The Society of the Polish Metallurgical Engineers.
- 1973 ICOTOM 3 3<sup>eme</sup> Colloque Europeen sur les textures de deformation et de recristal-  
lisation des metaux et de leur application industrielle  
Proc. of the Conference at Pont-a-Mousson  
ed. R. Penelle  
The Societe Francaise de Metallurgie.
- 1975 ICOTOM 4 Texture and Properties of Materials  
Proc. of the 4<sup>th</sup> International Conference of Textures in Cambridge  
ed. I.L. Dillamore, R.C. Huud and J.S. Kallend  
The Metals Society.
- 1978 ICOTOM 5 Proc. of the 5<sup>th</sup> International Conference of Textures in Aachen  
ed. K. Lücke and G. Gottstein  
Springer-Verlag, Berlin.
- 1981 ICOTOM 6 Proc. of the 6<sup>th</sup> International Conference of Textures in Tokio  
ed.  
The Iron and Steel Institute of Japan.
- 1984 ICOTOM 7 Proc. of the 7<sup>th</sup> International Conference of Textures in Nordwijk  
ed. C.M. Brakman, P. Jongenburger and E.J. Mittemeijer  
The Netherlands Society for Materials Science.
- 1987 ICOTOM 8 Proc. of the 8<sup>th</sup> International Conference of Textures in Santa Fe  
ed. J.S. Kallend and G. Gottstein  
TMS-AIME Warrendale Pennsylvania.
- 1990 ICOTOM 9 Proc. of the 9<sup>th</sup> International Conference of Textures in Avignon  
ed. H.J. Bunge, C. Esling and R. Penelle  
Textures and Microstructures Vol. 14-18.



## 7.2 Liste der Tagungsbände der Clausthaler Texturschulen

1. Quantitative Texture Analysis  
ed. H.J. Bunge and C. Esling  
DGM-Informationsgesellschaft Oberursel 1982.
2. Experimental Techniques of Texture Analysis  
ed. H.J. Bunge  
DGM-Informationsgesellschaft Oberursel 1986.
3. Theoretical Methods in Texture Analysis  
ed. H.J. Bunge  
DGM-Informationsgesellschaft Oberursel 1987.
4. Directional Properties of Materials  
ed. H.J. Bunge  
DGM-Informationsgesellschaft Oberursel 1988.
5. Advances and Application of Quantitative Texture Analysis  
ed. H.J. Bunge and C. Esling  
DGM-Informationsgesellschaft Oberursel 1991.

Das GKSS-Forschungszentrum betreibt anwendungsorientierte Forschung und Entwicklung. Das Programm ist in drei Forschungsschwerpunkte gegliedert:

- Materialforschung,
- Umweltforschung,
- Trenn- und Verfahrenstechnik.

Das Forschungs- und Entwicklungsprogramm des GKSS-Forschungszentrums ist mit den zuständigen Ministerien des Bundes und der Länder, insbesondere mit dem Bundesministerium für Forschung und Technologie, abgestimmt und wird in Zusammenarbeit mit der Industrie, den norddeutschen und Berliner Hochschulen sowie anderen Institutionen im In- und Ausland durchgeführt. Die Arbeiten erstrecken sich von grundlegenden Untersuchungen über die Entwicklung neuer Methoden bis zum Bau und zur Erprobung von Pilotanlagen.

Die Ergebnisse des Forschungs- und Entwicklungsprogramms werden veröffentlicht, wozu das vorliegende Exemplar unserer externen Berichte beiträgt.

Das GKSS-Forschungszentrum ist eine GmbH. Ihr Stammkapital wird von der Bundesrepublik Deutschland, den vier Küstenländern, dem Verein der Freunde und Förderer des GKSS-Forschungszentrums Geesthacht e.V. und verschiedenen Unternehmen der Industrie, der Schifffahrt sowie Banken gehalten. Im Forschungszentrum in Geesthacht und den Außenstellen in Teltow und Magdeburg sind ca. 850 Mitarbeiter beschäftigt. Die Aufwendungen für das Forschungs- und Entwicklungsprogramm betragen derzeit ca. 125 Mio. DM im Jahr. Sie werden vom Bundesministerium für Forschung und Technologie (90 %), von den norddeutschen Küstenländern (10 %) sowie den Ländern Sachsen-Anhalt (für Magdeburg) und Brandenburg (für Teltow) getragen. Neben dem Forschungs- und Entwicklungsprogramm führt das GKSS-Forschungszentrum Forschungsaufträge durch.

