

**Analyse mehrachsiger Eigenspannungsverteilungen im
intermediären Werkstoffbereich zwischen Oberfläche und
Volumen mittels energiedispersiver Röntgenbeugung**

vorgelegt von
Diplom-Physiker
Carsten Stock
aus Kassel

Von der Fakultät III – Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Naturwissenschaften
- Dr. rer. nat. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. H. Auracher
Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. W. Reimers
Gutachter: PD Dr. rer. nat. Ch. Genzel

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 29.01.03

Berlin 2003

D 83

Abstract:

Im Mittelpunkt der vorliegenden Arbeit steht die Analyse von Eigenspannungsgradienten in vielkristallinen Werkstoffen mittels energiedispersiver Röntgenbeugung in Reflexionsgeometrie. Ziel ist es, mehrachsige Eigenspannungstiefenverteilungen im intermediären Bereich zwischen der Werkstoffoberfläche und dem Volumen zu ermitteln, einem Bereich, der mit den konventionellen Röntgenbeugungsverfahren nicht mehr zu erfassen ist. Dafür werden winkeldispersiv arbeitende Messverfahren auf den energiedispersiven Fall übertragen und weiterentwickelt sowie bestehende energiedispersive Verfahren hinsichtlich ihrer Eignung untersucht.

Zunächst werden die Unterschiede, die sich zwischen winkeldispersiv und energiedispersiv arbeitenden Verfahren ergeben, sowie die sich daraus für energiedispersive Verfahren ergebenden Anforderungen an die Messgeometrie, die zu einer Optimierung der Eindringtiefe führen, dargestellt. Für verschiedene Messgeometrien, unterschiedlichen Messverfahren entsprechend, werden die Interferenzlinienverschiebungen durch den Beugungsprozess für einen vorgegebenen dreiachsigen Eigenspannungszustand simuliert und die Auswirkung auf die verschiedenen Analysemethoden untersucht. Sie zeigen die Vorzüge der energiedispersiv durchgeführten Streuvektoranalyse gegenüber den anderen Verfahren.

Anhand von experimentellen Untersuchungen, die sowohl im Labor als auch am Synchrotron durchgeführt wurden, wird das hohe Potential der energiedispersiven Eigenspannungsanalyse für den intermediären Bereich dargestellt. Vergleichende Messungen zeigen eine gute Übereinstimmung der energiedispersiv ermittelten Eigenspannungstiefenprofile mit den konventionell winkeldispersiv ermittelten Eigenspannungstiefenprofilen im oberflächennahen Bereich. Der Hauptanwendungsbereich der energiedispersiven Methoden zur Eigenspannungsanalyse in Reflexion wird zukünftig in der prozessbegleitenden Analytik liegen, da viele Prozesse, die zum mechanischen Versagen von Bauteilen führen, z.B. Rissbildung, im intermediären Bereich ihren Ursprung haben.

Vorwort des Verfassers:

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Abteilung Strukturforschung am Hahn-Meitner-Institut in Berlin in den Jahren 1998-2002.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. W. Reimers, dem Leiter des Fachgebiets „Metallische Werkstoffe“ in der Fakultät III der TU-Berlin, für die Anregung und die Betreuung dieser Arbeit. Weiterhin danke ich für die Übernahme eines Gutachtens.

Herrn Dr. habil. Ch. Genzel danke ich für die zahlreichen, interessanten Diskussionen und Anregungen sowie für die gute Betreuung meiner Arbeit. Weiterhin danke ich ihm für die Übernahme eines Gutachtens.

Herrn Dr. Zinn aus der Arbeitsgruppe von Prof. Scholtes der Universität Kassel gilt mein besonderer Dank sowohl für die Bereitstellung von Probenmaterial als auch für die Ergebnisse der mit Hilfe von Abtragsmethoden ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe.

Den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Zentrum für Eigenspannungsanalyse danke ich für die gute Unterstützung und Zusammenarbeit, insbesondere Herrn Dr. D. Dantz.

Weiterhin danke Herrn Wagener, Herrn Friedrich, Herrn Völz und Frau Dencks, der Werkstatt des Bereiches Strukturforschung am HMI sowie den Metallographen und technischen Mitarbeitern des Instituts „Metallische Werkstoffe“ der TU-Berlin für die schnelle Hilfe bei der Lösung technischer Probleme.

Der ESRF und dem HASYLAB danke ich für die Bereitstellung von Messzeit sowie den Mitarbeitern der Beamline ID15 und F1 für die technische Unterstützung vor Ort.

Falkensee, im November 2002

Carsten Stock

Inhaltsverzeichnis:

Verzeichnis der wichtigsten Symbole und Abkürzungen.....	VII
1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	1
2 GRUNDLAGEN DER RÖNTGENOGRAPHISCHEN EIGENSPANNUNGSANALYSE (RSA)	5
2.1 Definition und Einteilung von Eigenspannungen	5
2.2 Grundlegende Beziehungen in der röntgenographischen Spannungsanalyse (RSA)	8
2.3 Tiefenabhängigkeit röntgenographisch ermittelter Größen.....	9
2.4 Der Eigenspannungszustand im oberflächennahen Bereich.....	12
2.4.1 Rand- und Gleichgewichtsbedingungen.....	12
2.4.2 Konsequenzen der freien Oberfläche für die Eigenspannungsanalyse in Reflexionsgeometrie.....	13
2.5 Verfahren zur Eigenspannungsanalyse.....	15
2.5.1 $\sin^2\psi$ -Verfahren	17
2.5.2 Laplace-Methoden	18
2.5.3 Ortsraum-Methoden	22
3 STAND DER ERKENNTNISSE	24
3.1 Entwicklung energiedispersiver Beugungsmethoden	24
3.2 Energiedispersive Verfahren zur Eigenspannungsgradientenanalyse.....	25
4 ÜBERTRAGUNG DER WINKELDISPERSIVEN METHODEN DER RSA AUF DEN ENERGIEDISPERSIVEN FALL	28
4.1 Übergang von der Einzelinterferenz zum Beugungsspektrum.....	28
4.2 Auflösung der Detektor-Systeme	29
4.3 Konsequenzen für die Mess- und Auswertemethodik.....	31
4.3.1 Tiefenabhängigkeit der Reflexe im Spektrum.....	31
4.3.2 Variation der Eindringtiefe	32
4.3.3 Intensitätskorrekturen.....	34
5 SIMULATIONEN ZUR ENERGIEDISPERSIVEN EIGENSPANNUNGSANALYSE	38
5.1 Einleitung.....	38
5.2 Simulationen auf der Basis von $\sin^2\psi$ -Messungen.....	42

5.3	Simulationen auf der Basis der Streuvektormethode.....	49
5.4	Übertragung der Ergebnisse in den Ortsraum	60
5.5	Bewertung der Simulationen	63
6	EXPERIMENTELLES.....	64
6.1	Probenmaterial.....	64
6.1.1	Tiefgeschliffener Einsatzstahl 16CrMn5.....	64
6.1.2	Kugelgestrahlte Stahlprobe 42CrMo4	65
6.1.3	Tiefgeschliffene Keramik ZrO ₂ /Y ₂ O ₃ 8mol-%.....	67
6.2	Röntgendiffraktometrie	67
6.2.1	Aufbau des Hochenergiemessplatzes.....	67
6.2.2	Einsatz von Synchrotronstrahlung.....	70
6.2.3	Oberflächennahe Eigenspannungsanalyse mit monochromatischer Strahlung.....	72
7	EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE UND DISKUSSION	73
7.1	Tiefgeschliffener Einsatzstahl 16CrMn5: Energiedispersive Analyse im intermediären Werkstoffbereich zwischen Oberfläche und Volumen.....	73
7.1.1	Spannungsgradientenermittlung auf der Grundlage der sin ² ψ- Messtechnik	73
7.1.2	Spannungsgradientenermittlung auf der Grundlage der Streuvektormesstechnik.....	81
7.1.3	Spannungsgradientenanalyse mit Ortsraum-Methoden in Reflexionsgeometrie	85
7.1.4	Vergleich mit den winkeldispersiven Methoden.....	88
7.2	Kugelgestrahlter 42CrMo4: Energiedispersive RSA im intermediären Werkstoffbereich zwischen Oberfläche und Volumen..	90
7.2.1	Spannungsermittlung auf Grundlage der sin ² ψ-Messtechnik	90
7.2.2	Analyse mit der Streuvektormethode	93
7.2.3	Vergleich mit winkeldispersiv ermittelten Messungen	98
7.3	Tiefgeschliffene ZrO₂/Y₂O₃ 8mol-% - Probe	100
8	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....	104
9	LITERATUR	108

Verzeichnis der wichtigsten Symbole und Abkürzungen

α, β	Winkel zwischen Primär- bzw. Sekundärstrahl und Probenoberfläche
δ	Strahldivergenz
$\varepsilon_{\varphi\psi}$	Dehnung in der Messrichtung $\varphi\psi$
φ	Azimut-Winkel
λ	Wellenlänge der Strahlung
$\mu(E), \mu(\lambda)$	energie- bzw. wellenlängenabhängiger Massenschwächungskoeffizient
$\theta, 2\theta$	Bragg-Winkel, Beugungswinkel
$\sigma^I, \sigma^{II}, \sigma^{III}$	Eigenspannungen I., II. und III. Art
σ_{ij}	i, j - te Komponente des Spannungstensors
$\bar{\tau}$	Eindringtiefe im Laplace-Raum
τ	mittlere Eindringtiefe
ψ	Winkel der Messrichtung
$\langle a \rangle$	Mittelwert der Größe a über die Eindringtiefe
a_0	Gitterparameter
c	Ausbreitungsgeschwindigkeit elektromagnetischer Wellen
$d_0(hkl)$	dehnungsfreier Netzebenenabstand der Netzebenenschar hkl
$d_{\varphi\psi}(hkl)$	Netzebenenabstand der Netzebenenschar hkl in Messrichtung
$E_0(hkl)$	Energie der Netzebenenschar hkl im ungedehnten Gitter
$E_{\varphi\psi}(hkl)$	Energie des Reflexes hkl in Messrichtung
F_i	Kraft in Richtung von i
$\mathbf{g}_{\varphi\psi}$	Streuvektor in Messrichtung $\varphi\psi$
\hbar	Planck'sches Wirkungsquantum
I_0	Intensität der Primärstrahlung
n	Normaleneinheitsvektor
n_j	j-te Komponente des Normaleneinheitsvektors
$s_1(hkl)$	DEK
$\frac{1}{2} s_2(hkl)$	DEK
DEK	diffractionselastische Konstanten
EDD	energiedispersive Beugung
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility
GID	Einheit für streifenden Einfall
HASYLAB	Hamburger Synchrotron Labor
HEXRD	hochenergetische energiedispersive Röntgenbeugung
hkl	MILLER'sche Indizes
HWB	Halbwertsbreite
PB, SB	Primärstrahl, Sekundärstrahl
RSA	Eigenspannungsanalyse

1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG

Die Bedeutung, die den Eigenspannungen in der Materialforschung zukommt, ist bestimmt durch ihre Überlagerung mit den einsatzbedingten Lastspannungen gemäß dem Superpositionsprinzip, wodurch sie die mechanischen Eigenschaften der Bauteile maßgeblich mit beeinflussen [1]. So führen Druckeigenspannungen an der Oberfläche im Allgemeinen zu einer Erhöhung der Ermüdungsfestigkeit, weil sie die im Betrieb auftretenden Lastspannungen kompensieren können. Dies ist z.B. bei Turbinenschaufeln der Fall. Zugeigenspannungen im Randbereich können dagegen zu einem schnelleren Versagen des Bauteils führen. Doch auch Druckeigenspannungen sind nicht immer positiv zu bewerten. Bei der Herstellung von Schneidwerkstoffen werden z. B. Hartstoffschichten verwendet, die die Verschleißbeständigkeit erhöhen. Werden Druckeigenspannungen in den Schichten jedoch zu hoch, platzen diese ab und führen somit zum Versagen des Werkzeugs. Daraus leiten sich die hohen Anforderungen ab, die an die Analyse der Eigenspannungen zu richten sind.

Die Aufgabe für die Spannungsanalyse besteht deshalb darin, die Eigenspannungen in ihrer lokalen Verteilung sowohl an der Oberfläche als auch im Inneren von Werkstoffen und Bauteilen zu erfassen. Die Anwendung optimierter und neuer Methoden ermöglicht hierbei eine höhere räumliche Auflösung. Von den zahlreichen Verfahren [2, 3] zur experimentellen Ermittlung der Eigenspannungen haben insbesondere die zerstörungsfrei arbeitenden Beugungsmethoden mit Röntgen-, Synchrotron- und Neutronenstrahlen sowohl aufgrund ihrer vielfältigen Einsatzmöglichkeiten als auch aus wirtschaftlicher Sicht eine hervorragende Bedeutung. Diese Methoden basieren auf der Bestimmung der Lage von Beugungsinterferenzen, aus denen sich mit Hilfe der Bragg'schen Gleichung Gitterdehnungen ermitteln lassen. Diese können über das Hooke'sche Gesetz in Spannungen umgerechnet werden. Weiterhin erlauben diese Methoden in mehrphasigen, kristallinen Werkstoffen die selektive Erfassung der Eigenspannungen für jede Phase.

Die winkeldispersiven Beugungsverfahren, die mit monochromatischer charakteristischer Strahlung ($\text{Co}_{K\alpha}$, $\text{Cu}_{K\alpha}$, $\text{Mo}_{K\alpha}$) arbeiten, weisen die weiteste Verbreitung unter den Beugungsverfahren zur Analyse von Eigenspannungen auf. Vorwiegend wird dabei vergleichsweise weiche Strahlung <10 keV eingesetzt. Durch die hohe Absorption dieser Strahlung in Materie erreichen die im Folgenden als „konventionelle“ Röntgenbeugungsmethoden bezeichneten Verfahren in metallischen Werkstoffen Eindring- bzw. Informationstiefen im Bereich einiger zehn Mikrometer. Daher erlauben diese Methoden in vielen industriell interessanten Werkstoffen nur Untersuchun-

gen von oberflächennahen Bereichen. Spannungstiefenprofile in größeren Tiefen können damit nicht mehr zerstörungsfrei bestimmt werden.

Größere Eindringtiefen bis zu einigen Zentimetern lassen sich durch die Anwendung von Neutronenbeugungsmethoden erzielen. Sie ermöglichen die Bestimmung von Eigenspannungstiefenverläufen im Inneren von Bauteilen mit einer vergleichsweise geringen Ortsauflösung im Bereich von einigen Kubikmillimetern [4]. Die geringere Ortsauflösung resultiert aus der im Vergleich zur konventionellen Röntgendiffraktometrie geringeren Leuchtdichte der Neutronenquellen, die eine Vergrößerung des streuenden Volumens erforderlich macht. Weiterhin ist zu berücksichtigen, dass der Einsatz der Neutronenbeugung wegen der erforderlichen Strahlintensitäten auf stationäre Reaktoren bzw. Spallationsquellen beschränkt ist.

Bei der Untersuchung von Spannungstiefenprofilen mittels Beugungsmethoden besteht somit eine Informationslücke, der sogenannte „intermediäre Bereich“, der durch die konventionellen Röntgenbeugungsmethoden nicht mehr zu erreichen ist und in dem die Neutronenbeugungsverfahren noch nicht sensitiv genug sind.

Dieser intermediäre Bereich, der bei einigen 10 μm unter der Oberfläche beginnt und bis zu $\sim 1\text{mm}$ unter die Oberfläche reicht, ist von hohem praktischen Interesse, da hier eine Vielzahl von versagenskritischen Prozessen ihren Ursprung haben. Dies belegen unter anderem zahlreiche Arbeiten [5-9], die die Eigenspannungstiefenverteilungen in diesem Bereich nach sukzessivem Abtrag der Oberfläche mittels konventioneller Röntgenbeugungsmethoden bestimmen (Abb. 1.1).

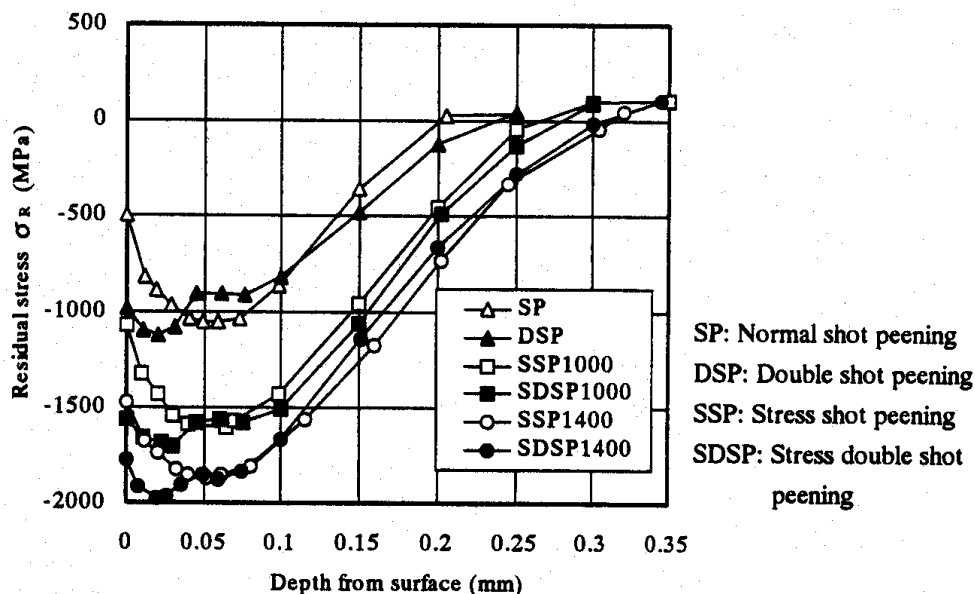


Abb. 1.1: Spannungstiefenverlauf im intermediären Bereich nach sukzessivem Subschichtabtrag, konventionell ermittelt [5]

Aus wirtschaftlicher Sicht ist somit die Kenntnis der Eigenspannungstiefenverteilung im intermediären Bereich sehr wichtig, um Versagensmechanismen zu verstehen, doch der hohe zeitliche Aufwand im Falle der Abtragsmethoden und die damit verbundene Zerstörung des Werkstoffs fördern das Interesse an alternativen Messmethoden. Aus wissenschaftlicher Sicht kommt hinzu, dass sich im intermediären Bereich der Übergang zwischen dem zweiachsigen Oberflächeneigenspannungszustand und dem dreiachsigen Volumeneigenspannungszustand vollzieht. Mit Hilfe dieser Abtragsmethoden sind zum einen nur zweiachsige Eigenspannungszustände zu bestimmen und zum anderen sind die ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe noch bezüglich der herausgelösten Eigenspannungen zu korrigieren [10].

Innerhalb der letzten 15 Jahre gab es verschiedene Ansätze, den intermediären Bereich sowohl mit klassischen Volumenmethoden [11] als auch von der Oberfläche her [12, 13] zu untersuchen. Doch die Versuche, diesen Bereich vom Volumen her zu erschließen, sind bis auf wenige Spezialfälle auf die Bestimmung von Dehnungsverteilungen beschränkt. Energiedispersiv arbeitende Methoden in Reflexion scheinen hier ein größeres Potential zu besitzen. Abb. 1.2 zeigt verschiedene Möglichkeiten unterschiedliche Werkstofftiefenbereiche zu erfassen.

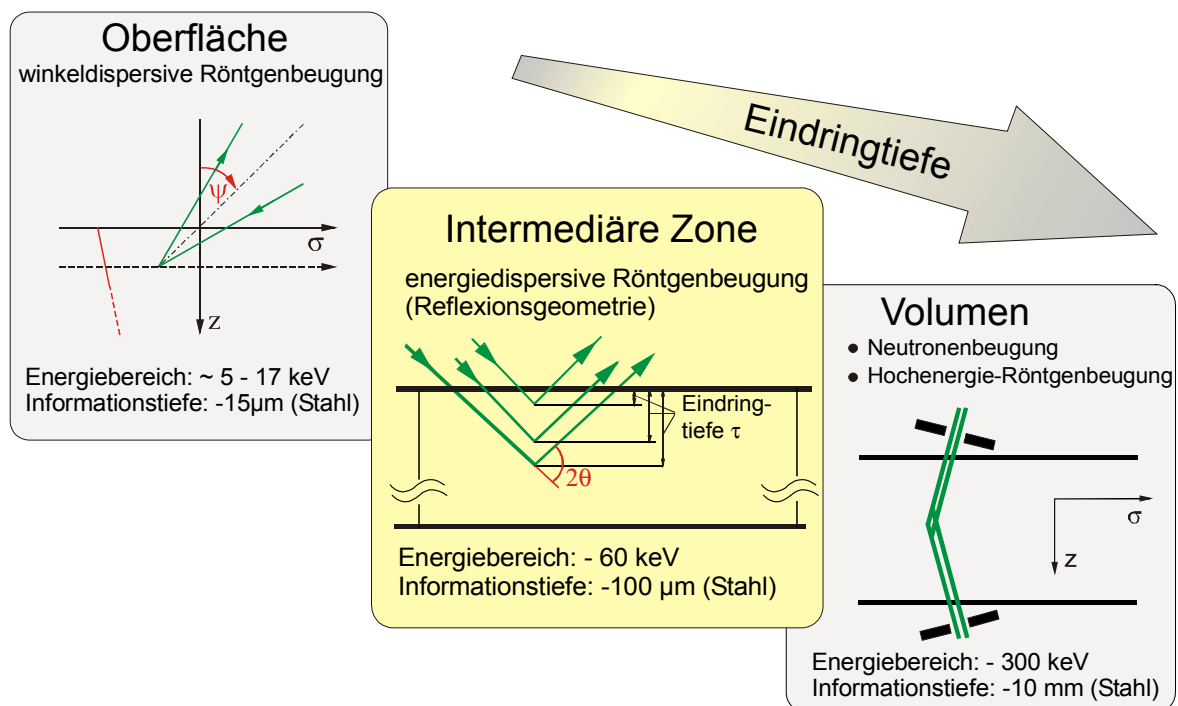


Abb. 1.2: Einteilung in Tiefenbereiche von der Werkstoffoberfläche, die durch unterschiedliche Eigenspannungsanalyseverfahren zu erreichen sind

Ziel dieser Arbeit ist nun die Weiterentwicklung und der Einsatz eines energiedispersiv arbeitenden Hochenergie-Röntgenbeugungsmessverfahrens in Reflexionsanordnung zur Analyse von Eigenspannungstiefengradienten im intermediären Bereich (bis ca. 150 μm für Stahl). Im Gegensatz zur konventionellen Röntgendiffraktometrie ermöglicht die energiedispersive Röntgenbeugung den Einsatz von kontinuierlicher Bremsstrahlung, deren maximale Energie durch die Anregungsspannung der Röhre festgelegt wird. Durch die Verwendung mittlereenergetischer Strahlung bis 80 keV lassen sich Eindringtiefen von bis zu 140 μm in Stahl erzielen.

Ein weiterer Vorteil der energiedispersiven Beugungsmethoden gegenüber den winkeldispersiven Verfahren beruht auf der simultanen Registrierung eines Beugungsspektrums unter einem konstanten Beugungswinkel, dessen einzelne Reflexe unterschiedlichen Tiefen zugeordnet werden können.

In Kapitel 2 wird zunächst auf die Grundlagen der röntgenographischen Eigenspannungsanalyse eingegangen. Kapitel 3 stellt den Stand der Erkenntnisse auf dem Gebiet der energiedispersiven Eigenspannungsgradientenanalyse vor. In Kapitel 4 werden die Unterschiede zwischen den winkeldispersiv und energiedispersiv arbeitenden Methoden herausgearbeitet und Kapitel 5 beschäftigt sich mit der Simulation des energiedispersiven Beugungsvorgangs. In Kapitel 6 werden die untersuchten Proben und die verschiedenen Messaufbauten vorgestellt. Kapitel 7 beinhaltet die Ergebnisse und deren Diskussion. Kapitel 8 gibt eine Zusammenfassung und einen Ausblick.

2 GRUNDLAGEN DER RÖNTGENOGRAPHISCHEN EIGENSPANNUNGSANALYSE (RSA)

2.1 Definition und Einteilung von Eigenspannungen

Eigenspannungen sind mechanische Spannungen, die im Bauteil vorhanden sind, ohne dass äußere Kräfte und Momente an diesem Bauteil angreifen. Die Eigenspannungen befinden sich daher in dem betrachteten System hinsichtlich der sie verursachenden Kräfte und Momente im mechanischen Gleichgewicht. Sie kompensieren sich demzufolge auf makroskopischer Ebene bezüglich jeder Fläche bzw. Achse durch den Körper [14].

Über die oben genannte Definition hinaus, die den kontinuumsmechanischen Charakter der Eigenspannungen beschreibt, werden sie weiterhin nach verschiedenen Kriterien eingeteilt. Dazu werden neben den Entstehungsursachen [15] – wie thermische Eigenspannungen, Umwandlungseigenspannungen – auch technologische Gesichtspunkte [16] – wie Füge-, Schleif- und Beschichtungseigenspannungen – zur Einteilung herangezogen.

Eine weitere Möglichkeit zur Einteilung der Eigenspannungen, die insbesondere für die röntgenographische Eigenspannungsanalyse zweckmäßig ist, ist die Einteilung nach ihrem Wirkungsbereich [14]. Man unterscheidet hierbei drei verschiedene Reichweiten:

Eigenspannungen I. Art sind über größere Werkstoffbereiche (mehrere Körner) nahezu homogen. Die mit Eigenspannungen I. Art verbundenen inneren Kräfte sind bezüglich jeder Schnittfläche durch den ganzen Körper im Gleichgewicht. Die inneren Momente verschwinden in Bezug auf eine beliebige Achse. Abweichungen vom Kräfte- und Momentengleichgewicht resultieren in makroskopischen Maß- und Formänderungen des Körpers.

Eigenspannungen II. Art sind über kleine Werkstoffbereiche (ein Korn oder Kornbereiche) annähernd homogen. Die mit ihnen verbundenen inneren Kräfte und Momente sind über hinreichend viele Körner im Gleichgewicht. Abweichungen von diesem Gleichgewicht können zu makroskopischen Maßänderungen führen.

Eigenspannungen III. Art sind über kleinste Werkstoffbereiche (einige Atomabstände) inhomogen. Die inneren Kräfte und Momente, die mit den Eigenspannungen III. Art verbunden sind, befinden sich bezüglich kleiner Bereiche (Teile eines Kornes) im Gleichgewicht. Bei Eingriffen in dieses Gleichgewicht treten keine makroskopischen Maßänderungen auf.

Die Gesamteigenspannungen an einem Punkt $P(x, y, z)$ der Probe ergeben sich nun aus der Summe der Eigenspannungen I., II. und III. Art:

$$\sigma(x, y, z) = \sigma^I + \sigma^{II} + \sigma^{III}(x, y, z)$$

$$\sigma^I = \left(\int \sigma dV / \int dV \right)_{\text{mehrere Kristallite}} \quad (2.1)$$

$$\sigma^{II} = \left(\int \sigma dV / \int dV \right)_{\text{einen Kristallit}} - \sigma^I$$

$$\sigma^{III} = \left(\sigma - \sigma^I - \sigma^{II} \right)_{\text{am Punkt } (xyz)}$$

Diese Definition der Eigenspannung berücksichtigt jedoch nicht die Phasenselektivität der diffraktometrischen Beugungsmethoden, da die Eigenspannungen I., II. und III. Art ihrer Definition nach nicht phasenspezifisch sind. Daher wurde der Begriff der Eigenspannungen im Hinblick auf die diffraktometrische Eigenspannungsanalyse in mehrphasigen Werkstoffen erweitert [17].

Die diffraktometrischen Methoden bestimmen die Spannungen phasenselektiv, gemittelt über das zur Beugung beitragende Volumen. Unter der Voraussetzung, dass das Messvolumen repräsentativ für die Erfassung von Eigenspannungen I. Art ist, d.h. über ein hinreichend großes Gebiet gemittelt wird, setzen sich die Eigenspannungen für eine beliebige Phase α zusammen aus den Eigenspannungen I. Art und den über den erfassten Messbereich gemittelten Eigenspannungen II. und III. Art $\langle \sigma^{II} \rangle^\alpha$ bzw. $\langle \sigma^{III} \rangle^\alpha$ dieser Phase α . Die phasenhomogenen Eigenspannungen $\langle \sigma \rangle^\alpha$ ergeben sich somit zu [2]:

$$\langle \sigma \rangle^\alpha = \sigma^I + \langle \sigma^{II} \rangle^\alpha + \langle \sigma^{III} \rangle^\alpha. \quad (2.2)$$

Die Summe der mittleren phasenspezifischen Eigenspannungen $\langle \sigma \rangle^\alpha$ über alle Phasen – gewichtet mit dem jeweiligen Phasengehalt V_α – ergibt die Eigenspannungen I. Art [18]

$$\sum_{\alpha=1}^n V_\alpha \langle \sigma \rangle^\alpha = \sigma^I, \quad (2.3)$$

wobei n die Anzahl der vorhandenen Phasen und V_α der Volumenanteil der jeweiligen Phase ist. Die mittleren Eigenspannungen II. Art müssen sich in jedem hinreichend großen Teilvolumen kompensieren, sodass gilt:

$$\sum_{\alpha=1}^n V_\alpha \langle \sigma^{II} \rangle^\alpha = 0. \quad (2.4)$$

Sie bringen die Verspannung der einzelnen Phasen gegeneinander zum Ausdruck. In einem zweiphasigen Gefüge besitzen folglich die phasenspezifischen Eigenspannungen II. Art unterschiedliche Vorzeichen. Die Abb. 2.1 zeigt die Anteile der phasenspezifischen Spannungen für ein zweiphasiges Gefüge.

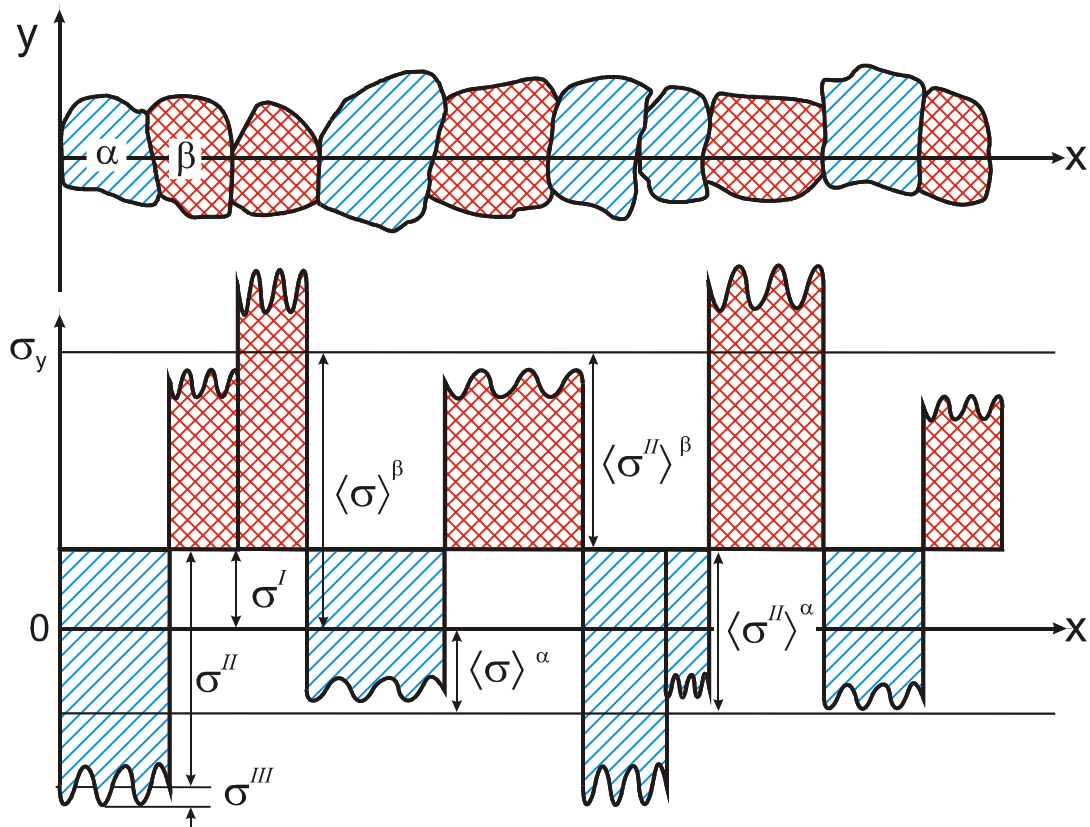


Abb. 2.1: Definition von Eigenspannungen in mehrphasigen Werkstoffen [19]

Häufig in der Literatur vorkommende Begriffe sind Makro-, Mikro- sowie Pseudomakrospannungen [18]. Die Beziehung zwischen diesen Begriffen und der vorangegangenen Definition bilden die folgenden Zusammenhänge [14]:

$$\sigma^{Makro} = \sigma^I,$$

$$\sigma^{Mikro} = \sigma^{II} \text{ bzw. } \sigma^{III}, \quad (2.5)$$

$$\sigma^{PS,\alpha} = \langle \sigma \rangle^\alpha,$$

Makrospannungen sind auf der makroskopischen Skala homogen, während Mikrospannungen selbst auf der mikroskopischen Skala noch variieren können. Der Begriff der „Pseudomakrospannung“ bringt zum Ausdruck, dass die phasenhomogenen Spannungen sowohl von makroskopischer als auch von mikroskopischer Natur sind. Makroskopischer Natur sind sie, da sie gemäß ihrer Definition die Mittel-

werte über einen hinreichend großen Werkstoffbereich (Messvolumen) darstellen. Von mikroskopischer Natur sind sie, weil sie der Mikrostruktur des Werkstoffes Rechnung tragen, denn die Kristallite einer Phase im Messvolumen müssen nicht notwendigerweise benachbart sein.

2.2 Grundlegende Beziehungen in der röntgenographischen Spannungsanalyse (RSA)

Die diffraktometrische Spannungsanalyse polykristalliner Werkstoffe beruht auf der Ermittlung der Netzebenenabstände $d_{\varphi\psi}(hkl)$ gemäß der Bragg'schen Gleichung

$$n\lambda = 2 d(hkl) \sin \theta(hkl) \quad (2.6)$$

in verschiedenen Messrichtungen (φ, ψ) bezogen auf ein Probenkoordinatensystem $\{P\}$ (Abb. 2.2). Diejenigen Kristallite, deren beugende Netzebenen hkl senkrecht zur Messrichtung L_3 des Laborkoordinatensystems stehen, tragen zur Reflexion bei.

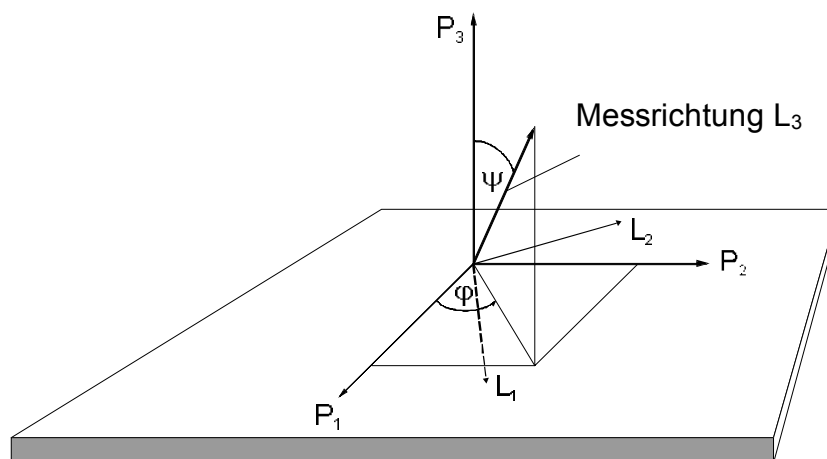


Abb. 2.2: Definition des Probenkoordinatensystems $\{P\}$ und des Laborkoordinatensystems $\{L\}$ in der RSA [20]

Die Überführung des Laborsystems $\{L\}$ in das Probensystem $\{P\}$ geschieht durch eine Drehung φ um die L_3 -Achse und eine anschließende Kippung ψ um die neu entstandene L_2 -Achse. Eine weitere Drehung um die neu entstandene L_3 -Achse im Sinne einer Eulertransformation [21] ist nicht notwendig, da für die RSA nur die L_3 -Richtung entscheidend ist. In der Praxis wird im Allgemeinen die Probe im Diffraktometer gegen das Laborsystem bewegt. Dies führt zu denselben Transformationsbeziehungen.

Die Gitterdehnungen in Messrichtung (φ, ψ) lassen sich nun aus den ermittelten Netzebenenabständen $d_{\varphi\psi}(hkl)$ und dem Netzebenenabstand des unverspannten Gitters $d_0(hkl)$ bestimmen.

$$\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl) = \frac{d_{\varphi\psi}(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} \quad (2.7)$$

Die grundlegende Beziehung der RSA, die den Gitterdehnungen $\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl)$ in Messrichtung die Spannungen im Probenkoordinatensystem zuordnet, folgt unter Verwendung des Hooke'schen Gesetzes aus der Transformation der Gitterdehnungen $\varepsilon_{\varphi\psi}$ in das Probensystem {P} [22, 23]:

$$\varepsilon_{33}(hkl) = \varepsilon_{\varphi\psi}(hkl) = \frac{1}{2} s_2(hkl) \left[\begin{aligned} &(\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi) \sin^2 \psi + \\ &(\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi) \sin 2\psi + \sigma_{33} \cos^2 \psi \end{aligned} \right] + s_1(hkl)(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (2.8)$$

$s_1(hkl)$ und $\frac{1}{2} s_2(hkl)$ sind die diffraktionselastischen Konstanten (DEK), die im Fall einer statistischen Orientierungsverteilung der Kristallite den Zusammenhang zwischen den Dehnungen in Messrichtung und dem Spannungstensor bilden. Ihre Abhängigkeit von der Netzebenenchar hkl ist bedingt durch die elastische Anisotropie der einzelnen Kristallite im polykristallinen Verbund, wodurch die Eigenspannungen zu unterschiedlichen Dehnungen $\varepsilon_{\varphi\psi}$ in verschiedenen Kristallrichtungen führen. Die DEK können entweder experimentell z.B. durch Gitterdehnungsmessungen im Vierpunkt-Biegeversuch bestimmt oder nach Modellen von z.B. Reuss [24], Eshelby/Kröner [25, 26] oder Voigt [27] aus den elastischen Einkristallkonstanten berechnet werden. Dabei gehen die Berechnungen von einer unterschiedlichen Kopplung der einzelnen Kristallite im Vielkristall aus. Im Reuss'schen Modell wird von einer homogenen Spannungsverteilung in den Kristalliten ausgegangen, im Modell von Voigt dagegen von einer homogenen Deformation. In beiden Modellen werden die Randbedingungen entweder bezüglich der Deformation oder der Spannungen verletzt. Demgegenüber geht der Ansatz von Eshelby/Kröner von der elastischen Polarisierbarkeit des anisotropen Kristalliten in einer isotropen Matrix aus und trägt damit der Richtungsabhängigkeit von Spannung und Dehnung gleichermaßen Rechnung.

2.3 Tiefenabhängigkeit röntgenographisch ermittelter Größen

Die Ursache für die Tiefenabhängigkeit röntgenographisch ermittelter Größen liegt in der Schwächung der Röntgenstrahlen beim Durchgang durch die Materie. Für

vielkristalline Materialien, die eine isotrope Verteilung der Kristallite zeigen, gilt in guter Näherung das Beer'sche Gesetz

$$I(l) = I_0 e^{-\mu l} . \quad (2.9)$$

Es beschreibt die Intensitätsabnahme der Strahlung während des Durchgangs durch die Materie. I_0 ist die Intensität des Primärstrahls, I der von der Strahlung durch die Materie zurückgelegte Weg und μ der energieabhängige Massenschwächungskoeffizient des untersuchten Materials. Im Fall von Einkristallen wird die Strahleindringtiefe häufig nicht durch die Absorption im Kristall, sondern durch die Extinktion bestimmt.

Trifft nun ein paralleles Strahlenbündel unter dem Winkel α auf eine Probe und wird in der Subschicht dz , welche sich in einer Tiefe z befinden möge, unter dem Winkel $2\theta = (\alpha + \beta)$ gebeugt (Abb. 2.3 Reflexionsgeometrie), so ist der Weg, den der Strahl durch die Probe zurückgelegt hat, durch

$$l = z \left(\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin \beta} \right) \quad (2.10)$$

gegeben.

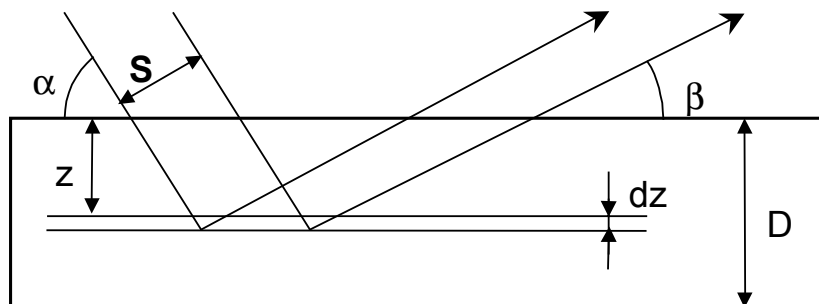


Abb. 2.3: Geometrische Verhältnisse bei der Beugung an einer ebenen Probe zur Bestimmung der Intensitätsverhältnisse und Eindringtiefe

Hat der einfallende Strahl den Querschnitt S , so ist das in der Subschicht dz bestrahlte Volumen $dV = S / \sin \alpha \cdot dz$. Unter Verwendung von (2.9) ergibt sich für die in der Subschicht dz reflektierte Intensität

$$dI(z) = \frac{I_0 \cdot S}{\sin \alpha} e^{-\mu l} dz . \quad (2.11)$$

Durch die Integration der Gleichung erhält man für die gesamte reflektierte Intensität bis zur Tiefe z

$$I(z) = \frac{I_0 \cdot S}{\mu} \left(\frac{\sin \beta}{\sin \alpha + \sin \beta} \right) \left(1 - e^{-\mu z \left[\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin \beta} \right]} \right). \quad (2.12)$$

Für eine unendlich dicke Probe vereinfacht sich Gleichung 2.12 zu

$$I = \frac{I_0 \cdot S}{\mu} \left(\frac{\sin \beta}{\sin \alpha + \sin \beta} \right). \quad (2.13)$$

Als Eindringtiefe τ der Strahlung definiert man im Allgemeinen denjenigen Abstand senkrecht zur Probenoberfläche, bei dem die Intensität des gebeugten Strahls auf $1/e$ der Primärintensität abgefallen ist bzw. bei dem 63% der Intensität des Gesamtbeitrages für die unendlich dicke Probe gebeugt wurde [28].

$$\tau = \frac{1}{\mu \left[\frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin \beta} \right]} \quad (2.14)$$

Dieser Definition für die Eindringtiefe τ haftet eine gewisse Willkür an, sie wird jedoch häufig in der Literatur benutzt [2]. Prinzipiell sind jedoch auch andere Definitionen für die Eindringtiefe τ denkbar [29].

Jede Größe der RSA, die auf der Auswertung von Interferenzprofilen beruht, ergibt sich aus der Mittelung über alle zur Interferenz beitragenden Kristallite sowohl lateral als auch senkrecht zur Oberfläche. Die Anteile, die aus einer Tiefe z unter der Oberfläche kommen, müssen gemäß Gleichung 2.11 gewichtet gemittelt werden. Für den Mittelwert einer Messgröße ergibt sich demnach [30]:

$$\langle s(\tau) \rangle = \int_0^D \left(\frac{\iint_A s(x, y, z) dA}{\iint_A dA} \right) e^{-\frac{z}{\tau}} dz \Big/ \int_0^D e^{-\frac{z}{\tau}} dz, \quad (2.15)$$

wobei A die laterale Ausdehnung der beleuchteten Fläche darstellt. Sie begrenzt die mögliche laterale Auflösung der Messung. Ist nun die Eindringtiefe τ der Strahlung klein gegen die Dicke D der Probe, so kann man die obere Integrationsgrenze D in 2.15 durch unendlich ersetzen und erhält für die Messgröße $\langle s(\tau) \rangle$ die Form einer Laplace-Transformation

$$\langle s(\tau) \rangle = \int_0^\infty (s(z)) e^{-\frac{z}{\tau}} dz \Big/ \int_0^\infty e^{-\frac{z}{\tau}} dz = \frac{1}{\tau} \int_0^\infty s(z) e^{-\frac{z}{\tau}} dz, \quad (2.16)$$

wobei die Integration über die laterale Fläche bereits ausgeführt wurde. In der Konsequenz erfahren alle tiefenabhängigen Größen im Ortsraum, z.B. $\sigma(z)$, durch die

Beugungsmethoden eine Glättung, die bei der Rücktransformation der Messsignale in den Ortsraum zu Schwierigkeiten führt [30, 31] (siehe Abschn. 5.4).

2.4 Der Eigenspannungszustand im oberflächennahen Bereich

2.4.1 Rand- und Gleichgewichtsbedingungen

Die Eigenspannungen müssen in ihrer Verteilung den kontinuumsmechanischen Rand- und Gleichgewichtsbedingungen genügen, die aus der Elastizitätstheorie hervorgehen [32].

Die makroskopischen Gleichgewichtsbedingungen besagen, dass in einem abgeschlossenen System, auf das keine äußeren Kräfte und Momente wirken, die resultierenden Kräfte und Momente bezüglich jeder Querschnittsfläche A bzw. jeder Achse über den gesamten Körper verschwinden müssen. Für die Makroeigenspannungen folgt daraus nach [3] das Kräftegleichgewicht

$$\int_A \sigma_{ij} d\mathbf{A} = 0, \quad (2.17)$$

sowie das Momentengleichgewicht

$$\int_A r \times \sigma_{ij} d\mathbf{A} = 0, \quad (2.18)$$

wobei $d\mathbf{A}$ den jeweiligen Flächenvektor beschreibt.

Die Definition der Eigenspannungen legt bereits fest, dass sie quellenfrei sind, was der mathematischen Formulierung $\text{div } \boldsymbol{\sigma} = 0$ entspricht [33]. Schreibt man dies komponentenweise unter Verwendung der Symmetrie des Spannungstensors auf, so erhält man die differentiellen Gleichgewichtsbedingungen:

$$\begin{aligned} \frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{13}}{\partial z} &= 0 \\ \frac{\partial \sigma_{13}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{23}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{33}}{\partial z} &= 0 \\ \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{22}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{23}}{\partial z} &= 0 \end{aligned} \quad (2.19 \text{ a, b, c})$$

die in jedem Punkt des Werkstoffs gelten. Weitere Bedingungen, die aus der Elastizitätstheorie hervorgehen und in jedem Punkt der Oberfläche anzuwenden sind, sind

die Randbedingungen,

$$\sum_{j=1}^3 \sigma_{ij} \cdot \mathbf{n}_j = F_i = 0, \quad (2.20)$$

wobei \mathbf{n}_j den Normaleneinheitsvektor auf der Oberfläche beschreibt. Sie besagen, dass an der Oberfläche keine nach außen bzw. innen gerichteten Kräfte F_i auftreten dürfen, die zu einer freien Verformung bzw. Bewegung des Körpers führen würden.

2.4.2 Konsequenzen der freien Oberfläche für die Eigenspannungsanalyse in Reflexionsgeometrie

Während die makroskopischen Gleichgewichtsbedingungen für die Betrachtung des oberflächennahen Eigenspannungszustands nur von geringer Bedeutung sind, lässt sich aus den differentiellen Rand- und Gleichgewichtsbedingungen eine Reihe von Konsequenzen für den oberflächennahen Eigenspannungszustand ableiten. Die wichtigste ist, dass Eigenspannungen generell nur in Form von Gradienten auftreten können [3]. Die Stärke des jeweils auftretenden Gradienten hängt dabei vor allem von der Vorgeschichte des Werkstoffs ab. Dies betrifft sowohl die Herstellung des Materials als auch die anschließende Bearbeitung, sei sie nun mechanischer oder thermischer Natur.

Einen Überblick über die möglichen Eigenspannungszustände gibt die Abb. 2.4. Das Probenkoordinatensystem wird im Folgenden derart gewählt, dass die Oberflächennormale \mathbf{n}_3 der Probe mit der z-Richtung des Probenkoordinatensystems (x,y,z) zusammenfällt. Aus den Randbedingungen (2.20) folgt nun, dass die z-Komponenten σ_{i3} (i=1, 2, 3) des Eigenspannungstensors eine Sonderstellung einnehmen, weil sie als Folge der Randbedingungen an der Oberfläche (z=0) null sein müssen. Unter Verwendung der dritten differentiellen Gleichgewichtsbedingung (2.19 c) folgt, dass auch die Ableitung $\sigma_{33}(z)/z$ an der Oberfläche z=0 null sein muss, weil die Ableitungen der Scherkomponenten $\sigma_{i3,1}(z=0)$ und $\sigma_{i3,2}(z=0)$ (i=1, 2) aufgrund der Randbedingungen null sind. Unmittelbar unter der Oberfläche kann hingegen ein vollständig dreiachsiger Eigenspannungszustand vorliegen. Er muss lediglich den differentiellen Gleichgewichtsbedingungen (2.19 a, b, c) genügen.

