

Ingwer Asmus Denks

Entwicklung einer Methodik zur Erfassung
randschichtnaher Eigenspannungsverteilungen $\sigma(z)$
in polykristallinen Werkstoffen
mittels energiedispersiver Diffraktion

Die vorliegende Arbeit wurde vom Fachbereich Maschinenbau der Universität Kassel als Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.) angenommen.

Erster Gutachter: Prof. Dr.-Ing. B. Scholtes
Zweiter Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Ch. Genzel

Tag der mündlichen Prüfung

17. Juni 2008

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

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

Zugl.: Kassel, Univ., Diss. 2008

ISBN 978-3-89958-463-9

URN: urn:nbn:de:0002-4630

© 2008, kassel university press GmbH, Kassel
www.upress.uni-kassel.de

Druck und Verarbeitung: Unidruckerei der Universität Kassel
Printed in Germany

Vorwort des Verfassers

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Hahn-Meitner-Institut in Berlin in den Jahren 2003 - 2008. Meine zentralen Aufgaben bestanden darin, beim Commissioning des am Berliner Synchrotronspeicherring BESSY errichteten Materialforschungsmessplatzes "EDDI" mitzuwirken und darauf aufbauend, methodische Beiträge zur Weiterentwicklung der Spannungsmessverfahren mittels energiedispersiver Beugung zu leisten. Die dieser Arbeit zugrundeliegende Idee, ein Verfahren zu entwickeln, das im Vergleich zu den sogenannten LAPLACE-Methoden einen direkten Zugang zu den Eigenspannungsverteilungen im randschichtnahen Werkstoffbereich ermöglicht, ist ganz wesentlich auf das Zusammentreffen zweier Umstände zurückzuführen. So zeigte zum einen die Durchsicht der Literatur, dass bislang keine zufriedenstellende Lösungen vorlagen, die eine zerstörungsfreie, hochauflösende Ermittlung von Eigenspannungen im Ortsraum ermöglichen. Andererseits bot die EDDI-Beamline mit ihrem Energiebereich zwischen etwa 20 keV und 80 keV sehr gute Voraussetzungen für randschichtsensitive Analyseverfahren. Die im Laufe der Jahre hin und wieder auftretenden Schwierigkeiten bei vermeintlichen Routinemessungen gaben dabei den Anlass, einzelnen Faktoren nachzugehen, die sich später als wertvolle Verbesserungen der energiedispersiven Messtechnik herausstellten und ebenfalls in diese Arbeit Eingang gefunden haben.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Ch. Genzel für die Betreuung und Begutachtung dieser Arbeit sowie für die zahlreichen fachlichen Diskussionen und Anregungen, die auch oft weit über die vorliegende Arbeit hinausgingen.

Herrn Prof. Dr. B. Scholtes danke ich für das Interesse an der Arbeit, die Erstellung des Gutachtens und die Übernahme der Promotion am Institut für Werkstofftechnik der Universität Kassel.

Die Probenherstellung und die Abtragsmessungen erfolgten an der Universität Kassel, für die ich Herrn Dipl.-Ing. Thorsten Manns dankbar bin. Bei Problemen mit Mathematica stand mir Frau Dipl.-Ing. Manuela Klaus

zur Seite, Herr Dr. Jens Gibmeier unterstützte mich beim experimentellen Aufbau - beiden sei ebenfalls an dieser Stelle gedankt.

Elektronische und mechanische Arbeiten beim experimentellen Aufbau übernahmen Herr Guido Wagener und Herr Klaus Effland, denen ich an dieser Stelle ebenfalls meinen Dank aussprechen möchte.

Mein herzlicher Dank gilt Romy Marschall, die mit bewundernswerter Geduld die vielen Überstunden akzeptierte und mir bei der kritischen Durchsicht des Manuskripts zur Seite stand.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sei für die finanzielle Unterstützung schließlich ebenfalls gedankt.

Berlin, im März 2008

Ingwer A. Denks

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielsetzung	1
2	Stand der Erkenntnisse	4
2.1	Grundlagen der röntgenographischen Eigenspannungsanalyse (RSA)	4
2.1.1	Definition und Einteilung von Eigenspannungen	4
2.1.2	Gleichgewichts- und Randbedingungen	7
2.1.3	Grundgleichung der RSA für quasiisotrope vielkristalline Werkstoffe	9
2.2	Diffraktometrische Methoden zur Analyse von Spannungsgradienten senkrecht zur Oberfläche	15
2.2.1	Einteilung der Methoden	15
2.2.2	Tiefenabhängigkeit röntgenographisch ermittelter Größen in Reflexionsgeometrie ohne strahlbegrenzende Optiken	17
2.2.3	LAPLACE-Methoden zur Bestimmung randschichtnaher Eigenspannungsgradienten $\sigma(\tau)$	20
2.2.4	Möglichkeiten zur Übertragung der LAPLACE-Verteilungen $\sigma(\tau)$ in den Ortsraum	24
2.2.5	Eigenschaften der Ortsraummethoden zur Bestimmung langreichweitiger Eigenspannungsgradienten $\sigma(z)$. . .	28
2.2.6	Strain-Scanning-Verfahren	32
2.2.7	Schlussfolgerungen	42
3	Grundlegende Untersuchungen zur energiedispersiven RSA	46
3.1	Motivation	46
3.2	Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild . . .	48
3.2.1	Wirkungsweise des ED Germanium-Detektors	48
3.2.2	Zusammenhang zwischen Detektorelektronik und der Impulsverarbeitung	51
3.2.3	Mögliche Ursachen der Energielagenverschiebung und Folgerungen für die experimentelle Untersuchung . . .	55
3.2.4	Experimenteller Aufbau und Vorgehensweise	61

3.2.5	Quantifizierung der Detektorauflösung und der Energielagenverschiebungen	65
3.3	Bedeutung der Detektoreigenschaften für die RSA	70
3.3.1	Anwendung der Korrekturfunktion	70
3.3.2	Schlussfolgerungen	79
4	Entwicklung des Stress-Scanning-Verfahrens	81
4.1	EDDI-Beamline am BESSY II	81
4.2	Messprinzip	85
4.3	Experimentelle Umsetzung	88
4.4	Simulation des Eintauchvorgangs der Probe in das Volumenelement	94
4.4.1	Einleitung	94
4.4.2	Mathematische Beschreibung	96
4.4.3	Ergebnisse	101
5	Experimentelle Ergebnisse und Diskussion	111
5.1	Messbedingungen der angewendeten Verfahren	111
5.1.1	Stress-Scanning-Verfahren	111
5.1.2	Komplementäre Verfahren der RSA zur Verifizierung der Ergebnisse	114
5.2	Anwendung des Stress-Scanning-Verfahrens auf eine Stahlprobe mit langreichweitigem Spannungsgradienten	120
5.2.1	Probenbeschreibung	120
5.2.2	Ergebnisse und Diskussion	121
5.3	Anwendung des Stress-Scanning-Verfahrens auf Multilagenschichtsysteme	131
5.3.1	Probenbeschreibung	131
5.3.2	Ergebnisse und Diskussion	133
6	Zusammenfassung und Ausblick	141
	Verzeichnis der wichtigsten Symbole und Abkürzungen	145
	Literaturverzeichnis	148

1 Einleitung und Zielsetzung

Entscheidende Bauteileigenschaften wie Festigkeit, Dauerschwingfestigkeit und Korrosionsverhalten werden wesentlich durch Eigenspannungsverteilung im Randschichtbereich sowie im Werkstoffinneren bestimmt. Dabei kann sich der Einfluss von Eigenspannungen sowohl negativ als auch positiv auswirken. Beispielsweise führen Druckeigenspannungen im Randschichtbereich von Bauteilen zu einer Erhöhung der Schwingfestigkeit und damit der Lebensdauer, während Zugeigenspannungen die Festigkeit herabsetzen, Rissbildung begünstigen und folglich versagenskritisch wirken.

Eigenspannungen sind als eine grundsätzliche Begleiterscheinung bei Herstellungs- und Bearbeitungsprozessen zu verstehen. Ein aus technischer Sicht diesbezüglich interessantes Gebiet ist die Oberflächenbearbeitung [1]. Durch Kugelstrahlen und Schleifen lassen sich beispielsweise hohe Druckeigenspannungen mit ausgeprägten Tiefengradienten in den oberflächennahen Bereich einbringen, die einen erheblichen Einfluss auf die mechanische Bauteilbeschaffenheit ausüben. Daraus ergibt sich einerseits die Möglichkeit, Eigenspannungen im Sinne eines „Stress Engineering“-Prozesses gezielt einzustellen, um definierte Werkstoffeigenschaften zu erzielen und andererseits die Notwendigkeit sie hinsichtlich Betrag und Verteilung zu analysieren.