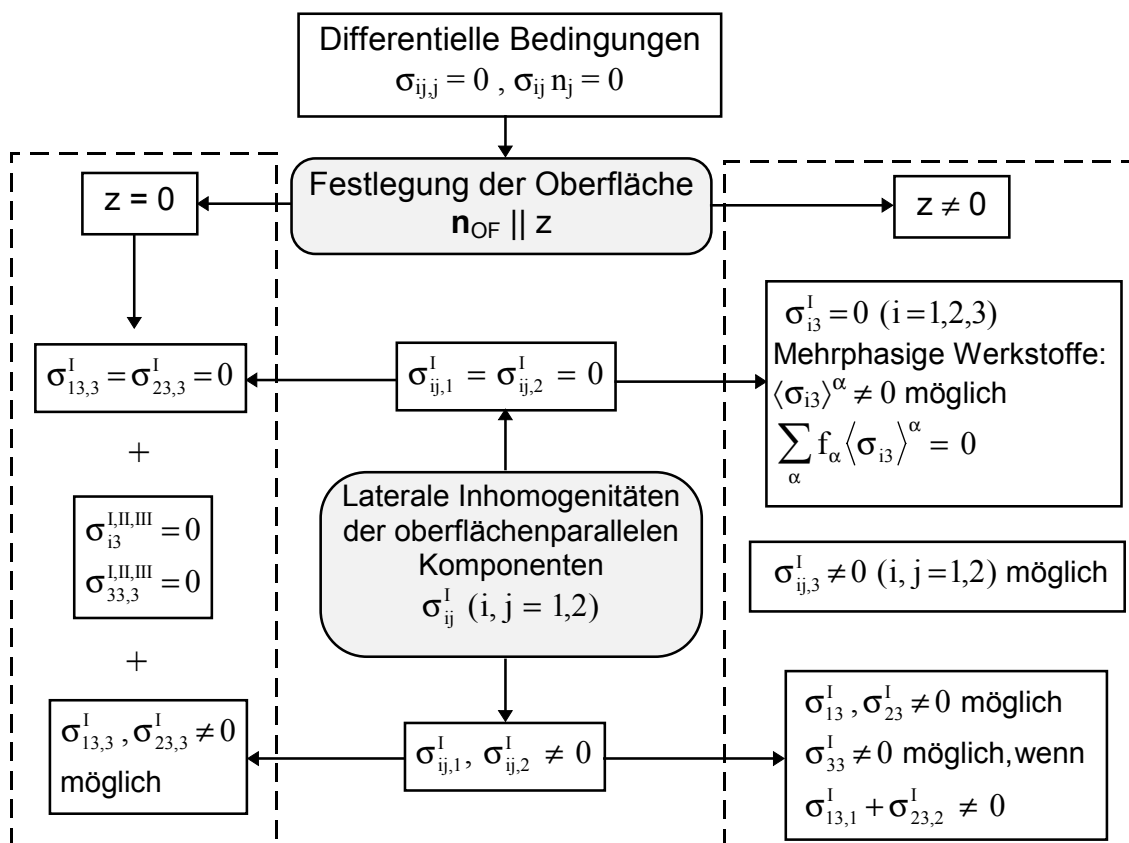


Abb. 2.4: Mögliche Formen des Eigenspannungszustands, die im Randschichtbereich vielkristalliner Werkstoffe auftreten können [34]. Es gilt die Einstein'sche Summenkonvention

Treten jedoch keine makroskopischen Gradienten $\sigma_{ij,k}^I$ ($i, j, k=1, 2$) der lateralen (in-plane) Eigenspannungen σ_{ij}^I ($i, j=1, 2$) in x- und y-Richtung auf, wie es z.B. beim Kugelstrahlen senkrecht zur Oberfläche der Fall ist (mit Ausnahme der Kanten), so schränkt dies den möglichen Eigenspannungszustand weiter ein. In diesem Fall können aufgrund von (2.19 a, b) in einphasigen Werkstoffen keine Eigenspannungen I. Art der Komponenten σ_{i3}^I ($i=1, 2, 3$) unterhalb der Oberfläche auftreten. In mehrphasigen Werkstoffen hingegen können die phasenspezifischen Eigenspannungen von null verschiedene Werte unterhalb der Oberfläche ($z>0$) annehmen, auch wenn keine Gradienten der in-plane Komponenten vorliegen. Sie müssen sich nur gemäß (2.4) im Mittel über sämtliche Phasen α in jeder Tiefe z kompensieren [18]. Es handelt sich bei ihnen demnach um mittlere Eigenspannungen II. Art.

Treten hingegen Gradienten der oberflächenparallelen (in-plane) Spannungskomponenten σ_{ij}^I ($i, j=1, 2$) auf, so ist mit Makroeigenspannungen der Form σ_{i3}^I ($i=1,2,3$) zu rechnen. Der Übergang vom zweiachsigen Oberflächen- zum dreiachsigen Volumeneigenspannungszustand vollzieht sich in einer gewissen Tiefe un-

terhalb der Oberfläche. Die Kenntnis dieses Übergangsbereiches ist für die Auswertung von besonderem Interesse, da er darüber entscheidet, ob bei der Eigenspannungsanalyse ein zweiachsiger Ansatz genügt oder ein dreiachsiger Eigenspannungszustand berücksichtigt werden muss. So wurde in einer theoretischen Arbeit [35] ein Kriterium ermittelt, das beschreibt, unter welchen Voraussetzungen innerhalb der Strahleindringtiefe mit einem dreiachsigen Eigenspannungszustand zu rechnen ist, wenn eine periodische Verteilung der in-plane Eigenspannungen vorgegeben ist. Dies ist immer genau dann der Fall, wenn die „Wellenlänge der Gittereigenspannung“ (Periodizität der Eigenspannungsverteilung in x- und y-Richtung) kleiner ist als die Eindringtiefe τ der verwendeten Strahlung.

In der Nähe von Kanten ist hingegen immer mit dem Auftreten dreiachsiger Eigenspannungsfelder zu rechnen, da hier die Randbedingungen für beide Oberflächen gleichermaßen gelten und somit zu steilen Gradienten der in-plane Komponenten führen. Aus diesem Grund sind die Eigenspannungsfelder in der Nähe von Kanten besonders kompliziert.

Auf die lateralen Eigenspannungskomponenten σ_{ij} ($i, j=1, 2$) und ihre Ableitungen in z-Richtung $\sigma_{ij,3}$ ($i, j=1, 2$) haben die Randbedingungen jedoch keinen Einfluss. Sie unterliegen keinen Einschränkungen (mit Ausnahme von Kanten) und können auch in einphasigen Werkstoffen an der Oberfläche als Makrospannungen I. Art vorliegen.

2.5 Verfahren zur Eigenspannungsanalyse

Mittlerweile gibt es eine Reihe röntgenographischer Methoden zur Eigenspannungsanalyse, die sich mit der Änderung des makroskopischen bzw. phasenspezifischen Eigenspannungszustands $\sigma_{ij}(z)$ in Abhängigkeit von der Tiefe z senkrecht zur Probenoberfläche beschäftigen. Sie lassen sich in zwei Gruppen einteilen, die sich aus der messspezifischen Fragestellung nach dem Informationsschwerpunkt bzw. der Eindringtiefe, dem bzw. der das Messsignal zugeordnet werden kann, ableiten. So wird zwischen den sogenannten Laplace- und Ortsraum-Methoden unterschieden (Abb. 2.5).

Als Laplace-Methoden werden diejenigen Verfahren bezeichnet, bei denen das im Detektor registrierte Signal dem Mittelwert exponentiell gewichteter Beiträge zugeordnet wird, die infinitesimal dünne, parallel zur Oberfläche verlaufende Subschichten liefern. Die exponentielle Wichtung ist auf die Schwächung der Röntgenstrahlen infolge von Absorption und Streuung beim Durchtritt durch die Materie zurückzuführen.

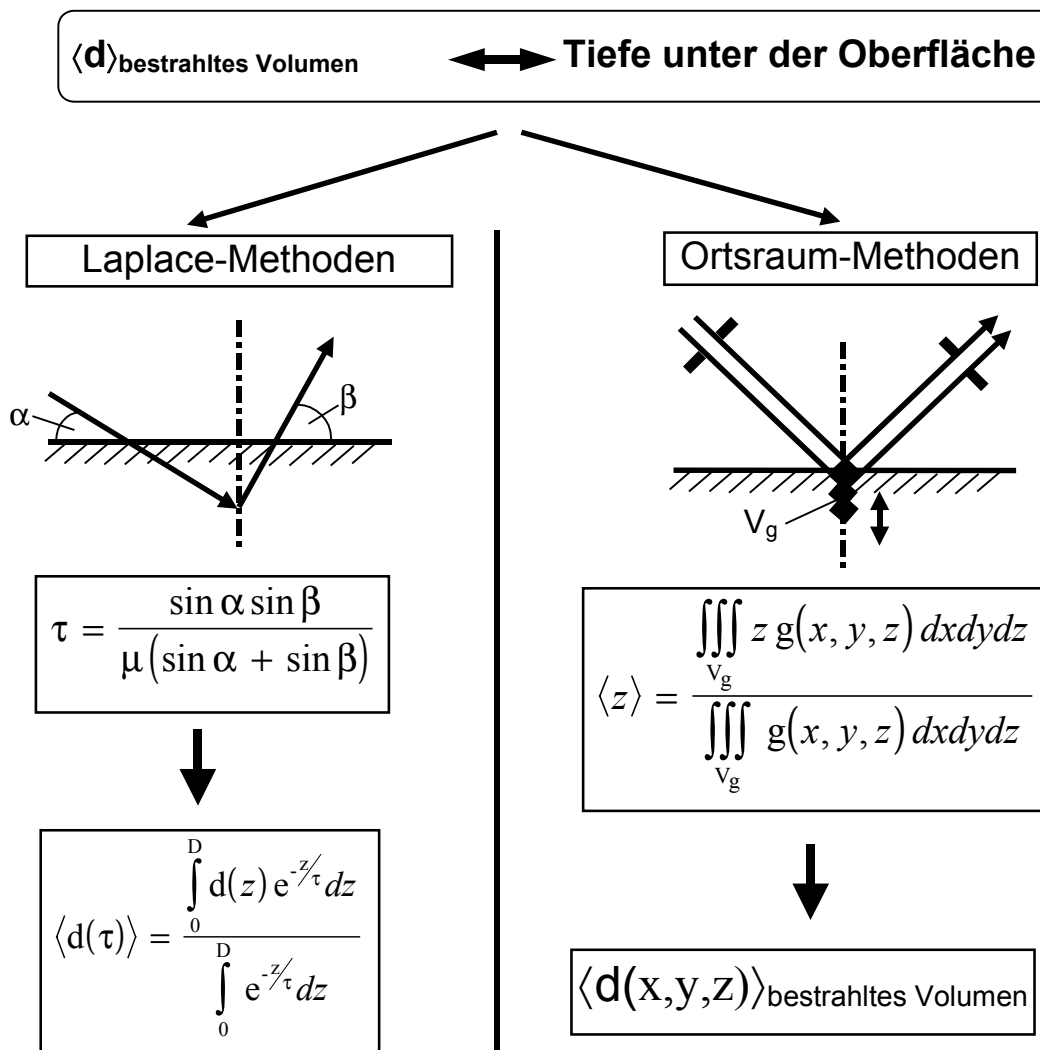


Abb. 2.5: Einteilung der Methoden zur diffraktometrischen Spannungsanalyse nach der Bestimmung des Informationsschwerpunkts, dem das Messsignal zugeordnet wird [34].

Die Ortsraum-Methoden beziehen das Messsignal hingegen auf den geometrischen Schwerpunkt eines durch Blenden begrenzten, hinreichend kleinen Messvolumenelements, wobei $g(x, y, z)$ die Gewichtungsfunktion beschreibt.

Das Potential der Laplace-Methoden, die im Allgemeinen in Verbindung mit niederenergetischer Röntgenstrahlung $\text{Cr}_{K\alpha}$ (5,5 keV), $\text{Cu}_{K\alpha}$ (8 keV) in Reflexionsgeometrie genutzt werden, liegt in der Erfassung oberflächennaher Eigenspannungsgradienten, während die Ortsraum-Methoden unter Verwendung hochenergetischer Strahlung meist in Transmissionsgeometrie eingesetzt werden und somit zur Ermittlung langreichweitiger Volumeneigenspannung geeignet sind. Die wichtigsten Verfahren, die in dieser Arbeit zur Anwendung kommen, sind in den folgenden Abschnitten 2.5.2

und 2.5.3 dargestellt. Doch zuvor soll noch kurz auf das $\sin^2\psi$ -Verfahren der Eigenspannungsanalyse eingegangen werden, dass die röntgenographische Eigenspannungsanalyse in der Werkstofftechnik etabliert hat. Es ist kein Gradientenverfahren, bildet jedoch die Grundlage für verschiedene Gradientenmethoden.

2.5.1 $\sin^2\psi$ -Verfahren

Das $\sin^2\psi$ -Verfahren [36] ist ein numerisch stabiles Verfahren zur Analyse von zweiachsigen in-plane Eigenspannungszuständen an der Probenoberfläche, dessen Anwendung an verschiedene Voraussetzungen gebunden ist. Ein makroskopisch quasi-isotropes Werkstoffverhalten in Form einer statistisch regellosen Kristallitverteilung ist ebenso notwendig wie ein im beleuchteten Oberflächenbereich homogener, zweiachsiger Eigenspannungszustand, der innerhalb der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung konstant ist. Unter diesen Voraussetzungen nimmt Gleichung (2.8) die folgende einfache Gestalt an:

$$\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl) = 1/2 s_2(hkl) \sigma_{\varphi} \sin^2 \psi + s_1(hkl)(\sigma_{11} + \sigma_{22}), \quad (2.21)$$

wobei $\sigma_{\varphi} = \sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi$ die im jeweiligen Azimutwinkel φ wirksame Spannungskomponente bezeichnet. Die Gleichung besagt, dass für jeden Azimutwinkel φ ein linearer Zusammenhang zwischen den Dehnungen $\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl)$ und $\sin^2\psi$ besteht (Abb. 2.6).

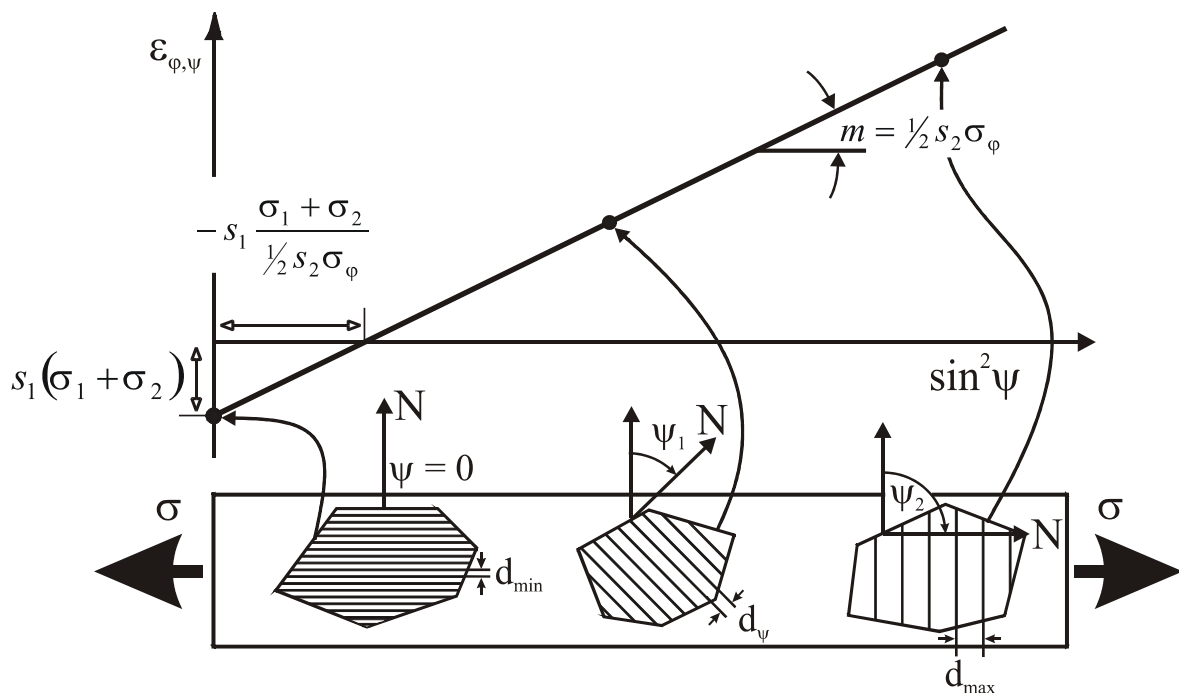


Abb. 2.6: Prinzip des $\sin^2\psi$ -Verfahrens [37].

Die Spannung σ_φ in Richtung des Azimutwinkels φ ergibt sich nach

$$\sigma_\varphi = \frac{1}{\frac{1}{2}s_2(hkl)} \frac{\partial \varepsilon_{\varphi\psi}(hkl)}{\partial \sin^2 \psi} = \frac{1}{\frac{1}{2}s_2(hkl)d_0} \frac{\partial d_{\varphi\psi}(hkl)}{\partial \sin^2 \psi} \quad (2.22)$$

aus der Steigung m der Regressionsgeraden unter Verwendung des dehnungsfreien Netzebenenabstands $d_0(hkl)$. Der Netzebenenabstand $d_0(hkl)$ des unverspannten Werkstoffs kann über die Messung des Netzebenenabstands in der „dehnungsfreien Richtung“ ψ^* des zweiachsigen Spannungszustands bestimmt werden [2]:

$$\sin^2 \psi^* = \frac{-2s_1(hkl)(\sigma_{11} + \sigma_{22})}{1/2 s_2(hkl)\sigma_\varphi}. \quad (2.23a)$$

Diese Richtung ψ^* ist jedoch wie Gl. (2.23a) zeigt, im Allgemeinen vom Eigenspannungszustand abhängig. Erst durch die Mittelung über zwei Messungen, die in den Azimuten φ und $\varphi+90^\circ$ bestimmt wurden, erhält man einen Term, der von den Spannungen unabhängig ist:

$$\psi^* = \arcsin \sqrt{\frac{-2s_1(hkl)}{1/2 s_2(hkl)}}. \quad (2.23b)$$

Der große Vorteil der $\sin^2\psi$ -Methode liegt jedoch gerade in ihrer weitgehenden Unabhängigkeit vom Netzebenenabstand des unverspannten Gitters $d_0(hkl)$ ¹.

2.5.2 Laplace-Methoden

2.5.2.1 Mehrwellenlängenmethode

Die Mehrwellenlängenmethode [38] basiert auf dem $\sin^2\psi$ -Verfahren. Für Röntgenstrahlen verschiedener Energien ($\text{Cr}_{K\alpha}$, $\text{Co}_{K\alpha}$, $\text{Cu}_{K\alpha}$, ...) werden $\sin^2\psi$ -Analysen durchgeführt und die jeweils ermittelten Eigenspannungen mittleren Eindringtiefen \bar{r}

¹ Eine Taylorentwicklung von (2.22) um d_0 zeigt, dass größere Fehler bei der Bestimmung von $d_0(hkl)$ nur zu kleinen Fehlern im Anstieg der Regressionsgeraden führen:

$$\sigma_\varphi = \frac{m}{\frac{1}{2}s_2 d_0 + \Delta d_0} = \frac{m}{\frac{1}{2}s_2} \left(\frac{1}{d_0} - \frac{\Delta d_0}{d_0^2} + \dots \right) \approx \frac{m}{\frac{1}{2}s_2 d_0} \left(1 - \frac{\Delta d_0}{d_0} \right)$$

Für einen Netzebenenabstand von $d_0=0.1$ nm und eine Unsicherheit von 10^{-4} nm ergibt sich ein Fehler in den ermittelten Spannungen von $\Delta\sigma_\varphi/\sigma_\varphi = 10^{-3}$.

zugeordnet. Dabei wird die unterschiedliche Absorption der Röntgenstrahlung bei unterschiedlichen Energien ausgenutzt.

2.5.2.2 Universalplot-Verfahren

Eine verbesserte Möglichkeit, die Spannungen aus den selben Datensätzen der $\sin^2\psi$ -Messungen tiefenaufgelöst zu ermitteln, bietet das Universalplotverfahren nach Ruppertsberg [12], welches als Voraussetzung weiterhin von einem zweiachsigen Eigenspannungszustand ausgeht, jedoch eine Änderung der in-plane Spannungen innerhalb der Strahleindringtiefe zulässt. Es nutzt dabei gezielt die Variation der Eindringtiefe aufgrund der ψ -Kippung, um die ermittelten Netzebenenabstände einer gewissen Eindringtiefe τ zuordnen zu können. Die Grundgleichung der RSA (2.8) nimmt nun die Form an:

$$\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl, \tau) = \frac{1}{2}s_2(hkl)[(\sigma_{11}(\tau)\cos^2\varphi + \sigma_{22}(\tau)\sin^2\varphi + \sigma_{12}(\tau)\sin 2\varphi)\sin^2\psi] + s_1(hkl)(\sigma_{11}(\tau) + \sigma_{22}(\tau)) \quad (2.24)$$

Sie enthält die Tiefenabhängigkeit explizit. Je nachdem, ob die Probe um eine Achse senkrecht (Ω -Modus) oder parallel zur Diffraktometerebene (ψ -Modus) gekippt wird, ergeben sich unterschiedliche Funktionen für die Eindringtiefe [39]:

$$\tau_{\Omega} = \frac{\sin^2\theta - \sin^2\psi}{2\mu\sin\theta\cos\psi} \quad \text{bzw.} \quad \tau_{\psi} = \frac{\sin\theta}{2\mu}\cos\psi \quad (2.25)$$

Die Spannungen können jetzt gemäß dem folgenden Formalismus direkt über der Eindringtiefe τ aufgetragen werden [40]:

$$\sigma_{11}(\tau) = \sigma_{\parallel}(\tau) + f^-(\tau) \quad (2.26a)$$

$$\sigma_{22}(\tau) = \sigma_{\parallel}(\tau) - f^-(\tau) \quad (2.26b)$$

$$\sigma_{\parallel}(\tau) \equiv \frac{1}{2}[\sigma_{11}(\tau) + \sigma_{22}(\tau)] = \frac{d_{\psi}^+(hkl, \tau) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)[1/2s_2(hkl)\sin^2\psi + 2s_1(hkl)]} \quad (2.26c)$$

$$f^-(\tau) \equiv \frac{1}{2}[\sigma_{11}(\tau) - \sigma_{22}(\tau)] = \frac{d_{\psi}^-(hkl, \tau) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)1/2s_2(hkl)\sin^2\psi} \quad (2.26d)$$

$$d_{\psi}^+(hkl, \tau) \equiv \frac{1}{2}[d_{0,\psi}(hkl, \tau) + d_{90,\psi}(hkl, \tau)] \quad (2.26e)$$

$$d_{\psi}^-(hkl, \tau) \equiv \frac{1}{2}[d_{0,\psi}(hkl, \tau) - d_{90,\psi}(hkl, \tau)]. \quad (2.26f)$$

Aufgrund des universellen Charakters der Gleichungen (2.26c) und (2.26d), die auf der linken Seite allein die Informationen über die in-plane Spannungskomponenten und auf der rechten Seite sämtliche experimentellen Informationen enthalten, lassen sich die experimentellen Daten unabhängig von der verwendeten Strahlung (Energie), Reflex (hkl) und Beugungswinkel (2θ) gegen die entsprechende Eindringtiefe in einer einzigen Kurve auftragen.

Der Netzebenenabstand $d_0(hkl)$ des unverspannten Gitters kann – wie auch schon beim $\sin^2\psi$ -Verfahren – über die dehnungsfreie Richtung $\psi^*(hkl)$ des zweiachsigen Eigenspannungszustands ermittelt werden.

2.5.2.3 Streuvektor-Verfahren

Das Streuvektor-Verfahren [34, 40, 41] ist ein Verfahren zur Analyse inhomogener Eigenspannungstiefenverteilungen im oberflächennahen Bereich.

Gradientenverfahren auf Basis der $\sin^2\psi$ -Methode [12, 13, 38, 42-45] nutzen die Änderung der Eindringtiefe als Funktion des Neigungswinkels ψ zur Variation der Eindringtiefe, siehe (2.25). Wird die Eindringtiefe τ über den Neigungswinkel ψ variiert, so lassen sich aus der Grundgleichung der RSA (2.8) durch geeignete Differenzbildung über den positiven und negativen ψ -Ast lediglich die Scherkomponenten σ_{13} und σ_{23} eliminieren bzw. separieren. Die Normalkomponente σ_{33} bleibt aber weiterhin mit den in-plane Komponenten σ_{11} und σ_{22} gekoppelt.

Die Streuvektormethode bietet nun die Möglichkeit, die Eindringtiefe unabhängig von der Messrichtung ψ durch die Drehung der Probe um den Streuvektor $\mathbf{g}_{\varphi\psi}$ zu variieren. Seine Orientierung im Probensystem ist durch die Neigung ψ und den Azimutwinkel φ festgelegt (vgl. Abb. 2.7).

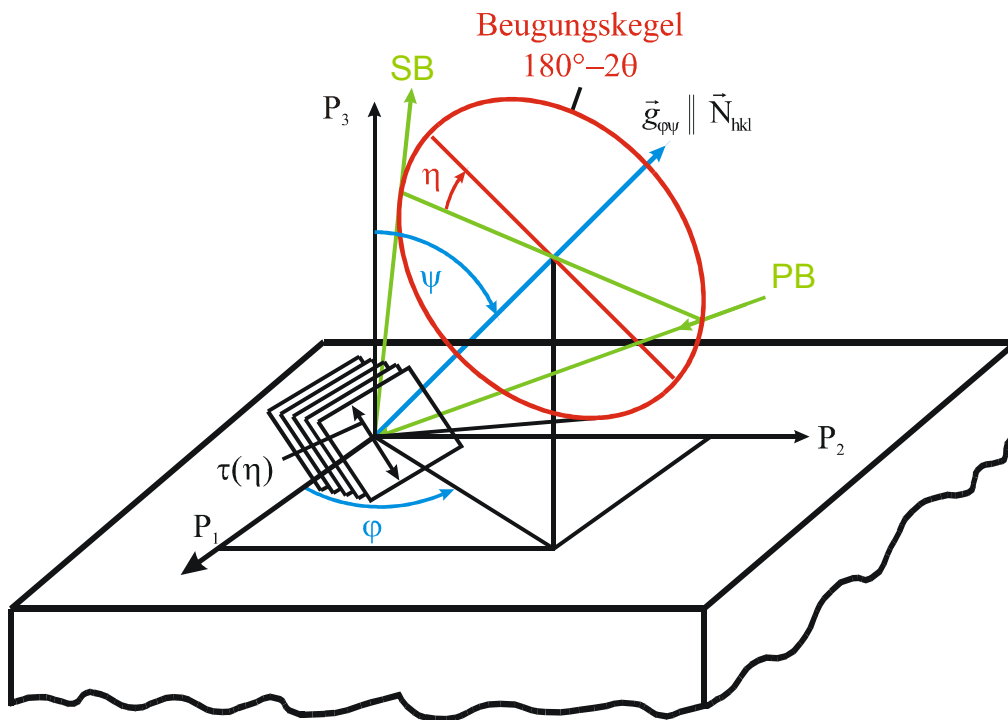


Abb. 2.7: Darstellung der verschiedenen Beugungsgeometrien in der RSA. Beim Streuvektorverfahren wird die Probe über den Winkel η um den Streuvektor $\mathbf{g}_{\psi\varphi}$ gedreht. PB deutet den einfallenden und SB den austretenden Strahl an.

Die Methode überführt die Beugungsgeometrie vom Ω -Modus der RSA in den Ψ -Modus. Die Eindringtiefe für den Streuvektormodus ergibt sich zu [41]

$$\tau_{\eta} = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 \psi + \cos^2 \theta \sin^2 \psi \sin^2 \eta}{2\mu \sin \theta \cos \psi}. \quad (2.31)$$

Für die Winkel $\eta = 0^\circ$ und $\eta = 90^\circ$ ergeben sich hieraus die Eindringtiefen für die Grenzfälle, den Ω - und den Ψ -Modus. Abb. 2.8 zeigt die Variation der Eindringtiefe als Funktion des jeweiligen Messparameters ψ bzw. η für die Universalplot- und Streuvektormethode.

Der in-plane Eigenspannungszustand lässt sich nun tiefenaufgelöst nach der folgenden Gleichung ermitteln:

$$\sigma_{\parallel}(\tau) = \frac{d_{\psi}^{+}(hkl, \tau) - d_0(hkl)}{d_0(hkl) \left[\frac{1}{2} s_2(hkl) \cdot \sin^2 \psi + 2s_1(hkl) \right]}. \quad (2.32)$$

Hierbei beschreibt ψ die Messrichtung und d^{+} deutet an, dass es sich um den Mittelwert zweier Datensätze handelt, die unter den Azimuten $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$ gemessen wurden.

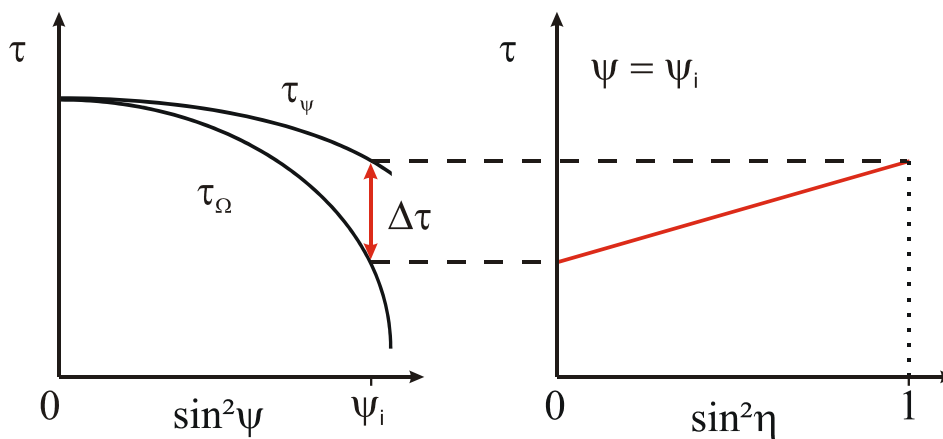


Abb. 2.8: Eindringtiefe für das $\sin^2\psi$ -Verfahren im Ω - und Ψ -Modus (links) sowie für das Streuvektorverfahren (rechts) [46]

Steht kein Wert für den Netzebenenabstand $d_0(hkl)$ des unverspannten Materials zur Verfügung, so ermöglicht das Verfahren – unter Ausnutzung der hohen Sensitivität der Spannungen nach (Gl. 2.32) gegenüber $d_0(hkl)$ – durch Messungen in mindestens einer weiteren Richtung ψ_1 , den Wert für $d_0(hkl)$ in einer Optimierungsmethode selbstkonsistent zu bestimmen.

Für den Fall eines dreiachsigen Spannungszustands lässt sich mit Hilfe der Streuvektormethode infolge des gewonnenen Freiheitsgrades (die Eindringtiefe ist unabhängig von der Messrichtung zu variieren) sowie der Möglichkeit, d_0 selbstkonsistent zu bestimmen, in einem iterativen Prozess auch die $\sigma_{33}(\tau)$ Komponente ermitteln. Eine ausführliche Beschreibung des Verfahrens findet sich in [34].

2.5.3 Ortsraum-Methoden

2.5.3.1 Through Surface Strain Scanning

Die klassischen Ortsraum-Methoden legen mittels begrenzender Blenden im Primär- und Sekundärstrahl das Volumenelement fest, dem das gemessene Signal zugeordnet werden kann. Daher bieten sie sich vor allem zur Bestimmung von Spannungen bzw. Spannungsgradienten im Volumen an. Wird die Probenoberfläche jedoch schrittweise in das laborfeste Messvolumenelement eingetaucht (Through Surface Strain Scanning [47-49] (Abb. 2.5)), muss die Gewichtungsfunktion $g(x,y,z)$, die sich mit jedem Eintauchschritt sowie mit jeder Variation der Messrichtung ($\phi\psi$) ändert, neu bestimmt werden [50]. Hinzu kommen Probleme durch die Abschattung der Strahlung in der Probe selbst und im Falle der Untersuchung mit Neutronen eine wellenlängenbedingte Reflexverschiebung durch den Monochromator.

2.5.3.2 Abtragsmethode

Ein Gradientenverfahren, das den Ortsraum-Methoden zugerechnet werden kann, ist die Möglichkeit der $\sin^2\psi$ -Messung nach sukzessivem Abtrag der Oberfläche (Abb. 1.1). Die unter Verwendung des $\sin^2\psi$ -Verfahrens ermittelten Eigenspannungen werden dabei an der jeweiligen „Oberfläche“ bestimmt und der entsprechenden Abtrags-tiefe zugeordnet. Da sich jedoch durch die Abtragungsschritte Eigenspannungen aus dem verbleibenden Material lösen, müssen die ermittelten zweiachsigen Spannungstiefenprofile korrigiert werden [10]. Unter der Annahme, dass an der jeweiligen Oberfläche ein zweiachsiger Spannungszustand vorliegt, der sich innerhalb der Strahleindringtiefe nicht bzw. nur gering ändert, lassen sich bei geeigneter Wahl der Abtragungsschritte Δz mit dieser Methode auch Gradienten des dehnungsfreien Netzebenenabstands $d_0(\text{hkl},z)$ vom Eigenspannungsgradienten trennen [51, 52]. Solche $d_0(\text{hkl},z)$ -Gradienten können z.B. durch Aufkohlung der Randschichten beim Einsatzhärten von Stählen entstehen [53]. Sie sind von den existierenden zerstörungsfreien Eigenspannungsanalysemethoden nicht zu bestimmen, weil sie sich derzeit nicht von einem möglichen Eigenspannungsgradienten der Normalkomponente $\sigma_{33}(z)$ trennen lassen.

3 STAND DER ERKENNTNISSE

Schon in den 30er Jahren des letzten Jahrhunderts wurde die Bedeutung der zerstörungsfreien Eigenspannungsanalyse mittels röntgenographischer Beugungsmethoden für polykristalline Werkstoffe erkannt [54-56]. Die entsprechenden Verfahren nutzen die Verschiebung der Interferenzlinien hkl , die durch die Dehnungen im Material entstehen, zur Spannungsanalyse. Dabei wird anhand von Messungen in einzelnen Probenrichtungen auf die entsprechenden Komponenten des Spannungstensors geschlossen.

Einen entscheidenden Schritt in der Entwicklung der RSA bildete die Einführung des $\sin^2\psi$ -Verfahrens [36] (vgl. Abschnitt 2.5.1). Es hat die RSA in der Materialforschung etabliert und bildet die Grundlage für viele der heute in der modernen RSA vorhandenen Analysemethoden. Die Anwendung der $\sin^2\psi$ -Methode ist jedoch an gewisse Voraussetzungen bezüglich des oberflächennahen Eigenspannungszustands gebunden, deren Nichterfüllung zu erheblichen Abweichungen von einem linearen $d_{\phi\psi}(hkl)$ - $\sin^2\psi$ -Verlauf führen kann. Die Interpretation nicht-linearer Verläufe ist teilweise sehr schwierig [57]. Sie werden in erster Linie durch das Auftreten von Eigenspannungsgradienten, welche sich in der Form der $\sigma_{ij}(z)$ schreiben lassen, durch Texturen und plastische Deformation hervorgerufen.

Den Mittelpunkt der vorliegenden Arbeit bildet die energiedispersive Eigenspannungsgradientenanalyse im intermediären Bereich zwischen Oberfläche und Werkstoffvolumen. Im Folgenden werden die Entwicklung und die Probleme bei der energiedispersiven Eigenspannungsgradientenanalyse beschrieben.

3.1 Entwicklung energiedispersiver Beugungsmethoden

Die Entwicklung der energiedispersiv arbeitenden Beugungsmethoden begann erst gegen Ende der 60er Jahre. Die ersten Versuche, energiedispersiv arbeitende Detektoren in Kombination mit weißer Strahlung für die Bestimmung von Netzebenenabständen zu verwenden, sind in [58-60] beschrieben. Doch obwohl der Aufbau solcher Systeme einfach und kompakt war, konnten sie sich zunächst nicht durchsetzen, da die Auflösung der Detektorsysteme für eine genaue Bestimmung der Netzebenenabstände zu gering war. Daher hielten die energiedispersiven Beugungsmethoden zunächst in den Bereichen Einzug, in denen die winkeldispersiven bzw. wellenlängendispersiven Methoden nicht angewandt werden konnten. Hier ist vor allem die Rasterelektronenmikroskopie REM zu nennen, für die die wellenlängendispersiven Methoden sowohl aufgrund des Platzmangels im Rezipienten als auch we-

gen der durch die Messanordnung bedingten geringen Intensität nicht in Frage kamen [61]. Waren zunächst nur qualitative Analysen möglich (Elementbestimmungen), so führte der Einsatz energiedispersiver Methoden in der Rasterelektronenmikroskopie zu einer raschen Entwicklung der Festkörperdetektoren. Das Auflösungsvermögen der Detektoren wurde innerhalb weniger Jahre mehrmals verdoppelt auf nun ca. 150 eV bei 5.8 keV.

Doch auch in den Bereichen, in denen Öfen und Druckmesszellen zum Einsatz kamen, hielt die energiedispersive Beugung in Verbindung mit Synchrotronstrahlung Einzug, da wegen der einfachen Messanordnung mit festem Beugungswinkel nur zwei Fenster an den entsprechenden Anlagen benötigt wurden [62, 63]. Nach und nach wurde sie auch für schnelle Strukturbestimmungen und Pulverdiffraktometrie eingesetzt [64, 65].

Eine hochauflösende Methode mittels energiedispersiver Beugungsverfahren ist in [66] beschrieben. Der weiße Strahl wird mit Hilfe eines Channel Cut Monochromators monochromatisiert und durchgestimmt, wodurch die Auflösung nicht mehr durch die Energieauflösung des stationären Festkörperdetektors bestimmt ist. Das Verfahren ist jedoch zeitaufwändig, da die Reflexe nicht mehr simultan aufgenommen werden. Dieses Verfahren wird auch häufig in der Fluoreszenz-Spektroskopie verwendet [67].

Heutzutage werden die energiedispersiven Beugungsverfahren in einer Vielzahl unterschiedlicher Experimente genutzt. Bei in-situ Experimenten wird unter anderem das Schichtwachstum kontrolliert [68] und das Kriechverhalten unter Last untersucht [69]. Aber es werden auch Linienprofilanalysen durchgeführt und das plastische Verformungsverhalten in Hochdruckzellen untersucht [70, 71]. Das Hauptanwendungsgebiet liegt jedoch weiterhin im Bereich der REM- und der TEM-Analyse. Hier konnten sich die energiedispersiven Beugungsverfahren am besten durchsetzen. Doch auch in der Eigenspannungsanalyse im Volumen haben sich die energiedispersiven Beugungsmethoden bewährt [50, 72, 73].

3.2 Energiedispersive Verfahren zur Eigenspannungsgradientenanalyse

Über erste Bestimmungen von Eigendehnungen bzw. Eigenspannungen mittels energiedispersiver Beugungsmethoden wurde in [74, 75] berichtet. In [74] wird das Auftreten des im Silizium-Einkristall verbotenen Reflexes 006 untersucht, der erst auftritt, wenn innere Spannungen vorliegen bzw. von außen eine Last aufgebracht wird, da sich die Strukturfaktoren hierdurch ändern. Über die Intensitäten des verbotenen Reflexes unter verschiedenen Lasten kann somit auf die innere Verschiebung geschlossen werden. Im selben Jahr wird auch über erste Dehnungsmessungen mit-

tels energiedispersiver Beugungsmethoden berichtet, bei denen analog zur klassischen RSA die Verschiebung der Netzebenenabstände durch innere Spannungen registriert wurde [75, 76]. Die Messungen wurden mit hochenergetischer Röntgenstrahlung bis 250 keV einer Wolfram-Röntgenröhre durchgeführt und können als Vorläufer der Ortsraum-Methoden angesehen werden. Die ersten energiedispersiven Untersuchungen in Reflexionsgeometrie auf Basis der Laplace-Methoden sind in [13, 77, 78] beschrieben (siehe Abb. 3.1), obwohl in [75] bereits auf den einfachen Aufbau solcher Messanordnungen hingewiesen wurde.

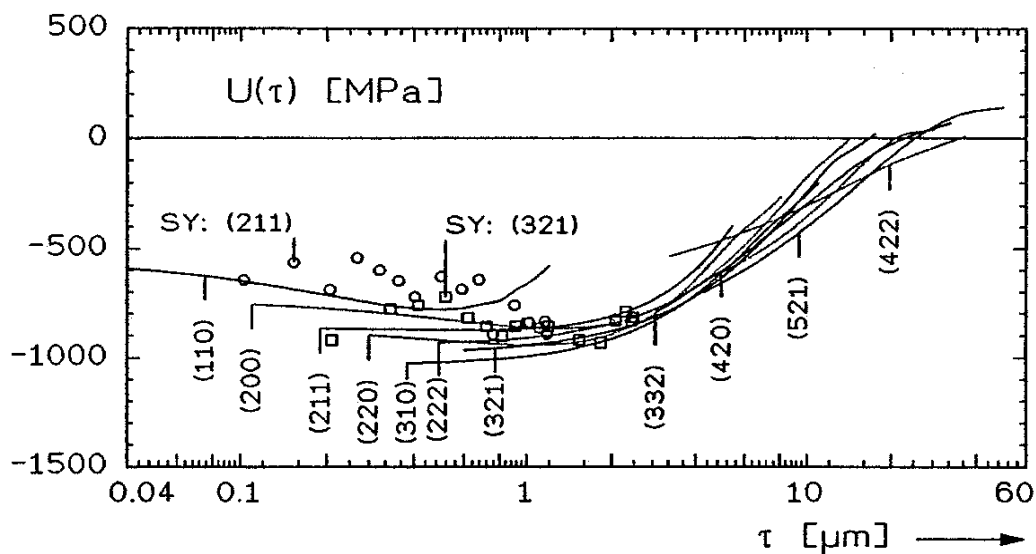


Abb. 3.1 Energiedispersiv bestimmter Eigenspannungstiefenverlauf ermittelt in Reflexionsgeometrie, aufgetragen gemäß der Universalplotmethode [78]

Bei der Spannungsgradientenanalyse im Volumen sind die energiedispersiv arbeitenden Methoden mittlerweile als fester Bestandteil der Materialforschung etabliert [20, 73, 79-84]. Das Hauptproblem, das hier ebenso wie bei den Neutronenverfahren im Volumen besteht, ist die Bestimmung des dehnungsfreien Netzebenenabstands $d_0(hkl)$, dessen Kenntnis für die Bestimmung eines dreiaxigen Eigenspannungszustands notwendig ist.

Im Gegensatz zu den Volumenmethoden ist die Bestimmung von Eigenspannungsgradienten im intermediären Bereich, wo der Übergang vom zweiachsigen Oberflächenzustand zum dreiaxigen Volumeneigenspannungszustand stattfindet, wenig untersucht.

Die ersten „Through Surface Strain Scanning“ Experimente, die auf den energiedispersiven Messmethoden beruhen, wurden in [85] vorgestellt. In [83] wird auf das ausreichende Auflösungsvermögen des Verfahrens hingewiesen. Es ermöglicht aber

ebenso wie die winkeldispersiven Verfahren bisher nur eine Bestimmung der Dehnungsverteilung. Zweiachsige und dreiachsige Spannungsverteilungen im intermediären Bereich sind bisher nicht möglich, weil sich durch das nicht vollständig in die Probe eingetauchte Messvolumenelement eine Bestimmung der Gewichtungsfunktion $g(x,y,z)$ in verschiedenen Messrichtungen sehr kompliziert gestaltet.

Die wenigen Arbeiten, die sich mit der energiedispersiven Ermittlung von Eigenspannungsgradienten im intermediären Bereich auf Basis der Laplace-Methoden beschäftigen [13, 50, 77, 78], berücksichtigen nicht den Übergang vom zweiachsigen zum dreiachsigen Spannungszustand. Sie gehen auch in größeren Tiefen von einem rein zweiachsigen Eigenspannungszustand aus. Dies ist aber bei den energiedispersiv, mit mittel- und hochenergetischer Strahlung arbeitenden Verfahren im Allgemeinen nicht zulässig, weil in den Tiefen, die durch diese Strahlung erschlossen werden, dreiachsige Eigenspannungszustände vorliegen können, deren Nichtberücksichtigung starke Verschiebungen der in-plane Komponenten hervorrufen können. Vor allem hier müssen die bestehenden Verfahren weiterentwickelt und ihre Anwendbarkeit unter Beweis gestellt werden.

4 ÜBERTRAGUNG DER WINKELDISPERSIVEN METHODEN DER RSA AUF DEN ENERGIEDISPERSIVEN FALL

Die Grundlage für die Übertragung der winkeldispersiven Eigenspannungsanalysemethoden auf die energiedispersiven Analysemethoden bildet die folgende Gleichung

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (4.1)$$

Sie beschreibt den Zusammenhang zwischen der Energie E und der Wellenlänge des Lichtes λ , wobei c die Lichtgeschwindigkeit und h das Planck'sche Wirkungsquantum darstellt. Setzt man Gl. (4.1) in die Bragg'sche Gleichung (2.6) ein, so erhält man aus dieser Beziehung die Netzebenenabstände als Funktion der Energie

$$d(hkl) = \frac{hc}{2 \sin \theta} \cdot \frac{1}{E(hkl)} \quad (4.2)$$

Sie stellt den fundamentalen Zusammenhang in der energiedispersiven Eigenspannungsanalyse dar. Die Dehnungen in Messrichtung ($\varphi\psi$) ergeben sich aus den Energien gemäß (Gl. 2.7) und (Gl. 4.2) zu

$$\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl) = \frac{E_0(hkl)}{E_{\varphi\psi}(hkl)} - 1, \quad (4.3)$$

wobei $E_{\varphi\psi}(hkl)$ die in Messrichtung gemessene Energie des Reflexes hkl ist und $E_0(hkl)$ die Energie des Reflexes für den unverspannten Werkstoff darstellt.

4.1 Übergang von der Einzelinterferenz zum Beugungsspektrum

Bei der Nutzung winkeldispersiver Beugungsverfahren für die Eigenspannungsanalyse werden die Beugungsdiagramme $I(\theta(hkl))$ für diejenigen Interferenzen hkl bestimmt, die zur Analyse der Eigenspannungen nötig bzw. geeignet sind. Sollen beispielsweise in einem mehrphasigen Gefüge die Makroeigenspannungen bestimmt werden, so müssen die Beugungsdiagramme für mindestens je eine Interferenz jeder Phase bestimmt werden. Dies ist sehr zeitaufwändig und daher werden meistens nur die stärksten Reflexe zur Auswertung herangezogen.

Die Anwendung energiedispersiver Beugungsverfahren ermöglicht hingegen die „simultane“ Aufnahme eines Energiespektrums (Abb. 4.1) in einem bestimmten Energiebereich. Dazu wird weiße Röntgenstrahlung (Licht mit einer kontinuierlichen Energieverteilung im Wellenlängenbereich des Röntgenlichts) gemäß Gl. (4.2) unter ei-

nem festen Beugungswinkel 2θ gebeugt und in einem energiedispersiv arbeitenden Festkörperdetektor mit Vielkanal-Analysator registriert.

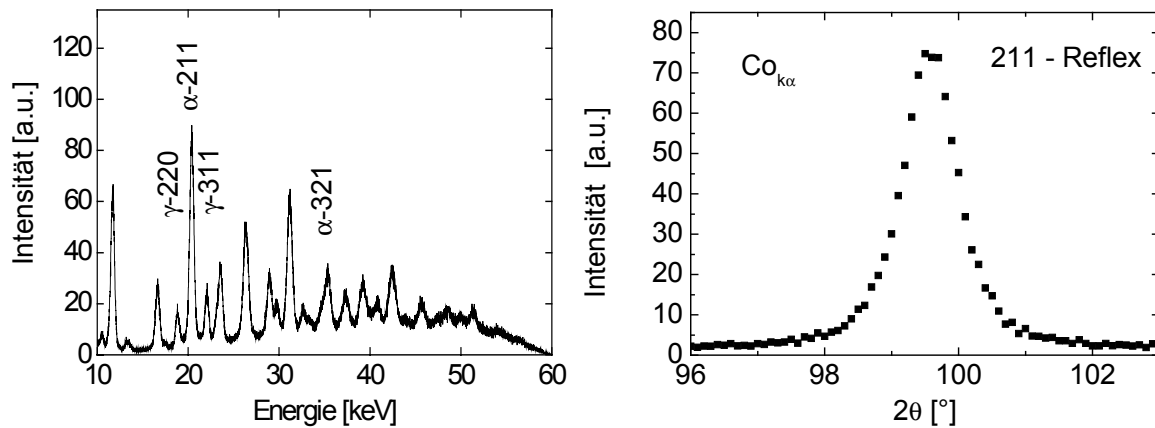


Abb. 4.1: Energiespektrum eines Stahls (16MnCr5), das unter einem festen Beugungswinkel $2\theta=30^\circ$ aufgenommen wurde (links). Diffraktogramm des α -211 Reflexes (rechts)

Die so ermittelten Spektren enthalten sämtliche Interferenzen der im Material vorkommenden kristallinen Phasen. Hinzu kommen jedoch noch die Fluoreszenzlinien des zu untersuchenden Werkstoffs sowie die Fluoreszenzlinien der für die Strahlabschirmung benötigten Materialien.

4.2 Auflösung der Detektor-Systeme

Die Anforderung, die die RSA an die Genauigkeit der Dehnungsanalyse stellt, liegt im Bereich von $\Delta d/d \approx 10^{-4}$, die mit einer winkeldispersiv arbeitenden Anordnung im Allgemeinen problemlos zu realisieren ist. Gemäß der Fehlerfortpflanzung ergibt sich für die Auflösung $\Delta d/d$ im energiedispersiven Fall [86]

$$\left| \frac{\Delta d_{HWB}}{d} \right| = \sqrt{\left(\frac{\Delta E_{Detektor}}{E} \right)^2 + \cot^2 \theta (\Delta \theta)^2} . \quad (4.4)$$

ΔE beschreibt die Auflösung des Detektors und $\Delta \theta$ die Äquatorialdivergenz der Röntgenquelle. Der Begriff „Äquatorialdivergenz“ wurde in [87] eingeführt und beschreibt die Divergenz in der Beugungsebene, um Verwechslungen, die bei der Verwendung der Begriffe Horizontal- und Vertikaldivergenz auftreten können, zu vermeiden. Die Auflösung des Detektors ist nach [88]

$$\Delta E_{Detektor} = \sqrt{(\Delta E_{amp})^2 + (2 \cdot 355 \sqrt{FE_{gap} E})^2} . \quad (4.5)$$

ΔE_{amp} wird durch den Dunkelstrom und die Detektorelektronik bestimmt, F ist der Fanofaktor und E_{gap} beschreibt die Energie, die benötigt wird, um im Kristall ein Elektron-Loch-Paar zu erzeugen. Nimmt man typische Werte für die Auflösung eines Germanium Festkörperdetektors an (130eV bei 5.9 keV und 485eV bei 122 keV), ergibt sich eine maximale Auflösung des Systems von $\Delta d/d \approx 10^{-2}$, woraus sich folgen ließe, dass die Eigenspannungsanalyse mit energiedispersiven Methoden aufgrund mangelnder Detektorauflösung nicht möglich ist. Die Auflösung des Detektors ist jedoch nur ein Maß für die Fähigkeit, benachbarte Reflexe zu trennen. Sie hat zwar einen Einfluss auf die Genauigkeit der Dehnungsmessung, ist jedoch nicht mit ihr identisch. Die Dehnungsbestimmung benötigt lediglich eine präzise Linienlagebestimmung der auftretenden Reflexe und man erhält [76]

$$\varepsilon = \left(\frac{\delta d}{d} \right) = \left(\frac{\delta E}{E} \right). \quad (4.6)$$

Die Genauigkeit einer Reflexlagebestimmung δE ist unter der Voraussetzung, dass sich die Reflexform nicht ändert, ausschließlich durch die Zählstatistik bestimmt und kann auf 1eV genau erfolgen [76]. Damit sind Dehnungsbestimmungen im Bereich von $\varepsilon=10^{-4}$ möglich. Weiter folgt daraus, dass die Dehnungsbestimmung mit zunehmender Energie der Reflexe besser wird, da die Genauigkeit der Peaklagebestimmung unabhängig von der Energie ist, bei der der Reflex auftritt [58]. Andererseits ist jedoch die Trennbarkeit der zu untersuchenden Reflexe Voraussetzung für eine genaue Peaklagebestimmung. Ein Reflex erfährt gemäß [89]

$$\frac{\Delta E}{E} = -\cot \theta \Delta \theta \quad (4.7)$$

eine Verbreiterung aufgrund der Äquatorialdivergenz $\Delta \theta$ des Systems. Sie kann dazu führen, dass benachbarte Reflexe nicht mehr zu trennen sind und hat somit entscheidenden Einfluss auf die Wahl des Beugungswinkels. Abb. 4.2 zeigt die Änderung der Halbwertsbreite Δd_{HWB} für verschiedene Netzebenenabstände und Äquatorialdivergenzen als Funktion des Beugungswinkels θ_0 .

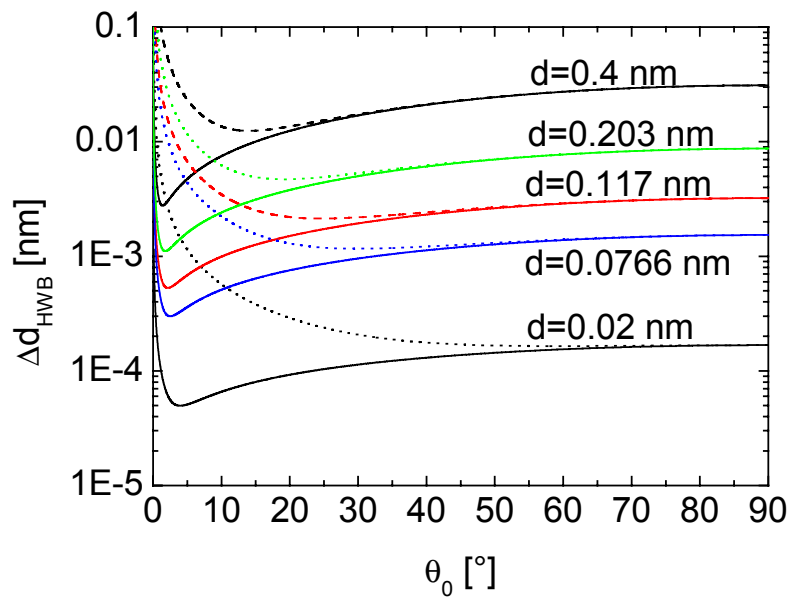


Abb. 4.2: Abhängigkeit der Änderung der Halbwertsbreite Δd_{HWB} vom Beugungswinkel, für verschiedene Divergenzen ($\Delta\theta_0=10^{-4}$ rad durchgezogene Linien und $\Delta\theta_0=5 \cdot 10^{-3}$ rad gestrichelt) und Netzebenenabstände d [86].

Zu erkennen ist der starke Einfluss der Äquatorialdivergenz im Bereich kleiner Beugungswinkel, während die hohen Beugungswinkel in Rückstreugeometrie unbeeinflusst bleiben. Für hinreichend kleine Divergenzen bietet es sich an, im Vorstrahlbereich zu arbeiten, weil in diesem Bereich, wie bereits in Abschnitt 4.3.1 erwähnt, zusätzlich zur besseren Auflösung auch der Abstand zwischen den Reflexen größer wird. Bei größeren Divergenzen ist zu untersuchen, ab welchem Beugungswinkel sich die Reflexe trennen lassen.

Eine sehr viel bessere Auflösung energiedispersiver Systeme ist zu erreichen, wenn man den weißen Primärstrahl monochromatisiert und die Energie durchfährt [66], wodurch jedoch der Vorteil der simultanen Aufnahme der Reflexe entfällt.

4.3 Konsequenzen für die Mess- und Auswertemethodik

4.3.1 Tiefenabhängigkeit der Reflexe im Spektrum

Ein weiterer Vorteil der energiedispersiven Messungen im Hinblick auf die Gradientenanalyse $\sigma(\tau)$ ist die Tiefenabhängigkeit der einzelnen Reflexe im Spektrum. Nach Gl. (2.31) ist die Eindringtiefe sowohl von der Geometrie (θ, ψ, η) als auch vom Absorptionskoeffizienten $\mu=f(E)$ bestimmt, der jedoch energieabhängig ist. Aufgrund ihrer Energieabhängigkeit sind Reflexe, die bei niedrigeren Energien auftreten, ge-

ringeren Eindringtiefen τ zuzuordnen als Reflexe, die bei gleicher Beugungsgeometrie bei höheren Energien auftreten.

Die Abb. 4.3 verdeutlicht nicht nur die Variation der Energie und somit der Eindringtiefe innerhalb eines Spektrums, sondern auch die Energieverschiebung eines ganzen Spektrums durch die Variation des Beugungswinkels θ .

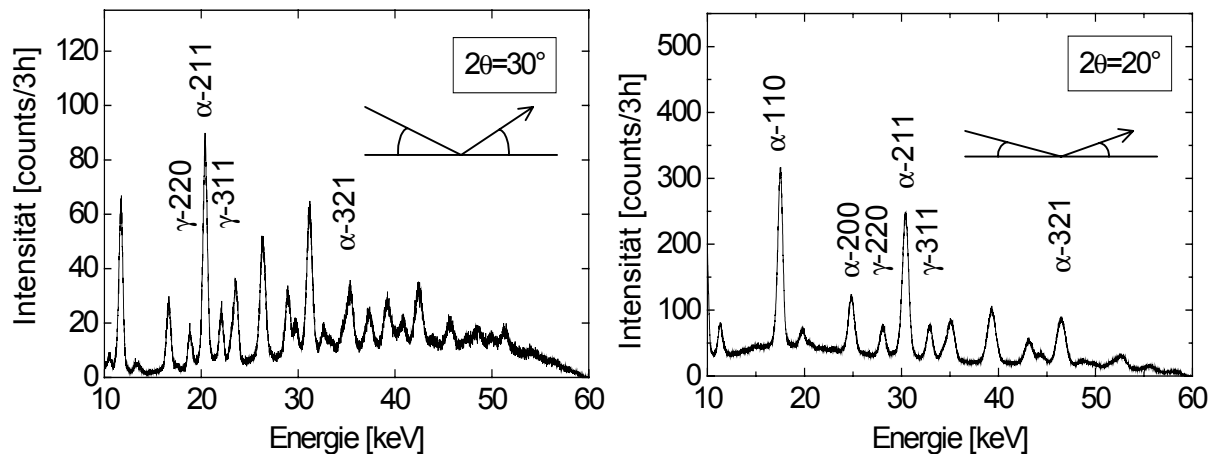


Abb. 4.3: Energiespektren einer Stahlprobe (16MnCr5), aufgenommen unter verschiedenen Beugungswinkeln θ

Beim Übergang von höheren zu niedrigeren Winkeln θ verschiebt sich das gesamte Spektrum gemäß Gl. (4.2) zu höheren Energien, da das Produkt im Nenner konstant bleiben muss. Zusätzlich wird das Spektrum gespreizt, d.h. die Abstände benachbarter Reflexe werden größer, wodurch sie sich besser trennen lassen (vgl. Abschnitt 4.2).

4.3.2 Variation der Eindringtiefe

Zusätzlich zu den Möglichkeiten der Eindringtiefevariation, die die winkeldispersiven Methoden bieten, ermöglichen die energiedispersiven Methoden eine kontinuierliche Variation der Eindringtiefe (Abb. 4.4).

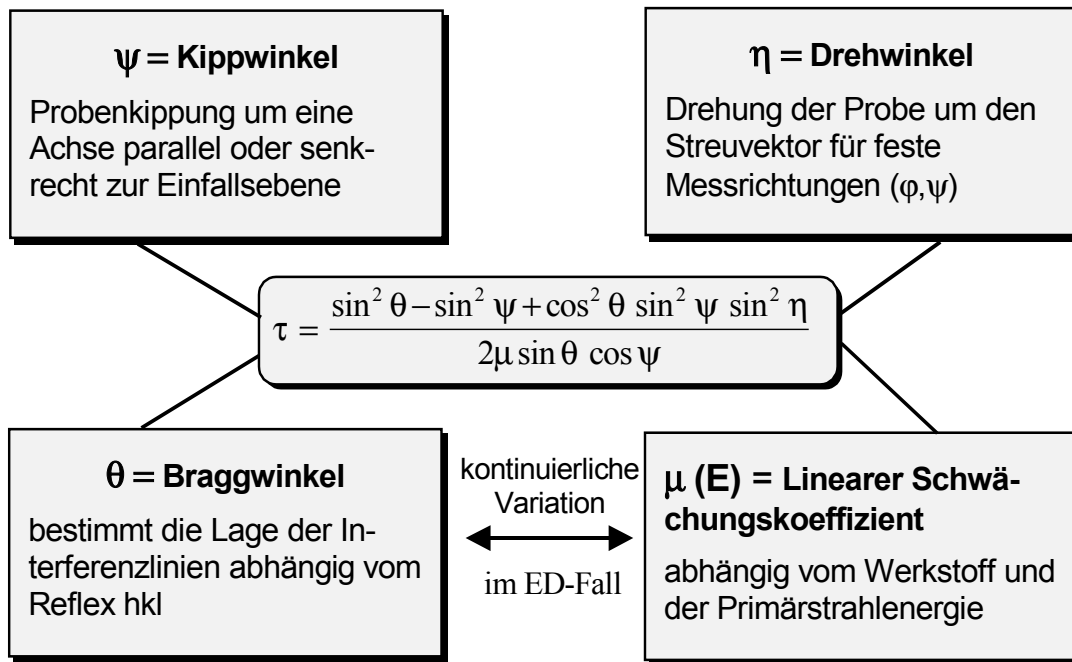


Abb. 4.4: Möglichkeiten zur Eindringtiefevariation nach [34]

Während die Eindringtiefe bei den winkeldispersiven Methoden nur durch die Winkel ψ und η kontinuierlich zu variieren ist, besteht im energiedispersiven Fall die Möglichkeit, die Eindringtiefe über den Beugungswinkel θ und somit über die Energie E kontinuierlich zu variieren. Diese Variationsmöglichkeit der Eindringtiefe als Funktion des Bragg-Winkels ist in Abb. 4.5 für verschiedene Interferenzen des α -Eisens dargestellt.

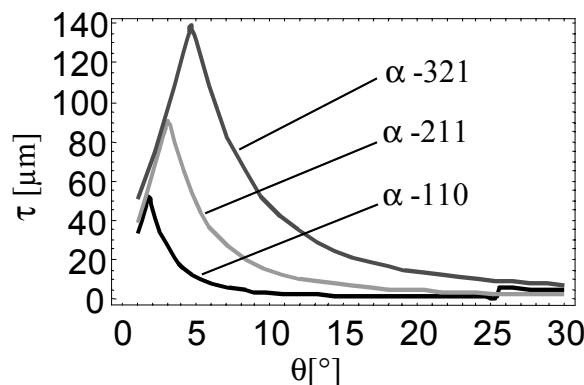


Abb. 4.5: Abhängigkeit der Eindringtiefe τ vom Beugungswinkel θ in der energiedispersiven RSA, berechnet für verschiedene Reflexe des α -Eisens [90].

Sie verdeutlicht gleichzeitig zwei gegenläufige Effekte. Der „energetische“ Effekt bewirkt einen Anstieg der Eindringtiefe mit abnehmendem Beugungswinkel aufgrund der Reflexverschiebung zu höheren Energien (vgl. Abb. 4.3). Auf der anderen Seite führt der „geometrische“ Effekt bei der Verringerung des Beugungswinkels zu einer

Reduzierung der Eindringtiefe, da sich bei flacherem Strahleinfall der Strahlweg in der Probe verlängert.

Der Anstieg der Kurven in Richtung kleinerer Beugungswinkel ist also durch den energetischen Effekt bedingt, während der Abfall nach Überschreitung des Maximums durch den geometrischen Effekt verursacht wird. Die Maxima der Eindringtiefeverteilung über dem Beugungswinkel müssen für jeden Reflex hkl individuell bestimmt werden. Der steile Anstieg der Eindringtiefe für den 110-Reflex bei $\theta=25^\circ$ ist hingegen auf die Absorptionskante des Eisens zurückzuführen

Bei einer Optimierung der Messung auf die maximale Eindringtiefe ist zu beachten, dass die im Maximum auftretenden Energien sehr groß werden können und somit unter Umständen im Anregungsspektrum nicht mehr zu Verfügung stehen.

4.3.3 Intensitätskorrekturen

Bedingt durch die Tatsache, dass die RSA auf der Ermittlung von Dehnungen beruht, also einer Verschiebung von Interferenzlinien, ist eine Reihe von Intensitätskorrekturen für die Ermittlung der phasenspezifischen Eigenspannungen erforderlich, die die Abnahme der Intensität aufgrund der Wechselwirkung zwischen dem Primärstrahl und der Materie beschreiben [28, 91]. Die wichtigsten Korrekturen für die winkeldispersive RSA sind die Polarisations-, die Lorentz- und die Absorptionskorrektur, die in der PLA-Korrektur zusammengefasst werden [39].

Die Intensitätsverteilung über dem Beugungswinkel ergibt sich dabei aus der gemessenen Intensität dividiert durch den jeweiligen Korrekturfaktor, wobei die Lorentzkorrektur im Gegensatz zu den anderen Korrekturen nur auf die Integralintensität anzuwenden ist:

$$I_0(\theta) = [PLA(\theta)]^{-1} I_{gem}(\theta) \quad (4.8)$$

Die Polarisationskorrektur trägt der unterschiedlich starken Emission der Dipolstrahlung in der Beugungsrichtung Rechnung, abhängig von dem elektrischen Feld, das die Elektronen in Schwingungen versetzt. Für unpolarisierte Strahlung ergibt sich der Polarisationsfaktor zu [91]

$$P = (1 + \cos^2 2\theta) / 2 . \quad (4.9)$$

Der Lorentzfaktor beschreibt die in den einzelnen Röntgeninterferenzen gestreute Intensität, die sich durch Integration des Gitterfaktors $|G|^2$ über ein Volumen des reziproken Raumes ergibt, das den „Intensitätsbereich“ des betrachteten reziproken Gitterpunktes vollständig beinhaltet. Da dies einem Durchfahren des reziproken Punktes

durch die Ewald'sche Kugelkonstruktion bei Drehung um den Ursprung entspricht, fällt der Lorentzfaktor für verschiedene Messverfahren unterschiedlich aus. Für die parafocussierende Bragg-Brentano-Geometrie ergibt sich [91]:

$$L = \frac{\lambda}{\sin 2\theta}. \quad (4.10)$$

Die Absorptionskorrektur trägt der exponentiellen Schwächung der Intensität beim Durchgang durch die Materie Rechnung und ist aus diesem Grund geometrieabhängig. Für den allgemeinen Fall ist der Absorptionskorrekturfaktor durch [34]

$$A_{\eta}(\theta, \psi, \eta) = \frac{1}{2\mu} (1 + \tan \psi \cot \theta \cos \eta) \quad (4.11)$$

gegeben. Für die Grenzfälle $\eta=0^{\circ}$ und $\eta=90^{\circ}$ ergeben sich hieraus die Absorptionskorrekturfaktoren

$$A_{\Omega} = \frac{1}{2\mu} (1 + \tan \psi \cot \theta) \quad \text{und} \quad A_{\Psi} = \frac{1}{2\mu} \quad (4.12)$$

für den Ω - und Ψ -Modus der RSA. An der Gleichung für den symmetrischen Ψ -Modus erkennt man, dass in dieser Messgeometrie eine Absorptionskorrektur der Beugungsprofile nicht nötig ist, da hier die explizite θ -Abhängigkeit nicht gegeben ist.

Bei der Verwendung energiedispersiver Aufnahmemethoden zur RSA ändern sich die zu berücksichtigenden Korrekturfaktoren, weil der Beugungswinkel 2θ während einer Messung konstant ist [92].

Der Polarisationsfaktor P , der die Abhängigkeit der Intensität I vom Beugungswinkel beschreibt, wird in der energiedispersiven RSA nicht zur Korrektur der Spektren benötigt, weil unter einem konstanten Beugungswinkel θ gemessen wird. Die Polarisation zieht somit keine Verschiebung der Interferenzlinien nach sich, sofern sie nicht stark energieabhängig ist, d.h. dass sie sich über den Energiebereich einer Linienbreite nicht signifikant ändert. Dies ist im Allgemeinen nicht der Fall [62].

Die Lorentzkorrektur ist bei der energiedispersiven RSA mit weißer Strahlung ebenfalls nicht zu berücksichtigen, weil das Durchfahren der einzelnen Gitterpunkte durch die Ewald'sche Kugel entfällt. Zur Reflexion kommen all jene Gitterpunkte, die sich innerhalb der Ewald'schen Kugeln befinden, die sich jeweils aus der kürzesten und längsten Wellenlänge im Spektrum ergeben.

Die Absorptionskorrektur hingegen muss weiterhin berücksichtigt werden, nicht jedoch wie bisher wegen der sich mit dem Beugungswinkel θ ändernden geometri-

schen Verhältnisse, sondern aufgrund des energieabhängigen Massenschwächungskoeffizienten $\mu(E)$, der sich bei bekannter Materialzusammensetzung und Materialdichte ρ nach [93]

$$\mu(E) = \frac{1}{\sum_i (m_{rel})_i} \sum_i \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i (m_{rel})_i \quad (4.13)$$

berechnen lässt. Summiert wird über die im Material vorhandenen Elemente, $\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i$ beschreibt den Absorptionskoeffizienten des i-ten Elements im Material, m_{rel} die relative Atommasse. Der Einfluss der Absorption auf die Reflexlage ist vor allem bei stärker absorbierenden Materialien zu berücksichtigen. Er nimmt von der höherenergetischen Seite kommend mit Annäherung an die Absorptionskante des Materials deutlich zu. Solange man oberhalb der Absorptionskante misst, verläuft die Verschiebung immer in Richtung größerer Energien. Der Effekt ist in Abb. 4.6 am Beispiel zweier Eisenreflexe dargestellt. Auf der linken Seite ist der 110-Reflex des Eisens bei $2\theta=30^\circ$ zu erkennen. Der Reflex tritt theoretisch bei einer Energie von 11.819 keV auf und ist wegen der Absorption um 42eV zu höheren Energien verschoben.

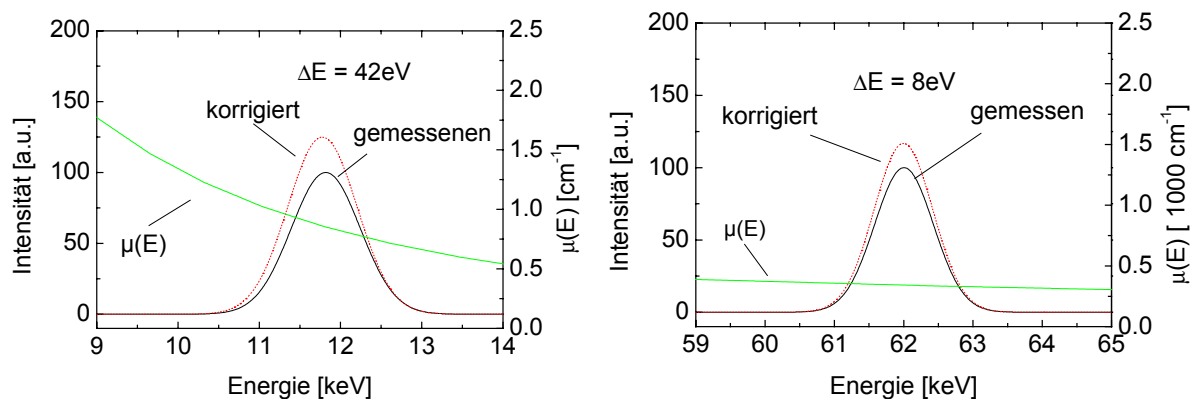


Abb. 4.6: Einfluss der Absorption auf die Linienlage im Spektrum

Der 321-Reflex auf der rechten Seite ist hingegen lediglich um 8eV zu höheren Energien verschoben. Der Einfluss fällt bei leichteren Elementen etwas geringer aus.

Eine weitere Größe, die in der energiedispersiven RSA eine Korrektur der Reflexprofile notwendig macht, ist die Energieverteilung der Primärstrahlung [50]. Die gemessenen Interferenzlinien müssen bezüglich der Primärintensität korrigiert werden, wenn die Änderung der Primärstrahlintensität über den Energiebereich der Linienbreite groß ist.

Auf der linken Seite der Abb. 4.7 ist die Verschiebung eines Reflexes für den Fall dargestellt, dass die Primärstrahlintensität über den Reflex ansteigt, auf der rechten Seite ist ein Abfall der Primärstrahlintensität zu erkennen. Da der gemessene Reflex im linken Bild auf der höherenergetischen Seite überbewertet ist, liegt der korrigierte Reflex bei geringeren Energien. Die absolute Intensität des korrigierten Reflexes hängt von der absoluten Primärenergie ab, die jedoch keinen Einfluss auf die Linienlagenverschiebung hat.

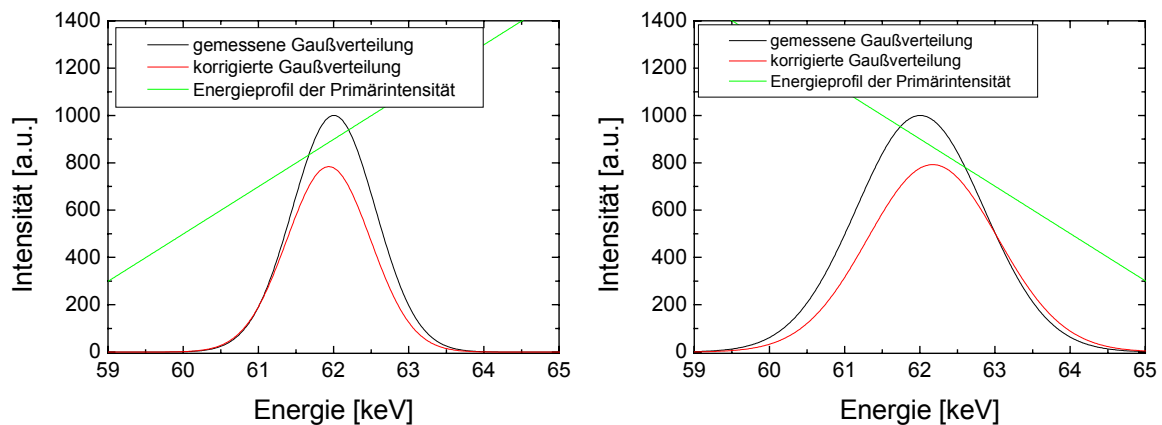


Abb. 4.7: Verschiebung der Reflexlagen durch die Intensitätsverteilung der Primärstrahlung $I_0(E)$

Die Stärke der Reflexverschiebung hängt allein vom Verhältnis der Primärintensitäten zu Beginn und am Ende des Reflexes sowie von dessen Verlauf ab. Aus diesem Grund ist die Verschiebung des Reflexes auf der linken Seite deutlich kleiner, da der Reflex hier nur eine Halbwertsbreite HWB von 1.3 keV gegenüber 2.0 keV auf der rechten Seite aufweist. In der Praxis sind die Reflexverschiebungen nicht so deutlich zu erkennen. Die Effekte liegen im Bereich bis zu einigen 10 eV und müssen somit korrigiert werden.

5 SIMULATIONEN ZUR ENERGIEDISPERSIVEN EIGENSPANNUNGSANALYSE

5.1 Einleitung

Unter Berücksichtigung der bisher dargelegten Unterschiede zwischen winkeldispersiver und energiedispersiver Eigenspannungsanalyse scheint die Simulation des energiedispersiven Beugungsvorgangs für einen vorgegebenen Makroeigen Spannungszustand $\sigma_{ij}(z)$ ein geeignetes Mittel zu sein, um sowohl den Einfluss der Normalspannungskomponente $\sigma_{33}(z)$ auf die verschiedenen Analysemethoden abzuschätzen als auch den Einfluss der Messdatenstreuung auf die Stabilität der Auswertemethoden untersuchen zu können.

Den durchgeführten Simulationen liegt der folgende Algorithmus (Abb. 5.1) zugrunde: Vorgegeben sind zunächst ein dreiachsiger Eigenspannungstensor im Ortsraum, der den Rand- und Gleichgewichtsbedingungen an der Oberfläche ($z=0$) genügt sowie die DEK und die Netzebenenabstände der zu simulierenden Interferenzen hkl . Daraus werden die Dehnungen in den Messrichtungen ($\varphi\psi$) bestimmt. Hieraus ergeben sich die tiefenabhängigen Energiemaxima. Ihnen werden Einzelprofile $I(E(z))$ zugeordnet, wobei auf der d -Wertskala ein Gaußprofil konstanter Breite angenommen wird, so dass sich die Profile nur in der Lage $E_{\max}(hkl)$ unterscheiden. Der Faktor absfinite beschreibt hier den differentiellen Absorptionskoeffizienten nach [28]. Die Integralintensität ergibt sich durch die Integration der gewichteten Tiefenprofile $I(z)$ über die Tiefe z normiert mit dem integralen Absorptionskoeffizienten.

Es folgt die Auswertung der simulierten Beugungsprofile unter Berücksichtigung der in Abschnitt 4.3.3 aufgeführten Korrekturfaktoren sowie die Bestimmung der Dehnungs- bzw. Netzebenenabstandstiefenprofile. Aus ihnen werden schließlich die Laplace-Eigenspannungstiefenprofile nach den verschiedenen, in dieser Arbeit vorgestellten Methoden berechnet.

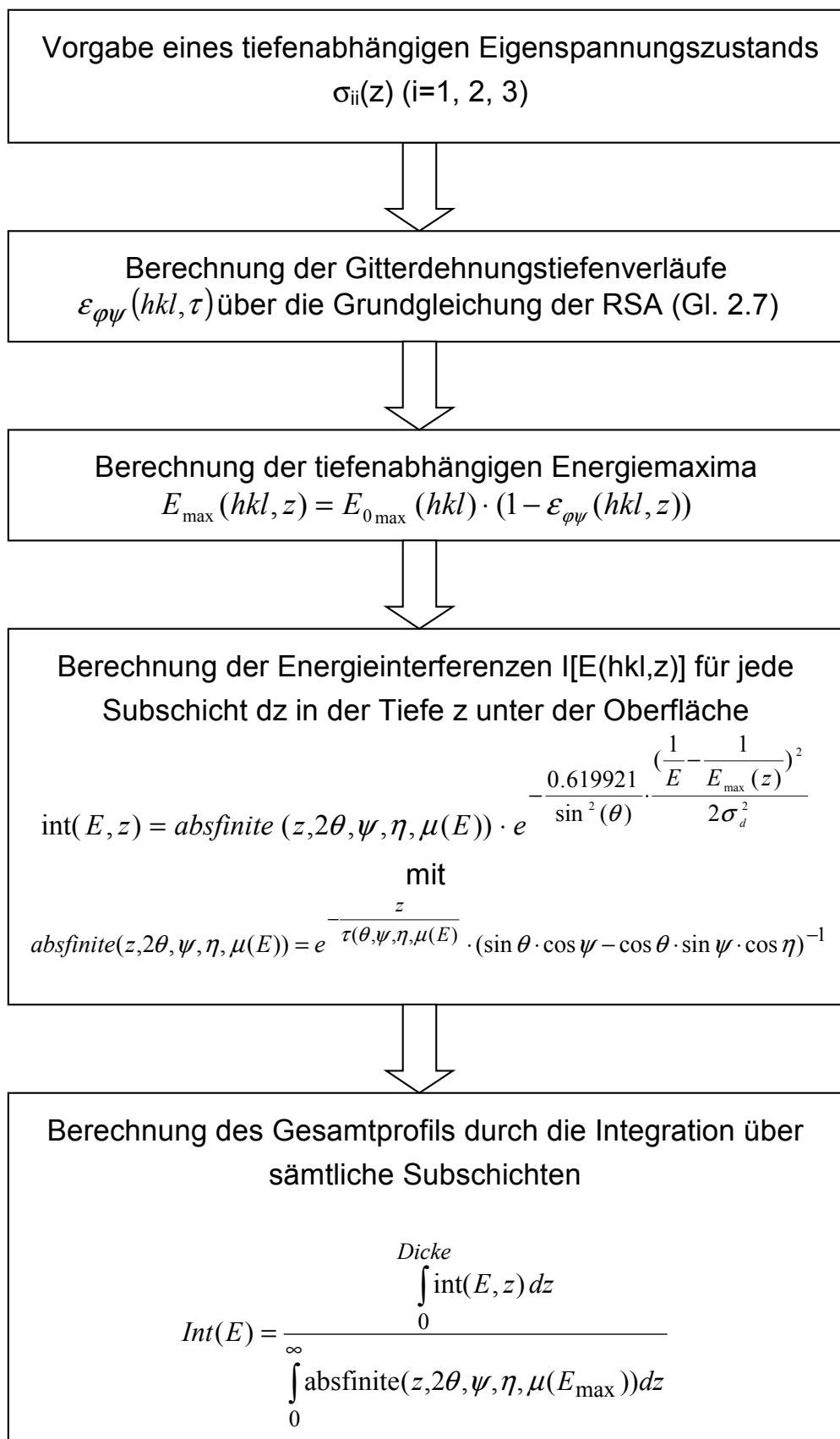


Abb. 5.1: Algorithmus für den Ablauf der Simulation des energiedispersiven Beugungsvorgangs

Zur Vereinfachung wurde für die im Folgenden beschriebenen Simulationen ein dreiachsiger Spannungstiefenverlauf gewählt

$$\sigma(z) = \begin{pmatrix} (-1000 + 50z^2)e^{-0.4z} & 0 & 0 \\ 0 & -500 & 0 \\ 0 & 0 & (20z^3)e^{-0.4z} \end{pmatrix}, \quad (5.1)$$

dessen Hauptachsensystem mit dem Koordinatensystem der Probe zusammenfällt. Dies hat den Vorteil, dass die Simulationen nur in den Azimutwinkeln $\varphi=0^\circ$ und 90° durchgeführt werden müssen. Abb. 5.2 stellt die Eigenspannungstiefenverläufe $\sigma_{ii}(z)$ graphisch dar. Neben den Tiefenverläufen im Ortsraum sind auch ihre nach Gl. (2.16) berechneten Laplace-transformierten Funktionen dargestellt. Die Tiefenverläufe der $\sigma_{11}(z)$ und $\sigma_{33}(z)$ Komponenten entsprechen Eigenspannungstiefenverläufen, wie sie beispielsweise nach einer Schleifbehandlung auftreten können, während für die $\sigma_{22}(z)$ Komponente ein konstanter Tiefenverlauf vorgegeben wurde. Sie stellt damit einen empfindlichen Indikator für mögliche Fehlereinflüsse dar, zumal ihre Orts- und Laplace-Raum Funktionen identisch sind und die Messsignale zunächst die Spannungstiefenverläufe im Laplace-Raum widerspiegeln.

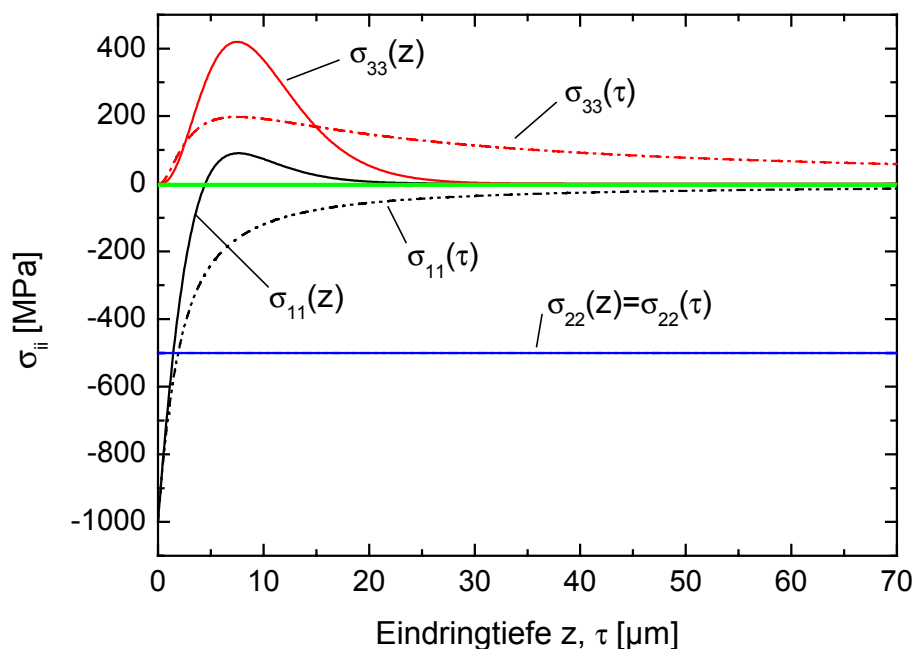


Abb. 5.2: Für die Simulationen vorgegebene Spannungstiefenverläufe im Orts- und Laplace-Raum

Eine Aufstellung der für die Simulationen verwendeten Parameter ist in der Tabelle 5.1 dargestellt. Neben den Simulationen in den verschiedenen Modi, $\sin^2\psi$ - und

Streuvektormodus, wurden auch Untersuchungen mit unterschiedlich stark streuenden Messprofilen durchgeführt. Die vorgegebenen Streuungen wurden zwischen 0% und 5% vom jeweiligen Reflexmaximum gewählt und statistisch gewichtet.

Tabelle 5.1 Simulationsparameter

Materialparameter: ferritischer Stahl $a_0=0.2866\text{nm}$		
Ref. \ DEK (Kröner)	$s_1 \cdot 10^{-6}\text{MPa}^{-1}$	$\frac{1}{2} s_2 \cdot 10^{-6}\text{MPa}^{-1}$
110	-1.23	5.7
211	-1.23	5.7
310	-1.64	6.93
321	-1.23	5.7
Beugungsgeometrie: $2\theta=15^\circ$		
Simulationsmodus / Winkel		
$\sin^2\psi$ / Ψ -Mode:	$\psi=0^\circ, 2^\circ, \dots, 88^\circ$	
Streuvektormodus:	$\psi=20^\circ, 41^\circ, 60^\circ, 70^\circ$	
	η je 20 Positionen	

Zur Verdeutlichung sind in Abb. 5.3 zwei mit unterschiedlichen Streuungen versehene Reflexprofile dargestellt. Eine Streuung von 5% bedeutet, dass der Wert jedes einzelnen Messpunktes um $\pm 5\%$ der maximalen Intensität (abzüglich des Untergrundes) variieren kann. Die Streuungen für jeden einzelnen Messpunkt wurden zusätzlich mit \sqrt{N} statistisch gewichtet, wobei N die Anzahl der Impulse beschreibt. Hierdurch ergeben sich Streubänder, innerhalb derer die einzelnen Messpunkte liegen. Sie sind auf der linken Seite der Abb. 5.3 gestrichelt eingezeichnet. In der Praxis wurden im Laborexperiment Streuungen von 3% bis 5% beobachtet. Die Werte sind jedoch trotz Wichtung abhängig von der Zählstatistik.

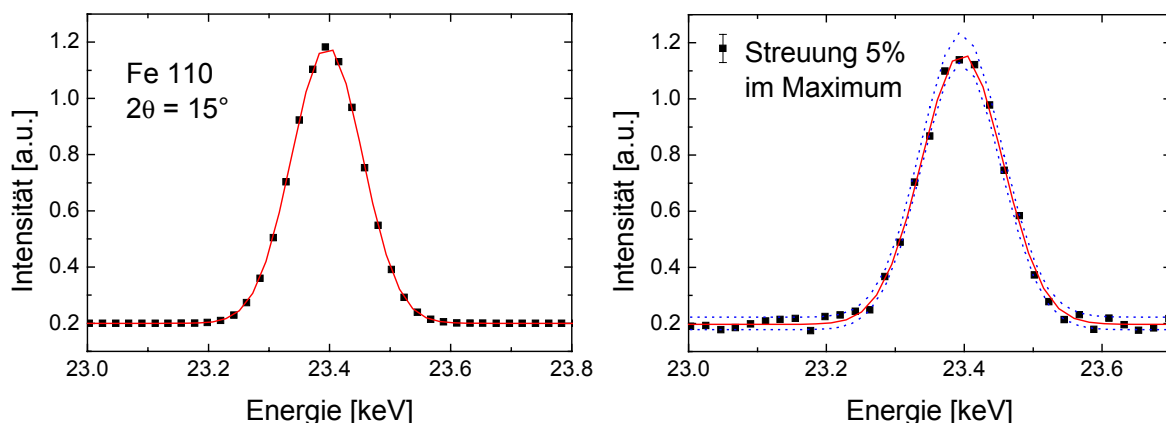


Abb. 5.3: Simulierte Reflexprofile ohne Streuung (links) und mit einer Streuung von 5% (rechts)

Für den Fall der Simulationen, die auf der Basis von Streuvektormessungen durchgeführt wurden, wurde zusätzlich der Einfluss der DEK auf die zurück gerechneten Dehnungs- und Spannungstiefenverläufe im Laplace-Raum untersucht.

Die Simulations- und Auswerteprogramme wurden auf Grundlage der Software MATHEMATICA[®], Version 4.0 erstellt. Eine Übersicht über die verwendeten Programme findet sich in Tabelle 5.2.

Tabelle 5.2 Im Rahmen dieser Arbeit erstellte MATHEMATICA[®]-Programme, sie beruhen zum Teil auf Programmen für die winkeldispersive RSA [34]

Notebook / Package	Programmbeschreibung
ProfilsimulationED.nb ProfilsimulationED.m	Simulation der Linienlagenprofile für einen beliebigen dreiachsigen Eigenspannungszustand gemäß der Geometrie der $\sin^2\psi$ Messtechnik im Ψ -Modus und der Streuvektormesstechnik entsprechend der hier beschriebenen Prozedur
Absorptionskoeffizienten.nb Absorptionskoeffizienten.m	Dieses Programm stellt den energieabhängigen Absorptionskoeffizienten für verschiedene Werkstoffe als globale Funktion zur Verfügung, die elementbezogenen Daten sind der Datenbank nach [93] entnommen
MessFileAuswertungHEXRD.nb MessFileAuswertungHEXRD.m	Auswertung der experimentellen Daten. Bestimmung der Interferenzlinienlagen aus den Spektren durch Anpassung von Gauss-Funktionen nach Untergrundabzug und verschiedenen Korrekturen.
sin2psiAuswertungED.nb sin2psiAuswertungED.m	Eigenspannungsgradientenanalyse nach der $\sin^2\psi$ -Methode
GradientenauswertungED.nb GradientenauswertungED.m	Eigenspannungsgradientenanalyse nach der Universalplotmethode
StreuvektorverfahrenED.nb StreuvektorverfahrenED.m	Eigenspannungsgradientenanalyse nach der Streuvektormethode. Ermittlung von zwei- und dreiachsigen Eigenspannungstiefenverteilungen sowie Bestimmung von $d_0(hkl)$ durch Optimierungsverfahren

5.2 Simulationen auf der Basis von $\sin^2\psi$ -Messungen

Für die Simulationen auf Basis der $\sin^2\psi$ -Methode wurde unter Vorgabe des Spannungszustands nach Gl. (5.1) der Kippwinkel ψ in 2° -Schritten von 0° bis 88° variiert. Die Simulationen wurden unter den Azimutwinkeln $\varphi=0^\circ$ und 90° durchgeführt, um eine zweiachsige, nicht rotationssymmetrische Auswertung zu ermöglichen. Da der Ausgangseigenspannungszustand bekannt ist, wurde auf eine Simulation in $\pm\psi$ sowie der Azimutrichtungen $\varphi=180^\circ$ und 270° verzichtet, die die Eliminierung der Scherkomponenten σ_{13} , σ_{23} ermöglichen würden [42]. Die Richtungen $\varphi=0^\circ$ und 90° entsprechen dem Hauptachsensystem der Spannungen.

Die Ergebnisse dieser Simulationen im Laplace-Raum sind in Abb. 5.4 bis Abb. 5.8 dargestellt. Abb. 5.4 zeigt den Einfluss der Tiefengradienten auf die $d_{\varphi\psi}(hkl)\text{-}\sin^2\psi$ -Verläufe für die verschiedenen Reflexe. Infolge des steilen Gradienten der σ_{11} Komponente in Oberflächennähe zeigen alle $d_{\varphi\psi}(hkl)$ -Verläufe für hohe Kippwinkel starke Krümmungen. Dies gilt sowohl für $\varphi=0^\circ$ (direkter Effekt) als auch für die Messrichtung $\varphi=90^\circ$ (Querkontraktionseffekt). Außerdem ist zu erkennen, dass für die höher indizierten Reflexe die Krümmungen kleiner werden bzw. erst bei deutlich höheren Kippwinkeln auftreten. Der Grund hierfür ist die größere Strahleindringtiefe der höherindizierten Reflexe (vgl. Abschnitt 4.3.1) und damit verbunden der geringere Beitrag des Tiefenbereichs dicht unter der Oberfläche, in dem der Eigenspannungsgradient am stärksten ist, zum Gesamtsignal.

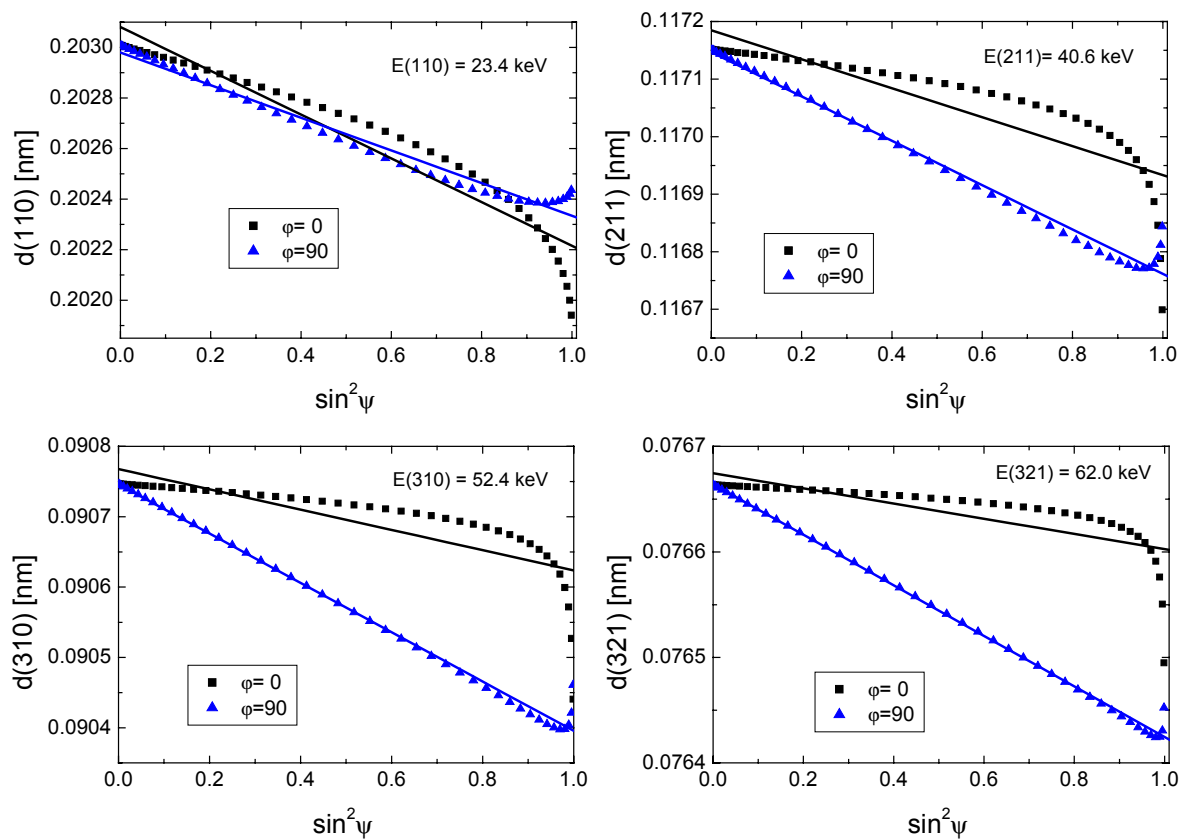


Abb. 5.4: $\sin^2\psi$ -Verläufe verschiedener Eisenreflexe, simuliert in den Richtungen $\varphi=0^\circ$ (links), 90° (rechts)

Die Auswertung der Simulationsdaten nach der Mehrwellenlängenmethode [38] ist in Abb. 5.5 dargestellt. Hier wurde den nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren aus den Regressionsgeraden ermittelten Spannungswerten für die Reflexe 110, 211, 310 und 321 mittlere Eindringtiefen $\bar{\tau} = (\tau(\psi=0) + \tau(\psi=88))/2$ zugeordnet. Andere Definitionen der mittleren Eindringtiefe sind möglich, wie beispielsweise $\bar{\tau} = 1/e(\tau(\psi=0) + \tau(\psi=88))$ [2].

Aus Abb. 5.5 lässt sich ableiten, dass die derart ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe zum Teil erhebliche Abweichungen von den vorgegebenen Verteilungen zeigen, die sich ihrer Ursache nach in eine vertikale und eine horizontale Komponente zerlegen lassen. So führt die lineare Regression der teilweise stark nichtlinearen $d_{\varphi\psi}(\text{hkl})\text{-sin}^2\psi$ -Verläufe naturgemäß zu inkorrekten Eigenspannungswerten und damit zu einer Verschiebung der Verteilungen entlang der Ordinatenachse. Weiterhin bewirkt die $\sigma_{33}(\tau)$ Komponente eine Verschiebung entlang der Ordinatenachse, weil die Spannungstiefenverläufe allein die Differenzen der in-plane Komponenten $\sigma_{ii}(\tau)\text{-}\sigma_{33}(\tau)$ wiedergeben können. Beide Effekte äußern sich in einem vertikalen Versatz. Zusätzlich bewirkt die Unsicherheit in der Zuordnung der diskreten Spannungswerte zu einer bestimmten mittleren Eindringtiefe $\bar{\tau}$ eine horizontale Verschiebung der gesamten Kurve, die sich im vorliegenden Fall nur für die $\sigma_{11}(\tau)$ Komponente bemerkbar macht, da diese im Gegensatz zur $\sigma_{22}(\tau)$ Komponente einen steilen Gradienten zeigt.

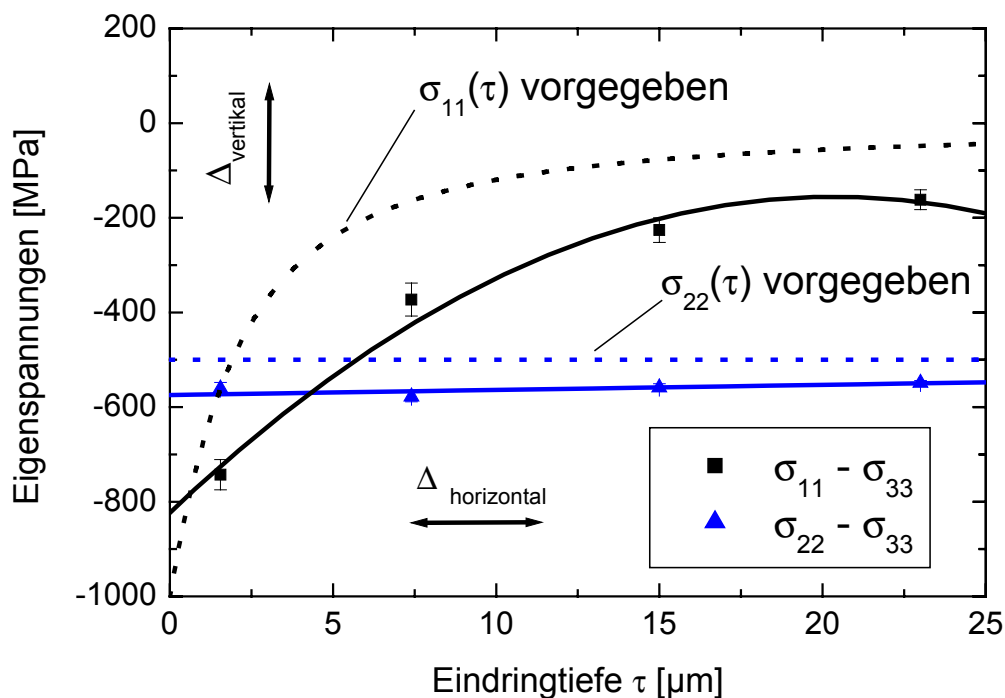


Abb. 5.5: Nach der Mehrwellenlängenmethode ausgewertete Spannungstiefenverläufe bestimmt aus den Reflexen 110, 211, 310 und 321 (Gestrichelte Linien: vorgegebene Spannungstiefenverläufe)

Eine verbesserte Möglichkeit, die Spannungstiefenverläufe aus demselben Datensatz zu ermitteln, bietet das Universalplotverfahren nach Ruppertsberg (vgl. Abschnitt 2.5.2.2) [12]. Es ermöglicht, die Spannungen verschiedener Reflexe in einer einzigen Kurve direkt über der Eindringtiefe aufzutragen.