Da die Simulation von Eigenspannungsverteilungen aufgrund der komplexen mathematischen Bedingungen und mangelnder Verfügbarkeit mechanischer Kennwerte oftmals schwierig ist, kommt dem experimentellen Nachweis eine besondere Bedeutung zu.

Unter den experimentellen Methoden nimmt die diffraktometrische Spannungsanalyse eine Schlüsselposition ein. Erstens erlaubt sie durch die Zerstörungsfreiheit weiterführende Untersuchungen an denselben Proben. Zweitens trägt sie durch Trennbarkeit von Mikro- und Makrospannungen der Mehrphasigkeit vieler Werkstoffe Rechnung, indem sie phasenselektive Ergebnisse liefert. Drittens ermöglicht sie wegen der hohen Ortsauflösung die Abbildung steiler Gradienten.

Die große Anzahl an diffraktometrischen Methoden [2, 3], die unter Einsatz von Röntgen-, Synchrotron- und Neutronenstrahlung für die Lösung verschiedener Fragestellungen bis heute entwickelt wurden, zeigt, dass

es sich bezüglich der tiefenauflösenden Verfahren als zweckmäßig erwiesen hat, unabhängig von der Strahlungsart eine Einteilung in sogenannte „LAPLACE“- und „Ortsraum“-verfahren vorzunehmen.

Die LAPLACE-Methoden erlauben die Erfassung oberflächennaher Eigenspannungsverteilungen mit einer hohen Auflösung. Die „natürliche“ Tiefenauflösung τ resultiert in diesem Fall aus der exponentiellen Strahlschwächung aufgrund der Probenabsorption in der Reflexionsanordnung. Diese bewirkt die unterschiedliche Wichtung einzelner Subschichten parallel zur Oberfläche, in die man sich das Material zerlegt denken kann. So lassen sich mit herkömmlichen Röntgenquellen üblicherweise Eindringtiefen von einigen zehn Mikrometern und mittels hochenergetischer Synchrotronstrahlung von einigen hundert Mikrometern erzielen.

Die mit den LAPLACE-Methoden erhaltenen Ergebnisse gestatten zunächst nur eine vergleichende Bewertung der Eigenspannungen $\sigma(\tau)$ in ähnlichen Proben bezüglich des LAPLACE-Raumes. In vielen Fällen zielen die Fragestellungen der Ingenieure aber auf die Eigenspannungsverteilungen $\sigma(z)$ im Ortsraum ab. Die bisherige Vorgehensweise, aus den bestimmten LAPLACE-Verteilungen die Ortsraumverteilungen zu berechnen, indem die experimentell ermittelten Datenpunkte durch geeignete Funktionen angepasst und anschließend durch inverse LAPLACE-Transformation (ILT) in den Ortsraum überführt werden, ist aufgrund der Streuungen der Daten mit Unsicherheiten behaftet und führt oftmals zu instabilen Lösungen.

Die Ortsraummethoden hingegen liefern bei Nutzung von Sonden hoher Eindringtiefe, wie Neutronen- oder Synchrotronstrahlung, Dehnungsverteilungen $\epsilon(z)$ im Werkstoffvolumen. Dabei werden die Messvolumina durch ortsfeste Blenden im primären und sekundären Strahlengang begrenzt und die Probe relativ zum Volumenelement (VE) unter verschiedenen Orientierungen translatiert („Strain-Scanning“). Die Form und Ausdehnung des VE bestimmt die Ortsauflösung, die bei Neutronen im Bereich von Millimetern liegt und im Falle von Synchrotronstrahlung einige hundert Mikrometer beträgt. Randschichtnahe Bereiche können nur durch sukzessives Eintauchen des VE („Through-Surface-Strain-Scanning“) erschlossen werden. Da dieses Vorgehen mit einer Vielzahl von experimentell bedingten Korrekturfaktoren verbunden ist, kann es nur begrenzt verwendet werden. Hinzu kommt,