Die zurück gerechneten Spannungstiefenverläufe sind in Abb. 5.6 für die vier simulierten Reflexe dargestellt. Ihnen liegt der in Abschnitt 2.5.2.2 Gln. (2.26a)-(2.26f) dargelegte Auswerteformalismus zugrunde. Da die Universalplotmethode für die tiefenaufgelöste Analyse biaxialer Eigenspannungszustände konzipiert ist, treten bei der zweiachsigen Auswertung einer dreiachsigen Spannungsverteilung naturgemäß Abweichungen auf. So modifizieren sich die Ausdrücke für σ_{\parallel} und f^{-} in (2.26c) bzw. (2.26d) unter Berücksichtigung der Dreiaxsigkeit des Spannungstensors gemäß

$$\sigma_{\parallel}(\tau) \equiv \frac{1}{2}[\sigma_{11}(\tau) + \sigma_{22}(\tau)] = \frac{\varepsilon_{\psi}^{+}(hkl, \tau) - (1/2 s_2 \cos^2 \psi + s_1)\sigma_{33}(\tau)}{1/2 s_2(hkl) \sin^2 \psi + 2s_1(hkl)} \quad (5.2)$$

$$f^{-}(\tau) \equiv \frac{1}{2}[\sigma_{11}(\tau) - \sigma_{22}(\tau)] = \frac{\varepsilon_{\psi}^{-}(hkl, \tau)}{1/2 s_2(hkl) \sin^2 \psi}. \quad (5.3)$$

Demnach wird das arithmetische Mittel der an den unter $\varphi=0^{\circ}$ und $\varphi=90^{\circ}$ gemessenen Dehnungstiefenverläufen von $\sigma_{33}(\tau)$ beeinflusst, während die entsprechende Differenz nicht von der Oberflächennormalenkomponente abhängt. Man erhält weiterhin:

$$\sigma_{11}(\tau) = \frac{\varepsilon_{\psi}^{+}(hkl, \tau)}{1/2 s_2(hkl) \sin^2 \psi + 2s_1(hkl)} + \frac{\varepsilon_{\psi}^{-}(hkl, \tau)}{1/2 s_2(hkl) \sin^2 \psi} - \frac{(1/2 s_2 \cos^2 \psi + s_1)}{1/2 s_2 \sin^2 \psi + 2s_1} \sigma_{33}(\tau) \quad (5.4a)$$

$$\sigma_{22}(\tau) = \frac{\varepsilon_{\psi}^{+}(hkl, \tau)}{1/2 s_2(hkl) \sin^2 \psi + 2s_1(hkl)} - \frac{\varepsilon_{\psi}^{-}(hkl, \tau)}{1/2 s_2(hkl) \sin^2 \psi} - \frac{(1/2 s_2 \cos^2 \psi + s_1)}{1/2 s_2 \sin^2 \psi + 2s_1} \sigma_{33}(\tau). \quad (5.4b)$$

Den Gleichungen ist zu entnehmen, dass beide oberflächenparallele Spannungskomponenten gleichermaßen durch die richtungsabhängige, von $\sigma_{33}(\tau)$ hervorgerufene Querkontraktion verfälscht werden. Diesbezüglich signifikante Änderungen ergeben sich für die $\sigma_{22}(\tau)$ Komponente (Abb. 5.6, unteres Teilbild), deren Tiefenverlauf als konstant angenommen wurde.

Der Versatz zwischen den einzelnen, für die verschiedenen Reflexe ermittelten Tiefenverläufen im Universalplot lässt sich folgendermaßen begründen: Zur Berechnung der jeweiligen Gitterdehnungsverläufe $\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl, \tau)$ wird der in der dehnungsfreien Richtung ψ^* des zweiachsigen Eigenspannungszustands ermittelte Netzebenenabstand $d_{\psi^*}(hkl)$ verwendet (Abb. 5.6). Dieser hängt im vorliegenden Fall jedoch vom $\sigma_{33}(\tau)$ Tiefenverlauf ab und variiert daher mit der Eindringtiefe ($d_{\psi^*}(hkl) = d_{\psi^*}(hkl, \tau)$). Folglich verschieben sich die einzelnen $\sigma_{ii}^{(hkl)}(\tau)$ -Kurven entlang der Ordinatenachse unter-

schiedlich. Die beste Übereinstimmung mit der vorgegebenen Spannungsverteilung wird für den 321-Reflex erzielt, da die entsprechenden Informationen aus einer vergleichsweise großen, von $\sigma_{33}(\tau)$ weniger beeinflussten Eindringtiefe stammen.

Die Streuungen der Daten, die bei den Reflexen 211 ($\tau \circ 18 \mu\text{m}$) und 321 ($\tau \circ 55 \mu\text{m}$) auffallen, sind durch den Auswertalgorithmus Gln. (2.26d) und (5.2) bestimmt, da der Nenner für Messungen nahe der dehnungsfreien Richtung ψ^* sehr kleine Werte annimmt.

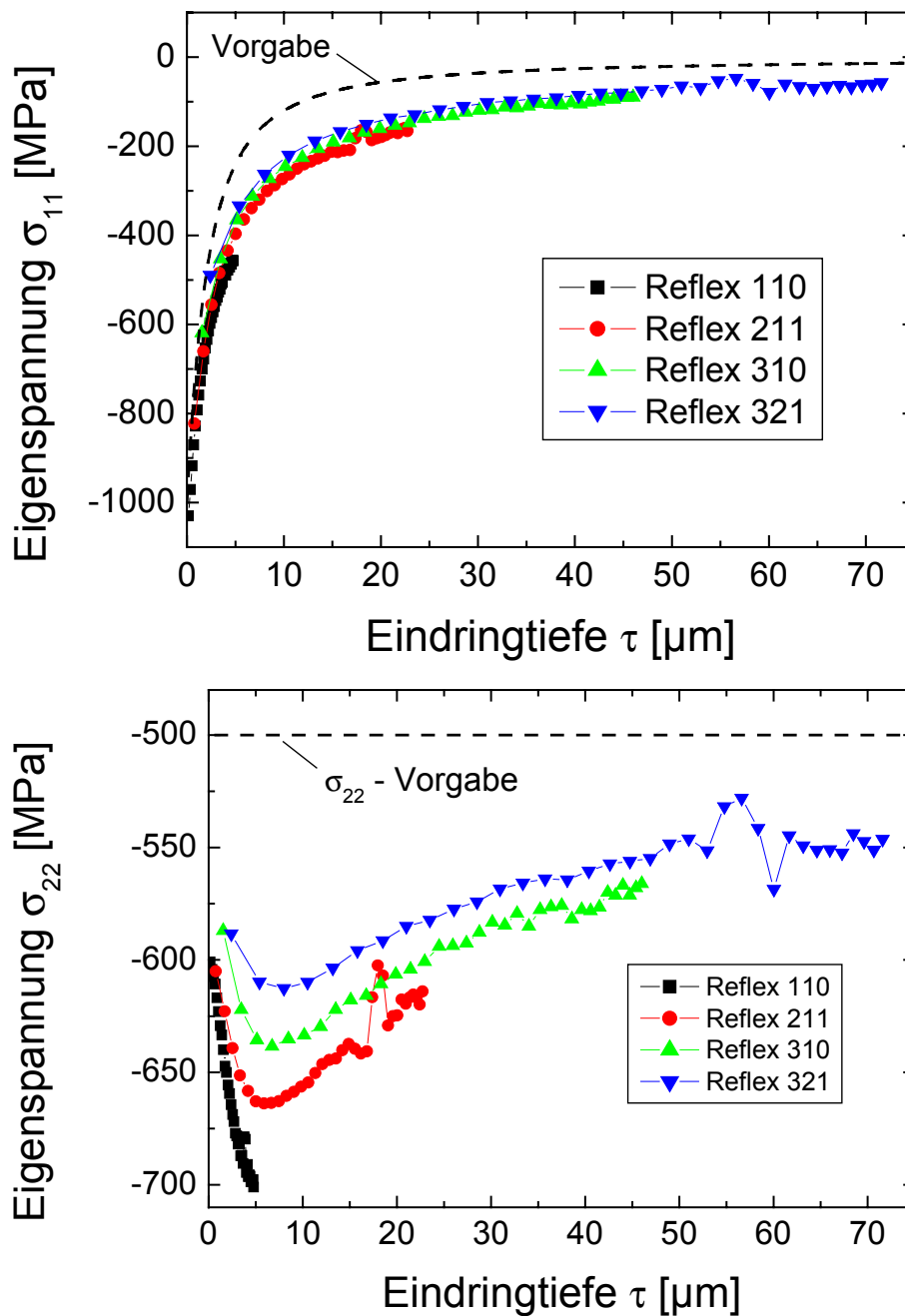


Abb. 5.6: Nach der Universalplotmethode zurück gerechnete Spannungstiefenverläufe

Da der Versatz der Spannungstiefenverteilungen für verschiedene Reflexe hkl auf die unterschiedlichen Netzebenenabstände $d_{\psi^*}(hkl, \tau)$ (Abb. 5.7, links) zurückzuführen ist, stellt sich die Frage, wie sich die Auswerteroutine verhält, wenn der unverspannte Netzebenenabstand $d_0(hkl)$ durch Referenzmessungen an Pulverproben oder durch andere Verfahren bestimmt wird. Wird der „exakte“ Netzebenenabstand des unverspannten Gitters in die Auswerteroutinen eingesetzt, so erhält man die zurück gerechneten Spannungstiefenverläufe (Abb. 5.7 rechts). Sie zeigen stärkere Abweichungen von den vorgegebenen Spannungstiefenverläufen als diejenigen, bei denen der d -Wert der dehnungsfreien Richtung $d_{\psi^*}(hkl)$ als dehnungsfreier Netzebenenabstand $d_0(hkl)$ angenommen wurde.

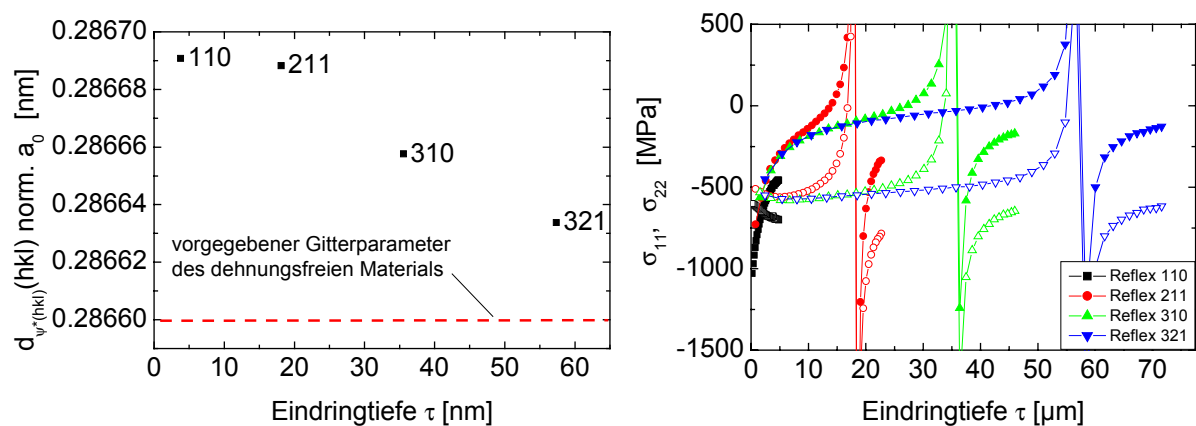


Abb. 5.7: Netzebenenabstände, die in der dehnungsfreien Richtung ψ^* ermittelt wurden (links); zurück gerechneter Spannungstiefenverlauf unter Verwendung des vorgegebenen unverspannten Netzebenenabstands (geschlossenen Symbole σ_{11} ; offene Symbole σ_{22}) (rechts)

Der Grund hierfür ist ebenfalls in den Gln. (2.26d) und (5.2) zu finden. Bei Annäherung an die dehnungsfreie Richtung ψ^* wird der Nenner sehr klein, die d -Wert-Differenzen im Zähler bleiben jedoch wegen der Verschiebung von $d_{\psi^*}(hkl)$ durch $\sigma_{33}(\tau)$ weiterhin sehr groß. Die Verwendung eines genauen, mit Referenzmethoden ermittelten dehnungsfreien Netzebenenabstands führt demnach beim Vorliegen eines dreiachsigen Eigenspannungszustands nicht zu einer Verbesserung der Genauigkeit in der Eigenspannungsgradientenanalyse.

Um den Einfluss von Messunsicherheiten auf die Spannungstiefenverläufe der Komponenten $\sigma_{ii}(\tau)$ zu untersuchen, wurden jeweils Messserien simuliert, bei denen die Reflexprofile mit unterschiedlichen Streuungen versehen wurden. Die zurück gerechneten Spannungstiefenprofile sind in Abb. 5.8 dargestellt.

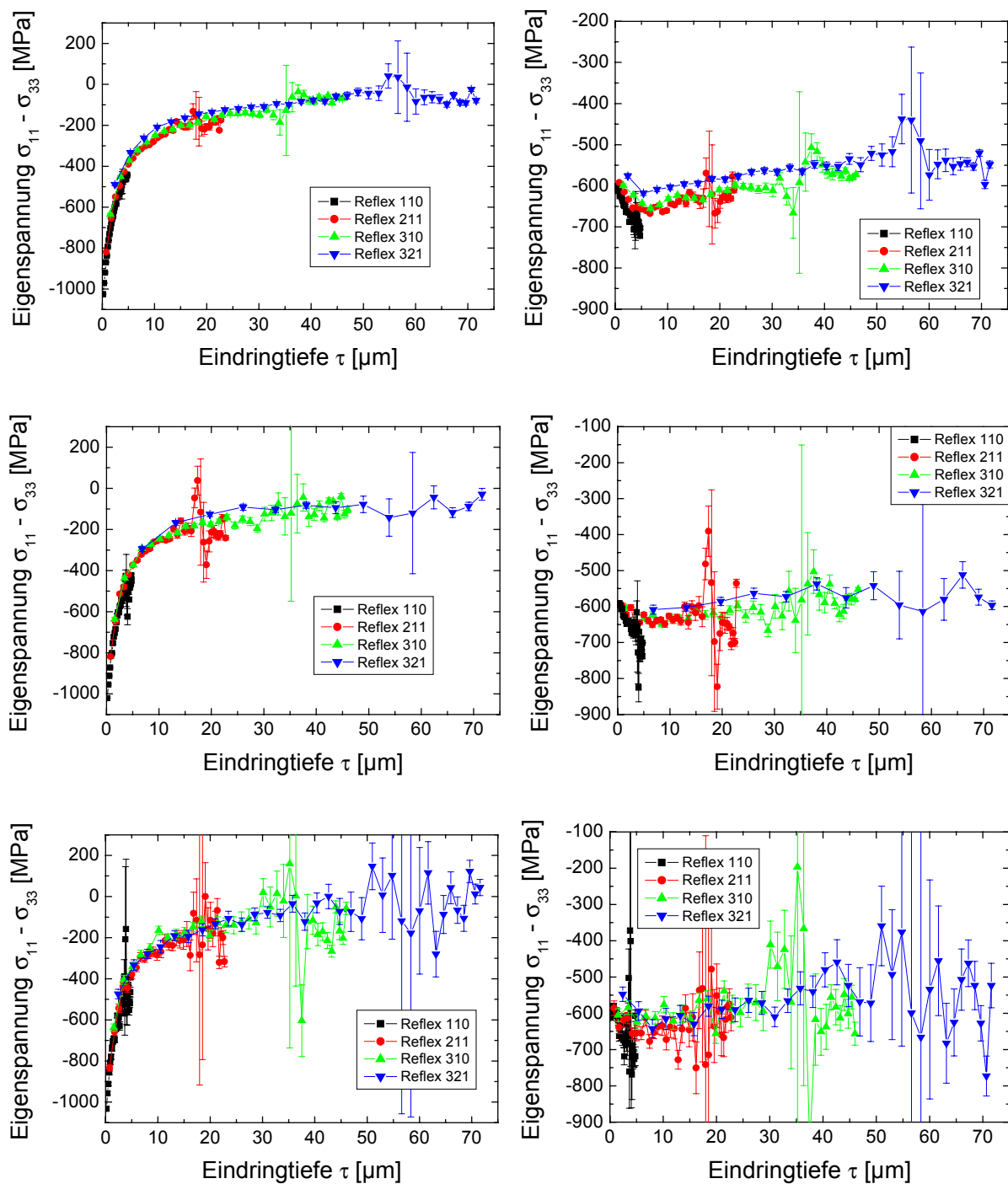


Abb. 5.8: Zurück gerechnete Spannungstiefenverläufe, simuliert mit unterschiedlichen Messunsicherheiten. Von oben nach unten wurden die Reflexprofile mit Fehlern von je 1%, 3% bzw. 5% vom Reflexmaximum beaufschlagt statistisch gewichtet. Die Netzebenenabstände $d_0(hkl)$ wurden in den dehnungsfreien Richtungen ψ^* ermittelt.

Diese Simulationen zeigen deutlich den Einfluss der Streuung auf die mittels Universalplotverfahren zurück gerechneten Eigenspannungstiefenverläufe. Sie machen

sich in den dehnungsfreien Richtungen besonders bemerkbar, da hier erneut die Differenzen im Nenner von Gl. (2.26d) klein sind, während die Streuungen im Zähler zu größeren Differenzen führen.

5.3 Simulationen auf der Basis der Streuvektormethode

Die Simulationen, die auf der Streuvektormethode basieren, sind von besonderem Interesse, da diese Methode es ermöglicht, nicht nur zweiachsige Eigenspannungszustände zu bestimmen, sondern mit Hilfe eines Iterationsverfahrens auch die Normalkomponente des Spannungstensors senkrecht zur Oberfläche $\sigma_{33}(\tau)$ zu ermitteln.

Ausgehend von dem in Abschnitt 5.1 vorgestellten Eigenspannungszustand wurden Simulationen in den Messrichtungen $\psi=20^\circ$, 41° , 60° und 70° für die Reflexe 110, 211 und 321 durchgeführt. Für die ausgewählten Reflexe ist die dehnungsfreie Richtung $\psi^*(hkl)=41^\circ$ identisch, da sie die gleichen DEK besitzen. Die Abb. 5.9 zeigt die ermittelten Netzebenenabstände für den vorgegebenen, dreiachsigen Eigenspannungszustand. Es wurde über die Daten in den Azimutrichtungen $\varphi=0^\circ$ und 90° gemittelt. Dies ist notwendig, da im Fall eines nicht rotationssymmetrischen Eigenspannungszustands die in der dehnungsfreien Richtung ψ^* ermittelten Netzebenenabstände erst bei Mittelung über zwei senkrecht zueinander stehenden Azimutwinkeln φ unabhängig von den in-plane Eigenspannungen $\sigma_{11}(\tau)$ und $\sigma_{22}(\tau)$ sind.

Die schematische Darstellung auf der rechten Seite der Abb. 5.9 soll den Verlauf der Dehnungstiefenprofile verdeutlichen. Liegt ein zweiachsiger Spannungszustand mit starken Druckeigenspannungen an der Oberfläche vor, so werden die Netzebenen in den Messrichtungen ψ , für die $\psi < \psi^*$ gilt, an der Oberfläche stärker gedehnt als im Volumen (Querkontraktionseffekt). Ist die Neigung ψ jedoch größer als die in der dehnungsfreien Richtung ψ^* , so werden die Netzebenen an der Oberfläche stärker komprimiert. In der dehnungsfreien Richtung hingegen muss sich ein konstanter Tiefenverlauf der Netzebenenabstände $d_{\psi^*}(hkl)$ einstellen, der dem des unverspannten Gitters gleich ist.

Liegt der d-Werttiefenverteilung jedoch ein dreiachsiger Eigenspannungszustand zugrunde (Abb. 5.9, links), so ergeben sich für die Netzebenenabstände, ermittelt in der dehnungsfreien Richtung, Abweichungen vom konstanten Verlauf. Sie spiegeln direkt den Tiefenverlauf der $\sigma_{33}(\tau)$ Komponente wider (vgl. Abb. 5.2). Daher bietet es sich an, gerade Messungen in der dehnungsfreien Richtung $\psi^*(hkl)$ des „zweiachsigen“ Eigenspannungszustands zu nutzen, um die Spannungskomponente $\sigma_{33}(\tau)$ zu bestimmen.

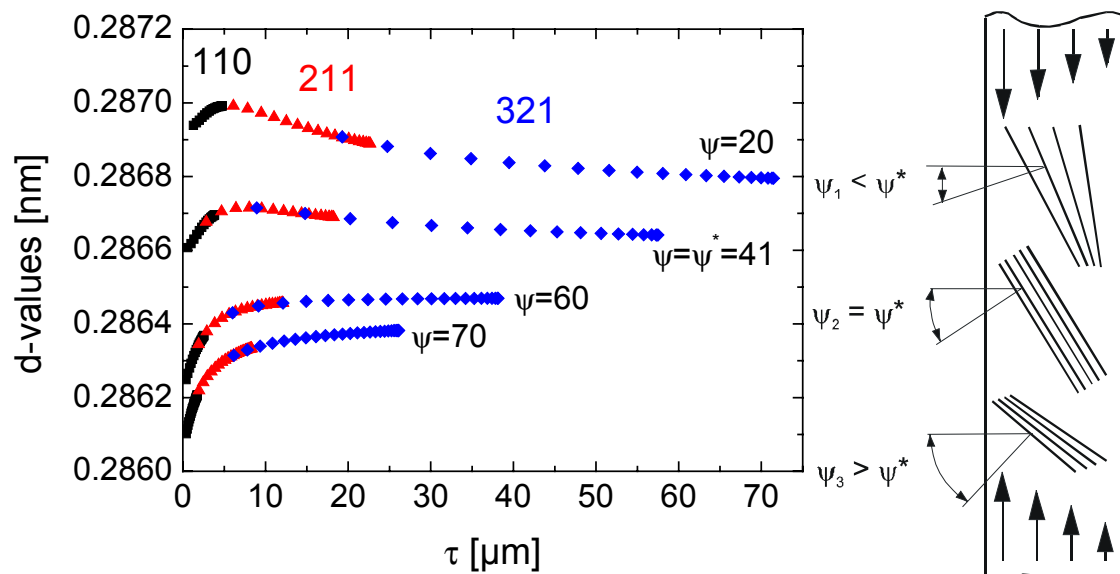


Abb. 5.9: Nach der Streuvektormethode ausgewertete Netzebenentiefenprofile normiert auf die Gitterkonstante a_0 des kubischen Gitters (links), schematische Darstellung der Verhältnisse für einen zweiachsigen Spannungsgradienten (rechts)

Die zurück gerechneten Spannungstiefenverläufe aller Komponenten des Eigenspannungstensors sind in Abb. 5.10 gezeigt. Sie stimmen gut mit den Vorgaben überein.

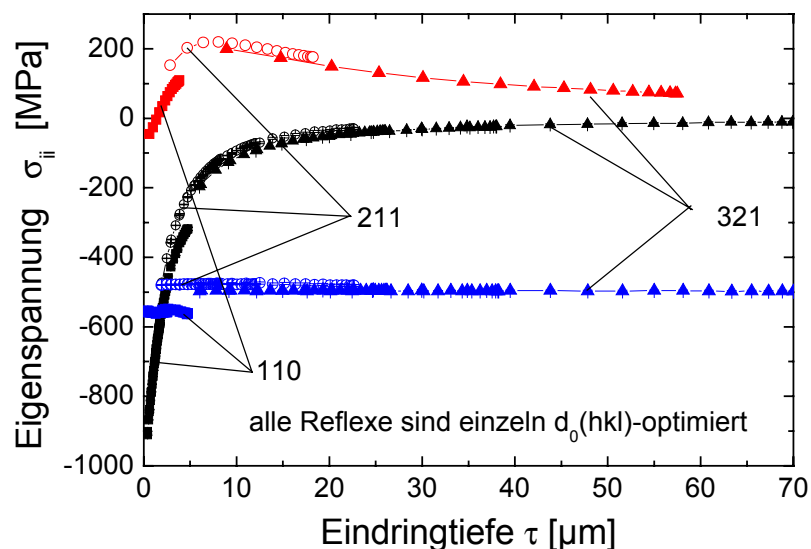


Abb. 5.10: Zurück gerechnete Spannungstiefenverläufe der drei Komponenten des Spannungstensors

In den Bereichen, in denen sich die Eigenspannungstiefenprofile der verschiedenen Reflexe überlappen, zeigen sich geringe Differenzen innerhalb der einzelnen Kom-

ponenten $\sigma_{ii}(\tau)$. Das Auftreten dieser Differenzen zwischen den Reflexen ist auf die $d_0(\text{hkl})$ -Optimierungsroutine zurückzuführen, auf deren Modifikation im Folgenden näher eingegangen wird.

Die $d_0(\text{hkl})$ -Optimierungsroutine wurde in [41] entwickelt und ist in [34] ausführlich beschrieben. Hier wird $d_0(\text{hkl})$ zunächst für den in-plane Eigenspannungszustand optimiert, indem die in verschiedenen Messrichtungen ψ ermittelten Spannungstiefenverläufe, die in unterschiedlicher Weise von einer $d_0(\text{hkl})$ -Variation abhängig sind, in Übereinstimmung gebracht werden (siehe Abb. 5.12). Der so ermittelte Wert $d_0(\text{hkl})$ wird zur Bestimmung der Normalkomponente $\sigma_{33}(\text{hkl})$ genutzt. Diese wird nun als Ausgangsbasis für einen weiteren $d_0(\text{hkl})$ Optimierungsschritt verwendet, indem die Komponente im Sinne von Gl. (5.2) abgezogen wird. Für den hieraus entstandenen Iterationsprozess wurde jedoch weder gezeigt dass das Verfahren konvergiert, noch dass es im Falle der Konvergenz gegen $d_0(\text{hkl})$ konvergiert.

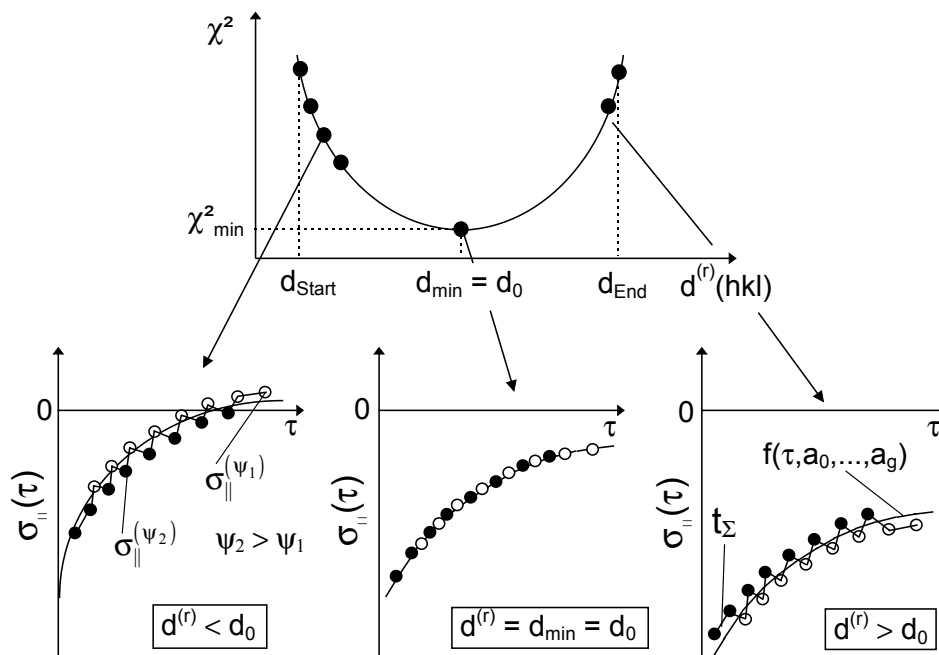


Abb. 5.11 Schematische Darstellung der Eigenspannungsgradienten- und $d_0(\text{hkl})$ -Analyse mit der "Optimierungsmethode" [94]

Eine Modifikation des Verfahrens, die im Folgenden beschrieben wird, macht den Iterationsprozess und somit auch die Frage nach den Konvergenzkriterien überflüssig. Die Änderung besteht darin, gleich von Beginn an einen dreiachsigen Eigenspannungszustand anzunehmen und diesen direkt in den Minimierungsprozess der Interpolationslänge einzubeziehen. Der Optimierungsprozess, wie er sich nach der Modifikation ergibt, ist im Flussdiagramm (Abb. 5.12) dargestellt.

Die geringen Differenzen zwischen den Eigenspannungstiefenverläufen resultieren aus den unterschiedlichen Netzebenenabständen $d_0(hkl)$, die für jeden Reflex ermittelt wurden. Normiert auf den Gitterparameter a_0 ergab sich für den 211-Reflex $d_0(211)=0.286586$ nm und für den 321-Reflex $d_0(321)=0.286595$ nm.

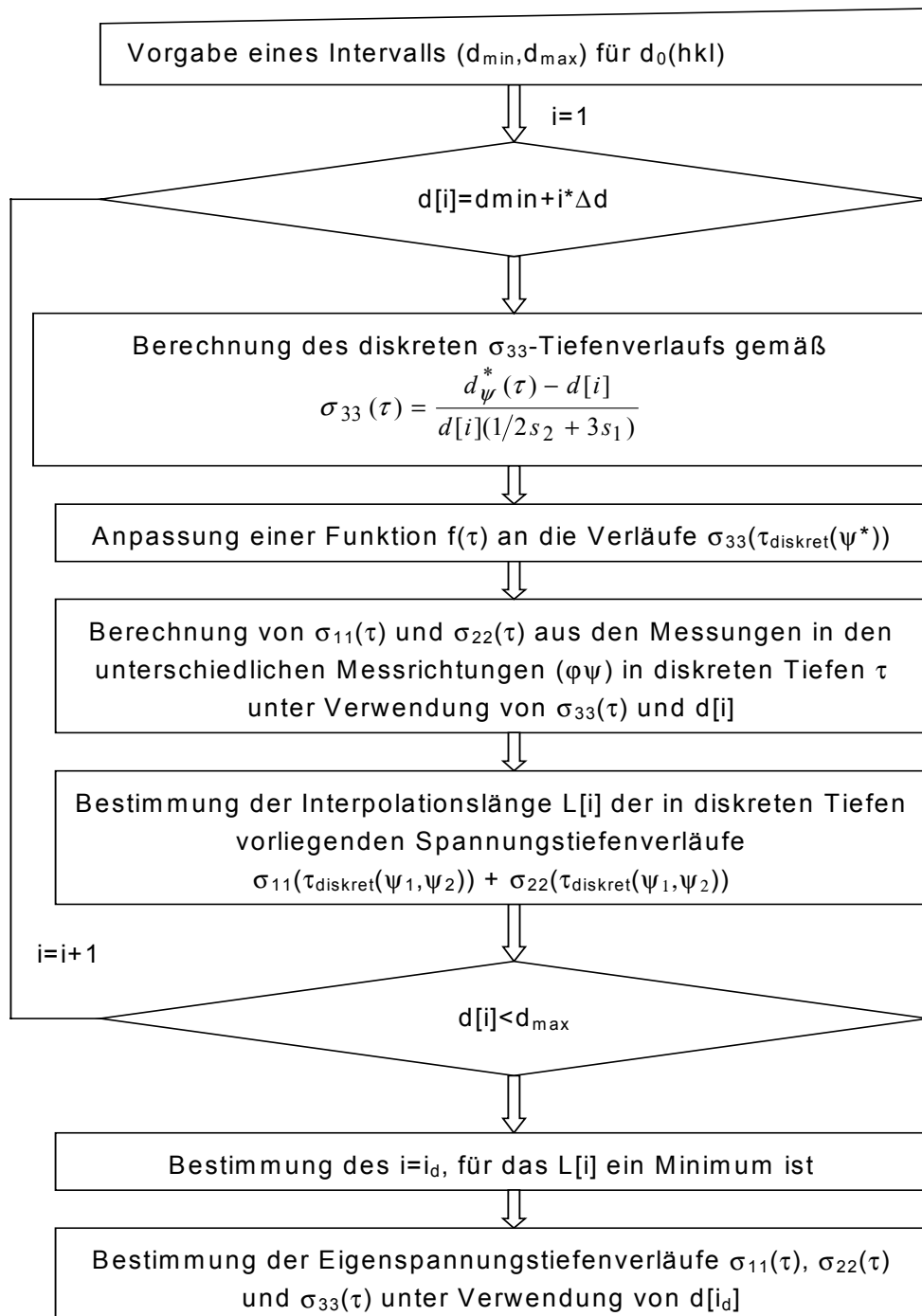


Abb. 5.12 Flussdiagramm des $d_0(hkl)$ Optimierungsprozesses

Ein Grund für die Abweichungen des Netzebenenabstands d_0 liegt in der Anpassung einer Funktion an die Daten von $\sigma_{33}(\tau)$, die notwendig ist, weil die Messdaten für ver-

schiedene Messrichtungen ψ in jeweils unterschiedlichen diskreten Tiefen vorliegen. Diese Funktionen müssen sich für die verschiedenen $d_0(hkl)_{\text{index}}$ Vorgaben gleichermaßen „gut“ an die $\sigma_{33}(\tau)$ Daten anpassen lassen. Bei den hier vorliegenden Simulationen wurde daher eine Funktion des Typs gewählt, der der Laplace-transformierten von $\sigma_{33}(z)$ entspricht und dieser Forderung zumindest in der Nähe von $d_0(hkl)$ nachkommt.

Einen Anteil an den beobachteten Abweichungen trägt auch die leichte Asymmetrie der simulierten Reflexprofile. Sie wird von dem vorliegenden Eigenspannungsgradienten hervorgerufen [34] und kann nicht durch die Parameter der anzupassenden Gaußfunktion berücksichtigt werden. Da der Effekt von den Eigenspannungen abhängt, ist er in verschiedenen Tiefen unterschiedlich stark und wird deswegen von den Reflexen hkl verschieden wahrgenommen. Dies ist in Abb. 5.13 an einem Beispiel dargestellt. Aus Darstellungsgründen wurde ein steilerer, rotationssymmetrischer Eigenspannungsgradient $\sigma_{||}(z[\mu\text{m}])(\text{MPa})=(2500+100*z^2)*\exp(-0.4z)$ gewählt.

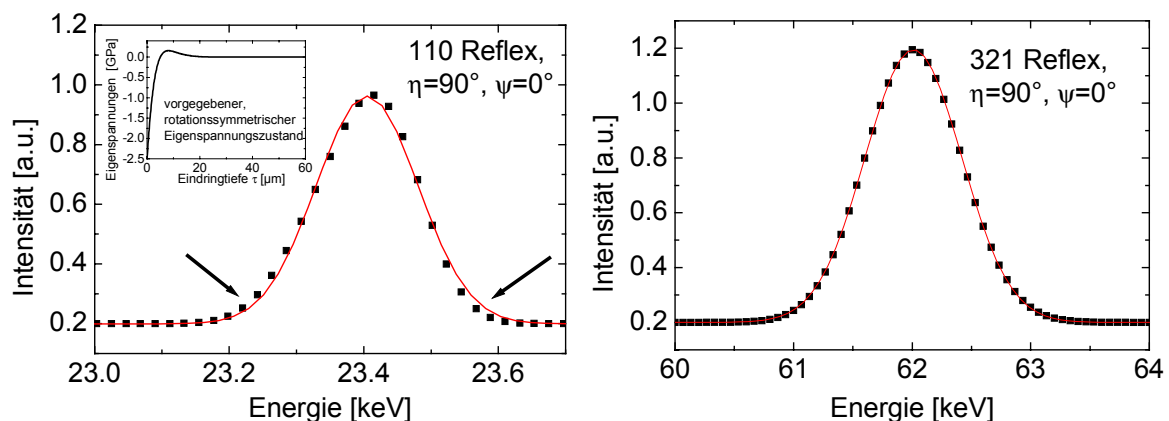


Abb. 5.13: Asymmetrisches Reflexprofil verursacht durch einen sehr steilen Eigenspannungsgradienten. An die simulierten Daten wurde eine Gaußfunktion angepasst.

Während sich die Asymmetrie beim 110-Reflex deutlich bemerkbar macht, ist sie beim 321-Reflex kaum zu erkennen.

Eine Möglichkeit, die sich nur im kubischen Kristallsystem bietet, ist, die $d_0(hkl)$ -Optimierung für alle Reflexe gleichzeitig auszuführen, indem die Netzebenenabstände $d_0(hkl)$ auf den Gitterparameter a_0 normiert werden. Dies ist in Abb. 5.14 dargestellt.

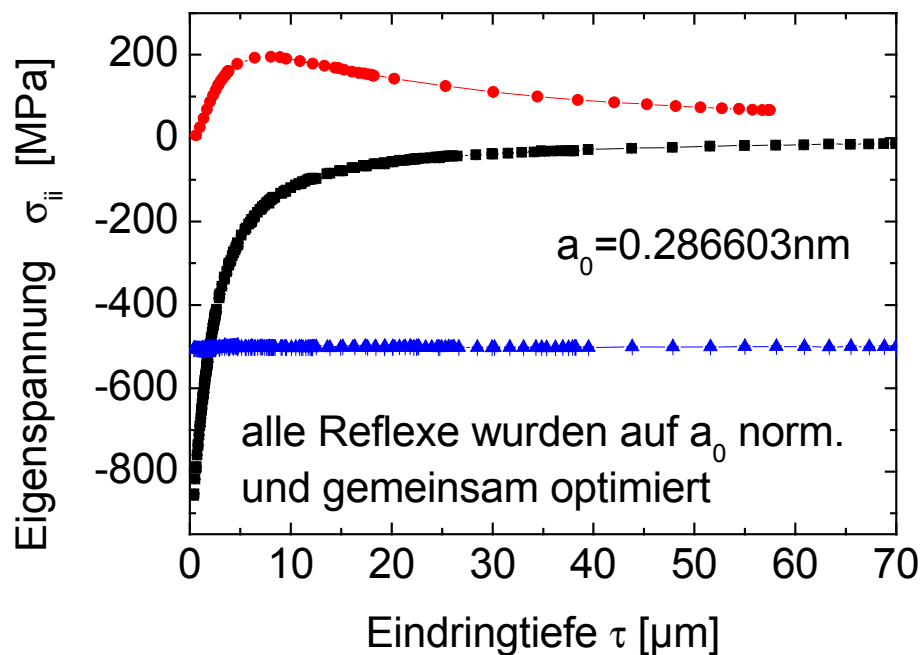


Abb. 5.14 Eigenspannungstiefenverläufe bei gleichzeitiger $d_0(hkl)$ -Optimierung aller Reflexe

Zwischen den Reflexen treten nun keine Abweichungen mehr auf, da nur noch ein Wert für den Gitterparameter a_0 angepasst wird. Aus der Lage der Eigenspannungstiefenverteilungen kann geschlossen werden, dass der nunmehr bestimmte Gitterparameter sehr gut angepasst wurde. Die maximale Abweichung für die σ_{22} Komponente beträgt 8 MPa und wird für die geringsten Eindringtiefen beobachtet. Sie ist nur noch auf die Asymmetrie des 110-Reflexes zurückzuführen, denn die maximale Abweichung für den 321-Reflex beträgt 2 MPa. Es zeigt sich somit, dass es sinnvoll ist, viele Messdaten über einen weiten Eindringtiefenbereich für die Optimierung zu verwenden.

Auch in diesem Fall der energiedispersiven Streuvektormessungen wurde der Einfluss von Streubändern auf die zurück gerechneten Eigenspannungstiefenprofile untersucht. Abb. 5.15 zeigt die zurück gerechneten Eigenspannungstiefenverläufe mit einem vorgegebenen Streuband von 3%. Dies entspricht in etwa den Verhältnissen, die bei realen Messungen im Spektrum vorliegen. Die Eigenspannungstiefenverläufe im Laplace-Raum stimmen sehr gut mit den vorgegebenen überein und die Abweichungen, die sich aufgrund der Anpassungsprobleme der $\sigma_{33}(\tau)$ Komponente bei den Messungen ohne Streuungen gezeigt haben, gehen hier vollständig in der Streuung der diskreten „Messdaten“ unter.

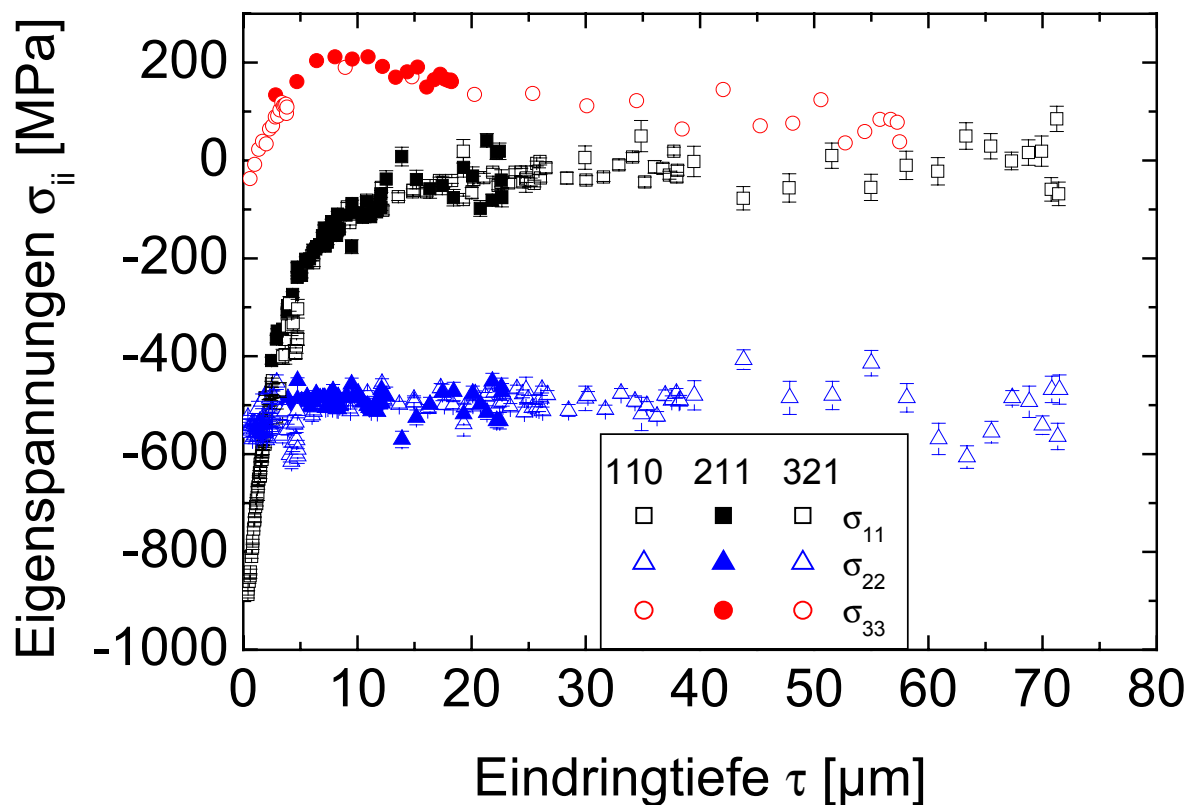


Abb. 5.15: Spannungstiefenverläufe mit einer Streuung von 3%

Weiterhin ist zu erkennen, dass sowohl die Streuung der Messdaten als auch die Fehlerbalken in Richtung größerer Eindringtiefen zunehmen. Diese – großen Eindringtiefen entsprechenden – Messdaten wurden in den Messrichtungen mit kleinen ψ -Winkeln aufgenommen. Die Daten wurden in jeder Messrichtung mit der gleichen Zählzeit simuliert. Die zunehmende Streuung der Eigenspannungstiefenverläufe bei hohen Eindringtiefen ist auf das Auswerteverfahren zurückzuführen. Die Differenzen der streuenden Messdaten werden gemäß Gl. (2.26d) bei kleineren ψ -Winkeln durch kleinere Werte dividiert.

Vergrößert man die Streuungen in den Beugungsprofilen weiter, so nehmen die Unsicherheiten in den Eigenspannungsverläufen ermittelt in größeren Tiefen überproportional zu. Außerdem wird die Anpassung an das Netzebenenabstandstiefenprofil $d_{\psi^*}(hkl, \tau)$ in der dehnungsfreien Richtung schlechter, wodurch die Unsicherheit in der d_0 -Bestimmung zunimmt.

Eine interessante Frage stellt sich auch im Hinblick auf die Energiekalibrierung des Detektors: Welchen Einfluss hat ein Energie-Offset, der durch eine schlechte Absolutkalibrierung des Detektors entsteht, auf die Spannungsanalyse?

Um dieser Frage nachzugehen, wurden die simulierten Daten ohne Streuung mit Offsets von -50 eV und +100 eV versehen und erneut ausgewertet. Abb. 5.16 zeigt die veränderten Netzebenentiefenverläufe normiert auf den Gitterparameter a_0 für einen Offset von +100eV. Die bezüglich des Azimutwinkels über $\varphi=0^\circ$ und 90° gemittelten Netzebenentiefenverteilungen, ermittelt in einer Messrichtung ψ , ergeben für verschiedene Reflexe keinen kontinuierlichen Verlauf, weil sich ein konstanter Energieoffset unterschiedlich auf die bei verschiedenen Energien auftretenden Reflexe auswirkt.

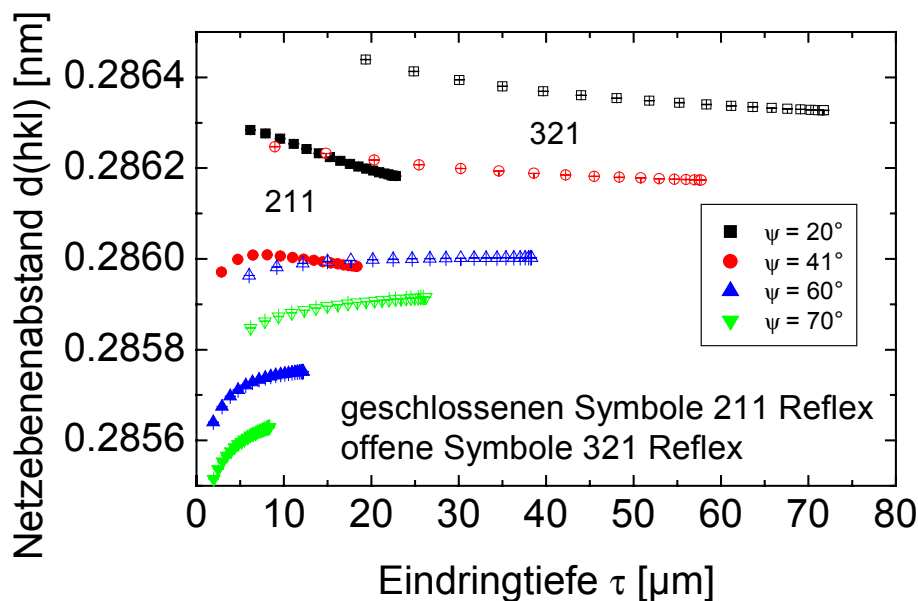


Abb. 5.16: Netzebenenabstandsverteilung für die mit einem Offset von +100 eV versehenen Daten

Die Tabelle 5.3 enthält die mit unterschiedlichem Offset für den jeweiligen Reflex bestimmten dehnungsfreien Netzebenenabstände des unverspannten Gitters. Die Abweichungen vom vorgegebenen Netzebenenabstand des unverspannten Gitters $d_0(hkl)$ sind bei gleichem Offset für niedrig indizierte Reflexe stärker als für höherindizierte, da das Verhältnis $(\Delta E/E)$ bei ihnen größer ist.

Tabelle 5.3 Dehnungsfreie Netzebenenabstände $d_0(hkl)$ bestimmt mit der Optimierungsmethode für verschiedene Offsets.

Offset	$d_0(211)$	$d_0(321)$
0 eV	0.286586	0.286595
-50 eV	0.286939	0.286826
+100 eV	0.285881	0.286132

Die Eigenspannungstiefenverläufe, die sich aus den mit Offset simulierten Reflexprofilen zurück rechnen lassen (Abb. 5.17), zeigen hingegen keinen signifikanten Unterschied zu denen, die ohne Offset simuliert wurden (Abb. 5.10).

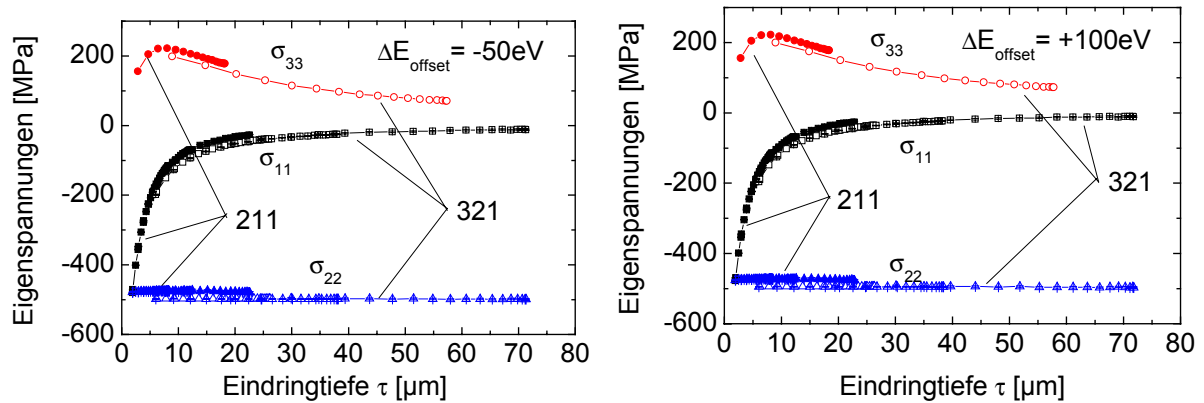


Abb. 5.17: Zurück gerechnete Spannungstiefenverläufe unter Berücksichtigung eines durch fehlerhafte Kalibrierung hervorgerufenen Energie-Offsets

Dieses Ergebnis zeigt, dass Ungenauigkeiten in der Absolutkalibrierung, die z.B. mit einem Kalibrierpräparat durchgeführt wurden, nur einen geringen Einfluss auf die energiedispersive Eigenspannungsanalyse mittels Streuvektormethode haben.

Von hohem Interesse ist auch der Einfluss der diffraktionselastischen Konstanten DEK auf die Stetigkeit des universellen Eigenspannungstiefenverlaufs $\sigma_{ii}(\tau)$, weil es bei vielen Proben nicht möglich ist, die DEK experimentell zu bestimmen. Der Einfluss der DEK ist im Folgenden am Beispiel des 211- und 310-Reflexes dargestellt. Hierzu wurden die ermittelten Dehnungen mit den DEK nach Modellen von Reuss [24] und Voigt [27] ausgewertet, die die Grenzannahmen bilden, während für die Simulation der Interferenzlinien hkl das Modell nach Kröner [26] zugrunde gelegt wurde. Tabelle 5.4 zeigt die DEK für die Reflexe 211, 310 und 321 berechnet aus den Einkristalldaten [95] nach den Modellen von Voigt, Kröner und Reuss.

Tabelle 5.4 DEK für verschiedene Eisenreflexe nach den Modellen von Voigt, Kröner und Reuss

Reflex	Voigt		Kröner		Reuss	
	$s_1(\text{hkl})$ [10^{-6} MPa^{-1}]	$\frac{1}{2} s_2(\text{hkl})$ [10^{-6} MPa^{-1}]	$s_1(\text{hkl})$ [10^{-6} MPa^{-1}]	$\frac{1}{2} s_2(\text{hkl})$ [10^{-6} MPa^{-1}]	$s_1(\text{hkl})$ [10^{-6} MPa^{-1}]	$\frac{1}{2} s_2(\text{hkl})$ [10^{-6} MPa^{-1}]
211	-1.2	5.6	-1.23	5.7	-1.28	5.84
310	-1.2	5.6	-1.64	6.93	-2.28	8.84
321	-1.2	5.6	-1.23	5.7	-1.28	5.84

Die Eigenspannungstiefenverläufe für den 211-Reflex sind in Abb. 5.18 dargestellt. Ausgewertet wurde er mit den DEK der Grenzzannahmen von Voigt (homogene Dehnungsverteilung) und Reuss (homogene Spannungsverteilung).

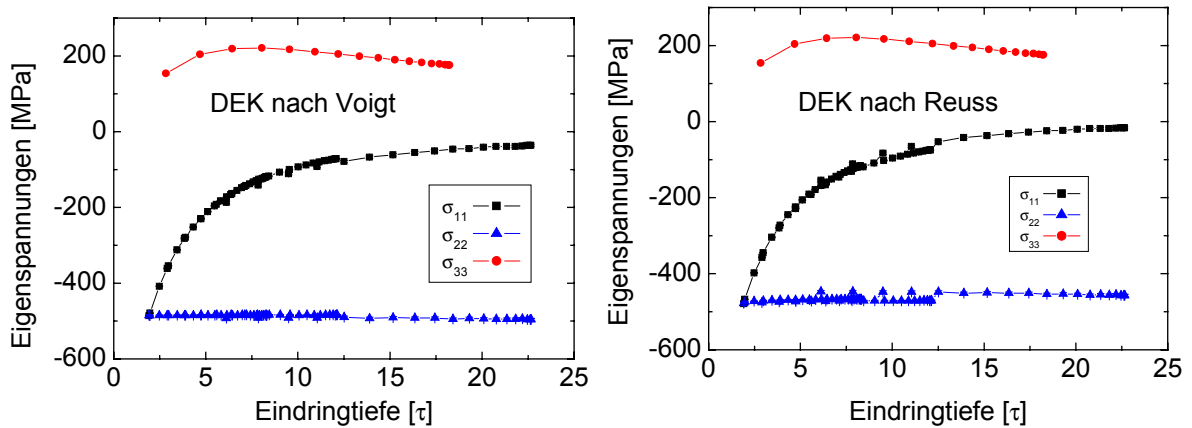


Abb. 5.18: Einfluss unterschiedlicher DEK auf den Spannungstiefenverlauf

Zu erkennen ist, dass sich die Eigenspannungstiefenverläufe nur gering unterscheiden. Die in unterschiedlichen Messrichtungen ψ ermittelten Verläufe scheinen sich gegeneinander zu verschieben. Im Fall einer realen, mit Streuung behafteten Messung ist der Einfluss in diesem Fall zu vernachlässigen. Die Abb. 5.19 zeigt hingegen die Auswertung des 310-Reflexes. Simuliert wurden die Messdaten ebenfalls nach dem Modell von Kröner, ausgewertet wurde hier nach dem Modell homogener Dehnungsverteilung in allen Kristalliten des Vielkristalls nach Voigt. Für den 310-Reflex zeigen sich hier sehr starke Abweichungen der ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe vom vorgegebenen Verlauf.

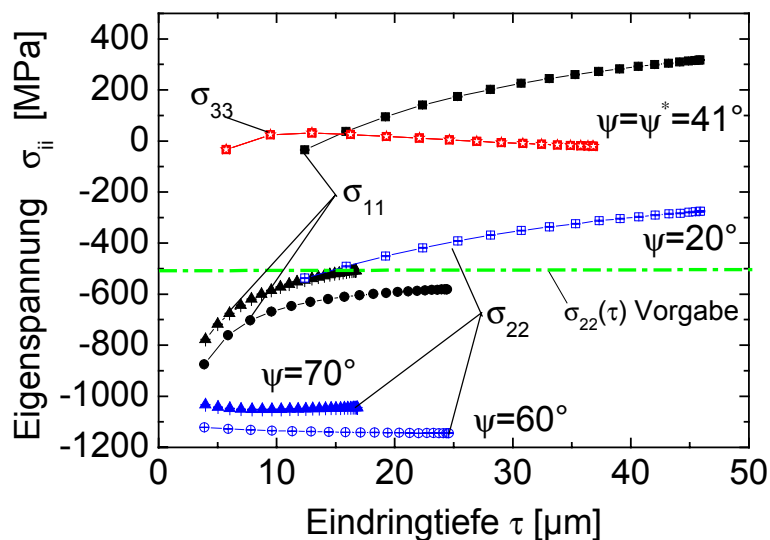


Abb. 5.19 Nach dem Modell von Voigt zurück gerechnete Eigenspannungstiefenverteilung

Die in einzelnen Messrichtungen ψ ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe sind gegeneinander verschoben und zeigen unterschiedliche Verläufe. Stärkere Abweichungen zeigen die Messrichtungen ψ , die absolut gesehen näher an der dehnungsfreien Richtung liegen. Messungen in Richtungen $\psi < \psi^*$ und $\psi > \psi^*$ werden in die jeweils gegenläufige Richtung verschoben, wobei die Verschiebungsrichtung vom Vorzeichen des Eigenspannungsgradienten abhängt. Der zusätzlich auftretende absolute Offset wird durch die nicht korrekte Bestimmung des dehnungsfreien Netzebenenabstands $d_0(hkl)$ hervorgerufen.

Aus der Beobachtung solcher, nicht ineinander übergehender Eigenspannungstiefenverläufe kann man also zumindest theoretisch auf die Verwendung eines nicht korrekten Modells zur DEK Bestimmung schließen.

Die Unterschiede, die sich zwischen den Reflexen 211 und 310 hinsichtlich des Einflusses der Modelle gezeigt haben, sind durch ihre unterschiedliche Orientierung hkl im Kristall bestimmt (siehe Abb. 5.20). Der 211-Reflex hat einen Orientierungsparameter $3\Gamma=0.75$, während der 310-Reflex einen deutlich geringeren Wert $3\Gamma=0.27$ aufweist. Deswegen unterscheiden sich im Fall der für dieses System vorliegenden elastischen Einkristallkonstanten auch die DEK des Vielkristalls für die unterschiedlichen Modelle nach Voigt, Reuss und Kröner. Dies hat für den 310-Reflex auch Auswirkungen auf die dehnungsfreie Richtung, die bei der Bestimmung der Normalkomponente $\sigma_{33}(\tau)$ eine entscheidende Rolle spielt. Sie verschiebt sich von $\psi^*(310)_{\text{Kröner}}=43,5^\circ$ auf $\psi^*(310)_{\text{Voigt}}=40,9^\circ$, während sie für den 211-Reflex nahezu konstant ist, $\psi^*(211)_{\text{Kröner}}=41,06^\circ$ auf $\psi^*(211)_{\text{Voigt}}=40,9^\circ$.

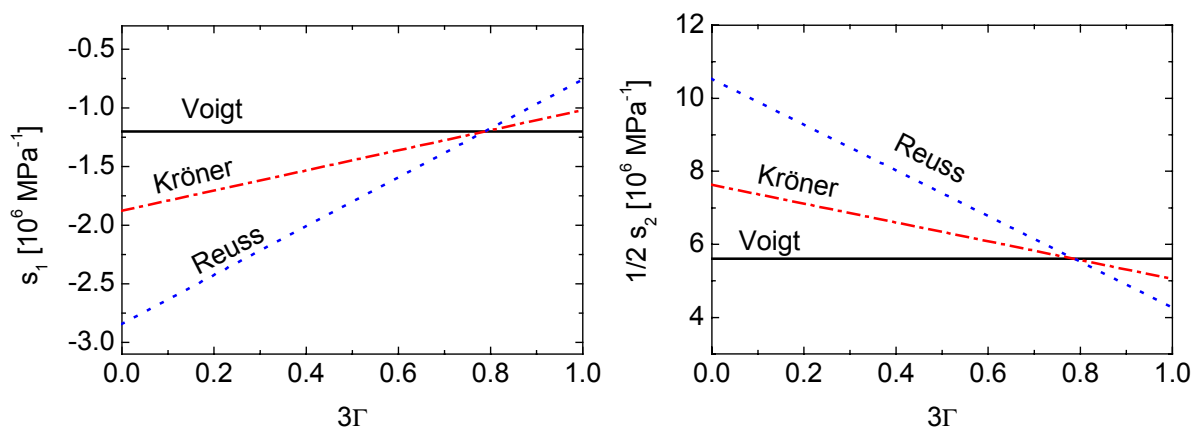


Abb. 5.20 Abhängigkeit der diffraktionselastischen Konstanten vom Orientierungsparameter 3Γ

Bei der Auswahl der Reflexe für die energiedispersive RSA ist es also günstig darauf zu achten, dass zur Auswertung möglichst solche Interferenzen hkl herangezogen werden, für die sich die elastischen Konstanten $s_1(hkl)$ und $\frac{1}{2} s_2(hkl)$, berechnet nach den Modellen von Voigt und Reuss, möglichst wenig unterscheiden. Im Falle kubischer Werkstoffe besonders zu empfehlen sind deswegen die Reflexe 110, 211 und 321. Sie zeigen gleiches elastisches Verhalten bei einem 3Γ von 0.75. Da dieser Wert nahe des Schnittpunkts der Kurven liegt, unterscheiden sich die DEK dieser Reflexe nur wenig. Dies ist besonders wichtig für Werkstoffe, die ein anisotropes elastisches Verhalten zeigen, wie z.B. Eisen, während es im Fall sich elastisch isotrop verhaltender Werkstoffe, wie z.B. Wolfram, keine Rolle spielt, da die DEK unabhängig von der Orientierung hkl in beiden Modellen gleich sind.

5.4 Übertragung der Ergebnisse in den Ortsraum

Bei den bisherigen Betrachtungen ging es maßgeblich um die Ermittlung der zurück gerechneten Eigenspannungstiefenprofile aus den Simulationsdaten mittels verschiedener Mess- und Auswertemethoden. Bei ihnen handelt es sich um die exponentiell gewichteten Eigenspannungstiefenprofile (Laplace-Tiefenprofile), da die Simulation dem Strahlschwächungsgesetz Rechnung trägt. Um die vorgegebenen Spannungstiefenprofile im Ortsraum zu bestimmen, die bei jeder Eigenspannungsanalyse aus naheliegenden Gründen das Hauptinteresse bilden, müssen die Laplace-Profile $\sigma_{ij}(\tau)$ noch in den Ortsraum $\sigma_{ij}(z)$ zurück transformiert werden.

Hier gibt es prinzipiell zwei Möglichkeiten: Zum einen mittels der Numerischen-Inversen-Laplace-Transformation NILT [31, 96] und zum anderen durch eine Fehlerquadratanpassung von Funktionen an die Profile im Laplace-Raum, die sich analytisch zurück transformieren lassen.

Da die Spannungstiefenprofile in diskreten Tiefen (Stützstellen der NILT) vorliegen, scheint zunächst die Numerische-Inverse-Laplace-Transformation geeignet, die Spannungstiefenverläufe in den Ortsraum zu transformieren. Schwierigkeiten ergeben sich jedoch daraus, dass ein exponentiell geglättetes Signal in ein ungeglättetes Signal im Ortsraum zurück transformiert werden muss [30, 97]. Weiterhin kommt erschwerend hinzu, dass die Messdaten kein glattes Signal darstellen, sondern ihrerseits erhebliche Streuungen aufweisen, die bei der Anwendung der NILT sehr schnell zu Instabilitäten führen [31, 96].

Im Folgenden wird aus diesem Grund auf die zweite Möglichkeit zurückgegriffen. Bei dieser Methode werden Funktionen mittels der Fehlerquadratmethode an die in diskreten Tiefen τ ermittelten Eigenspannungstiefenverteilungen angepasst, die sich in

einfacher Weise analytisch zurück transformieren lassen. Die Funktionen, die an die Messdaten im Laplace-Raum angepasst wurden, sowie ihre nach Gl. (2.17) transformierten Funktionen sind in Tabelle 5.5 angegeben.

Tabelle 5.5 Funktionen im Ortsraum und ihre transformierten im Laplace-Raum gemäß Gl. (2.16)

Funktion im Ortsraum	Funktion im Laplace-Raum
$f(z) = a_0 + a_1 z$	$f(\tau) = a_0 + a_1 \tau$
$f(z) = a_0 + a_1 z + a_2 z^2$	$f(\tau) = a_0 + a_1 \tau + 2a_2 \tau^2$
$f(z) = a_n z^n$	$f(\tau) = n! a_n \tau^n$
$h(z) = (a_0) e^{-b_0 z}$	$h(\tau) = \frac{a_0}{(1 + b_0 \tau)}$
$h(z) = (a_0 + a_1 z) e^{-b_0 z}$	$h(\tau) = \frac{a_0}{(1 + b_0 \tau)} + \frac{a_1 \tau}{(1 + b_0 \tau)^2}$
$h_k(z) = \sum_{n=1}^k a_n z^n e^{-b_0 z}$	$h_k(\tau) = \sum_{n=1}^k \frac{n! a_n \tau^n}{(1 + b_0 \tau)^{n+1}}$

Die Abb. 5.21 zeigt anhand der σ_{11} Komponente die Probleme, die bei der Anwendung der Methode auftreten. In jedem Graphen sind die Mess- bzw. Simulationsdaten zu sehen, je eine Funktion vom Typ $h(\tau)$ und $g(\tau)$, die an die Messdaten mittels Fehlerquadratmethoden angepasst wurden, ihre transformierten Funktionen $h(z)$ und $g(z)$ im Ortsraum sowie der vorgegebene Eigenspannungstiefenverlauf im Ortsraum zum Vergleich.

Naturgemäß werden nur diejenigen invers Laplace-transformierten Funktionen mit der Vorgabe im Ortsraum übereinstimmen, deren Anpassungsfunktion die Messdaten hinreichend gut annähert. Aus diesem Grund scheiden die Polynome kleineren Grades aus.

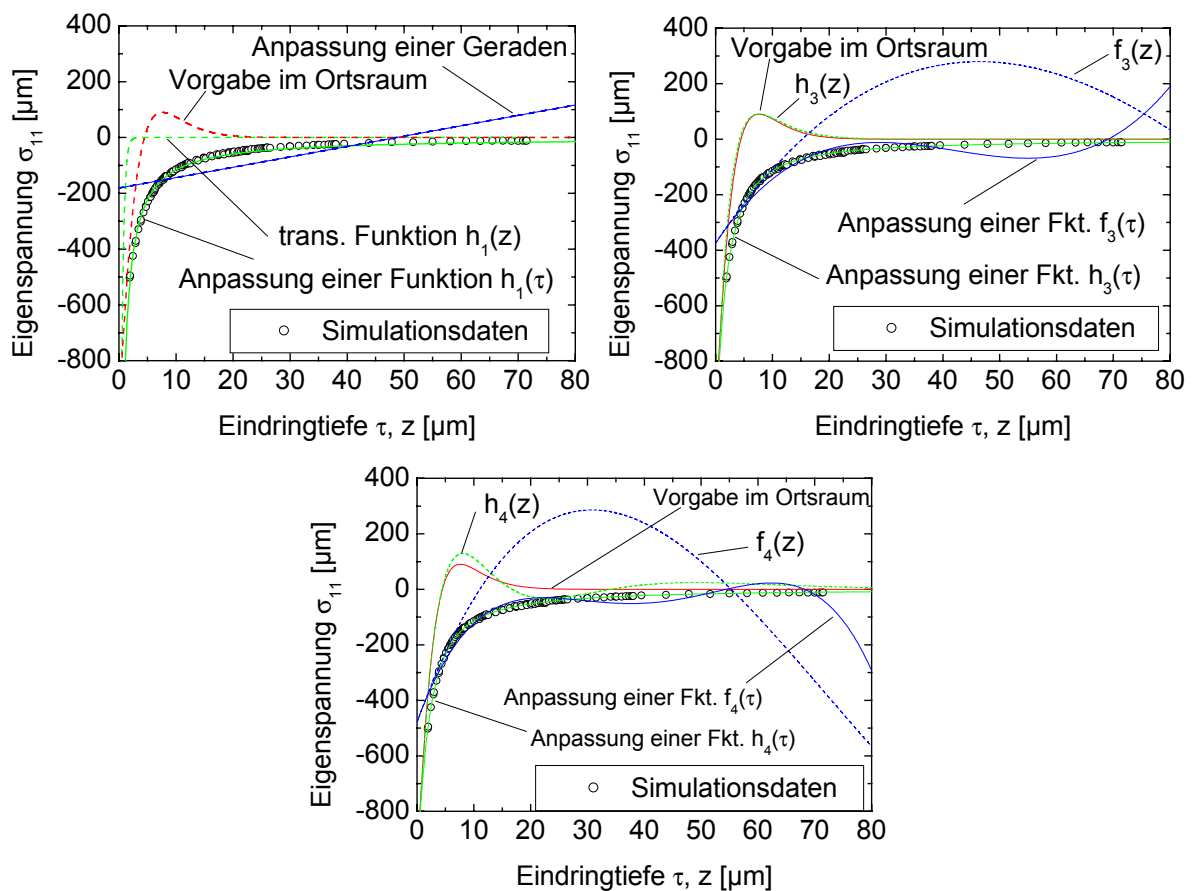


Abb. 5.21: Spannungstiefenverläufe im τ - und z -Raum nach der Fehlerquadrat-anpassung mit verschiedenen Funktionen

An der Funktionsform h , die sich sehr gut an die Daten im Laplace-Raum anpassen lässt, erkennt man eine weitere Schwierigkeit. Mit zunehmender Anzahl der Variationsparameter wird die Anpassung der Funktionen an die Laplace-Eigenspannungen besser. Doch schon ab der Funktion $h_4(\tau)$ weicht die in den Ortsraum zurück transformierte $h_4(z)$ wieder stärker von der Vorgabe ab, es kommt zu einer Art „Überschwingen“ im Ortsraum. Da man die vorgegebene Funktion im Ortsraum jedoch im Allgemeinen nicht kennt, kann man auch nicht entscheiden, ob das Überschwingen der realen Funktion entspricht oder der Grad der Funktion zu hoch gewählt wurde.

Der konstante Verlauf der $\sigma_{22}(\tau)$ Komponente konnte von allen Funktionen gut angenähert werden und die Abweichungen im Ortsraum nach der Rücktransformation betragen immer weniger als 20 MPa.

Es kommen somit Eigenspannungstiefenverläufe vor, die sich durch verschiedene Funktionen gleich gut beschreiben lassen und deren zurück transformierte im Ortsraum auch die gleichen Verläufe zeigen. In diesem Fall kann man mit hoher Wahrscheinlichkeit davon ausgehen, dass es sich um die realen Eigenspannungen im

Ortsraum handelt. Bei den übrigen Eigenspannungstiefenverläufen können jedoch kleine Unterschiede der Anpassungsfunktion sehr starke Abweichungen vom Eigenspannungstiefenverlauf im Ortsraum ergeben.

Aus diesem Grund scheint für die nähere Zukunft eine experimentelle Herangehensweise angebracht. So können z. B. nach der Änderung von Prozess- bzw. Bearbeitungsparametern die Eigenspannungstiefenprofile zunächst energiedispersiv bestimmt werden und anschließend mittels Abtragsmethoden. So wird es möglich, die verschiedenen Ergebnisse aus dem Laplace- und Ortsraum unmittelbar zu vergleichen bzw. die Ortsraumdaten mit und ohne Korrektur zu transformieren.

Dabei ist in Zukunft in diesem Zusammenhang zu untersuchen, ob die Ergebnisse im Laplace-Raum nicht aussagekräftig genug sind, so dass auf eine Inverse-Laplace-Transformation verzichtet werden kann.

5.5 Bewertung der Simulationen

Bei der energiedispersiven Eigenspannungsanalyse im Reflexionsmodus, die in einem Energiebereich bis 80 keV arbeitet, ist im Allgemeinen von einem dreiachsigen Eigenspannungszustand auszugehen. Die vorgestellten Simulationen zeigen die Vorteile, die die Streuvektormethode für diese Art der Eigenspannungsanalyse bietet. Die vorgegebenen Spannungstiefenverteilungen $\sigma_{ii}(\tau)$ im Laplace-Raum können mit der Streuvektormethode sehr gut selbstkonsistent zurück gerechnet werden, während es durch den Einfluss der Normalkomponente $\sigma_{33}(z)$ in der zweiachsigen Auswertung gemäß der Mehrwellenlängenmethode bzw. Universalplotmethode zu erheblichen Abweichungen vom vorgegebenen Eigenspannungstiefenverlauf kommt.

Zu bemerken ist, dass die durchgeführten Simulationen nur die Geometrie der Messverfahren, die Absorption durch die Probe und den vorliegenden Eigenspannungszustand berücksichtigen. Weitere Einflüsse, die bei der Ermittlung von Eigenspannungen ebenfalls eine entscheidende Rolle spielen, da sie neben den Reflexprofilen vor allem auch die Reflexlage beeinflussen – z.B. mikrostrukturelle Eigenschaften des Werkstoffs und die Beugungsgeometrie betreffende Strahldivergenzen – wurden in den Simulationen nicht berücksichtigt. Vor allem ist hierbei das Auftreten von Gradienten des dehnungsfreien Netzebenenabstands $d_0(hkl,z)$ zusätzlich zur σ_{33} Komponente von Interesse. Solche Gradienten täuschen einen hydrostatischen Anteil im Spannungstensor vor und sind folglich nicht von einem $\sigma_{33}(z)$ -Gradienten zu unterscheiden. Deswegen können beide Komponenten bisher nur über Messungen nach sukzessivem Abtrag der Oberfläche voneinander getrennt werden.

6 EXPERIMENTELLES

6.1 Probenmaterial

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben werden im Folgenden kurz charakterisiert. Es handelt sich dabei um Stähle, deren Oberfläche auf verschiedene Art und Weise bearbeitet wurde sowie eine geschliffene Keramik.

6.1.1 Tiefgeschliffener Einsatzstahl 16CrMn5

Bei dem tiefgeschliffenen Stahl, der im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurde, handelt es sich um einen einsatzgehärteten Stahl, der nach dem Einsatzhärten schrittweise tiefgeschliffen wurde (Abb. 6.1).

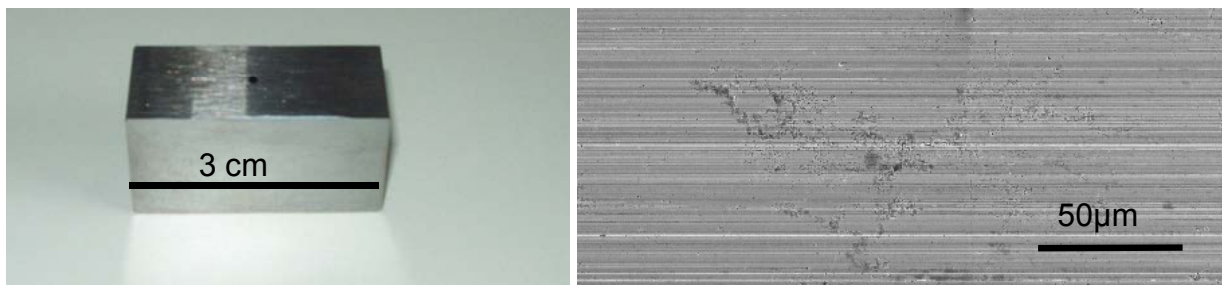


Abb. 6.1: Tiefgeschliffener Einsatzstahl 16CrMn5: links Foto, rechts REM

Der Stahl wurde für die ersten Untersuchungen ausgewählt, weil sein oberflächennaher Eigenspannungszustand im Rahmen einer Gemeinschaftsuntersuchung [98] bereits sehr gut vorcharakterisiert worden ist. Ein direkter Vergleich mit den im Oberflächenbereich erzielten Ergebnissen ist dadurch möglich. Die Probe wurde im Institut für Werkstofftechnik der Universität Hannover hergestellt und geschliffen. Die verwendeten Schleifparameter sind in Tabelle 6.1 aufgelistet.

Tabelle 6.1 Schleifparameter, die für das Tiefschleifen der einsatzgehärteten Stahlprobe 16CrMn5 verwendet wurden [98]

Schleifscheibe	EKW 100 K5V
Dressing	Diamond tile
Kühlmittel	Emulsion 4%
Schnittgeschwindigkeit	45m/s
Spez. Materialabtragsrate Q_w	1mm ² / mm s
Vorschubgeschwindigkeit	300mm / min

Wie in den Voruntersuchungen ermittelt wurde, handelt es sich bei der Probe um ein zweiphasiges Gefüge mit 83 Vol.-% Martensit und 17 Vol.-% Restaustenit. Die Zwei-

phasigkeit des Materials zeigt sich auch in den energiedispersiv aufgenommenen Spektren (vgl. Abb. 4.1).

Die im Rahmen des Gemeinschaftsprojektes durchgeführten Eigenspannungsanalysen beziehen sich auf die dominierende, martensitische Phase und zeigen hohe Druckeigenspannungen, die in einer Tiefe z von ca. $8 \mu\text{m}$ in Zugeigenspannungen übergehen. Weiterhin zeigte sich aufgrund des uniaxialen Schleifprozesses, dass die Eigenspannungen σ_{22} senkrecht zur Schleifrichtung deutlich stärker sind als die parallel zur Schleifrichtung. Die Abb. 6.2 zeigt die Eigenspannungstiefenverläufe im Laplace-Raum ermittelt mit $\text{Co}_{K\alpha}$ -Strahlung an beiden Phasen der Probe.

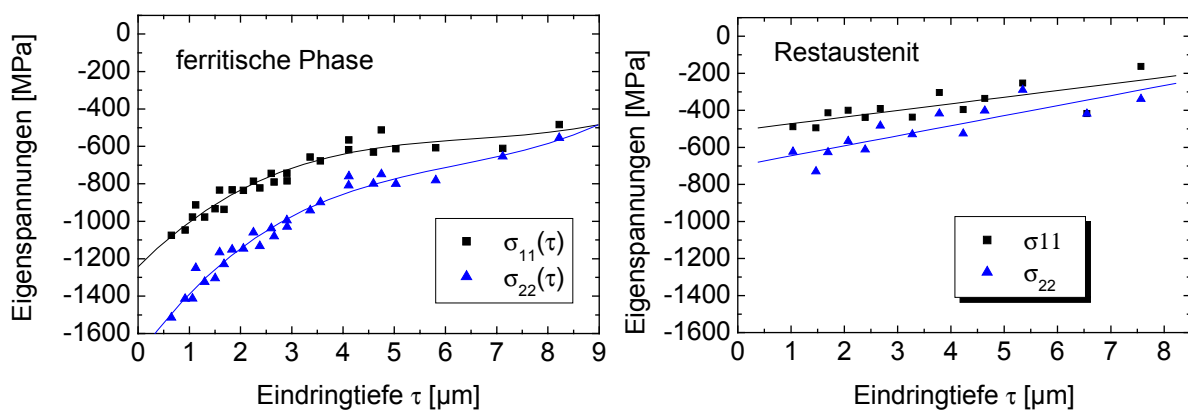


Abb. 6.2: Universalplotauswertung der mittels winkeldispersiver Methoden erzeugten Eigenspannungstiefenverteilungen nach [99]

Für die martensitische Phase wurden der 110- und der 211-Reflex, für die Restaustenit-Phase der 220-Reflex ausgewertet.

6.1.2 Kugelgestrahlte Stahlprobe 42CrMo4

Bei dieser Probe handelt es sich um einen normalisierten Stahl 42CrMo4 [100]. Sie wurde auf Vorder- und Rückseite senkrecht zur Oberfläche kugelgestrahlt. Die Strahlparameter, welche für die Vorder- und Rückseite – im Folgenden mit Seite A und Seite B bezeichnet – verwendet wurden, unterscheiden sich in der Geschwindigkeit des Strahlmittels. Die verwendeten Strahlparameter sind in Tabelle 6.2 beschrieben.

Tabelle 6.2: Strahlparameter der senkrecht zur Oberfläche kugelgestrahlten Probe

Probe: 42CrMo4	Strahl- mittel	Düse [mm]	Strahlmittelge- schwindigkeit [m/s]	Massenfluß [g/min]	Düsenhöhe [mm]	Almen- intensität [mmA]	Verfahr- geschwindigkeit [mm/min]
Vorderseite	S170	15	30	4000	100	0,306/0.31	4319
Rückseite	S170	15	35	4000	100	0.377/0.38	4899

Die Abb. 6.3 zeigt ein Foto sowie eine Rasterelektronenmikroskopaufnahme der Probenvorderseite. Die REM-Aufnahme zeigt deutlich kraterförmige Vertiefungen mit einem Durchmesser von bis zu 200 μm . Die regelmäßige Struktur ist auf das senkrechte Auftreffen des Strahlgutes zurückzuführen. Die in einigen Bereichen auftretenden horizontal, verlaufenden Riefen resultieren aus einer Schleifbehandlung vor dem Kugelstrahlen.

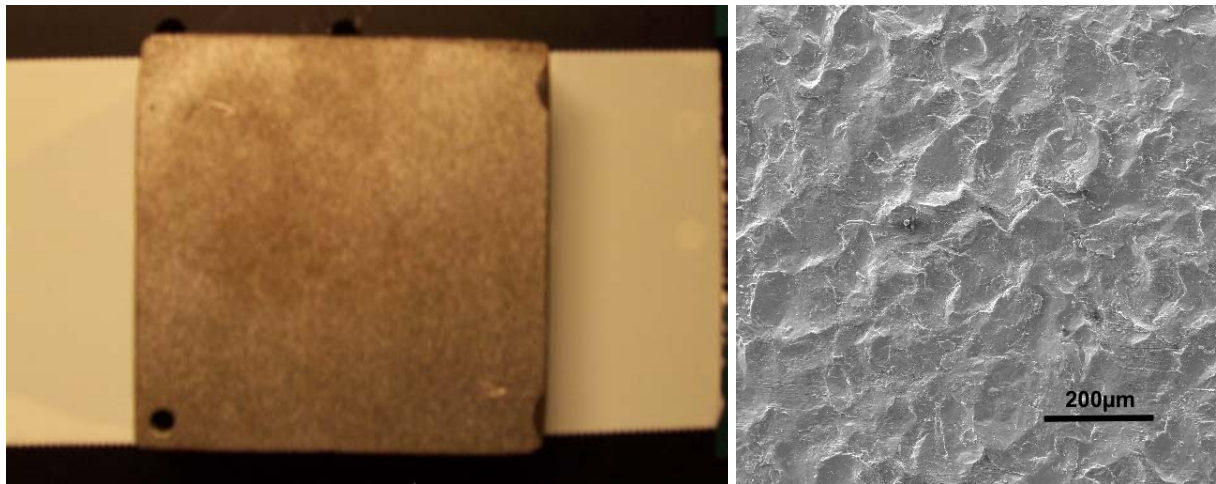


Abb. 6.3: Probenunterseite (links) und REM-Aufnahme (rechts)

Ein Spektrum der Probe, das unter einem Beugungswinkel von $2\theta=15^\circ$ aufgenommen wurde, ist in Abb. 6.4 dargestellt. Es zeigt die Interferenzlinien hkl der α -Phase des Stahls. Das Auftreten weiterer Phasen ist bei der Vorbehandlung des Werkstoffs (normalisiert und nicht vergütet) nicht zu erwarten und konnte auch experimentell anhand der Beugungsdiagramme ausgeschlossen werden.

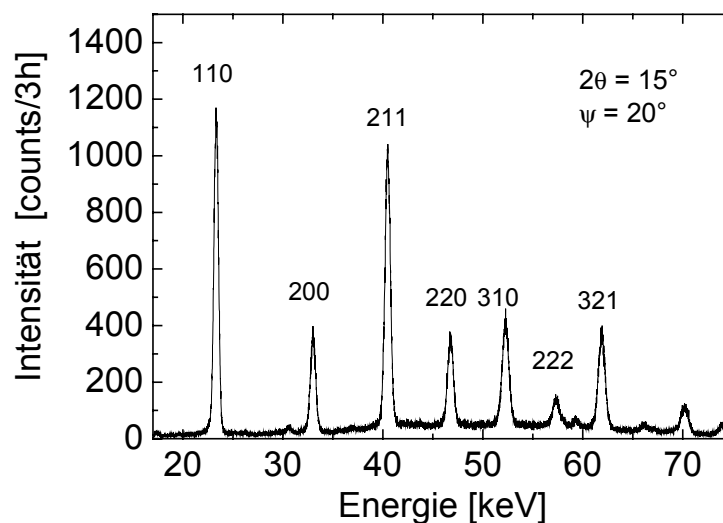


Abb. 6.4: Spektrum der kugelgestrahlten Stahlprobe 42CrMo4

6.1.3 Tiefgeschliffene Keramik ZrO_2/Y_2O_3 8mol-%

Bei der tiefgeschliffenen Keramik handelt es sich um Zirkonoxid, das mit 8 Vol. % Ytria vollstabilisiert wurde. Dies führt zur Ausbildung der kubischen Struktur, wodurch sich die Anzahl der möglichen Reflexe gegenüber der tetraedrischen Struktur deutlich reduzieren. Das Pulver wurde gepresst, gesintert und im Institut IFG Hannover tiefgeschliffen. Die Schleifparameter sind in Tabelle 6.3 dargestellt.

Tabelle 6.3 Schleifparameter für die Oberflächenbehandlung der ZrO_2 Keramik

Schleifscheibe	D91 keramisch
Kühlmittel	Emulsion 4%
Schnittgeschwindigkeit	25m/s
Spez. Materialabstrabsrate Q_w	10 mm ² / mm s
a_e	0.1 mm
Vorschubgeschwindigkeit	100mm / min

An der geschliffenen Oberfläche sind optisch die einzelnen Schleifspuren der Schleifscheibe zu erkennen. Die Messung der Oberflächenrauigkeit mit einem DEKTAK 3000 ergab senkrecht zur Schleifrichtung eine Oberflächenrauigkeit von 50 μm , die der Höhe eines Sägezahns entspricht, und parallel zur Schleifrichtung eine Rauigkeit von 20 μm . Eine Aufnahme ist in Abb. 6.5 zu sehen. Sie zeigt vertikal die einzelnen Schleifspuren an der Probenoberfläche, die der Breite der Schleifscheibe entsprechen.



Abb. 6.5: Foto der Oberfläche der geschliffenen ZrO_2 -Probe

6.2 Röntgendiffraktometrie

6.2.1 Aufbau des Hochenergiemessplatzes

Der experimentelle Aufbau der Messapparatur zur energiedispersiven Eigenspannungsanalyse in Reflexionsgeometrie ist in Abb. 6.6 dargestellt. Als Strahlungsquelle

dient eine Wolframröntgenröhre MCN 165 der Fa. Yxlon. Sie kann mit einer maximalen Anregungsspannung von 160 kV betrieben werden bei einer Maximalleistung von 3 kW. Die Fokusgröße beträgt 3 mm nach der Norm (EN12543). Für die energiedispersive Eigenspannungsanalyse wird das kontinuierliche (weiße) Bremsspektrum der Röntgenröhre genutzt. Während der Beugungsexperimente wurde die Röhre mit Spannungen von 60 kV bzw. 80 kV bei einer Leistung von 2.4 kW betrieben.

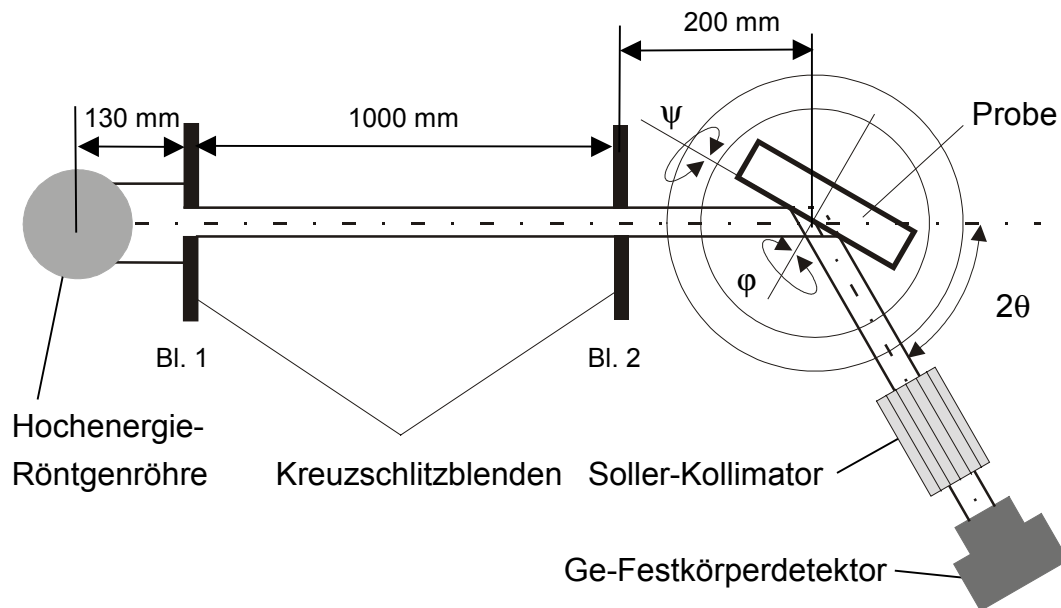


Abb. 6.6: Schematischer Aufbau des Messplatzes zur energiedispersiven Eigenspannungsanalyse in Reflexionsgeometrie

Die Bremsstrahlung der Röntgenröhre wird im Primärstrahl durch zwei Kreuzschlitzblendensysteme Blende 1 und 2 kollimiert. Zur Optimierung der Auflösung (Trennbarkeit benachbarter Reflexe; vgl. Abb. 4.2) in Verbindung mit einer vertretbaren Messzeit wurde der Strahl mittels der Blendensysteme auf einen Querschnitt von $1 \times 1 \text{ mm}^2$ begrenzt. Dies führt zu einer horizontalen und vertikalen Primärstrahldivergenz $\delta=0.12^\circ$. Bei senkrechtem Strahleinfall ergibt sich auf der Probe ein Messfleck von ca. $1.1 \times 1.1 \text{ mm}^2$.

Das Diffraktometersystem besteht aus einem Vierkreisdiffraktometer der Fa. Huber mit einer offenen Eulerwiege, in die ein z-Tisch integriert ist.

Auf dem 2θ -Arm des Diffraktometers ist ein Soller-Kollimator angebracht, der die sekundärseitige Äquatorialdivergenz auf $\delta=0.15^\circ$ beschränkt. Die Axialdivergenz wird sekundärseitig durch die Höhe des Messflecks auf der Probe von ca. 1.1 mm und die Höhe des Detektoreintrittsfensters von ca. 5 mm bestimmt. Der Detektor befindet sich hinter dem Soller-Kollimator in einem Abstand von ca. 50 cm zur Probe. Es handelt

sich um einen energiedispersiven Germanium-Festkörperdetektor der Fa. Canberra, der mittels eines Kompressors gekühlt wird. Zum Speichern des Spektrums steht ein Vielkanalanalysator mit 8096 Kanälen zur Verfügung, die auf den genutzten Energiebereich verteilt werden, so dass bei 80 kV Anregungsspannung der Röhre jedem Kanal ein Energiebereich von ca. 10 eV zugeordnet wird. Die Energiekalibrierung des Detektors, die die korrekte Zuordnung der Energien zu den Kanälen gewährleistet, wird mittels der radioaktiven Kalibrierpräparate Fe^{55} , Am^{241} und Ba^{33} durchgeführt, deren γ - bzw. Röntgenlinien bei festen Energien auftreten.

Ein mit dem Detektor aufgenommenes Primärstrahlspektrum ist in Abb. 6.7 zu sehen. Da die Intensität des Primärstrahls für den Detektor zu hoch ist, wurde ein Graphitabsorber von ca. 30 cm Länge in den Primärstrahl gestellt. Mit dieser Anordnung wurden sowohl $\sin^2\psi$ -Messungen als auch Streuvektormessungen durchgeführt. Vor und nach jeder Messserie wurde eine Energiekalibrierung des Detektors durchgeführt, um eine eventuelle Linienlagenverschiebung zu überprüfen.

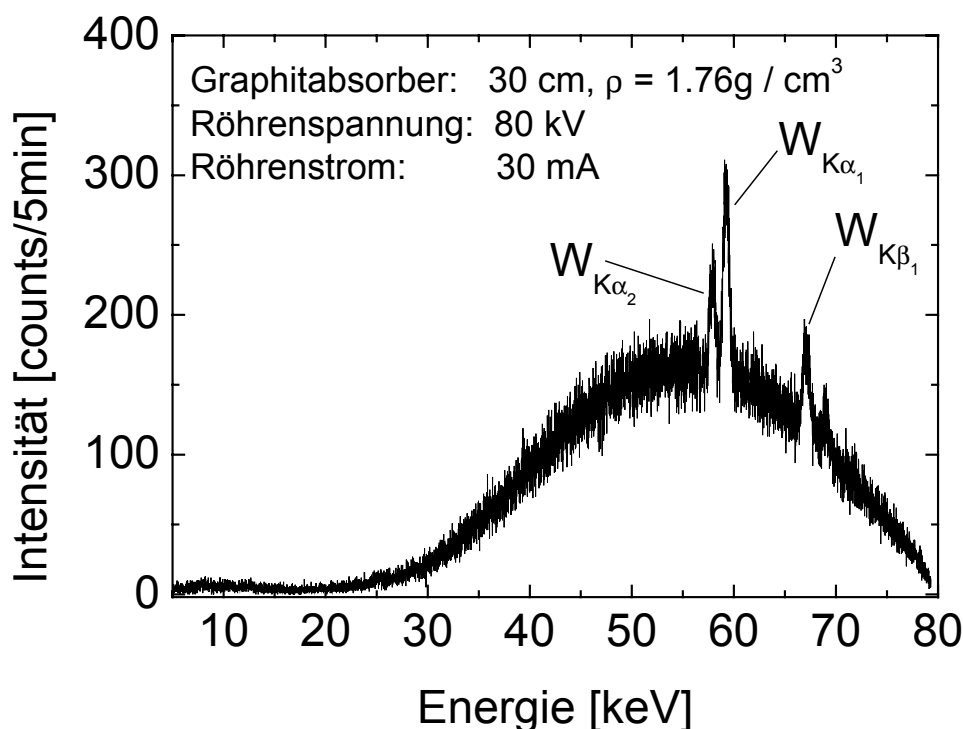


Abb. 6.7: Spektrum des Primärstrahls bei eingeschobenem Graphitabsorber

Zur Überprüfung der Justage des Diffraktometers wurden $\sin^2\psi$ -Messungen an einer Standard-Eisenpulverprobe durchgeführt. Die Energieverteilung dieser Messungen über $\sin^2\psi$ muss einen konstanten Verlauf aufweisen. Die Abb. 6.8 stellt einen solchen Verlauf für die Auswertung des 110-Reflexes dar. Die Kurven für $\pm\psi$ zeigen keine Aufspaltung. Oberhalb von $\psi=70^\circ$ zeigt der negative Ast eine Abnahme der

Energiewerte während der positive Ast aufgrund der offenen Eulerwiege nur bis zu einem ψ -Wert von 63° gemessen werden kann. Aus diesen Verläufen ergeben sich Spannungen, die für den positiven Ast bei -12 ± 20 MPa und für den negativen bei $+27 \pm 22$ MPa liegen. Die gemittelte Auswertung für beide Äste bis $\psi=63$ ergab -9 ± 15 MPa.

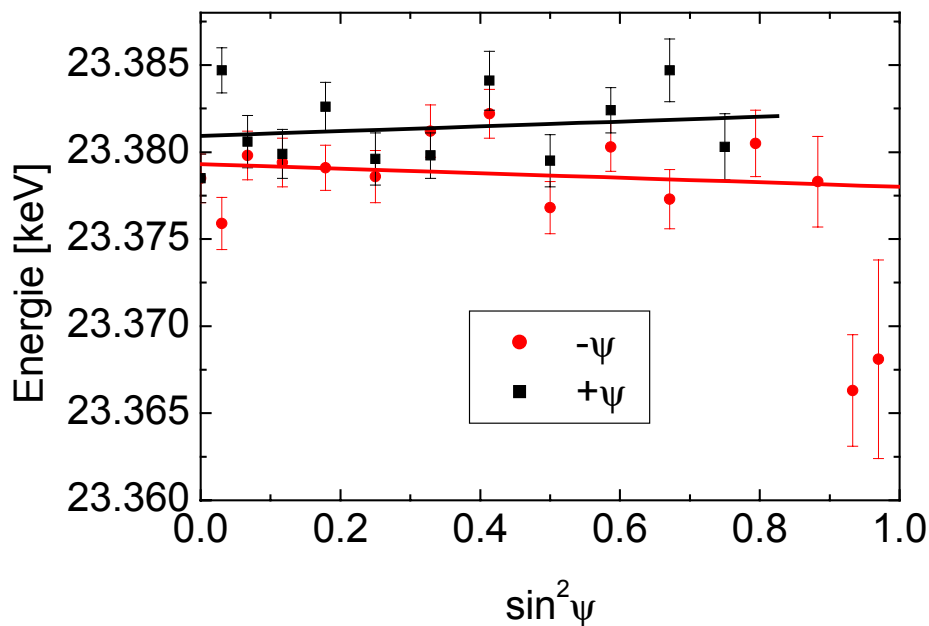


Abb. 6.8: Lage des 110-Reflexes ermittelt für ein Eisenstandardpulver

6.2.2 Einsatz von Synchrotronstrahlung

Untersuchungen mittels Synchrotronstrahlung wurden an der Beamline F1 des HASYLAB [101] sowie an der Beamline ID15a der ESRF durchgeführt.

Der Aufbau der Beamline F1 entspricht von der Geometrie her dem in Abb. 6.6 beschriebenen Laboraufbau. Als Strahlungsquelle dient in diesem Fall ein Ablenkmagnet des Speicherrings, der in der Ringebene linear polarisiertes Röntgenlicht erzeugt. Die Beugung an der Probe erfolgt demgemäß in der vertikalen Ebene, um einen vom Beugungswinkel abhängigen Intensitätsverlust zu vermeiden (vgl. Abschnitt 4.3.3). Der Soller-Kollimator ist gegenüber dem Laboraufbau um 90° gekippt und steht somit wieder senkrecht zur Beugungsebene (äquatoriale Begrenzung der Divergenz [87]). Bei dem Detektor handelt es sich um einen mit Flüssigstickstoff gekühlten Ge-Festkörperdetektor der Fa. Canberra, dem ein Vielkanalanalysator mit 2048 Kanälen folgt. Die Energiekalibrierung ergab, dass diese relativ geringe Anzahl von Kanälen in Verbindung mit der Verstärkereinstellung zu einem Verhältnis von ca. 70 eV/Kanal führt. Durch den relativ großen Energiebereich pro Kanal wurde die Auflösung eng benachbarter Reflexe deutlich beeinträchtigt.

Das Ziel der Messungen an der Beamline F1 bestand darin, den Eindringtiefenbereich der Strahlung sowohl in Richtung der Oberfläche als auch insbesondere in Richtung des Volumens zu erweitern. Dies ist wegen der geringen Divergenz der Synchrotronstrahlung möglich, welche einerseits die Messung unter sehr hohen Kippwinkeln ψ (kleine Eindringtiefen) sowie andererseits kleinen Beugungswinkeln 2θ (hohe Energien) ermöglicht. Weiterhin wird durch den kleineren Messfleck auf der Probe eine höhere laterale Auflösung ermöglicht als bei den Labormessungen.

Da Voruntersuchungen Hinweise auf eine signifikante Erwärmung der Probe im bestrahlten Messvolumen lieferten, die auf die Absorption niederenergetischer Strahlungsanteile zurückzuführen ist, wurde im Weiteren ein 30 cm langer Graphitabsorber in den Primärstrahl eingebracht, um die entsprechenden Energien herauszufiltern.

Der für die Messungen an der ESRF-Beamline ID15a verwendete Messaufbau ist in Abb. 6.9 dargestellt. Im Unterschied zu den vorhergehend beschriebenen Messanordnungen wird hier durch Blendensysteme sowohl im Primär- als auch im Sekundärstrahl (gebeugter Strahl) ein ortsfestes Messvolumenelement definiert, wie es auch bei den „Through Surface Strain Scanning“ Methoden verwendet wird.

Mit diesem Messaufbau soll untersucht werden, inwieweit ein ortsfestes Volumenelement Einfluss auf die Eigenspannungsanalyse in Reflexion mit den Laplace-Methoden hat.

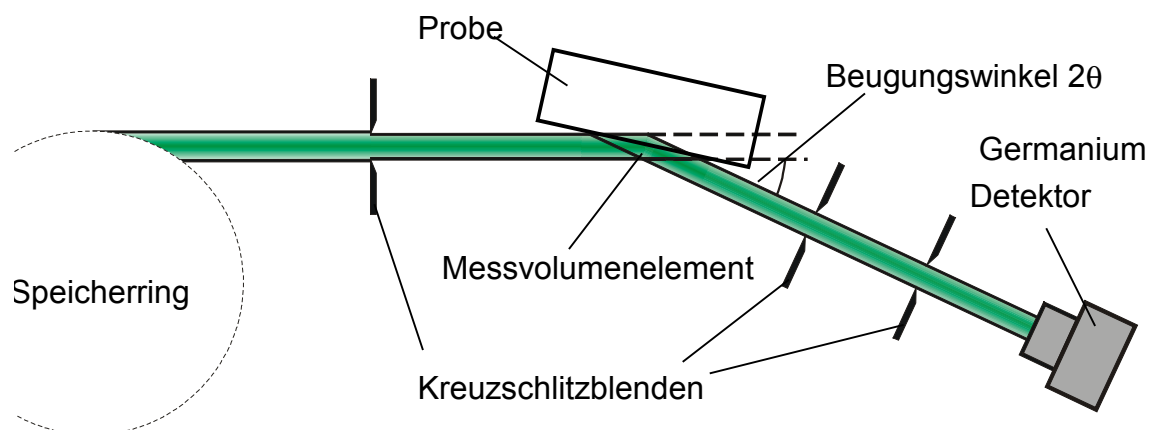


Abb. 6.9: Aufbau des Synchrotronmessplatzes ID15a an der ESRF

Die Parameter, die für die Messungen mit Synchrotronstrahlung verwendet wurden, sind in Tabelle 6.4 zusammengestellt.

Tabelle 6.4 Parameter für die Messungen mit Synchrotronstrahlung

Beamline/ Parameter	HASYLAB F1	ESRF ID15a
nutzbarer Energiebereich	-80 keV	-200 keV
Äquatorial- divergenz im Primärstrahl	0.06 mrad	<0.01 mrad bestimmt durch Quellengröße in 63 m Entfernung und die Primärstrahlblende
Äquatorial- divergenz im Sekundärstrahl	$\delta=0.15^\circ$ Sollerschlitze-Kollimator	$\delta=0.005^\circ$ Kreuzschlitzeblendensysteme im Abstand von 1030 mm je 100 μm geöffnet
Strahlgröße auf der Probe	300 x 300 μm^2	100 x 100 μm^2
Diffraktometer	Kappa Diffraktometer der Fa. Huber	Eulerwiege der Fa. Huber
Detektor	Ge - Festkörperdetektor	Ge - Festkörperdetektor

6.2.3 Oberflächennahe Eigenspannungsanalyse mit monochromatischer Strahlung

Im Rahmen der Arbeit wurden auch Eigenspannungsanalysen mittels winkeldispersiver Messmethoden durchgeführt. Diese dienen der Validierung der energiedispersiv ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe im oberflächennahen Bereich sowie dem Vergleich der Messdatenstreuung der Verfahren. Die winkeldispersiven Messungen wurden mit monochromatischer, charakteristischer Strahlung auf einem 5-Kreis-Diffraktometer vom Typ ETA der Fa. Seifert durchgeführt [90, 102]. Es ermöglicht die Drehung um einen beliebig zu wählenden Streuvektor über eine eigene Achse durchzuführen, während auf einem Vierkreisdiffraktometer (z.B. Eulerwiege) diese Drehung nur über eine Kopplung der Achsen Omega, Chi und Phi zu realisieren ist. Zum Einsatz kamen sowohl $\text{Co}_{K\alpha}$ als auch $\text{Cu}_{K\alpha}$ Strahlung. Primärseitig wurde mit einem Rundkollimator von 1 mm im Durchmesser gearbeitet. Sekundärseitig kam, wie auch bei den energiedispersiven Messungen im Labor, ein Sollerschlitze-Kollimator zum Einsatz. Ein LiF-Analysator wurde zusätzlich zur Monochromatisierung der Strahlung eingefügt, um den Untergrund zu minimieren. Für die Detektierung der Strahlung wurde ein Szintillationszähler verwendet.

7 EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE UND DISKUSSION

7.1 Tiefgeschliffener Einsatzstahl 16CrMn5: Energiedispersive Analyse im intermediären Werkstoffbereich zwischen Oberfläche und Volumen

7.1.1 Spannungsgradientenermittlung auf der Grundlage der $\sin^2\psi$ -Messtechnik

Für die mit Hilfe des Labormessplatzes am tiefgeschliffenen Stahl 16CrMn5 durchgeführten Eigenspannungsanalysen wurden Messungen im symmetrischen Ψ -Modus der RSA durchgeführt. Um den Eindringtiefenbereich zu erweitern, wurden Messungen unter drei verschiedenen Beugungswinkeln 2θ (20° , 30° und 42°) durchgeführt.

7.1.1.1 Auswertung auf Basis der Mehrwellenlängenmethode

Zunächst wurden sowohl für den 211-Reflex als auch für den 321-Reflex die Dehnungsverteilungen über $\sin^2\psi$ für die Azimutwinkel $\phi=0^\circ$ und 90° ausgewertet (Abb. 7.1). Diese beiden Reflexe wurden ausgewählt, da sie eine gute Zählstatistik aufweisen. Außerdem zeigen sie aufgrund des in beiden Fällen identischen Orientierungsparameters $3\Gamma=0.75$ das gleiche elastische Verhalten. Dies ermöglicht es, die Steigungen der $d_{\phi\psi}(hkl)\text{-}\sin^2\psi$ -Verteilungen, aus denen die Spannungen unter der Verwendung der DEK berechnet werden, direkt zu vergleichen. Da die Reflexe sich jedoch bezüglich der Energie, bei der sie auftreten, unterscheiden, sind die aus ihren Steigungen ermittelten Eigenspannungen unterschiedlichen mittleren Eindringtiefen \bar{r} zuzuordnen. Somit gibt die Abb. 7.1 einen ersten Hinweis für die Existenz von Spannungsgradienten innerhalb des erzielten Eindringtiefenbereichs.

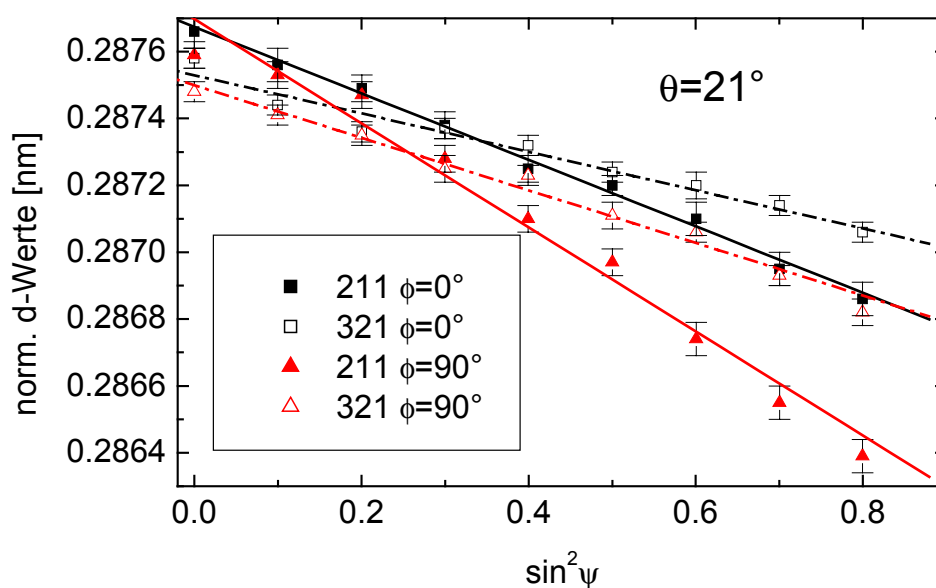


Abb. 7.1: 16CrMn5, $d_{\phi\psi}(hkl)\text{-}\sin^2\psi$ -Verläufe für verschiedene Interferenzen hkl

In Tabelle 7.1 sind die mittels $\sin^2\psi$ -Verfahren ermittelten Eigenspannungswerte sowie die zu ihrer Bestimmung notwendigen Parameter aufgeführt. Die diffraktionselastischen Konstanten DEK wurden aus den Einkristalldaten nach dem Modell von Kröner [26] berechnet.

Tabelle 7.1 Spannungswerte, bestimmt nach der $\sin^2\psi$ -Methode, sowie die in der dehnungsfreien Richtung ψ^* ermittelten Netzebenenabstände $d_{\psi^*}(hkl)$

Reflexe / Parameter	γ -220	α -211	γ -311	α -220	α -310	α -321	
$\frac{1}{2}s_2 [10^{-6}\text{MPa}^{-1}]$	6.05	5.7	6.98	5.7	6.93	5.7	
$s_1 [10^{-6}\text{MPa}^{-1}]$	-1.56	-1.23	1.87	-1.23	-1.64	-1.23	
$\theta=10^\circ$	$d_{\psi^*} [\text{nm}]$	0.127177	0.117332	0.108525			0.07682
	$\tau_{\text{max}} [\mu\text{m}]$	11	14.2	18	22	30	47
	$\sigma_{11} [\text{MPa}]$	-55±38	-272±14	-35±14			-121±14
	$\sigma_{22} [\text{MPa}]$	-87±22	-357±28	-32±21			-97±27
$\theta=15^\circ$	$d_{\psi^*} [\text{nm}]$	0.127111	0.117299	0.108509			0.076793
	$\tau_{\text{max}} [\mu\text{m}]$	5.5	6.9	8.6	10	14	23
	$\sigma_{11} [\text{MPa}]$	-287±51	-451±21	-177±46			-206±17
	$\sigma_{22} [\text{MPa}]$	-355±57	-647±26	-214±30			-316±24
$\theta=21^\circ$	$d_{\psi^*} [\text{nm}]$		0.11726				0.076781
	$\tau_{\text{max}} [\mu\text{m}]$		3.8		5.7	7.8	12.4
	$\sigma_{11} [\text{MPa}]$		-607±47				-343±28
	$\sigma_{22} [\text{MPa}]$		-983±47				-489±32

Die derart ermittelten Eigenspannungen σ_{11} parallel und σ_{22} senkrecht zur Schleifrichtung werden nun analog zur Mehrwellenlängenmethode über einer mittleren Eindringtiefe $\bar{\tau}$ aufgetragen, wobei $\bar{\tau} = (\tau_{\text{max}} + \tau_{\text{min}})/2$ als Mittelwert zwischen der höchsten und niedrigsten Eindringtiefe definiert wurde. Die so ermittelten Spannungstiefenverläufe sind in Abb. 7.2 dargestellt. Zur Auswertung wurden die Reflexe 211 und 321 der martensitischen Phase sowie die Reflexe 220 und 311 für die Restaustenit-Phase herangezogen. Da die Intensitäten der Reflexe der Restaustenit-Phase für den Beugungswinkel $\theta=21^\circ$ zu gering waren, wurden diese Reflexe nur unter den Beugungswinkeln $\theta=10^\circ$ und 15° ausgewertet. Die Spannungstiefenverläufe beider Phasen zeigen ein ähnliches Verhalten. Die hohen Druckeigenspannungen an der Oberfläche nehmen zum Volumen hin ab. Die Druckeigenspannungen in der Martensit-Phase sind höher als die in der Restaustenit-Phase. Aus Sicht der Werkstoffwissenschaft ist dies verständlich, da der Martensit gegenüber dem Austenit wegen der unterschiedlichen Streckgrenzen der Phasen höhere Druckspannungen elastisch aufnehmen kann, während die Austenitphase (Restaustenit) schon zum Teil plastisch

relaxiert. Die Spannungskomponente $\sigma_{22}(\bar{\tau})$ zeigt in beiden Phasen deutlich höhere Druckeigenspannungen. Dieser Befund ist in guter Übereinstimmung mit den Vorstellungen über die Entstehung von Eigenspannungen während des uniaxialen Schleifprozesses [103].

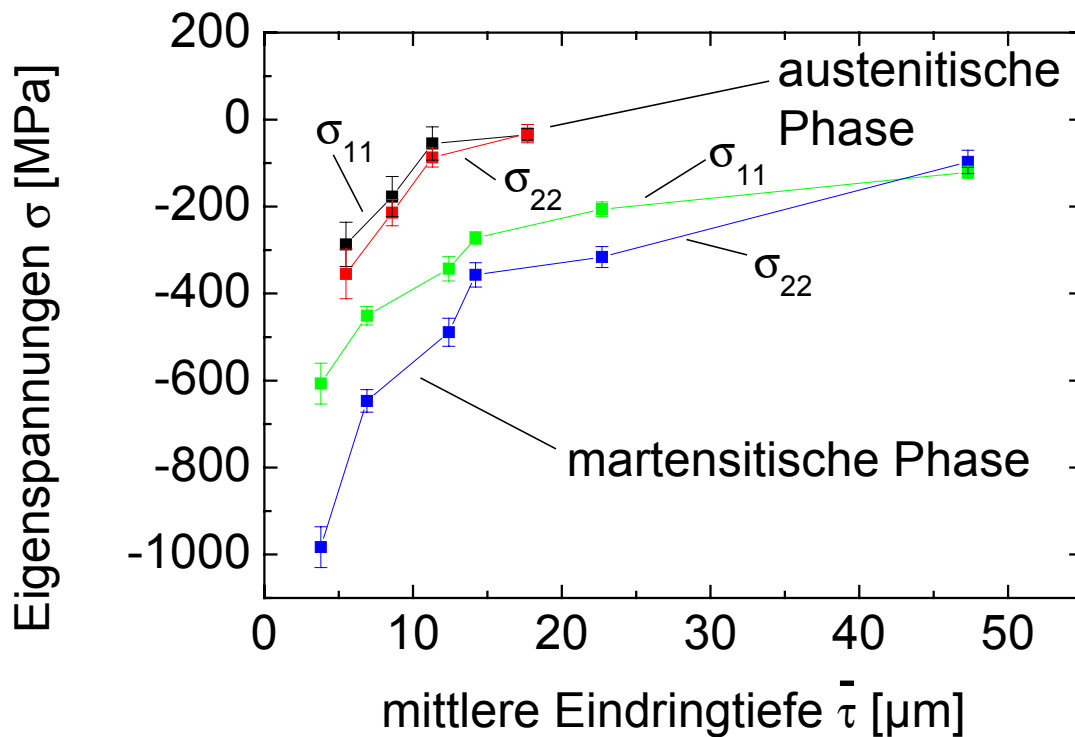


Abb. 7.2: Eigenspannungsverteilungen $\sigma_{11}(\tau)$ und $\sigma_{22}(\tau)$, berechnet nach der Mehrwellenlängenmethode aus den $\sin^2\psi$ -Verläufen (vgl. Abb. 7.1)

7.1.1.2 Universalplotmethode

Wie bereits im Abschnitt 5.2 erläutert, sind detailliertere Informationen über die Spannungstiefenverläufe durch eine Auswertung der Daten nach dem Universalplot-Formalismus der Gln. (2.26a) bis (2.26f) erhältlich. Werden die Spannungen direkt über der Eindringtiefe τ aufgetragen, erhält man diskrete Laplace-Tiefenprofile $\sigma_{11}(\tau)$ und $\sigma_{22}(\tau)$, die durch Polynome geeigneten Grades beschrieben werden können. Die Abb. 7.3 zeigt neben den Eigenspannungstiefenverläufen für die martensitische Phase auch die Eigenspannungstiefenprofile der Restaustenit-Phase. Für die martensitische Phase wurden der 211- und 321-Reflex unter den Beugungswinkeln $2\theta = 20^\circ$, 30° und 42° ausgewertet. Für die Restaustenit-Phase wurden die zwei Reflexe 220 und 311 untersucht. Hier konnten nur die Beugungswinkel $2\theta = 20^\circ$ und 30° zur Auswertung herangezogen werden, da die Reflexlagen der Restaustenit-Phase unter dem Beugungswinkel $2\theta = 42^\circ$ wegen des geringeren Volumenanteils der Phase nicht mit ausreichender Zählstatistik bestimmt werden konnten.

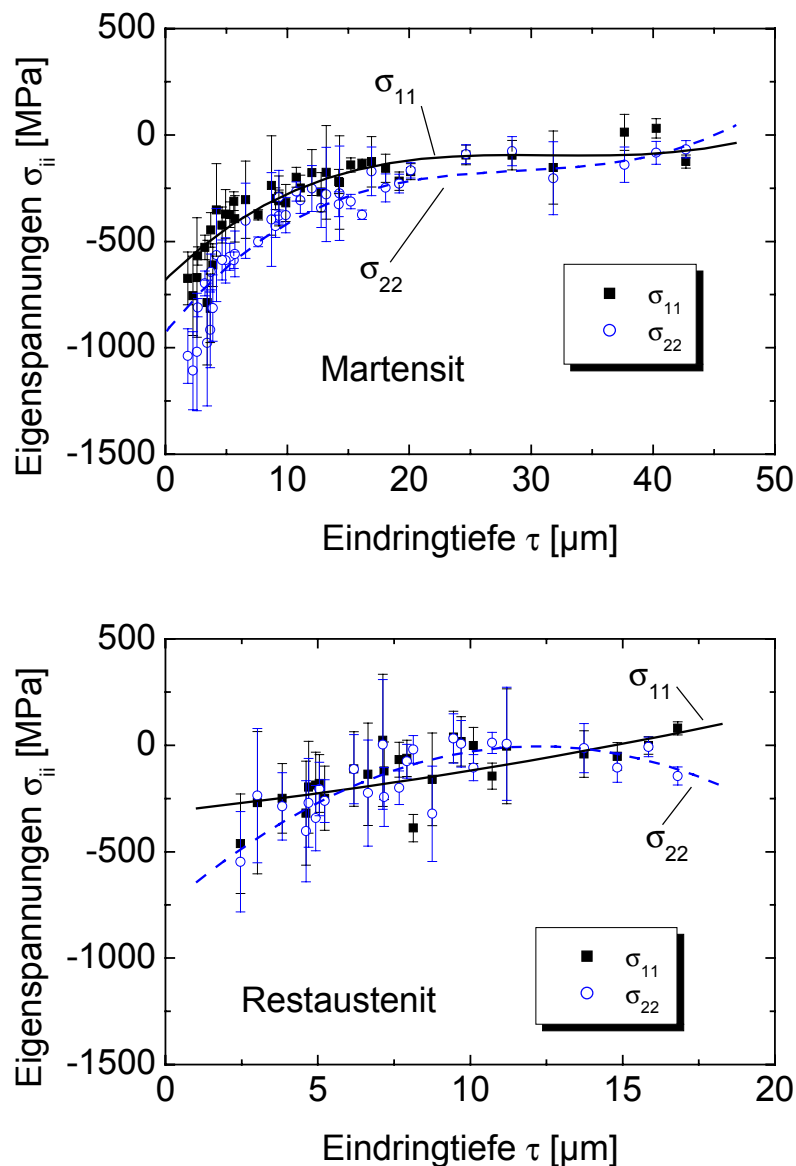


Abb. 7.3: Spannungstiefenverläufe der in-plane Komponenten, ermittelt nach der Universalplotmethode

Unabhängig von der Streuung der individuellen Messwerte, die auf die Verwendung unterschiedlicher Reflexe und unterschiedlicher Beugungswinkel in Kombination mit der Auswerteprozedur zurückzuführen sind – die Eigenspannungswerte, die in der dehnungsfreien Richtung ermittelt wurden, streuen besonders stark (vgl. Abschnitt 5.3) – stimmen die Verläufe in der martensitischen Phase gut mit den gemäß der Mehrwellenlängenmethode ermittelten Eigenspannungstiefenverläufen überein (Abb. 7.2). Die Restaustenit-Phase zeigt einen ähnlichen Verlauf: Druckeigenspannungen an der Oberfläche, die mit zunehmender Tiefe abnehmen. Im Vergleich mit der martensitischen Phase sind die Druckeigenspannungen in der Restaustenit-Phase deutlich kleiner. Auch die Differenz zwischen den Spannungen ist sowohl in Schleifrich-

tung als auch senkrecht zur Schleifrichtung deutlich geringer ausgeprägt. Dies stimmt ebenfalls mit den Tiefenverläufen aus Abb. 7.2 überein.

Anhand der phasenspezifischen Eigenspannungstiefenverteilungen in beiden Phasen des Materials lassen sich die Makroeigenspannungen gemäß Gl. (2.3) berechnen. Es ist jedoch darauf hinzuweisen, dass der Eindringtiefenbereich, in dem die Restaustenit-Phase ausgewertet wurde, um etwa die Hälfte geringer ist als der der martensitischen Phase. Dies liegt daran, dass die zur Auswertung der Restaustenit-Phase herangezogenen Reflexe 220 und 311 bei niedrigeren Energien im Spektrum auftreten, vgl. Abb. 4.1. Aus diesem Grund sind auch die Eigenspannungstiefenverläufe der Makroeigenspannungen in Abb. 7.4 nur in dem Überlappungsbereich dargestellt.

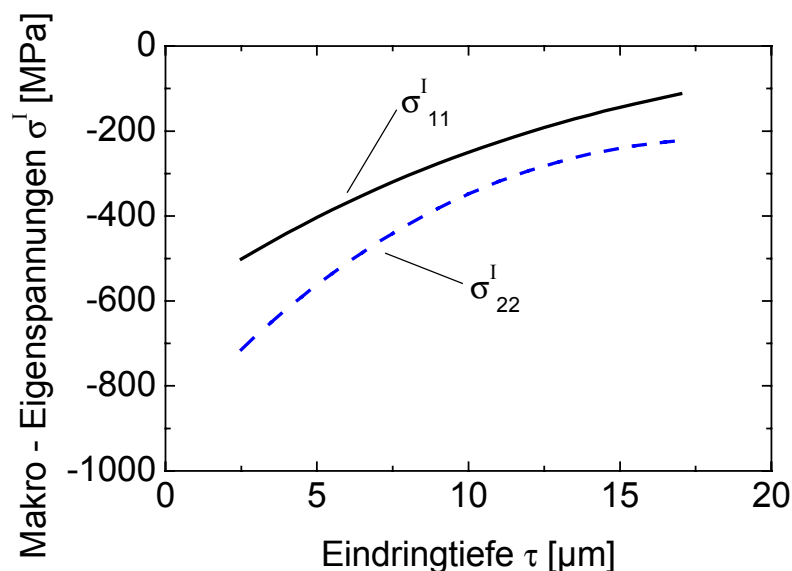


Abb. 7.4: Makroeigenspannungen bestimmt aus den $\sin^2\psi$ -Messungen im Ψ -Modus der RSA für drei Bragg-Winkel ($\theta=10^\circ, 15^\circ, 21^\circ$)

Die dehnungsfreien Netzebenenabstände, die bei dieser Auswertemethode stärker eingehen als bei dem $\sin^2\psi$ -Verfahren, wurden aus den Messungen in der dehnungsfreien Richtung des zweiachsigen Eigenspannungszustands ermittelt. Für die Reflexe 211 und 321 entspricht dies den experimentell bei $\sin^2\psi^*=0.43$ ermittelten $d(hkl)$ -Werten gemittelt über die Richtungen $\varphi=0^\circ$ und 90° . Tabelle 7.2 enthält die derart in den dehnungsfreien Richtungen ermittelten Netzebenenabstände $d_{\psi^*}(hkl)$.

Tabelle 7.2 Netzebenenabstände ermittelt in der dehnungsfreien Richtung ψ^* , normiert auf die Kantenlänge a_0 der kubischen Elementarzelle

2θ [°] / (hkl)	$d_{\psi^*}(\alpha\text{-}211)$ [nm]	$d_{\psi^*}(\alpha\text{-}321)$ [nm]
42	0.287237	0.287302
30	0.287345	0.287348
20	0.287417	0.287439

Die Netzebenenabstandstiefenprofile ermittelt in der dehnungsfreien Richtung des zweiachsigen Eigenspannungszustands sind in Abb. 7.5 graphisch dargestellt. Mit zunehmender Tiefe zeigt der Verlauf dieser Kurven einen Anstieg des dehnungsfreien Netzebenenabstands für die Reflexe 211 und 321 der martensitischen Phase. Wegen des Einsatzhärtens wäre ein Anstieg des Gitterparameters a_0 im Randschichtbereich zu erwarten, jedoch kein Abfall. Das Einsatzhärten führt zu einer Aufkohlung im Randschichtbereich (Einlagerung von Kohlenstoff), die zu einer Aufweitung des Gitters führt [53]. Auch der Offset von $\Delta d \approx 1 \cdot 10^{-4}$ nm, der zwischen den normierten Netzebenenabständen der Reflexe 211 und 321 zu erkennen ist, weist auf Unstimmigkeiten hin. Der Tiefenverlauf der dehnungsfreien Netzebenenabstände darf keine Unstetigkeiten zeigen.

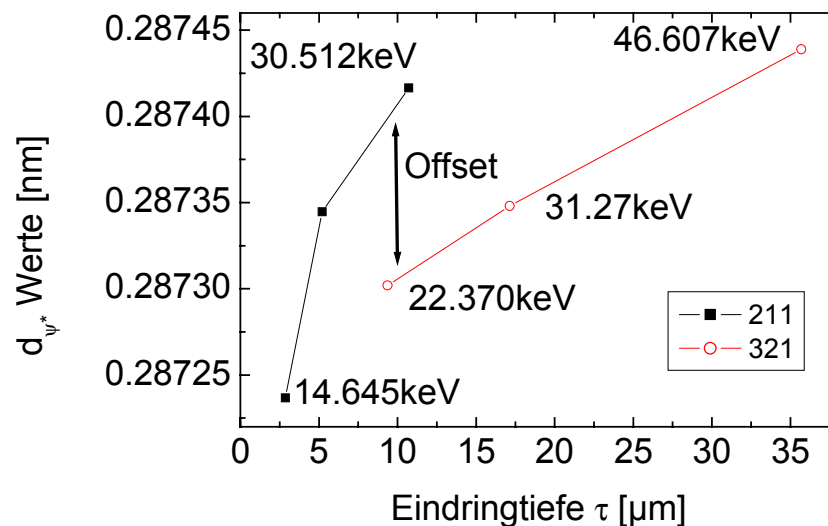


Abb. 7.5: Netzebenenabstandstiefenprofile ermittelt in den dehnungsfreien Richtungen ψ^* aus den Ausgleichsgeraden

Der Verlauf ist auf eine systematische Abweichung zurückzuführen. Da die individuellen Messdaten der $d(\text{hkl})\text{-}\sin^2\psi$ -Kurven deutlichen Streuungen unterliegen, wurden die Netzebenenabstände in der dehnungsfreien Richtung über die Ausgleichsgerade der $d_{\psi^*}(\text{hkl})\text{-}\sin^2\psi$ -Profile bestimmt.

Da es sich bei diesen Kurven jedoch nicht um Geraden sondern um gekrümmte Verläufe handelt und die Krümmung vom Eigenspannungsgradienten abhängt, führen die Eigenspannungen zu einer Verschiebung der in der dehnungsfreien Richtung bestimmten Netzebenenabstände $d_{\psi^*}(hkl, \tau)$. Für stärkere Druckeigenspannungen an der Oberfläche, die zum Volumen hin abnehmen, kann dies zu einem Verlauf, wie er in Abb. 7.5 dargestellt ist, führen, ohne dass ein Gradient des Gitterparameters a_0 vorliegt (vgl. Abb. 5.4).

Die Spannungstiefenverläufe nach Universalplotauswertung, die anhand der am Hamburger Synchrotron HASYLAB durchgeführten Messungen ermittelt wurden, sind in Abb. 7.6 für die martensitische Phase und in Abb. 7.7 für die Restaustenit-Phase zu sehen. Durch die Verwendung kleinerer Beugungswinkel $2\theta=15^\circ$, 20° konnte der Eindringtiefenbereich für beide Phasen fast verdoppelt werden: von $\tau_{\max}=40 \mu\text{m}$ auf $\tau_{\max}=76 \mu\text{m}$ für die martensitische Phase und von $\tau_{\max}=17 \mu\text{m}$ auf $\tau_{\max}=27 \mu\text{m}$ für die Restaustenit-Phase. Die in der Nähe der dehnungsfreien Richtungen ψ^* aus den Messdaten bestimmten Spannungswerte wurden aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht mit in die Darstellungen aufgenommen, weil sie auswertetechnisch bedingt sehr hohe Streuungen aufweisen.

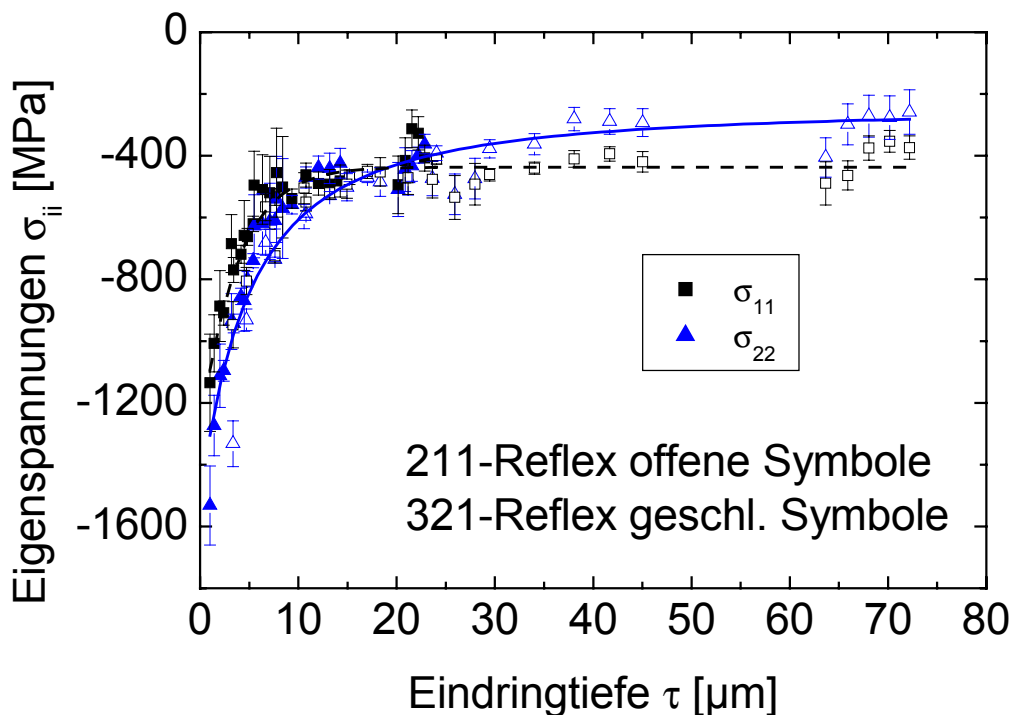


Abb. 7.6: Spannungstiefenverläufe, aufgenommen am HASYLAB unter den Beugungswinkeln $2\theta=15^\circ$ und 20°

Die in der martensitischen Phase mittels Synchrotronstrahlung ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe stimmen qualitativ sehr gut mit den im Labor bestimmten überein, die Streuung der individuellen Messpunkte ist jedoch wegen der besseren Zählstatistik geringer als im Labor.

Auf der absoluten Eigenspannungsskala zeigen die Messungen jedoch eine Verschiebung von ca. 50 bis 100 MPa gegenüber den im Labor ermittelten Werten. Sie ist neben der Streuung der individuellen Daten und der daraus resultierenden Unsicherheit des dehnungsfreien Netzebenenabstands eventuell auch auf den unterschiedlichen Messort auf der Probe sowie die verschiedenen Divergenzen zurückzuführen, die bei einer geringen lateralen Änderung des Eigenspannungszustands zu einer Verschmierung führen können.

Die Spannungen in der Restaustenit-Phase zeigen keine signifikanten Unterschiede zwischen den Spannungskomponenten parallel und senkrecht zur Schleifrichtung und auch die Abnahme der Druckeigenspannungen zum Volumen hin ist nur schwach ausgeprägt. Die Fehler der individuellen Messpunkte sind jedoch deutlich größer als die der martensitischen Phase, dies gilt auch für die Streuung der einzelnen Messdaten.

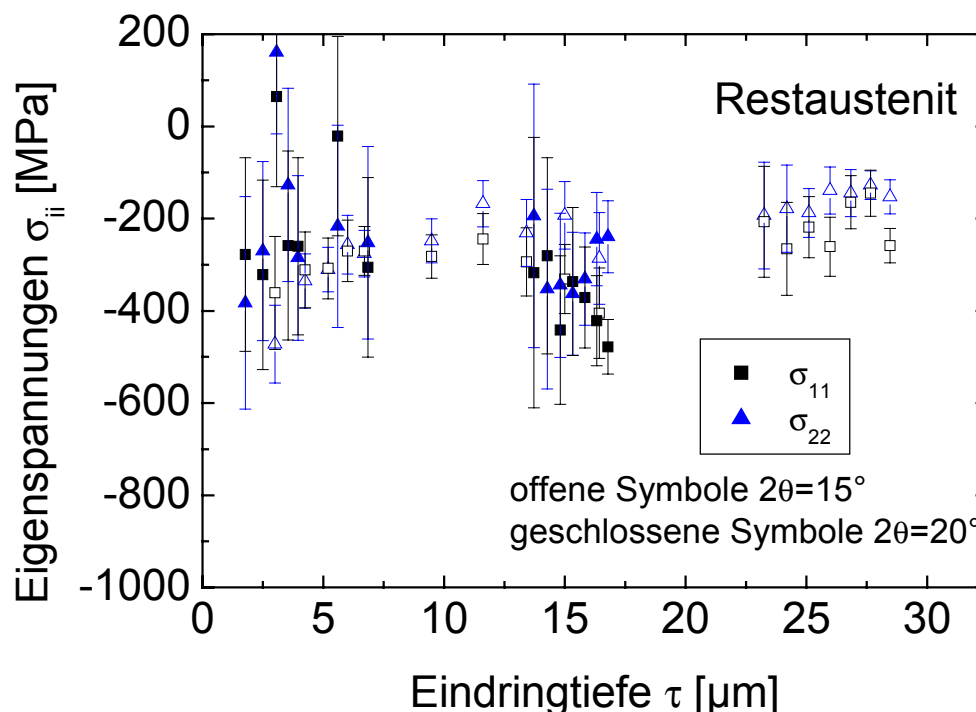


Abb. 7.7: Spannungstiefenverläufe, ermittelt am 311-Reflex des Restaustenits (HASYLAB)

Der Grund hierfür ist die Auflösung des Detektors in Verbindung mit der geringen Anzahl der zur Verfügung stehenden Kanäle. Für das gesamte Energiespektrum standen lediglich 1024 Kanäle zur Verfügung, so dass jedem Kanal ein Energiebereich von 70 eV zugeteilt wurde. Dies verringert die Auflösung insbesondere in den Bereichen, in denen Reflexe eng benachbart sind, also bei größeren 2θ -Winkeln, im vorliegenden Fall $2\theta=20^\circ$. Das erklärt auch die stärkere Streuung der Eigenspannungswerte im Bereich kleinerer Eindringtiefen.

7.1.2 Spannungsgradientenermittlung auf der Grundlage der Streuvektormesstechnik

Energiedispersive Messungen auf Basis des Streuvektorverfahrens wurden erstmalig an der hier untersuchten Probe durchgeführt [104]. Die Gitterdehnungsverteilung für die Martensit-Reflexe 211 und 321 ist in Abb. 7.8 dargestellt. Sie wurden durch die schrittweise Drehung der Probe um den Streuvektor $\mathbf{g}_{\varphi\psi}$ in den Messrichtungen $\psi=20^\circ$, 41° , 60° aus den energiedispersiven Spektren gewonnen. Der Beugungswinkel, unter dem sie aufgenommen wurden, betrug $2\theta=30^\circ$. Die Messrichtung $\psi=41^\circ$ entspricht der dehnungsfreien Richtung ψ^* des zweiachsigen Spannungszustands für beide Reflexe.

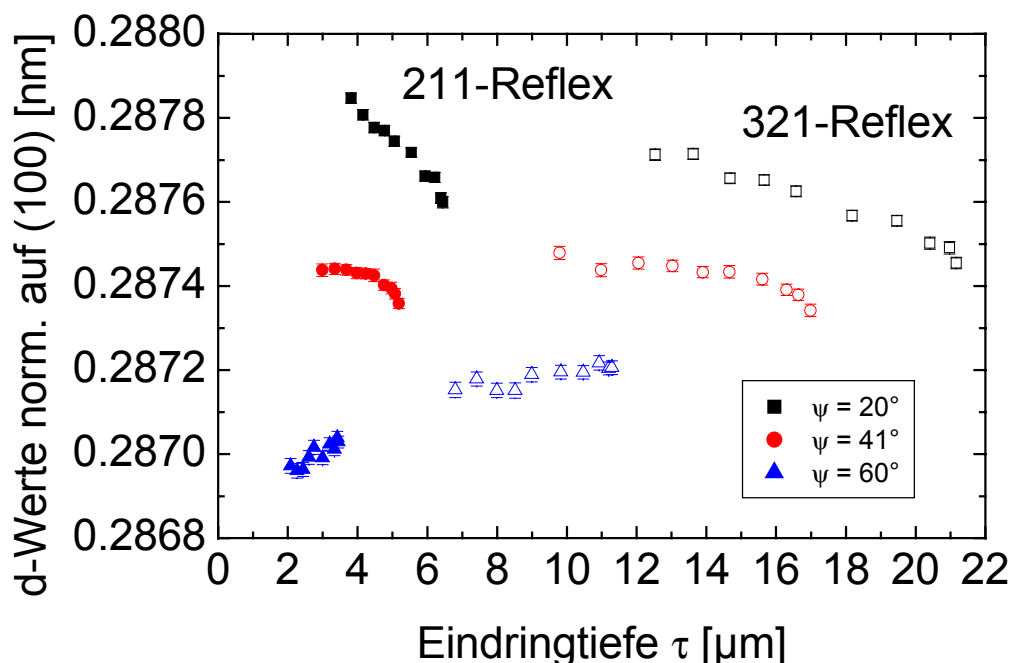


Abb. 7.8: Gitterdehnungstiefenverteilung, ermittelt im Streuvektor-Modus für die Reflexe α -211 und α -321 unter einem Beugungswinkel von $2\theta=30^\circ$

Bereits die Vorzeichen der Steigungen der Gitterdehnungstiefenprofile, die auf beiden Seiten der dehnungsfreien Richtung $\psi^*=41^\circ$ ermittelt wurden, lassen erste

Schlüsse auf den Eigenspannungszustand in der Probe zu. Positive Steigungen, ermittelt in einer Messrichtung $\psi > \psi^*$, weisen für $d_{\psi > \psi^*}(hkl) < d_{\psi^*}(hkl)$ (vgl. Abb. 5.9) auf von der Oberfläche her abnehmende Druckeigenspannungen und für $d_{\psi > \psi^*}(hkl) > d_{\psi^*}(hkl)$ auf zunehmende Zugeigenspannungen hin. Für die Gittertiefenprofile, die in einer Messrichtung $\psi < \psi^*$ ermittelt werden, gelten umgekehrte Zusammenhänge. Folglich geben die hier vorliegenden Gitterdehnungsverteilungen Hinweise auf Druckeigenspannungen in der Oberfläche, die in Richtung Volumen abnehmen.

Die Interpretation der Netzebenenabstandsverteilung in der dehnungsfreien Richtung ist nicht eindeutig möglich. Jeder Reflex für sich betrachtet, zeigt Abweichungen vom konstanten Verlauf, die auf das Auftreten eines Gradienten des unverspannten Netzebenenabstands $d_0(hkl) = d_0(hkl, \tau)$ hinweisen und/oder auf das Auftreten einer Normalspannungskomponente $\sigma_{33}(\tau)$. Eine Abnahme des Netzebenenabstands in der dehnungsfreien Richtung eines zweiachsigen Eigenspannungszustands, wie ihn beide Reflexe 211 und 321 zeigen, scheint aufgrund des Einsatzhärtens der Probe plausibel. Untersuchungen an einsatzgehärteten Stählen zeigen eine Abnahme des dehnungsfreien Netzebenenabstands mit der Tiefe [105]. Der Übergang vom 211-Reflex zum 321-Reflex kann mit dem Einsatzhärten jedoch nicht befriedigend erklärt werden, weil hierfür die normierten $d_{\psi^*}(hkl, \tau)$ -Werte im Tiefenbereich zwischen 6 μm und 10 μm wieder ansteigen müssten. Ein geringer Offset in der Absolutenergiebestimmung (Abb. 5.16) könnte ebenso wie das Auftreten einer Normalspannungskomponente $\sigma_{33}(\tau)$ zu dem Versatz führen, während ein Anstieg in diesem Bereich aufgrund eines $d_0(hkl, \tau)$ -Gradienten nicht zu erwarten ist.

Da im vorliegenden Fall davon auszugehen ist, dass in Oberflächennähe ein Gradient des dehnungsfreien Netzebenenabstands vorliegt, ist eine dreiachsige Auswertung nicht sinnvoll, weil das auf der Streuvektormethode beruhende Verfahren zur Bestimmung dreiachsiger Eigenspannungszustände als Voraussetzung von einem konstanten, dehnungsfreien Netzebenenabstand ausgeht.

Die aus den Netzebenenabstandstiefenverteilungen ermittelten zweiachsigen Eigenspannungstiefenverläufe sind in Abb. 7.9 dargestellt. Zur Auswertung herangezogen wurden jeweils die $d(hkl, \tau)$ -Werttiefenverteilungen gemessen in den Richtungen $\psi = 20^\circ$ und 60° . Da sie sich auf der Tiefenskala nicht überschneiden, ist die Anwendung der $d_0(hkl)$ -Optimierungsroutine problematisch. Daher wurde für den unverspannten Netzebenenabstand $d_0(hkl)$ der Mittelwert $\langle d_{\psi^*}(hkl, \tau) \rangle$ über alle in der dehnungsfreien Richtung ermittelten Netzebenenabstände $d_{\psi^*}(hkl, \tau)$ verwendet.

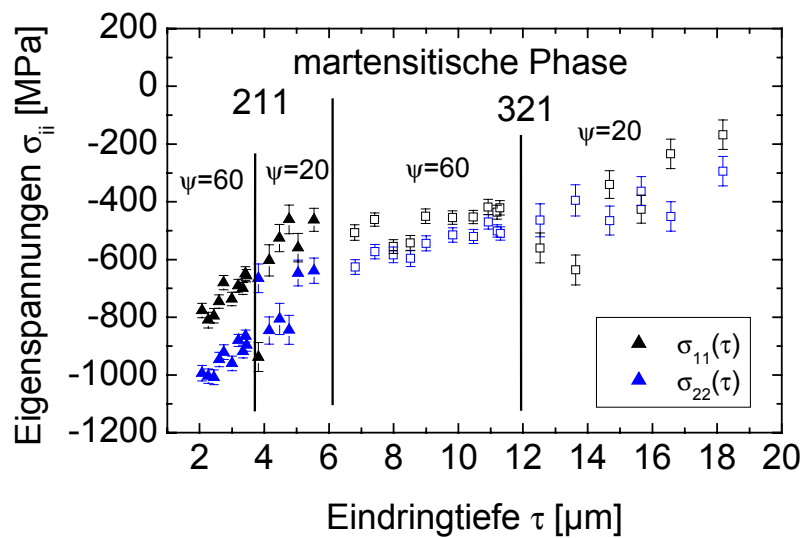


Abb. 7.9: Spannungstiefenprofile im Laplace-Raum, ermittelt mit dem Streuvektorverfahren

Die zweiachsig ausgewerteten Spannungstiefenverläufe stimmen gut mit denen der Universalplotmethode überein. Auffallend ist jedoch die Unstetigkeit, die sich am Übergang zwischen dem 211-Reflex und dem 321-Reflex in einer Tiefe $\tau=6 \mu\text{m}$ ergibt. Unstetigkeiten sind aber auch innerhalb eines Reflexes zwischen den Messrichtungen $\psi=20^\circ$ und $\psi=60^\circ$ zu erkennen, wenn auch deutlich schwächer. Als mögliche Ursache für diesen Effekt ist der bereits diskutierte d_0 -Gradient anzusehen, der im Rahmen der hier angewandten Auswertemethodik nicht berücksichtigt ist und daher eine Fehlerquelle darstellt.

Auffällig ist auch, dass Eigenspannungswerte, die in Messrichtungen mit kleineren ψ -Werten (entsprechen höheren Eindringtiefen) ermittelt wurden, größere Fehlerbalken und Streuungen aufweisen. Dies ist wiederum durch den Auswertalgorithmus bedingt und nicht durch die Messungen. Dieses Verhalten wurde schon bei den Simulationen festgestellt und ist in Abschnitt 5.3 beschrieben (vgl. Abb. 5.15).

Für die Restaustenit-Phase wurden wiederum die Reflexe 220 und 311 ausgewertet. Die Gitterdehnungsverteilungen und die Spannungstiefenverläufe sind in Abb. 7.10 dargestellt.

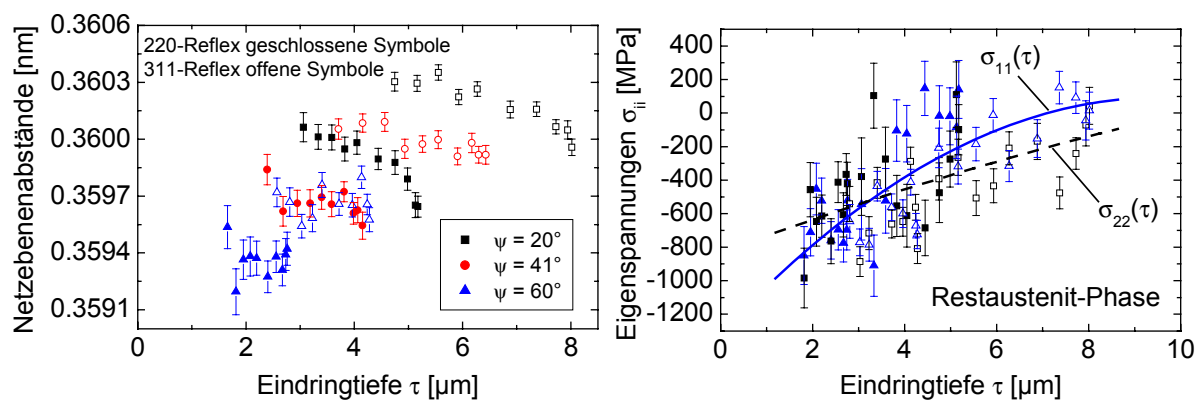


Abb. 7.10: Netzebenenabstands- und Spannungstiefenverläufe, bestimmt an der Restaustenit-Phase

Die Gitterdehnungsverteilung der Restaustenit-Phase zeigt, dass sich die Netzebenentiefenverläufe beider Reflexe in jeder Messrichtung $\psi=20^\circ$, 41° und 60° in der Tiefe überlappen. Da sie auf den Gitterparameter a_0 normiert sind, müssten sie direkt ineinander übergehen (vgl. Abb. 5.9). Der Versatz der $d(hkl, \tau)$ -Werttiefenverteilungen zwischen den beiden Reflexen in einer Messrichtung ψ ist auf apparaturbedingte Fehlergrenzen bei der Absolutkalibrierung des Detektors zurückzuführen, die in der $d_0(hkl)$ -Optimierungsroutine kaum einen Einfluss auf die ermittelten Spannungswerte hat, wie die Simulationen gezeigt haben.

Ermittelt wurden mit dem Optimierungsverfahren $d_0(220)=0.127160$ nm und $d_0(311)=0.108475$ nm. Diese Werte sind deutlich größer als die im Universalplot in der dehnungsfreien Richtung ermittelten Werte. Der Grund hierfür ist die relativ hohe Streuung der Messdaten sowie der unterschiedliche Einfluss des d_0 -Gradienten auf die $d_0(hkl)$ -Bestimmung beider Auswerteverfahren. Dies erklärt die höheren Druckeigenstressungen in der Restaustenit-Phase ermittelt nach dem Streuvektorverfahren gegenüber den nach der Universalplotmethode ermittelten Werten. Wird jedoch der in der dehnungsfreien Richtung ermittelte $d_{\psi^*}(hkl)$ -Wert der Universalplotauswertung für die Streuvektoranalyse verwendet, so zeigen sich Eigenspannungstiefenverläufe, die kleinere Druckeigenstressungen an der Oberfläche aufweisen. Dies bestätigt, dass die $d_0(hkl)$ -Bestimmung in der Eigenspannungsgradientenanalyse mit besonderer Sorgfalt unter Berücksichtigung der verschiedenen Einflüsse (z. B. $d_0(hkl)$ -Gradient, Normalspannung) durchgeführt werden muss. Bei den Streuvektormessungen ist darauf zu achten, dass sich die Dehnungstiefenverläufe, ermittelt in unterschiedlichen Messrichtungen ψ , möglichst weit überlappen. Dies kann entweder durch Messungen bis nahe an den streifenden Einfall innerhalb einer Messrichtung erreicht werden oder durch das Hinzufügen weiterer Messrichtungen ψ , die für eine ausreichende Überlappung der einzelnen Tiefenprofile sorgen. Allein die Auswahl

zweier eng benachbarter Messrichtungen, deren Messwerte sich in der Tiefe überlappen, ist hingegen problematisch, da hierdurch die Anforderungen an die Messgenauigkeit steigen.

7.1.3 Spannungsgradientenanalyse mit Ortsraum-Methoden in Reflexionsgeometrie

An der ESRF Beamline ID15a wurden mit einem ortsfestem Messvolumenelement $\sin^2\psi$ -Messungen an dem einsetzgehärteten, tiefgeschliffenen Stahl 16CrMn5 durchgeführt. Von Messung zu Messung wurde dabei der Abstand zwischen der Probenoberfläche und dem Messvolumen- bzw. Diffraktometermittelpunkt variiert. Das Ziel dieser Untersuchungen war, herauszufinden, ob auch bei der Nutzung eines ortsfesten Messvolumenelements die Absorption der Strahlung durch die Probe einen Einfluss auf den Informationsschwerpunkt hat, wenn unterschiedliche Reflexe zur Auswertung herangezogen werden (vgl. Abb. 7.11).

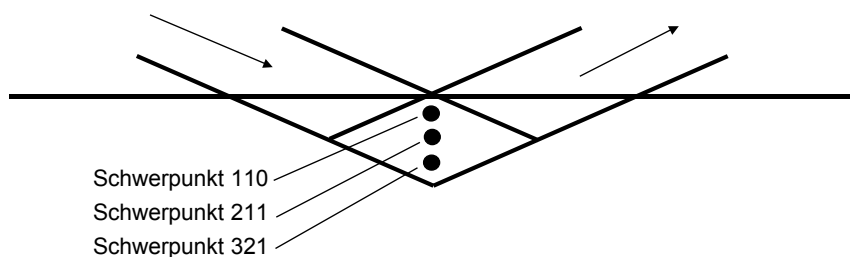


Abb. 7.11 Verschiebung des Informationsschwerpunkts innerhalb des Messvolumenelements durch die Absorption

Dafür wurden zunächst für zwei Messrichtungen $\psi=0^\circ$ und $\psi=90^\circ$ sogenannte Eintauch-Scans durchgeführt, d.h. die Probe wurde senkrecht zu ihrer Oberfläche in das Messvolumenelement gefahren und die gebeugte Integralintensität gemessen, um zu bestimmen, ab welcher Position z die Probe in das Messvolumenelement eintaucht. Diese Eintauch-Scans sind in halblogarithmischer Darstellung in Abb. 7.12 zu sehen. Aus ihnen geht hervor, dass die Probe ab einer Position $z=0.86$ mm in das Messvolumenelement eintaucht. Das unterschiedliche Aussehen der Verläufe für $\psi=0^\circ$ und $\psi=90^\circ$ ist darauf zurückzuführen, dass die Probe für $\psi=0$ von der Seite (vgl. Abb. 6.9) in die stumpfe Ecke des Messvolumenelements eintaucht, während die Probe für $\psi=90^\circ$ von oben in die gesamte Fläche des Messvolumenelements eintaucht. Da der gebeugte Strahl für $\psi=90^\circ$ die gesamte Probe durchdringen muss, werden hier geringere Intensitäten gemessen.

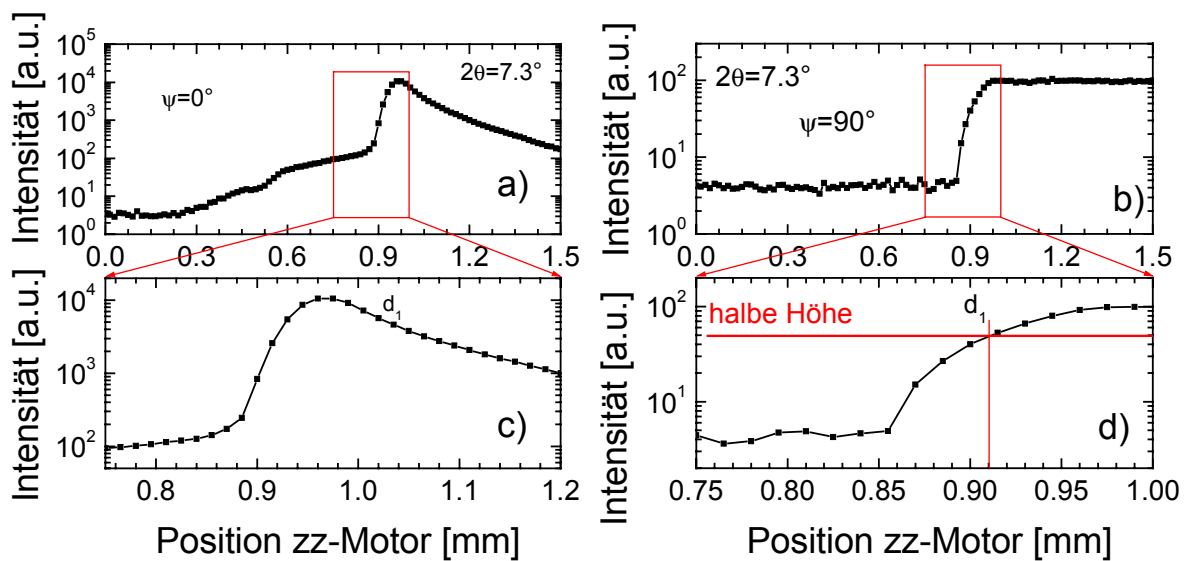


Abb. 7.12: Eintauch-Scans in zwei Messrichtungen, $\psi=0^\circ$ (links) und $\psi=90^\circ$ (rechts)

Die $\sin^2\psi$ -Messungen wurden nun unter vier verschiedenen Probenpositionen z ($z=0.87$ mm, 0.93 mm, 0.97 mm, 1.02 mm) bestimmt. Die Ergebnisse für die Reflexe 200, 211, 310 und 321 der martensitischen Phase wurden analog der Mehrwellenlängenmethode ausgewertet und sind in Abb. 7.13 dargestellt. Auf der Abzisse ist jeweils die mittlere Eindringtiefe $\bar{\tau} = (\tau(\psi_{\max}) + \tau(\psi_{\min}))/2$ aufgetragen, skaliert auf den eingetauchten Teil des Messvolumenelements, wobei τ nach Gl. (2.31) berechnet wurde. Der Bereich zwischen minimaler und maximaler Informationstiefe ist für $\psi=0^\circ$ in der jeweiligen Grafik grau schraffiert eingezeichnet.

Die Bestimmung der Spannungen nach der $\sin^2\psi$ -Methode ist für die Position $z=0.87$ und 0.93 mit einer gewissen Unsicherheit behaftet, weil der Mittelpunkt des Messvolumenelements nicht mit der Probenoberfläche übereinstimmt. Dies würde bei den winkeldispersiven Methoden in Reflexionsgeometrie einer schlecht justierten Proben Dicke entsprechen. Falls der Diffraktometermittelpunkt außerhalb der Probe liegt (vgl. Abb. 7.13a), kann das zu Druckscheinspannungen führen. Liegt er jedoch in der Probe (vgl. Abb. 7.13b), kann das Zugscheinspannungen zur Folge haben [3, 106]. Die Stärke der auftretenden Scheinspannungen ist durch die Äquatorialdivergenz bestimmt, weil die ψ -Kippung bei ungenauer Probenjustage eine Verschiebung des Beugungswinkels zur Folge hat. Die Scheinspannungen sollten im vorliegenden Fall wegen der geringen Strahldivergenz klein sein. In den Fällen der Abb. 7.13 c und d, bei denen das Messvolumenelement vollständig in die Probe eingetaucht wurde, tritt dieser geometrisch bedingte Effekt nicht auf.

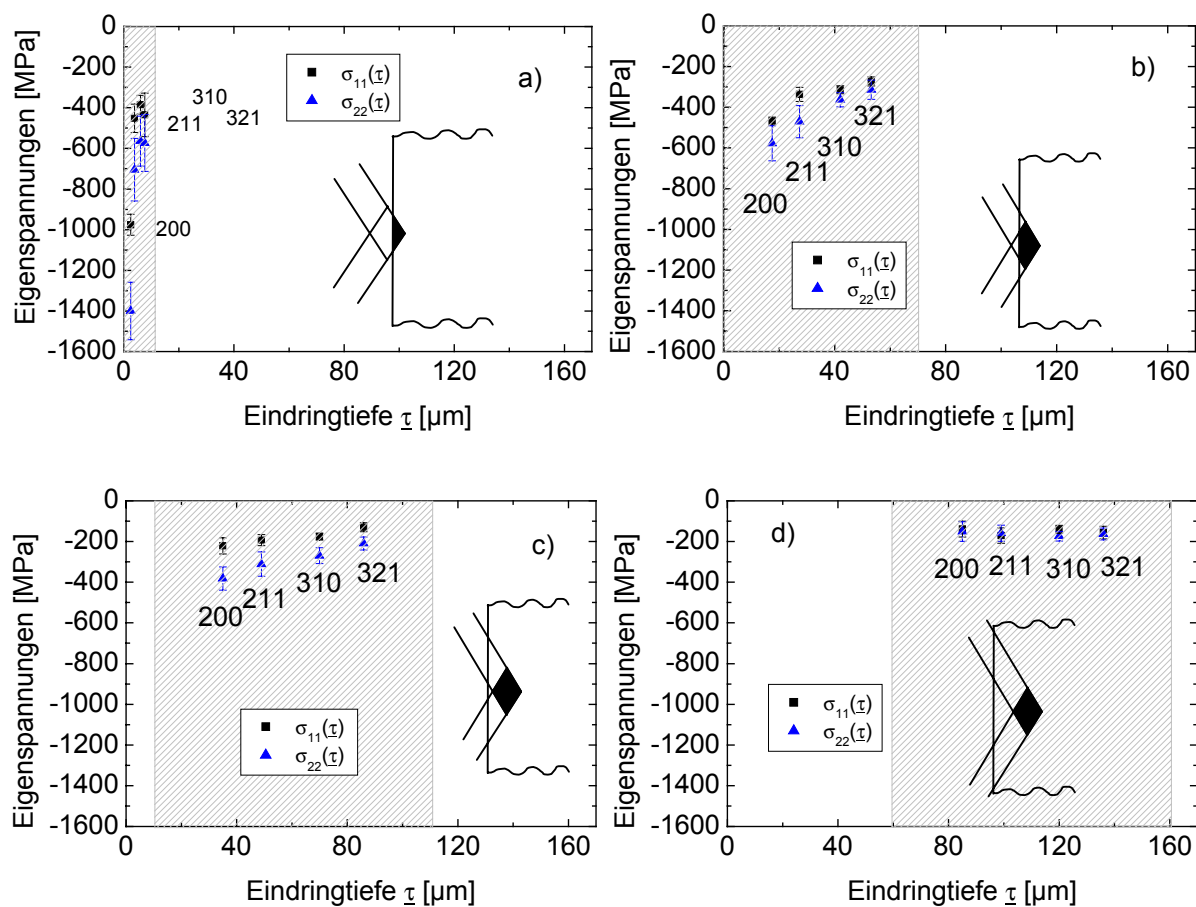


Abb. 7.13: Spannungstiefenverläufe, ermittelt in Anlehnung an die Mehrwellenlängenmethode für unterschiedlich eingetauchte Probenpositionen

Das Hauptproblem ist die Zuordnung der gemessenen Eigenspannung zu einer mittleren Eindringtiefe z in der Probe. Die dabei zu berücksichtigenden Punkte werden hier kurz angesprochen.

Die Tiefe, der ein Messsignal zugeordnet werden kann, ergibt sich nach

$$\langle z \rangle = \frac{\iiint_{V_g} z g(x, y, z) dx dy dz}{\iiint_{V_g} g(x, y, z) dx dy dz}, \quad (7.1)$$

wobei $g(x, y, z)$ die Gewichtsfunktion und V_g das in die Probe eingetauchte Messvolumenelement beschreibt. Die Gewichtsfunktion hat dabei nicht nur die Geometrie des Messvolumenelements zu berücksichtigen, sondern auch die exponentielle Strahlschwächung, wie insbesondere die Abb. 7.12c verdeutlicht. Da das Messvolumenelement hier vollständig in der Probe liegt, können die Unterschiede der an verschiedenen Reflexen ermittelten Eigenspannungen innerhalb des Messvolumenelements nur durch die exponentielle Strahlschwächung hervorgerufen werden. Die Kopplung

der komplexen Geometrie mit der exponentiellen Strahlschwächung ist im vorliegenden Fall sehr schwierig zu beschreiben.

Die in der Literatur [49, 107-110] bisher beschriebenen Korrekturen für die „Through Surface Strain Scanning“ Experimente beziehen sich allein auf den symmetrischen Fall des Eintauchens unter $\psi=0^\circ$ mittels Neutronen. Die wenigen Arbeiten, die diese Problematik in Verbindung mit Synchrotronstrahlung schildern [11, 111], beschreiben vor allem die geometrisch bedingten Effekte.

7.1.4 Vergleich mit den winkeldispersiven Methoden

Die mittels energiedispersiver RSA ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe können durch winkeldispersive Messungen einerseits zur Oberfläche hin ergänzt werden, andererseits dienen sie der Überprüfung der mittels energiedispersiver RSA bestimmten Eigenspannungstiefenverläufe in dem Eindringtiefenbereich, den beide Methoden abdecken. Aus diesem Grund wurden die im Gemeinschaftsprojekt (siehe Abschnitt 6.1.1) winkeldispersiv bestimmten Eigenspannungstiefenverläufe mit denen verglichen, die am HASYLAB energiedispersiv bestimmt wurden. Beide Verläufe wurden auf Basis von $\sin^2\psi$ -Messungen ermittelt. Die Eigenspannungstiefenverläufe beider Methoden stimmen für die martensitische Phase sehr gut überein. Dies ist in Abb. 7.14 gezeigt, die die Eigenspannungstiefenverläufe im Überlappungsbereich von 0 μm bis 10 μm enthält. Deutlich zu erkennen ist auch eine höhere Streuung der individuellen, energiedispersiv ermittelten Messdaten verglichen mit den winkeldispersiven Daten.

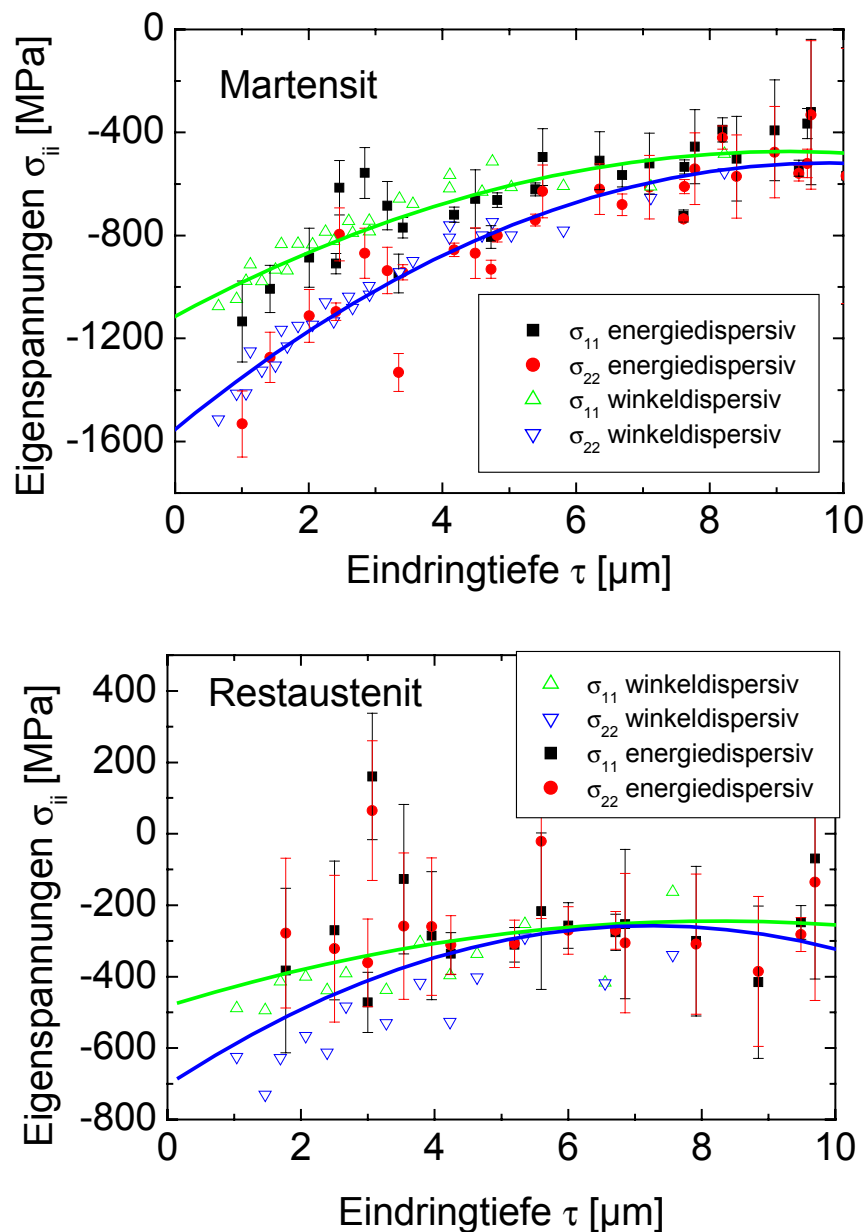


Abb. 7.14: Vergleich der winkeldispersiv und energiedispersiv ermittelten Eigenstressungstiefenverläufe in der martensitischen Phase (oben) und in der Restaustenit-Phase (unten)

Im unteren Teil der Abb. 7.14 ist der direkte Vergleich der Eigenstressungstiefenverläufe für die Restaustenit-Phase dargestellt. Hier zeigen sich stärkere Abweichungen zwischen den energiedispersiv und den winkeldispersiv gemessenen Daten. Sie liegen jedoch im Bereich der Fehlergrenzen der energiedispersiv ermittelten Messpunkte. Die Fehlergrenzen sind in der Restaustenit-Phase noch deutlich höher als bei der martensitischen Phase, da die Reflexe beider Phasen simultan mit der gleichen Zählzeit bestimmt werden. Aufgrund dieser hohen, durch die geringe Zählstatistik

bedingten Streuungen der Messdaten ist auch der geringe Unterschied der Spannungen parallel und senkrecht zur Schleifrichtung, wie er im Falle der winkeldispersiven Messungen nachgewiesen werden konnte, nicht mehr erkennbar.

7.2 Kugelgestrahlter 42CrMo4: Energiedispersive RSA im intermediären Werkstoffbereich zwischen Oberfläche und Volumen

7.2.1 Spannungsermittlung auf Grundlage der $\sin^2\psi$ -Messtechnik

Zuerst wurden die Spannungstiefenprofile $\sigma_{ii}(\tau)$ wieder auf der Grundlage der robusten Mittelwertbildung (Mehrwellenlängenmethode) ermittelt. Der Detektor wurde auf einen Beugungswinkel $2\theta=15^\circ$ eingestellt. Die Messungen wurden unter den Azimutwinkeln $\varphi=0^\circ$ und $\varphi=90^\circ$ durchgeführt, da auf den REM-Aufnahmen der Probenoberfläche noch Spuren der Schleifbehandlung zu erkennen waren. Da sich jedoch in den beiden Azimuten keine signifikanten Unterschiede ergaben, sind in Abb. 7.15 die rotationssymmetrischen Eigenspannungstiefenprofile $\sigma_{ii}(\tau)$ dargestellt. Die Verläufe der mit unterschiedlichen Strahlmittelgeschwindigkeiten kugelgestrahlten Proben zeigen für die Reflexe 110, 211 und 321 ein ähnliches Verhalten. Druckeigenstressungen direkt an der Oberfläche nehmen zuerst mit der Tiefe zu und fallen dann wieder leicht ab. Der 310-Reflex hingegen fügt sich nur im Falle der mit geringerer Strahlmittelgeschwindigkeit gestrahlten Probenseite in diesen Verlauf ein (Abb. 7.15a). In Abb. 7.15b zeigt er deutliche Abweichung vom Spannungsverlauf, der an den anderen Reflexe ermittelt wurde.

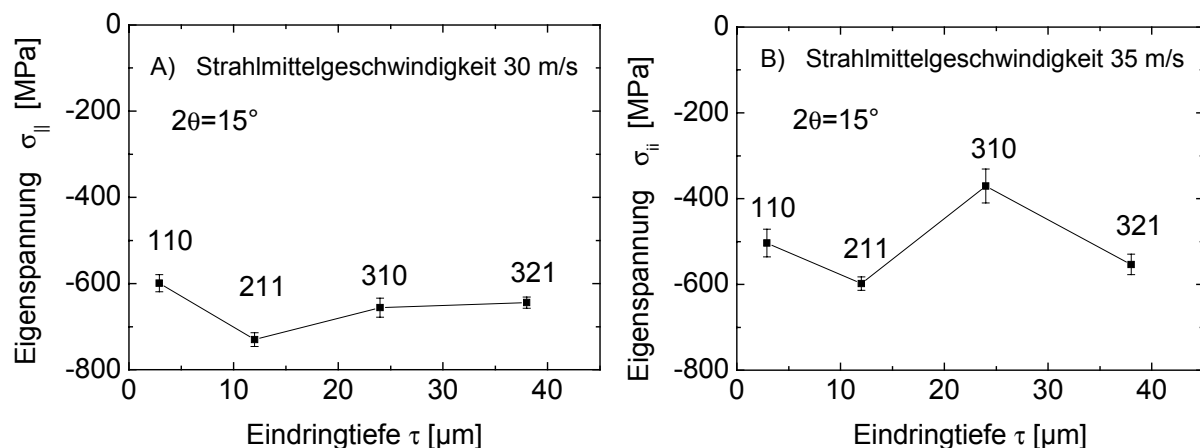


Abb. 7.15: Rotationssymmetrische Spannungstiefenverläufe der kugelgestrahlten Stähle 42CrMo4

Abb. 7.16 zeigt den selben Datensatz in der detaillierteren Universalplotauftragung. Die mit einer Strahlmittelgeschwindigkeit von 30 m/s gestrahlte Probe zeigt einen

leichten Anstieg der Druckeigenspannungen über den gesamten Tiefenbereich im Laplace-Raum. Die mit der höheren Strahlmittelgeschwindigkeit gestrahlte Probe weist hingegen im Tiefenbereich von ca. 15 μm bis 25 μm ein Maximum der Druckeigenspannungen auf.

Das auffällige Verhalten des 310-Reflexes bei der mit höherer Strahlmittelgeschwindigkeit gestrahlten Probe, das sich schon bei der robusten Mittelwertbildung gezeigt hat, tritt hier ebenfalls auf. Die Eigenspannungen ermittelt am 310-Reflex reichen von Zugeigenspannungen im oberflächennahen Bereich bis hin zu hohen Druckeigenspannungen im Bereich größerer Eindringtiefen.

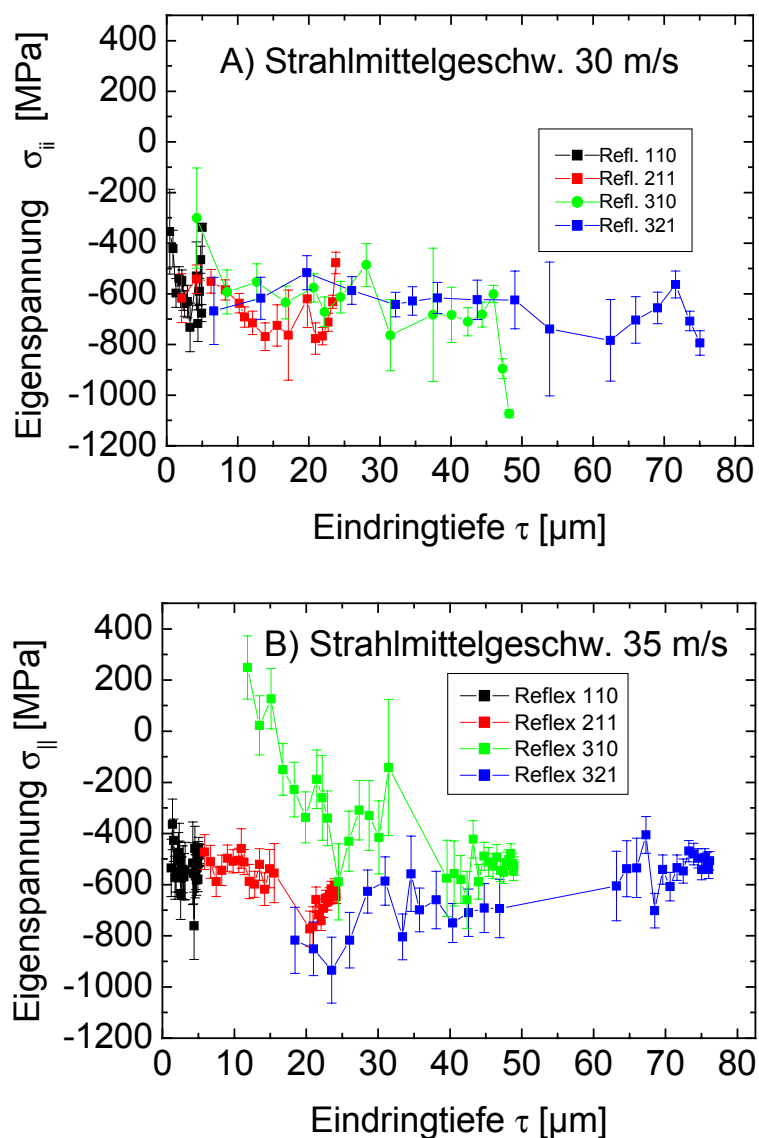


Abb. 7.16: Eigenspannungstiefenverläufe σ_{ii} ermittelt nach der Universalplotmethode unter einem Beugungswinkel $2\theta=15^\circ$

Eine mögliche Erklärung dafür sind Mikroeigenstressungen II. Art $\sigma^{\text{II}}(x,y,z)$. Sie können aufgrund plastischer Anisotropie in stark verformten Werkstoffen auftreten [19]. Die Stärke ihres Einflusses ist neben dem Verformungsgrad – hier z. B. Unterschiede durch höhere Strahlmittelgeschwindigkeit – auch von der Orientierung hkl der Kristallite sowie der Versetzungsdichte abhängig [112]. Für den 310-Reflex wurden deutliche Hinweise für das Auftreten von Mikroeigenstressungen II. Art gefunden, nämlich Abweichungen der $d(\text{hkl})\text{-sin}^2\psi$ -Verteilungen vom linearen Verlauf (Abb. 7.17). Solche Abweichungen in Form von gekrümmten $\text{sin}^2\psi$ -Verläufen weisen im Allgemeinen, solange keine Texturen und plastische Deformation vorliegen, auf phasenspezifische Eigenstressungsgradienten im Werkstoff hin. Diese Abweichungen würden sich jedoch auch in den $\text{sin}^2\psi$ -Verläufen anderer Reflexe widerspiegeln, wenn sie allein durch Makroeigenstressungsgradienten hervorgerufen werden.

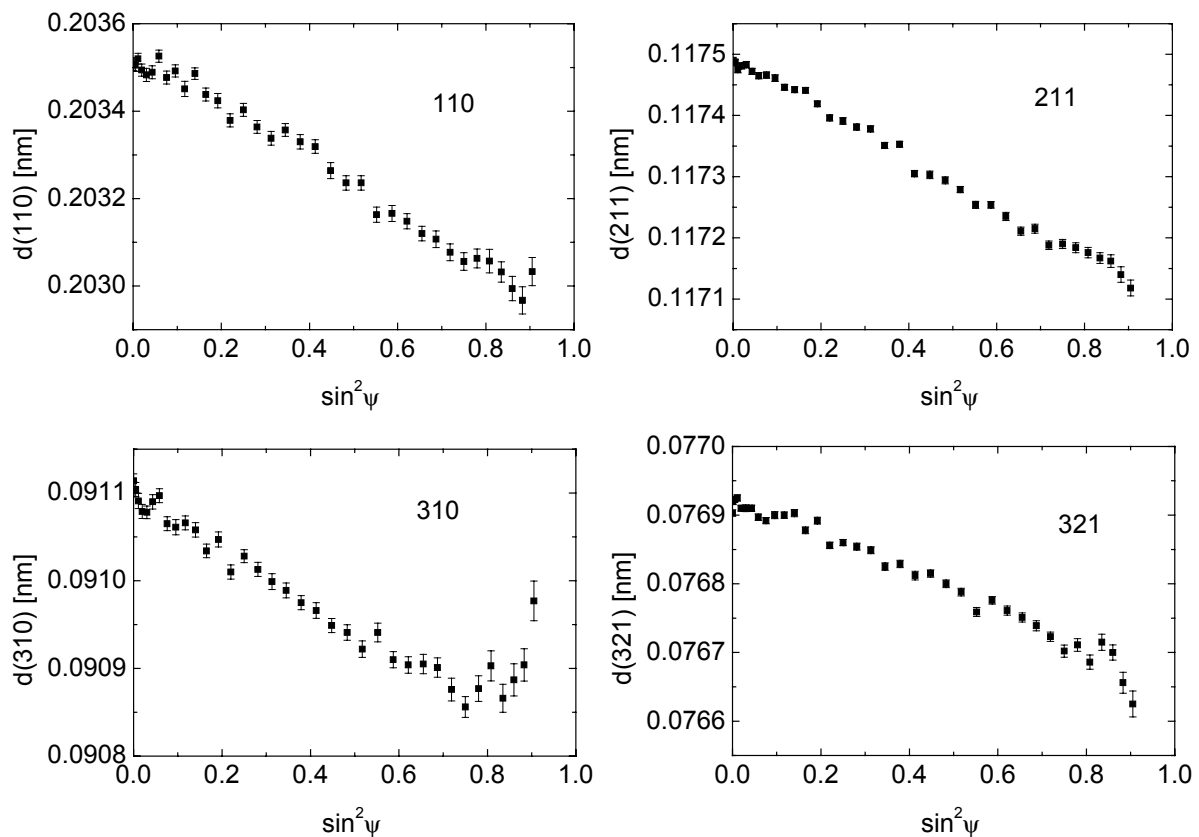


Abb. 7.17: $\text{sin}^2\psi$ -Verläufe ermittelt an der mit höherer Geschwindigkeit 35 m/s gestrahlten Probe

Insbesondere die Verläufe der Reflexe 110 und 211 müssten stärkere Krümmungen zeigen, wenn der Verlauf des 310-Reflexes durch einen Makroeigenstressungsgradienten hervorgerufen wird, da sie geringeren Eindringtiefen zuzuordnen sind und

der 310-Reflex die Abweichungen vom linearen Verlauf nur bei hohen ψ -Kippungen also geringeren Eindringtiefen zeigt.

Aus den linearen Verläufen der Reflexe 110, 211 und 321 lässt sich im Umkehrschluss jedoch nicht folgern, dass diese Orientierungen nicht durch Mikroeigenspannungen II. Art beeinflusst werden.

Da die Integralbreite auch ein Maß für die Größe kohärent streuender Domänen sowie für die inneren Versetzungen bzw. Mikrodehnungen im Werkstoff ist, sind in Abb. 7.18 die Integralbreiten über $\sin^2\psi$ aufgetragen.

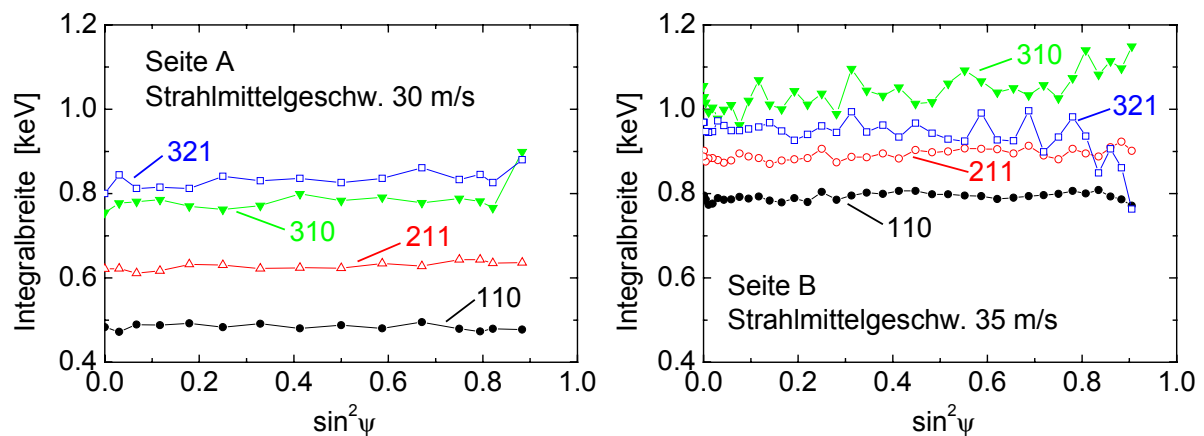


Abb. 7.18 Integralbreiten verschiedener Reflexe hkl ermittelt über $\sin^2\psi$

Deutlich zu erkennen sind die für alle Reflexe größeren Integralbreiten bei der mit höherer Strahlmittelgeschwindigkeit gestrahlten Seite B. Insbesondere der 310-Reflex zeigt hier einen deutlichen Sprung, da er sogar breiter wird als der 321-Reflex. Dies ist ein weiterer Hinweis dafür, dass sich die Mikroeigenspannungen auf der Probenseite B beim 310-Reflex stärker bemerkbar machen. Ungewöhnlich ist hingegen, dass die Integralbreiten über $\sin^2\psi$ keine signifikanten Änderungen zeigen, da diese Messungen zumindest für die höher induzierten Reflexe über einen weiten Eindringtiefenbereich verteilt sind.

7.2.2 Analyse mit der Streuvektormethode

Die Streuvektormessungen an der kugelgestrahlten Stahlprobe wurden unter einem Beugungswinkel $2\theta=15^\circ$ durchgeführt und die Netzebenenabstandstiefenprofile in den Messrichtungen $\psi=20^\circ, 41^\circ, 50^\circ, 60^\circ$ und 70° aufgenommen. Da die Messungen auf Basis der $\sin^2\psi$ -Methoden einen rotationssymmetrischen Spannungszustand ergaben, wurden die Streuvektormessungen nur noch unter dem Azimutwinkel $\varphi=0^\circ$ durchgeführt. Wegen der Dominanz der Ferritphase verglichen mit der tiefgeschliffenen, einsatzgehärteten Stahlprobe (Abschnitt 7.1) konnte in diesem Fall auch der

110-Reflex ausgewertet werden, da er von keinem Reflex einer weiteren Phase überlagert wird.

Die Abb. 7.19 zeigt die in den verschiedenen Messrichtungen ψ ermittelten Netzebenenabstandstiefenprofile $d_{\varphi\psi}(hkl, \tau)$ für die Reflexe 110, 211 und 321. Die unterschiedlichen Beiträge der $d_{\varphi\psi}(hkl, \tau)$ -Werte, die sich für jeden Reflex hkl (von links nach rechts) aus den verschiedenen Messrichtungen ψ (von oben nach unten) ergeben, sind auf die Eigenspannungen zurückzuführen (vgl. Abb. 5.9). Es ist deutlich zu erkennen, dass die Fehlergrenzen der Messdaten mit steigendem ψ zunehmen. Der Grund hierfür ist, dass für größer werdende Messrichtungen ψ der Röntgenstrahl immer streifender auf die Probe trifft, so dass ab einem gewissen Winkel ψ nicht mehr die gesamte gebeugte Intensität im Detektor registriert wird wodurch sich die Zählstatistik verschlechtert.

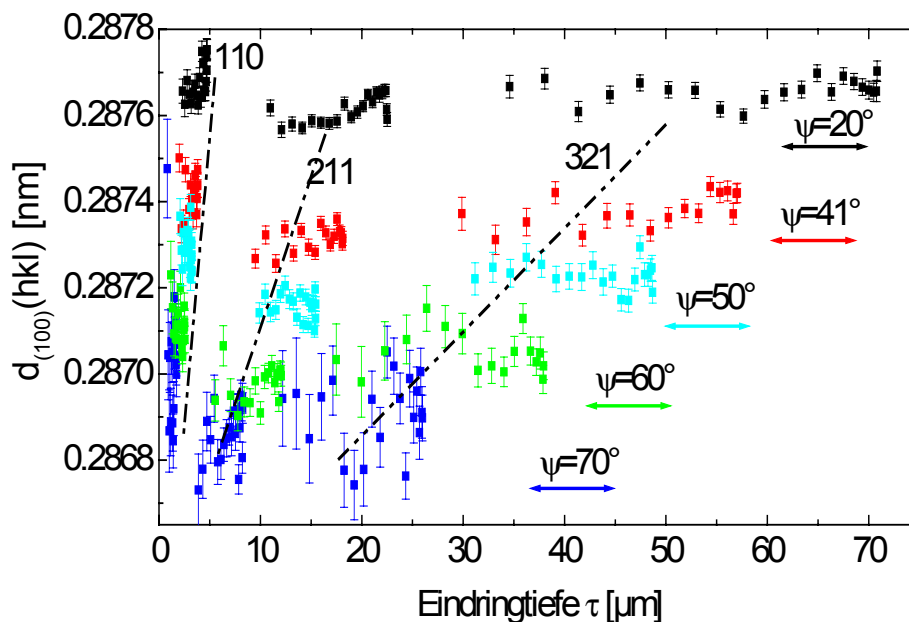


Abb. 7.19: Mittels Streuvektormethode für die Probenseite B bestimmte $d(hkl)$ -Wert-Tiefenprofile (normiert auf den Gitterparameter a_0 des kubischen Gitters) für die Reflexe 110, 211 und 321

Die große Zahl an Messrichtungen ψ führt zu einem hohen Überlappungsgrad der $d_{\varphi\psi}(hkl, \tau)$ -Wert-Tiefenprofile für jeden Reflex und ermöglicht so die Anwendung der $d_0(hkl)$ -Optimierungsmethode. Ausgewertet wurden die Messdaten zunächst unter der Annahme eines rotationssymmetrischen Eigenspannungszustands mit $\sigma_{33}(z)=0$ (Abb. 7.20). Sie bestätigen die Ergebnisse der Universalplotauswertung, insbesondere das Verhalten des 310-Reflexes auf der mit höherer Strahlmittelgeschwindigkeit gestrahlten Probenseite.

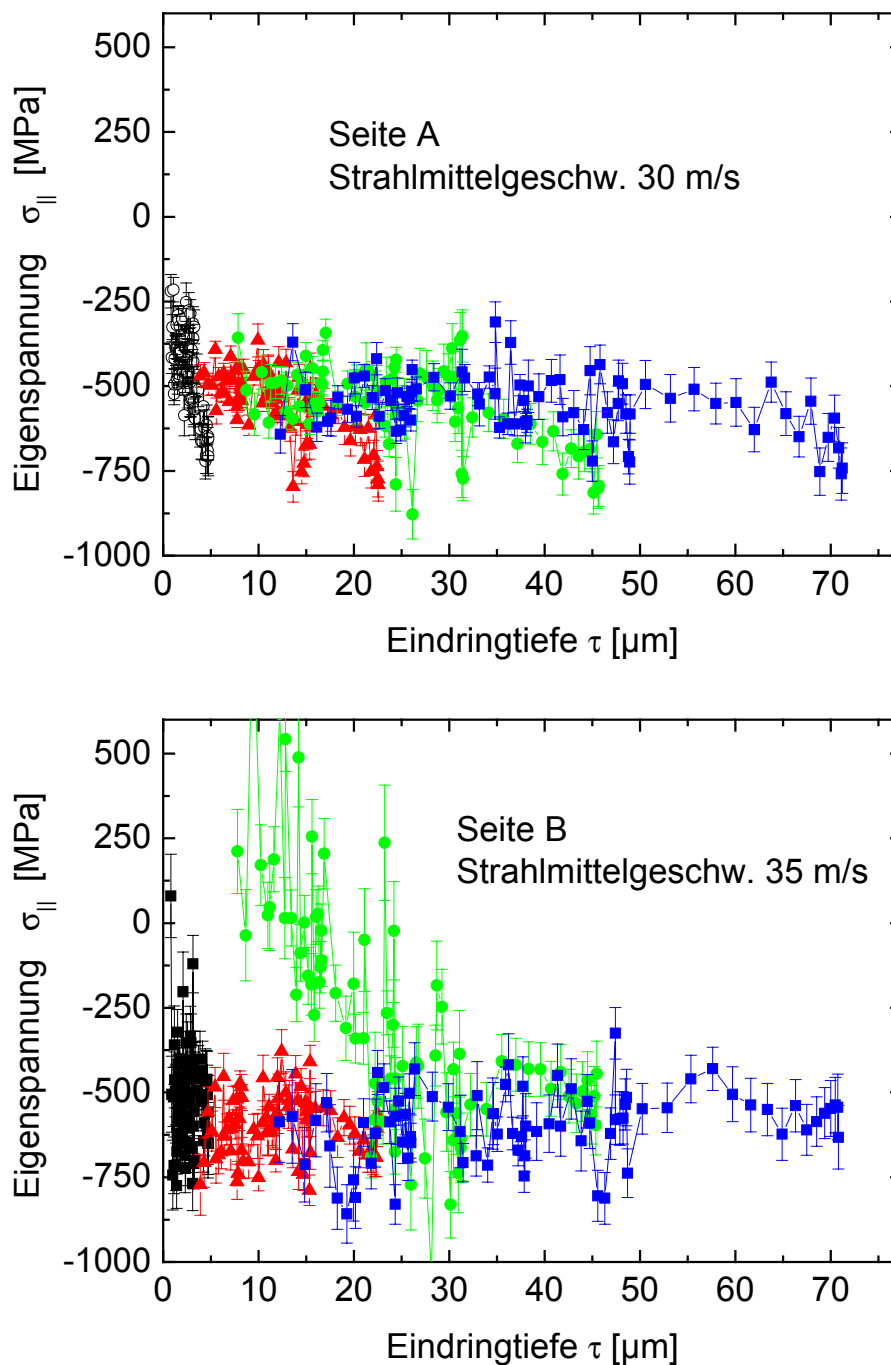


Abb. 7.20: In-plane Eigenspannungsverteilung bei zweiachsiger Auswertung

Im Falle der dreiachsigen Auswertung konnte der 310-Reflex jedoch nicht mitberücksichtigt werden, da die Dehnungstiefenverteilung $d_{\psi^*}(310)$ in der dehnungsfreien Richtung $\psi^*(310)=43.5^\circ$ des Reflexes nicht bestimmt wurde. In Abb. 7.21 sind zunächst die rotationssymmetrischen in-plane Eigenspannungstiefenverteilungen $\sigma_{\parallel}(\tau)$ des dreiachsigen Eigenspannungszustands dargestellt, während die Abb. 7.22 die Normalkomponenten $\sigma_{33}(\tau)$ für beide Seiten des Werkstoffs zeigt.

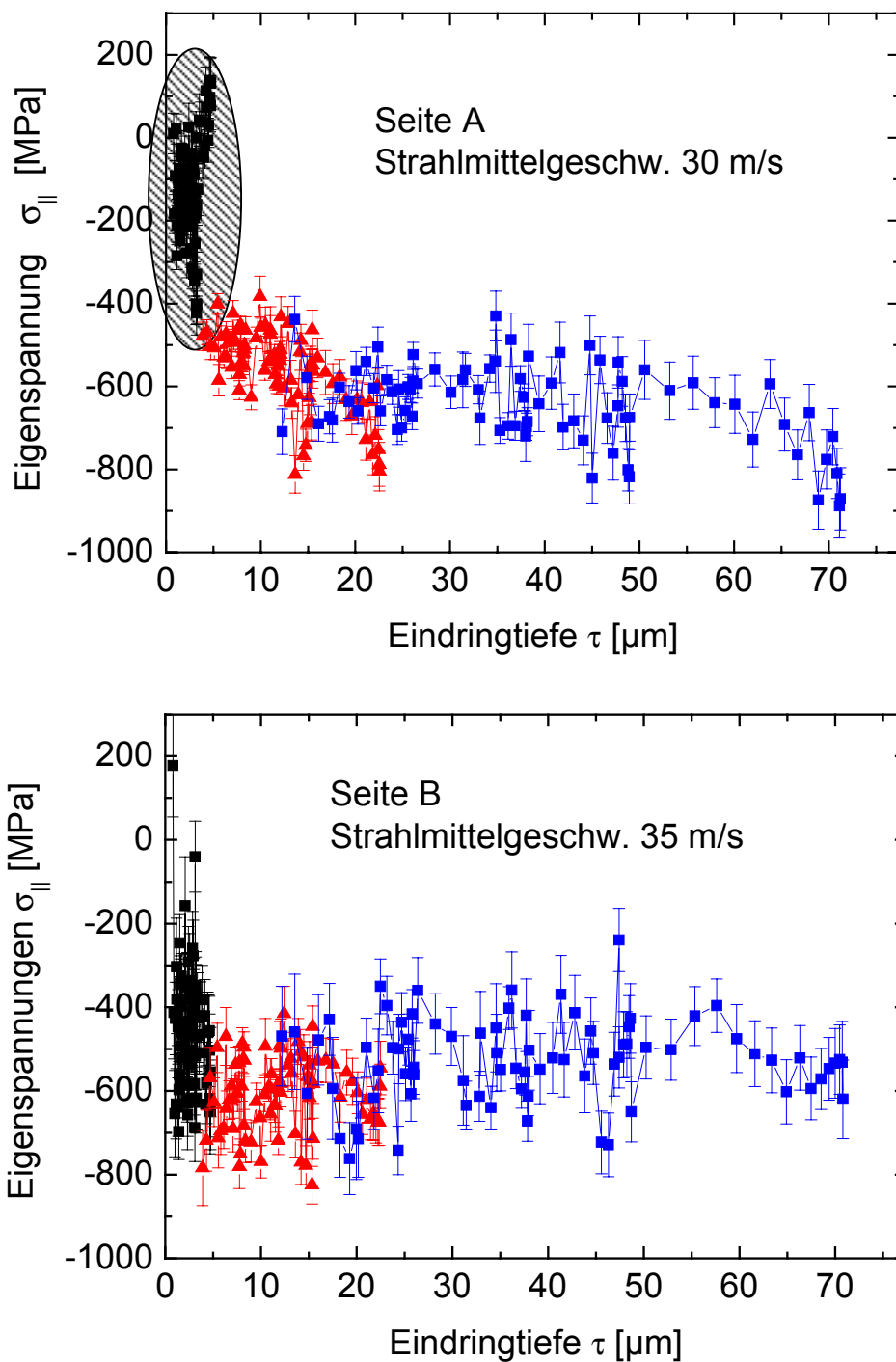


Abb. 7.21 In-plane Eigenspannungsverteilung bei dreiachsiger Auswertung

Die rotationssymmetrische in-plane Komponente der Seite A zeigt einen sehr steilen Druckeigenspannungsgradienten an der Oberfläche, der bei etwa 5 μm in einen deutlich schwächeren Anstieg der Druckeigenspannungen übergeht. Der Vergleich mit der zweiachsigen Auswertung zeigt, dass die Tiefenverläufe ermittelt an den Reflexen 211 und 321 sehr gut übereinstimmen, weil die dreiachsige Auswertung dieser Reflexe eine Normalspannung $\sigma_{33}(\tau)$ liefert, die nahe null ist (siehe Abb. 7.22a). Am

110-Reflex wurden jedoch für die Normalkomponente $\sigma_{33}(\tau)$ Zugeigenspannungen von ca. 400 MPa bestimmt. Dies führte zu dem steilen Gradienten der in-plane Eigenspannungen an der Oberfläche. Dieser ermittelte Verlauf ist jedoch kritisch zu hinterfragen, weil zum einen der Eigenspannungstiefenverlauf der in-plane Komponente nicht mehr kontinuierlich ist und zum anderen der Verlauf der normalen Spannungskomponente $\sigma_{33}(\tau)$ nicht mit den theoretischen Vorstellungen vom Kugelstrahlen einphasiger Werkstoffe konform ist, bei denen sich unterhalb der Werkstoffoberfläche keine von null verschiedene Normalkomponente $\sigma_{33}(\tau)$ ausbilden sollte.

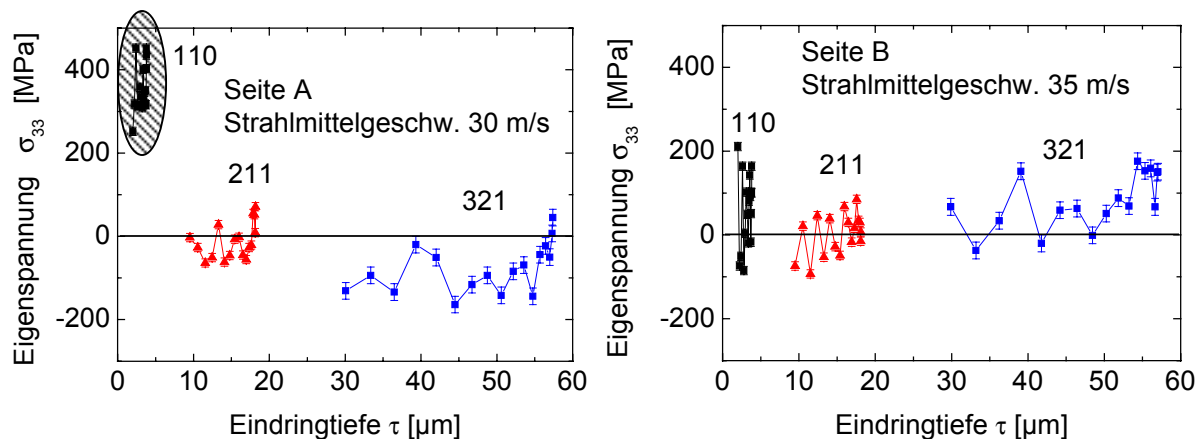


Abb. 7.22: Dargestellt ist der Spannungstiefenverlauf der Normalkomponente $\sigma_{33}(\tau)$

Die Abweichungen, die sich für den 110-Reflex bei der energiedispersiven dreiachsigen Eigenspannungsanalyse ergeben haben, sind auf die Streuung der Messdaten in Kombination mit dem geringen Tiefenbereich zurückzuführen, in dem die Netzebenenabstände in der dehnungsfreien Richtung ermittelt wurden. Wegen der im Vergleich zu winkeldispersiven Messungen hohen Streuungen bei kleinem Eindringtiefenbereich führt die Optimierungsmethode zu leichten Abweichungen bei der $d_0(hkl)$ Bestimmung. Für höher indizierte Reflexe, für die der überstrichene Eindringtiefenbereich größer ist, wirken sich die gleichen Streuungen geringer aus. Dies zeigte sich auch bei der dreiachsigen Auswertung der simulierten Daten (vgl. Abschnitt 5.3).

Die an der Werkstoffseite B (höhere Strahlmittelgeschwindigkeit) dreiachsig ermittelten in-plane Eigenspannungen unterscheiden sich nicht wesentlich von den zweiachsig ermittelten in-plane Eigenspannungen. Ein steiler Gradient zunehmender Druckeigenspannungen an der Oberfläche geht nach dem Erreichen maximaler Druckeigenspannungen im Bereich von 5 μm bis 10 μm in einen fast konstanten Verlauf über. Die gute Übereinstimmung resultiert aus dem konstanten Verlauf der Normalkomponente $\sigma_{33}(\tau)$, die nahezu null ist (Abb. 7.22 Seite B). Ein solches Tiefenprofil der Normalkomponente $\sigma_{33}(\tau)$ steht – wie bereits erwähnt – in guter Übereinstim-

mung mit den theoretischen Überlegungen zum Kugelstrahlen einphasiger Werkstoffe, wenn das Strahlgut homogen und senkrecht zur Oberfläche auftrifft [18].

7.2.3 Vergleich mit winkeldispersiv ermittelten Messungen

Zur Überprüfung der Eigenspannungsverteilung in den schraffiert gekennzeichneten Bereichen der Abb. 7.21 und Abb. 7.22 wurden auf der mit geringerer Strahlmittelgeschwindigkeit gestrahlten Seite A winkeldispersiv Streuvektormessungen durchgeführt. Die Eigenspannungstiefenprofile sind in Abb. 7.23 dargestellt. Die Normalkomponente zeigt hier sehr viel geringere Zugeigenspannungen bis maximal 100 MPa im untersuchten Tiefenbereich, während sich die in-plane Komponente gut in den Spannungstiefenverlauf der energiedispersiven Messung Abb. 7.20A einfügt.

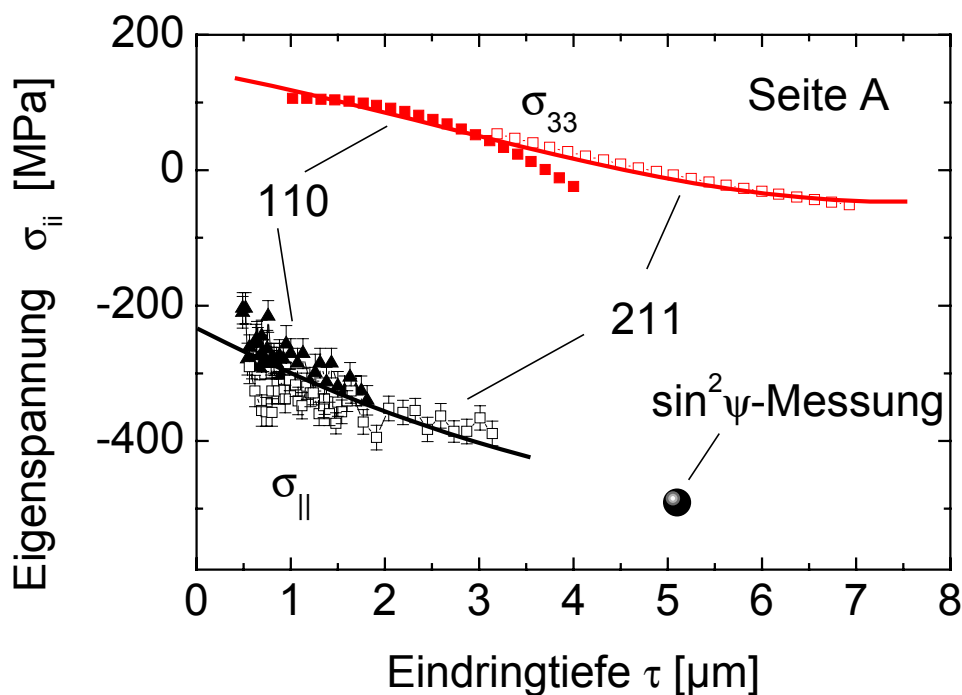


Abb. 7.23 Eigenspannungstiefenverläufe, winkeldispersiv mit der Streuvektormethode an der Probenseite A ermittelt

Der leichte Anstieg der Normalkomponente $\sigma_{33}(\tau)$, der sowohl winkeldispersiv (geringere Strahlmittelgeschwindigkeit) als auch energiedispersiv (höhere Strahlmittelgeschwindigkeit) ermittelt wurde, könnte eventuell auf die Oberflächenrauigkeit der Probe zurückzuführen sein. Sowohl die DEKTAK 3030 Oberflächenrauigkeitsprofile als auch die REM-Aufnahmen belegen eine Oberflächenrauigkeit (R_z nach [113]) von ca. $25 \mu\text{m}$. Das hat zur Folge, dass sich direkt an der Oberfläche lokale Gradienten der in-plane Komponenten ausbilden können, da die reale Werkstoffoberfläche nicht mehr mit der z-Richtung des Probenkoordinatensystems übereinstimmt. Ebenfalls

denkbar ist, dass der Ferrit im Perlit durch das Kugelstrahlen plastisch gestaucht wird, während sich der Zementit nur elastisch verformt. Bei der Entlastung würde der Ferrit unter Zugeigenspannungen geraten, während der Zementit sehr starke Druckeigenspannungen aufweisen sollte, die jedoch wegen des geringen Volumenanteils dieser weiteren Phase nicht nachweisbar sind. Fraglich ist jedoch, ob dieser geringe Anteil an Zementit in der Lage ist, die enormen Druckeigenspannungen aufzunehmen. Ein weitere Möglichkeit wäre, dass sich die gemessenen Normalspannungen $\sigma_{33}(\tau)$ schon innerhalb einer Phase, durch Mittelung über sämtliche Orientierungen hkl, kompensieren.

Nachdem die Eigenspannungstiefenprofile der Probe zerstörungsfrei mit energiedispersiven Methoden in einem Eindringtiefenbereich bis 75 μm untersucht waren, wurden in der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Scholtes an der Universität Kassel die Eigenspannungstiefenprofile mittels der $\sin^2\psi$ -Methode (ψ bis 45°) nach schrittweisem Oberflächenabtrag winkeldispersiv ermittelt (im Rahmen einer Untersuchung des Einflusses der Strahlparameter auf den Eigenspannungszustand [114]). Die Ergebnisse dieser mit $\text{Cr}_{K\alpha}$ -Strahlung am 211-Reflex durchgeführten Messungen [100] sind in der Abb. 7.24 dargestellt. Sie dokumentieren die Eigenspannungs- und Integralbreitentiefenverläufe im Ortsraum. Die Eigenspannungstiefenprofile weichen nur gering voneinander ab. Im vergleichbaren Bereich bis 75 μm Abtragtiefe zeigen sich die deutlichsten Unterschiede bis 30 μm unter der Oberfläche. Hier zeigt sich auf der mit höherer Strahlmittelgeschwindigkeit gestrahlten Seite B ein steilerer Gradient als auf Seite A. Dies ist qualitativ in guter Übereinstimmung mit den energiedispersiven Messungen. Für einen quantitativen Vergleich der winkeldispersiven mit den energiedispersiven Eigenspannungstiefenverläufen müssten die winkeldispersiv ermittelten Daten zunächst bezüglich der beim Abtrag ausgelösten Eigenspannungen korrigiert und schließlich Laplace-transformiert werden. Wegen des geringen Gradienten und der relativ geringen absoluten Spannungen ist jedoch nur ein geringer Einfluss zu erwarten.

Da die unmittelbar an der Werkstoffoberfläche ermittelten Eigenspannungen weder korrigiert noch Laplace-transformiert werden müssen, lassen sich die Werte hier direkt vergleichen. Der "direkt" an der Oberfläche ermittelte Eigenspannungswert von -500 MPa liegt deutlich höher als der in Abb. 7.23 nahe der Oberfläche ermittelte Gradient. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die mittels $\sin^2\psi$ ermittelten Eigenspannungswerte jeweils der Abtragtiefe zugeordnet werden, wobei die Strahleindringtiefe nicht berücksichtigt wird. Berücksichtigt man diese in Form einer mittleren Eindringtiefe $\bar{\tau} = 5.1 \mu\text{m}$ für den an der "Oberfläche" ermittelten Messwert, so fügt er sich sehr gut in den Eigenspannungstiefenverlauf (Abb. 7.23) ein.

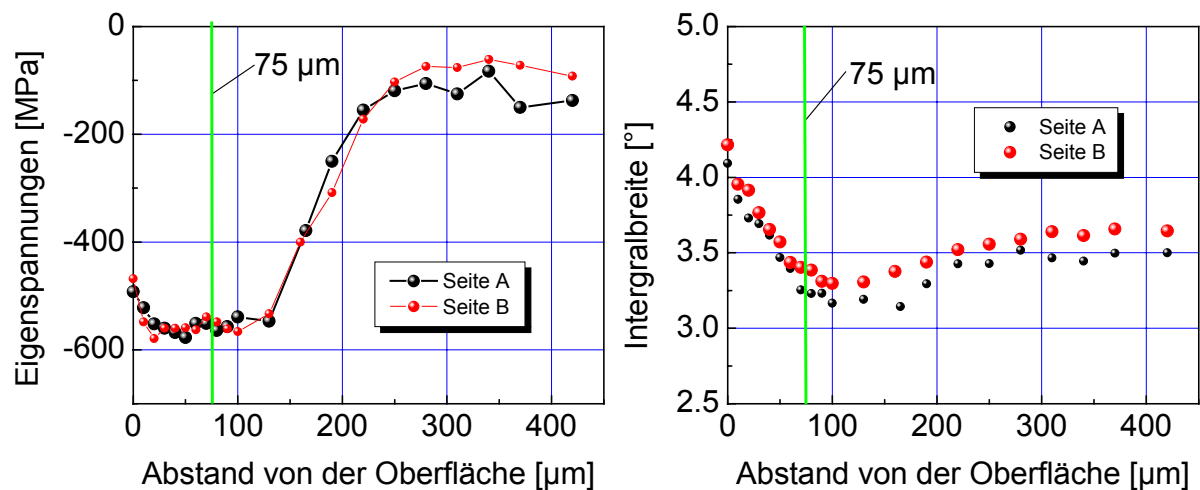


Abb. 7.24 Winkeldispersiv mittels Abtragsmethoden bestimmte Eigenspannungstiefenprofile (links) und Integralbreiten (rechts) [100]

Der Einfluss der Strahlmittelgeschwindigkeit auf die Integralbreite des 211-Reflexes ist hingegen deutlich stärker ausgeprägt. Für die höhere Strahlmittelgeschwindigkeit von 35 m/s ist die Integralbreite über den gesamten Eindringtiefenbereich deutlich größer als für die Strahlmittelgeschwindigkeit von 30 m/s. Da sie ein Maß für die Größe kohärent streuender Bereiche (Domänen) ist und somit unter anderem auch als Maß für die Versetzungsdichte angesehen werden kann, ist dies ein weiterer Hinweis auf stärkere Mikroeigenspannungen II. Art auf der Seite B.

7.3 Tiefgeschliffene $\text{ZrO}_2/\text{Y}_2\text{O}_3$ 8mol-% - Probe

Die Probe wurde zunächst mit winkeldispersiven Methoden auf dem ETA-Diffraktometer untersucht, um die oberflächennahen Daten später mit den energiedispersiven Verläufen vergleichen zu können. Dazu wurde der 422-Reflex mit $\text{Cu}_{K\alpha}$ -Strahlung in den Messrichtungen $\psi=44^\circ$, 60° und 70° gemessen. Die ermittelten Spannungstiefenverläufe sind in der Abb. 7.25 dargestellt. Da $\psi=44^\circ$ der dehnungsfreien Richtung ψ^* des 422-Reflexes entspricht, wurden diese Messungen nur für die Optimierung des unverspannten Netzebenenabstands verwendet und gingen nicht in die Spannungstiefenprofile ein, weil diese Daten in der Eigenspannungsanalyse schon bei kleinen Schwankungen der Messdaten zu hohen Schwankungen der Eigenspannungswerte führen. Die Spannungen wurden nur aus den Daten für $\psi=60^\circ$ und 70° bestimmt. Zu erkennen sind Druckeigenspannungen, die zum Volumen hin abnehmen. Die Komponente senkrecht zur Schleifrichtung zeigt um ca. 100 MPa höhere Druckeigenspannungen an der Oberfläche als die parallel zur Schleifrichtung verlaufende Komponente.

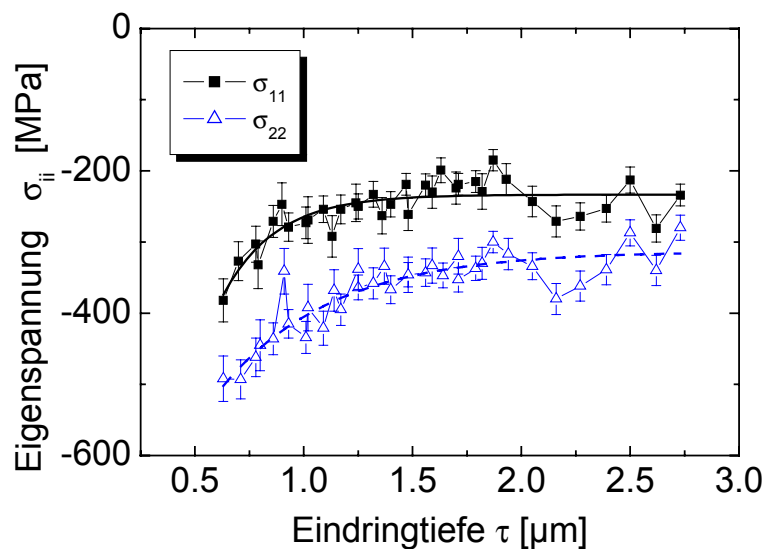


Abb. 7.25: Spannungstiefenverläufe im Laplace-Raum ermittelt mit der Streuvektormethode auf dem ETA-Diffraktometer

Um einen größeren Eindringtiefenbereich zu erschließen, wurden auf dem Hochenergie-Röntgendiffraktometer Streuvektormessungen durchgeführt. Diese erweitern den möglichen Eindringtiefenbereich von 3 μm der winkeldispersiven Messungen auf 20 μm unter Verwendung eines Beugungswinkels von $2\theta=15^\circ$. Die Messrichtungen ψ , unter denen die Probe untersucht wurde, waren $\psi=20^\circ$, 41° , 60° und 70° . Die Messrichtung von 20° wurde gewählt, um die mögliche Eindringtiefe des Verfahrens zu erhöhen und $\psi=41^\circ$ entspricht der dehnungsfreien Richtung des ebenfalls untersuchten 511-Reflexes. Die Abb. 7.26 zeigt die Spannungstiefenverläufe für die σ_{11} - und die σ_{22} Komponente. Ausgewertet wurden jeweils die Reflexe 220, 422 und 511 in den Messrichtungen $\psi=20^\circ$, 60° und 70° .

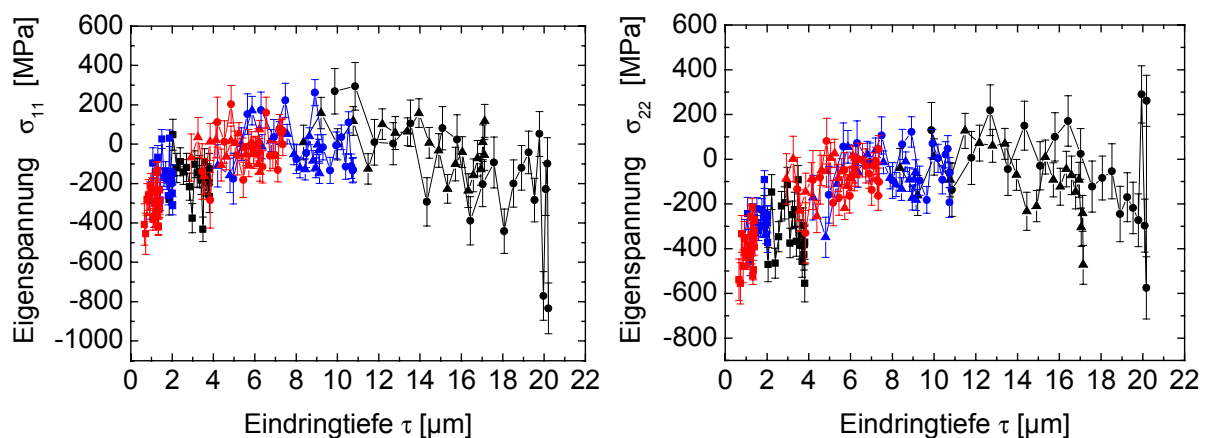


Abb. 7.26: Zweiachsige Auswertung der energiedispersiv durchgeführten Streuvektormessung an der ZrO_2 -Probe

Im vergleichbaren Tiefenbereich stimmen die energiedispersiv ermittelten Spannungstiefenverläufe erneut gut mit den winkeldispersiv ermittelten überein. Die Streuung der individuellen Messdaten ist jedoch hier im Vergleich zu den winkeldispersiven Daten deutlich höher. Die energiedispersiv ermittelten Spannungstiefenverläufe zeigen, dass sich die größten Änderungen im Bereich bis ca. $5\mu\text{m}$ im Laplace-Raum ergaben.

Die Streuung der energiedispersiven Daten ist, wie bereits im Abschnitt 5.3 bemerkt, von der Messrichtung ψ abhängig, wenn diese „nahe“ der dehnungsfreien Richtung ψ^* liegt. Dies ist besonders gut in Abb. 7.27 zu erkennen. Die linke Seite zeigt den Spannungstiefenverlauf der σ_{11} Komponente für den 422-Reflex und die rechte Seite die σ_{11} Komponente für den 511-Reflex. Die offenen Symbole stellen jeweils die Messrichtungen $\psi=41^\circ$ und 50° dar. Während auf der linken Seite die individuellen Streuungen in beiden Messrichtungen ungefähr gleich stark ausfallen, so ist auf der rechten Seite zu erkennen, dass die Streuung der Daten in der Messrichtung $\psi=41^\circ$ sehr viel größer und die in $\psi=50^\circ$ deutlich kleiner sind. Der Grund hierfür ist das unterschiedliche elastische Verhalten der Reflexe 422 und 511, das dazu führt, dass sie verschiedene DEK besitzen. Das hat zur Folge, dass sich ihre dehnungsfreien Richtungen $\psi^*(hkl)$ unterscheiden. Für den 422-Reflex ist die dehnungsfreie Richtung $\psi^*(422)=44^\circ$ also nahe den Messrichtungen $\psi=41^\circ$ und $\psi=50^\circ$, während für den 511-Reflex $\psi^*(511)=41^\circ$ ist und somit genau der Messrichtung $\psi=41^\circ$ entspricht.

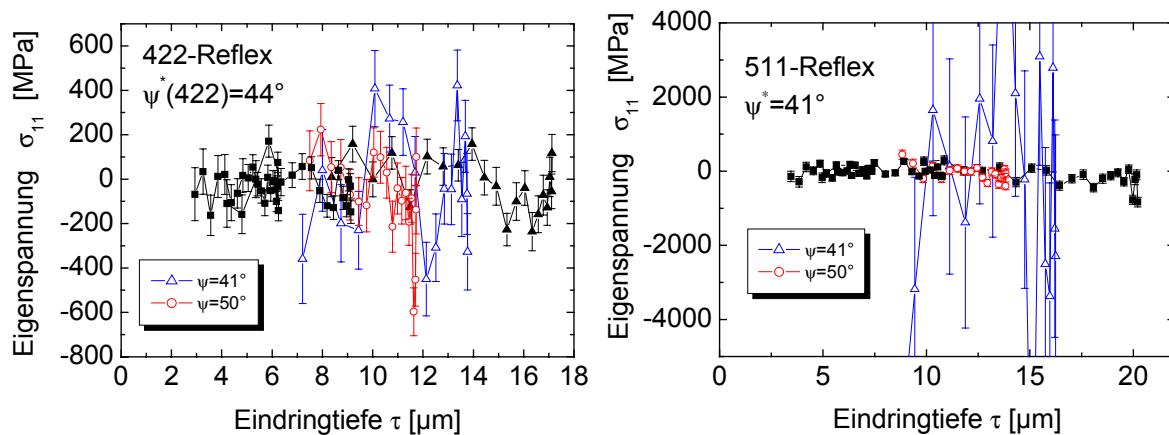


Abb. 7.27 Eigenspannungskomponente in Schleifrichtung ermittelt an zwei Reflexen mit unterschiedlichem elastischem Verhalten

Messungen nahe der dehnungsfreien Richtung $\psi^*(hkl)$ sind daher nicht in die Spannungsbetrachtung aufzunehmen. Für die Bestimmung des unverspannten Netzebenenabstands $d_0(hkl)$ sind sie jedoch von Interesse, da sie als Indikator für systematische Abweichungen dienen können. Idealerweise müssten sie sich in den Ei-

genspannungstiefenverlauf – ermittelt in den anderen Messrichtungen – einfügen, bzw. bei stärkeren Streuungen gleichmäßig um ihn verteilt sein, wie dies in Abb. 7.27 zu erkennen ist.

8 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Mit dem Ziel, mehrachsige Eigenspannungstiefenverteilungen im intermediären Bereich zu bestimmen, wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit etablierte winkeldispersive Beugungsverfahren zur Eigenspannungsanalyse auf den energiedispersiven Fall übertragen und weiterentwickelt.

Zunächst wurden in Kapitel 4 die Unterschiede dargestellt, die sich durch die Nutzung weißer, mittelenenergetischer Röntgenstrahlung sowohl für die Messtechnik als auch für die Auswertung ergeben. Dabei wurde insbesondere auf die erweiterten Möglichkeiten zur Variation der Eindringtiefe eingegangen und auf die Korrekturen der Interferenzprofile, die zu Verschiebungen der Reflexlagen führen, weil sie einen Einfluss auf die ermittelten Eigenspannungstiefenprofile haben.

Die Simulationen des energiedispersiven Beugungsvorgangs, die in Kapitel 5 beschrieben wurden, haben wichtige Hinweise auf das Potential verschiedener Auswertemethoden gegeben. So wurde unter der Annahme eines dreiachsigen Eigenspannungszustands gezeigt, dass sich die vorgegebenen Eigenspannungstiefenverläufe im Laplace-Raum mit der Streuvektormesstechnik sehr gut reproduzieren lassen, während die Methoden zur zweiachsigen Eigenspannungsanalyse erhebliche Abweichungen zeigten. Die besten mittels Streuvektortechnik erzielten Ergebnisse ergaben sich bei der simultanen Auswertung mehrerer Reflexe, wobei die ermittelten Netzebenenabstände auf den Gitterparameter normiert wurden.

Weiterhin lieferten die auf Basis der Streuvektormesstechnik durchgeführten Simulationen Informationen, die spezielle Fragestellungen betreffen. So zeigte sich, dass ein absoluter Offset in der Energie, wie er z. B. durch eine ungenaue Energiekalibrierung entsteht, bei der dreiachsigen Auswertung mittels Streuvektormethode keinen Einfluss auf die analysierten Eigenspannungstiefenverteilungen hat, obwohl sich durch einen solchen Offset die ermittelten Netzebenenabstände deutlich von den im Material vorliegenden Netzebenenabständen unterscheiden können. Untersuchungen zum Einfluss der diffraktionselastischen Konstanten auf den ermittelten Eigenspannungszustand anhand von Grenzbetrachtungen zeigten deutliche Unterschiede für verschiedene Reflexe abhängig vom Orientierungsparameter 3Γ bei elastischer Kristallanisotropie. In den Fällen, in denen die DEK nur über die Modelle nach Voigt, Reuss oder Eshelby/Kröner berechnet und nicht experimentell bestimmt werden können, sollten für die Auswertung Reflexe verwendet werden, deren 3Γ nahe dem Schnittpunkt der Kurven nach den Modellen von Voigt und Reuss liegt. Für die Streuvektormesstechnik konnten wichtige Erkenntnisse bezüglich der für die Auswertung günstigen Messrichtungen gewonnen werden. Es zeigte sich, dass Messrich-

tungen ψ nahe der dehnungsfreien Richtung ψ^* und bei sehr kleinen Werten zu hohen Streuungen der Eigenspannungswerte führen.

Im experimentellen Teil der Arbeit konnte anhand von Untersuchungen, die sich auf die Analyse von zum Teil dreiachsigen Eigenspannungszuständen beziehen, die prinzipielle Eignung der energiedispersiven Methoden für die Charakterisierung von Eigenspannungstiefengradienten im intermediären Werkstoffbereich zwischen Oberfläche und Volumen nachgewiesen werden. Zur Verifizierung der erzielten Ergebnisse wurden winkeldispersive Methoden der RSA herangezogen, die eine gute Übereinstimmung im überlappenden, oberflächennahen Bereich ergaben. Darüber hinaus wurden Abtragsmethoden eingesetzt, um vergleichende Aussagen ebenso in tieferen Werkstoffbereichen zu ermöglichen. Sie bestätigten auch im intermediären Tiefenbereich die energiedispersiv und zerstörungsfrei bestimmten Eigenspannungstiefenprofile.

An kugelgestrahlten Stahlproben 42CrMo4 konnte zum ersten Mal unter Verwendung der Streuvektormesstechnik eine dreiaxige Eigenspannungsanalyse im intermediären Bereich durchgeführt werden und bestätigte die Ergebnisse der zuvor durchgeführten Simulationen. Außerdem haben die experimentellen Ergebnisse einen weiteren Vorteil der simultanen, multiplen Reflexbestimmung bei der energiedispersiven RSA gezeigt. Neben der Erweiterung des Eindringtiefenbereichs aufgrund der höheren Energie der verwendeten Strahlung wurden auch Hinweise auf Mikro eigenspannungen II. Art festgestellt, die sich in diesem Fall am 310-Reflex durch deutliche Unterschiede in den Eigenspannungstiefenprofilen abzeichneten, während die Eigenspannungstiefenverläufe bestimmt an den Reflexen 110, 211 und 321 kaum einen diesbezüglichen Hinweis lieferten und ein einheitliches Bild ergaben.

Grenzen der energiedispersiv durchgeführten Experimente zeigten sich bei der einseitig gehärteten, tiefgeschliffenen Stahlprobe. Aufgrund der geringeren Auflösung der energiedispersiven gegenüber den winkeldispersiven Methoden konnten die energiedispersiv durchgeführten Eigenspannungsanalysen an der zweiten, austenitischen Phase nur bei kleineren, bezüglich der Auflösung optimierten Beugungswinkeln bestimmt werden. Der geringere Phasenanteil führte hier zu deutlich höheren Streuungen der individuellen Spannungswerte als sie bei der Analyse der martensitischen Phase beobachtet wurden.

In der Zukunft sollen verstärkt Messungen am Synchrotron durchgeführt werden, um die Vorteile der besseren Strahlqualität/Strahleigenschaften und der höheren Intensität zu nutzen. Zu diesem Zweck wird zur Zeit bei BESSY II eine Material Science Beamline für weiße Strahlung bis ca. 80 keV aufgebaut. Die bereits am HASYLAB

durchgeführten Messungen haben gezeigt, dass sich aufgrund der besseren Zählstatistik die Streuung der individuellen Eigenspannungsdaten reduzieren lässt. Durch die geringere Strahldivergenz lassen sich die Messungen hier bis in den streifenden Einfall/Austritt fortsetzen, wodurch der erfassbare Eindringtiefenbereich deutlich gesteigert werden kann.

Dies ist unter anderem für die Optimierung der maximalen Strahleindringtiefe wichtig, die durch eine weitere Verringerung des Beugungswinkels, abhängig vom jeweiligen Reflex, zu erreichen ist (Abschnitt 4.3.1). Von Interesse ist in diesem Zusammenhang auch die Möglichkeit, über die Kopplung von Beugungswinkel und Energie die Eigenspannungsanalyse an verschiedenen Reflexen hkl im gleichen Eindringtiefenbereich durchführen zu können. Solche Messungen an unterschiedlichen Reflexen im gleichen Tiefenbereich sind insbesondere für die Untersuchung orientierungsabhängiger Mikroeigenspannungen II. Art notwendig, denen sich die Makrospannungen überlagern. Solche Mikroeigenspannungen könnten für Unterschiede verantwortlich sein, die sich teilweise bei der winkeldispersiven Eigenspannungsanalyse zwischen $\sin^2\psi$ - und Streuvektormessungen zeigen, da sie insbesondere von der Messrichtung abhängig sein können.

Werden künftig jedoch Messungen unter extrem streifendem Einfall/Austritt durchgeführt, so wird auch die Brechung des Röntgenlichts beim Ein- und Austritt in die/aus der Materie zu berücksichtigen sein, weil sich durch die Brechung zum einen der Beugungswinkel und zum anderen durch die veränderte Geometrie auch die Eindringtiefe der Strahlung verändert. Auch der Einfluss der Oberflächenrauigkeit sowohl auf die Brechung als auch auf den ermittelten Eigenspannungszustand sollte weiter untersucht werden.

Von besonderem Interesse wird zukünftig die Untersuchung des Einflusses von chemischen Gradienten des unverspannten Netzebenenabstands d_0 sein. Da bislang keine Möglichkeiten bestehen, einen solchen Tiefengradienten von einem Gradienten der Normalkomponente $\sigma_{33}(z)$ zerstörungsfrei zu trennen, bietet sich hier zumindest die Möglichkeit, den Einfluss eines solchen Gradienten genauer zu untersuchen, indem der chemische Gradient mittels Abtragsmessungen zusätzlich zum Spannungstiefengradienten ermittelt und anschließend in der energiedispersiven Auswertung berücksichtigt werden kann.

Neben der experimentellen Seite sollen in Zukunft auch die Simulationen weiterentwickelt werden, die sich schon in dieser Arbeit als nützliches Hilfsmittel erwiesen haben. Sie sollen in verschiedenen Bereichen eingesetzt werden, z.B. zur Untersuchung des Einflusses von chemischen d_0 -Gradienten, um eventuell eine zerstörungs-

freie Trennung solcher Gradienten von der Normalkomponente σ_{33} zu ermöglichen sowie zur Untersuchung des Einfluss der Brechung auf die Reflexlage und Eindringtiefe. Weiterhin wird angestrebt, die Simulationen um strahlgeometrische Eigenschaften – wie die horizontale und vertikale Divergenz – zu erweitern, um ihren Einfluss auf die Reflexlage und –breite untersuchen zu können.

9 LITERATUR

1. B. Scholtes. *Eigenspannungen in mechanisch randschichtverformten Werkstoffen. Ursachen, Ermittlung und Bewertung*. DGM Informationsgesellschaft. Oberursel 1991.
2. V. Hauk. *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*. ELSEVIER. Amsterdam 1997.
3. I. C. Noyan, J. B. Cohen. *Residual Stress. Measurement by Diffraction and Interpretation*. Springer Verlag. New York 1987.
4. A. J. Allen, M. T. Hutchings, C. G. Windsor, C. Andreani. *Neutron Diffraction Methods for the Study of Residual Stress Fields*. *Advances in Physics* **34** (1985), S. 445-473.
5. H. Ishigami, K. Matsui, Y. Jin, K. Ando. *Study on Stress, Reflection and Double Shot Peening to Increase Fatigue Limit*. in *ICRS-6*. 2000. Oxford UK: IOM Communications S. 667-673.
6. A. Wick, V. Schulze, O. Vöhringer. *Influence of the Shot Peening Temperature on the Relaxation Behaviour of Residual Stresses During Cyclic Bending*. in *ICSP-7*. 1999. Warsaw.
7. K. Iida, Y. Hirose. *The Residual Stress Distribution in Shot Peened Carburized Steel Under Fatigue*. in *ICSP-7*. 1999. Warsaw: International Scientific Committee for shot peening S. 96-101.
8. J. P. Nobre, M. Kornmeier, A. M. Dias, B. Scholtes. *Comparative Analysis of shot-peening residual stresses using hole-drilling and X-ray diffraction methods*. *Mat. Sci. For.* **347-349** (2000), S. 138-143.
9. D. Deslaef, E. Rouhaud, S. Rasouli-Yazdi. *3D- finite element models of shot peening processes*. *Mat. Sci. For.* **347-349** (2000), S. 241-246.
10. M. G. Moore, W. P. Evans. *Mathematical Correction for Stresses Removed Layers in X-Ray Diffraction Residual Stress Analysis*. *SAE Trans.* **66** (1958), S. 341-345.
11. P. J. Webster, G. Mills, X. D. Wang, W. P. Kang. *Synchrotron Strain Scanning Through a Peened Aluminium Alloy Plate*. in *ICRS-5*. 1997. Linköping, Schweden: Linköping University S. 551-556.

12. H. Ruppertsberg, I. Detemple, J. Krieg. *Evaluation of Strongly Non-Linear Surface-Stress Fields $\sigma_{xx}(z)$ and $\sigma_{yy}(z)$ from Diffraction Experiments*. phys. stat. sol. **A116** (1989), S. 681-687.
13. H. Ruppertsberg, I. Detemple. *Evaluation of the Complex Stress Field in a Ground Steel Plate From Energy Dispersive X-Ray Diffraction Experiments*. Mat. Sci. Eng. **A161** (1993), S. 41-44.
14. E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg. *Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen*. Härterei-Tech. Mitt. **25** 3 (1973), S. 201-211.
15. H.-D. Tietz. *Entstehung und Einteilung von Eigenspannungen in Werkstoffen*. Neue Hütte **25** (1980), S. 371-377.
16. B. Scholtes. *Eigenspannungen in randschichtverformten Werkstoffzuständen*. DGM-Informationsgesellschaft. Oberursel 1990.
17. V. Hauk, H.-J. Nikolin. *The Evaluation of the Distribution of Residual Stresses of the I. (RS I) and of the II. Kind in Textured Materials*. Textures and Microstructures **8 & 9** (1988), S. 693-716.
18. I. C. Noyan. *Equilibrium Conditions for the Average Stresses Measured by X-Rays*. Metallurg. Trans. **A14** (1983), S. 1907-1914.
19. V. Hauk, H.-J. Nikolin, L. Pintschovius. *Evaluation of deformation residual stresses caused by uniaxial plastic strain of ferritic-austenitic steels*. Z. Metallkde. **81** (1990), S. 556-569.
20. D. Dantz. *Eigenspannungen in mikrowellengesinterten Ni/8Y-ZrO₂ und NiCr8020/8Y-ZrO₂ Gradientenwerkstoffen*. in HMI B-568. 2000. Dissertation TU-Berlin. S. 137.
21. W. Greiner. *Mechanik*. Theoretische Physik Band 2. Vol. 2. Harri Deutsch. Frankfurt am Main 1989.
22. J. Stickforth. *Über den Zusammenhang zwischen röntgenographischer Gitterdehnung und den makroskopischen elastischen Spannungen*. Techn. Mitt. Krupp Forsch. Ber. **24** (1966), S. 89-102.
23. P. D. Evenschor, V. Hauk. *Über nichtlineare Netzebenenabstandsverteilungen bei röntgenographischen Dehnungsmessungen*. Z. Metallkde. **74** (1975), S. 167-168.
24. A. Reuss. *Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingungen für Einkristalle*. Zeitschrift f. angew. Math. u. Mech. **9** (1929), S. 49-58.

25. J. D. Eshelby. *The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion and Related Problems*. Proc. Roy. Soc. London **A 241** (1957), S. 376-396.
26. E. Kröner. *Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls*. Zeitschrift f. Physik **151** (1958), S. 504-518.
27. W. Voigt. *Lehrbuch der Kristallphysik*. Vol. 1. Aufl. Teubner. Berlin / Leipzig 1928.
28. H. Neff. *Grundlagen und Anwendung der Röntgenfeinstrukturanalyse*. 2. Aufl. ed. Oldenburg Verlag. München 1962.
29. R. Delhez, T. H. de Keijser, E. J. Mittemeijer. *Role of X-Ray Diffraction Analysis in Surface Engineering: Investigation of Microstructure of Nitrided Iron and Steels*. Surf. Eng. **3** (1987), S. 331-342.
30. C. Genzel. *Evaluation of Stress Gradients $\sigma_{ij}(z)$ from Their Diskret Laplace Transforms $\sigma_{ij}(\tau)$ Obtained by X-Ray Diffraction Performed in the Scattering Vector Mode*. phys. stat. sol. (a) **156** (1996), S. 353-363.
31. G. Doetsch. *Einführung in die Theorie und Anwendung der Laplace-Transformation*. Vol. 2. Aufl. Birkhäuser Verlag. Basel und Stuttgart 1970.
32. T. Mura. *Micromechanics of Defects in Solids*. Kluwer. Dordrecht 1987.
33. E. Kröner. *Die inneren Spannungen und der Inkompatibilitätstensor in der Elastizitätstheorie*. Z. angew. Physik **7** (1955), S. 249-257.
34. C. Genzel. *Entwicklung eines Mess- und Auswerteverfahrens zur röntgenographischen Analyse des Eigenspannungszustandes im Oberflächenbereich vielkristalliner Werkstoffe*. 1999. Habilitationsschrift Humboldt-Universität zu Berlin. S. 232.
35. T. Hanabusa, K. Nishioka, H. Fujiwara. *Criterion for the Triaxial X-Ray Residual Stress Analysis*. Z. Metallkd. **74** (1983), S. 307-313.
36. E. Macherauch, P. Müller. *Das $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung*. Zeitschrift für angewandte Physik **13** 7 (1961), S. 305-338.
37. S. Steeb, et al., *Röntgenographische Spannungsermittlung, ihre Grundlagen und Anwendungen*, in *Röntgen und Elektronenbeugung*, W. J. Bartz, Editor. 1985, Expert Verlag: Sindelfingen. S. 65-85.

38. B. Eigenmann, B. Scholtes, E. Macherauch. *Eine Mehrwellenlängenmethode zur röntgenographischen Analyse oberflächennaher Eigenspannungszustände in Keramiken*. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. **21** (1990), S. 257-265.
39. G. Faninger, U. Wolfstieg. 2. *Meßtechnik*. Härtereitech. Mitt. **31** (1976), S. 13-22.
40. C. Genzel. *A Self-Consistent Method for the X-Ray Diffraction Analysis of Multiaxial Residual-Stress Fields in the Near-Surface Region of Polycrystalline Materials. I. Theoretical Concept*. J. Appl. Cryst. **32** (1999), S. 770-778.
41. C. Genzel. *Formalism for the Evaluation of Strongly Non-Linear Surface Stress Fields by X-Ray Diffraction in the Scattering Vector Mode*. phys. stat. sol. (a) **146** (1994), S. 629-637.
42. H. Ruppertsberg. *Formalism for the Evaluation of Pseudo-Macro Stress Fields $\sigma_{33}(z)$ from Ω - and Ψ -Mode Diffraction Experiments Performed with Synchrotron Radiation*. Adv. X-Ray Anal. **A 35** (1992), S. 481-481.
43. H. Mohrbacher, et al. *Comperative Measurement of Residual Stress in Diamond Coatings by Low-Incident-Beam-Angle-Diffraction and Micro-Raman Spectroscopy*. J. Mater. Res. **11** (1996), S. 1776-1782.
44. T. Leverenz, B. Eigenmann, E. Macherauch. *Das Abschnitt-Polynom-Verfahren zur zerstörungsfreien Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände in den Randschichten von bearbeiteten Keramiken*. Z. Metallkd. **87** (1996), S. 616-625.
45. B. Eigenmann, B. Scholtes, E. Macherauch. *An Improved Technique for X-Ray Residual Stress Determinations on Ceramics with Steep Subsurface Stress Gradients*. Residual Stresses - III, Science and Technology, ICERS 3, ed. H. Fujiwara, T. Abe and K. Tanaka. Vol. 1. Elsevier Applied Science. New York and London 1992.
46. C. Genzel. *Internal stress Distribution Analysis in Thin Textured coatings by X-Ray Diffraction - Problems and Attempts at Their Solution*. Adv. X-Ray Analysis **41** (1998), S. 424-438.
47. P. J. Webster, G. Mills, X. D. Wang. *Residual strain scanning of engineering samples II.*, Daresbury SRS, Annual Report 23/226 A (1993/94), Daresbury 1993
48. P. J. Webster. *Strain Scanning Using X-Rays and Neutrons*. Mat. Sci. For. **228-231** (1996), S. 191-200.

49. P. J. Webster, et al. *Impediments to Efficient Through-Surface Strain Scanning*. J. Neutron Research **3** (1996), S. 223-240.
50. G. Bruschi. *Entwicklung eines Meß- und Auswerteverfahrens zur Analyse von Eigenspannungsverteilungen mit Hochenergie-Röntgenbeugung*. in HMI B 550. 1998. Diss. TU-Berlin. S. 128.
51. M. A. J. Somers, E. J. Mittemeijer. *Development and Relaxation of Stress in Surface Layers; Composition and Residual Stress Profiles in γ -Fe₄N_{1-x} Layers on α -Fe Substrates*. Met. Trans. **A 21** (1990), S. 189-204.
52. M. A. J. Somers, E. J. Mittemeijer. *Eigenspannungen in der Verbindungsschicht nitrierter Eisenwerkstoffe*. Härtereitech. Mitt. **47** (1992), S. 175-182.
53. C. Genzel, W. Reimers, O. Schwarz, J. Grosch, *Development of the Residual Stress State in Case-Hardened Steels due to austenite Transformation by Deep Cooling*, in *Residual Stresses*. 1993, DGM-Informationsgesellschaft: Oberursel. S. 129-138.
54. R. Drahekoupil. *Ermittlung von Eigenspannungen in metallischen Werkstücken mittels Röntgenstrahlen*. VDI Z. **74** (1930), S. 1422.
55. R. Glockner. *Röntgenstrahlung und Werkstofforschung*. Z. f. techn. Phys. **15** (1934), S. 421-429.
56. R. Glockner. *Einfluß einer elastischen Anisotropie auf die röntgenographische Messung von Spannungen*. Z. tech. Phys. **19** (1938), S. 289-293.
57. V. Hauk. *Stress Evaluation on Materials Having Non-Linear Lattice Strain*. Adv. X-Ray Anal **27** (1984), S. 101-120.
58. B. C. Giessen, G. E. Gordon. *X-Ray Diffraction: New High-Speed Technique Based on X-Ray Spectrography*. Science **159** (1968), S. 973-975.
59. H. Cole. *Bragg's law and energy sensitive detectors*. J. Appl. Cryst. **3** 5 (1970), S. 405-406.
60. J. P. Lauriat, P. Pério. *Adaptation d'un Ensemble de Détection Si(Li) à un Diffractometre X*. J. Appl. Cryst. **5** (1972), S. 177-183.
61. J. C. Russ. *Fundamentals of energy dispersive X-ray analysis*. Butterworths. London 1984.
62. B. Buras, et al. *X-Ray Energy-Dispersive Diffractometry Using Synchrotron Radiation*. J. Appl. Cryst. **10** (1977), S. 431-438.

63. E. F. Skelton, J. Kirkland, S. B. Qadri. *Energy-Dispersive Measurements of Diffracted Synchrotron Radiation as a Function of Pressure: Application to Phase Transitions in KCl und KI*. J. Appl. Cryst. **15** (1982), S. 82-88.
64. A. M. Glazer, M. Hidaka. *Energy-Dispersive Powder Profile Refinement using Synchrotron Radiation*. J. Appl. Cryst. **11** (1978), S. 165-172.
65. B. Buras, et al. *Quantitative Structural Studies by means of the Energy-Dispersive Method with X-rays from a Storage Ring*. J. Appl. Cryst. **12** (1979), S. 531-536.
66. A. J. Bourdillon, A. M. Glazer, M. Hidaka, J. Bordas. *High-Resolution Energy-Dispersive Diffraction Using Synchrotron Radiation*. J. Appl. Cryst. **11** (1978), S. 684-687.
67. C. J. Sparks, et al. *Search with Synchrotron Radiation for Superheavy Elements in Giant-Halo Inclusions*. Phys. Rev. Lett. **38** (1977), S. 205-208.
68. K. Ellmer, R. Mientus, H. Rossner. *In Situ Investigation by Energy Dispersive X-Ray Diffraction (EDXRD) of the Growth of Magnetron Sputtered ITO Films*. Surface and Coatings Technol. **142-144** (2001), S. 1094-1099.
69. V. Bursikova, J. Bursik, V. Navratil, K. Milicka. *Creep Behaviour of Leaded Brass*. Mat. Sci. Eng. **A 324** 1-2 (2002), S. 235-238.
70. J. W. Otto. *On the Peak Profiles in Energy-Dispersive Powder X-Ray Diffraction with Synchrotron Radiation*. J. Appl. Cryst. **30** 6 (1997), S. 1008-1015.
71. J. W. Otto, J. K. Vassiliou. *Analysis of Plastic Deformation with Energy Dispersive X-Ray Diffraction: Application to Deformation with a Diamond Anvil Cell*. Mat. Sci. For. **278-281** 1 (1998), S. 329-334.
72. G. Bruschi, W. Reimers. *Evaluation of Residual Stresses in the Surface Region and in the Bulk of Materials by High Energy X-Ray Diffraction*. in Proc. of the 5th Int. Conf. on Residual Stress (ICRS-5). 1997. Linköping Schweden S. 557-562.
73. A. Pyzalla. *Methods and Feasibility of Residual Stress Analysis by High-Energy Synchrotron Radiation in Transmission Geometry Using a White Beam*. J. Nondestructive Evaluation **19** 1 (2000), S. 21-31.
74. C. S. G. Cousins, et al. *Determination of Internal Strain Tensors by Energy-Dispersive X-Ray Diffraction: Results for Si Using the 006 Forbidden Reflection*. J. Appl. Cryst. **15** (1982), S. 154-159.

75. C. J. Bechtoldt, R. C. Placious, W. J. Boettinger, M. Kuriyama. *X-Ray Residual Stress Mapping in Industrial Materials by Energy Dispersive Diffractometry*. Adv. X-Ray Anal. **25** (1982), S. 329-338.
76. D. R. Black, R. C. Bechtholdt, R. C. Placious, M. Kuriama. *Three Dimensional Strain Measurements with X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy*. J. Nondestructive Evaluation **5** 1 (1985), S. 21-25.
77. H. Ruppertsberg, C. Bauer. *Evaluation of Stress Fields from Energy Dispersive X-Ray Diffraction Experiments*. in ECRS-3. 1992. Frankfurt am Main: DGM Informationsgesellschaft mbH S. 171-177.
78. H. Ruppertsberg. *X-Ray Diffraction Investigation of Complicated Stresses in the Surface Region of Polycrystalline Materials*. Bull Cercle Etud. Metaux **16** (1993), S. 6.1-6.6.
79. T. Gnäupel-Herold, H. J. Prask, D. R. Haeffner, J. Matejcek. *Residual Stress Determination by Whole Pattern Analysis - Application to Synchrotron High Energy XRD Measurements on Thermal Sprayed Coatings*. in ICRS-6. 2000. Oxford: IOM Communications S. 751-758.
80. D. Dantz, C. Genzel, W. Reimers. *Analysis of Macro and Micro Residual Stresses in Functionally Graded Materials by Diffraction Methods*. Mat. Sci. For. **308-311** (1999), S. 829-836.
81. W. Reimers, et al. *The Use of High-Energy Synchrotron Diffraction for Residual Stress Analysis*. J. Mat. Sci. Let. **18** (1999), S. 581-583.
82. W. Reimers, et al. *Evaluation of Residual Stresses in the Bulk of Materials by High Energy Synchrotron Diffraction*. J. Nondestructive Evaluation **17** (1998), S. 129-140.
83. P. J. Withers, et al. *Residual Strain Measurement by Synchrotron Diffraction*. Mat. Sci. For. **404-407** (2002), S. 1-12.
84. A. Pyzalla. *Analyse stark plastisch verformter Werkstoffe mit Beugungsverfahren*. B 581. 2001. Habil HMI. S. 139.
85. A. M. Korsunsky, et al. *Fast Residual Stress Mapping Using Energy-Dispersive Synchrotron X-Ray Diffraction on Station 16.3 at the SRS*. J. Synchrotron Rad. **9** (2002), S. 77-81.
86. B. Buras, N. Niimura, J. Staun Olsen. *Optimum Resolution in X-Ray Energy-Dispersive Diffractometry*. J. Appl. Cryst. **11** (1978), S. 137-140.

87. A. J. C. Wilson. *Röntgenstrahl-Pulverdiffraktometrie*. N. V. Philips Gloeilampenfabrieken. Eindhoven 1965.
88. D. W. Aitken. *Recent Advances in X-Ray Detection Technology*. IEEE transactions on nuclear science **15** 3 (1968), S. 10-46.
89. T. Fukamachi, S. Hosoya, O. Terasaki. *The Precision of Interplanar Distances Measured by an Energy-Dispersive Diffractometer*. J. Appl. Cryst. **6** (1973), S. 117-122.
90. C. Stock, C. Genzel, W. Reimers. *Problems Related to Energy-Dispersive X-Ray Stress Analysis Performed in Reflexion Geometry*. Mat. Sci. For. **404-407** (2002), S. 13-18.
91. S. Haussühl. *Kristallstrukturbestimmung*. Physik Verlag. Weinheim 1979.
92. A. J. C. Wilson. *Note on the Aberrations of Fixed-Angle Energy-Dispersive Powder Diffractometer*. J. Appl. Cryst. **6** (1973), S. 230-237.
93. J. H. Hubbell, S. M. Seltzer. *Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients from 1 keV to 20 MeV for Elements $Z = 1$ to 92 and 48 Additional Substances of Dosimetric Interest*, in <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/cover.html>. 1999.
94. C. Genzel, M. Broda, D. Dantz, W. Reimers. *A Self-Consistent Method for the X-Ray Diffraction Analysis of Multiaxial Residual-Stress Fields in the Near-Surface Region of Polycrystalline Materials. II. Examples*. J. Appl. Cryst. **32** (1999), S. 779-787.
95. Landoldt-Börnstein. Vol. 11. Springer. Berlin New Series, Group III.
96. M. K. Miller, W. T. Guy. *Numerical Inversion of the Laplace Transform by Use of Jacoby Polynomials*. SIAM J. Numer. Anal. **3** (1966), S. 624-635.
97. I. J. D. Craig, A. M. Thompson. *Why Laplace Transforms are Difficult to Invert Numerically*. Computers in Physics **8** (1994), S. 648-654.
98. H. Behnken, V. Hauk. *Determination of Steep Stress Gradients by X-Ray Diffraction - Results of a Joint Investigation*. Mat. Sci. Eng. **A 300** (2000), S. 41-51.
99. C. Genzel. *persönliche Mitteilung*. 1999: Berlin.
100. W. Zinn. *Die Probe sowie die Ergebnisse der daran durchgeführten Abtragsmessungen wurden freundlicherweise von Herrn Dr. Zinn aus der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Dr. Scholtes der Universität Kassel für die zerstörungs-*

- freie, energiedispersive Untersuchung der Eigenspannungstiefenprofile im intermediären Bereich zur Verfügung gestellt.* 2002: Kassel.
101. K. F. Fischer, H.-G. Krane, W. H. W. Morgenroth. *A single-crystal X-Ray diffractometer for white synchrotron radiation with solid state detectors: energy dispersive Laue (EDL) instrument at HASYLAB.* Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. **A 369** (1996), S. 306-311.
 102. C. Genzel, A. Haase, W. Reimers. *A New Type of X-Ray Stress and Texture Diffractometer for the Analysis of Complex Near Surface Residual Stress Fields.* in ICRS-6. 2000. Oxford: IOM Communications S. 74-81.
 103. E. Welle. *Analyse von Eigenspannungszuständen in bearbeiteten keramischen Werkstoffen und gelöteten Metall-Keramik-Verbindungen.* in HMI 1995. Diss. TU-Berlin.
 104. C. Stock, C. Genzel, W. Reimers. *Residual Stress Analysis in the Intermediate Zone between Surface and Volume by Energy Dispersive X-Ray Diffraction - Problems and Attempts at their Solution.* in ICRS-6. 2000. Oxford: IOM Communications S. 727-734.
 105. C. Genzel, W. Reimers, O. Schwarz, J. Grosch. *Eigenspannungsentwicklung in einsetzgehärteten Stählen.* Härtereitech. Mitt. **50** (1995), S. 163-167.
 106. R. H. Fenn, A. M. Jones. *The Effect of Sample Position Determination of Triaxial Stress by X-Ray Diffraction.* J. Appl. Cryst. **21** (1988), S. 38-40.
 107. S. Spooner, X. D. Wang. *Diffraction Peak Displacement in Residual Stress Samples Due to Partial Burial of the Sampling Volume.* J. Appl. Cryst. **30** (1997), S. 449-455.
 108. X. D. Wang, S. Spooner, C. R. Hubbard. *Theory of the Peak Shift Anomaly due to Partial Burial of the Sampling Volume in Neutron Diffraction Residual Stress Measurements.* J. Appl. Cryst. **31** (1998), S. 52-59.
 109. X. D. Wang, C. R. Hubbard, S. Spooner, S. A. David. *Mapping of residual stress distribution in a brazed zirconia-iron joint.* Mat. Sci. Eng. **A 211** 1-2 (1996), S. 45-53.
 110. X. D. Wang. *Engineering Development of Neutron Strain Scanning.* 1993. Diss. University of Salford.
 111. P. J. Webster, G. B. M. Vaughan, G. Mills, W. P. Kang. *High Resolution Synchrotron Strain Scanning at BM16 at the ESRF.* Mat. Sci. For. **278-281** (1998), S. 323-328.

-
112. L. Pintschovius, *Macrostressses, microstressses and stress tensors*, in *Measurement of residual and applied stress using neutron diffraction*, M. T. Hutchings and A. D. Krawitz, Editors. 1992, Kluwer: Dordrecht. S. 115-130.
 113. R. Clausen, J. Stangenberg. *Roughness of Shot-Peened Surfaces - Definition and Measurement*. in *ICSP-7*. 1999. Warsaw S. 69-77.
 114. W. Zinn, B. Scholtes, R. Kopp, J. Schulz. *The influence of the velocity of a peening medium on the almen intensities and residual stress states of shot peened specimens*. in *ICSP-8*. 2002. Garmisch-Partenkirchen.