dass die Berechnung der Spannungen $\sigma(z)$ aus den experimentell zugänglichen Dehnungsverläufen $\epsilon(z)$ an eine Reihe einschränkender Voraussetzungen hinsichtlich des Spannungszustandes - beispielsweise Rotationssymmetrie - gebunden ist.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines neuartigen Verfahrens zur selbstkonsistenten Ermittlung randschichtnaher Eigenspannungsverteilungen $\sigma(z)$ im Ortsraum im Sinne eines „Stress-Scanning“. Zum einen sollen gemäß Abbildung 1.1 erstmalig gleiche Tiefenbereiche mit LAPLACE- und mit Ortsraummethode zerstörungsfrei analysiert werden, um so einen experimentellen Zugang zur Problematik der ILT zu gewinnen. Als Ergebnis soll die Verzahnung von LAPLACE- und Ortsraummethoden die Möglichkeit einer zerstörungsfreien Eigenspannungsanalyse über einen weiten Tiefenbereich ermöglichen. Zum anderen soll das Verfahren auf Werkstoffsysteme angewendet werden, die durch andere Verfahren nicht untersucht werden können, wie beispielsweise mehrlagige Schichtsysteme.

Die Arbeit beginnt mit einem Überblick über die Zusammenhänge bei der Ermittlung von Eigenspannungen und Eigenspannungsverteilungen in Kap. 2. In die dargestellte Klassifizierung der bestehenden Methoden wird im nächsten Schritt das zu entwickelnde Verfahren eingeordnet.

Die im Vergleich zu den etablierten, d.h. auf winkeldispersiver Diffraktion basierenden Verfahren, noch wenig eingesetzte Methode der energiedispersiven Beugung erforderte grundlegende Untersuchungen zu den Detektoreigenschaften, die in Kap. 3 ausgeführt sind. Anhand von LAPLACE- sowie Ortsraummessungen wird verdeutlicht, dass das Einbeziehen der Detektoreigenschaften in die Auswertung der RSA einen signifikanten Qualitätsgewinn bedeutet. Der Grundgedanke und die auf Simulationsrechnungen basierende experimentelle Umsetzung des Verfahrens werden in Kap. 4 beschrieben. Die Bewertung der Ergebnisse im LAPLACE- und Ortsraum mit Hilfe komplementärer Abtragsmessungen [4] wird in Kap. 5 vorgenommen und es werden offene Fragestellungen hinsichtlich der analytischen ILT diskutiert. Abschließend werden anhand von Messungen an Viellagenschichtsystemen die besonderen Vorzüge und Einsatzmöglichkeiten des entwickelten Verfah-

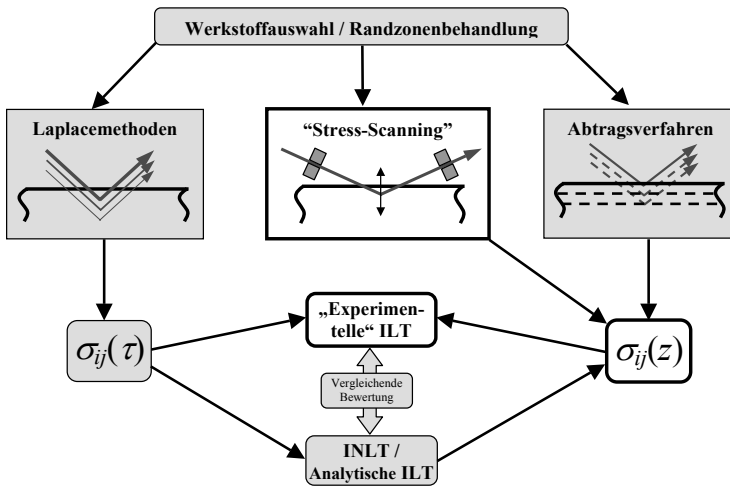


Abbildung 1.1: Vorgehensweise bei der Entwicklung des Messverfahrens zur Analyse von Eigenspannungsverteilungen in der Randzone vielkristalliner Werkstoffe (I(N)LT - Inverse (Numerische) LAPLACE-Transformation).

rens verdeutlicht.

2 Stand der Erkenntnisse

2.1 Grundlagen der röntgenographischen Eigenspannungsanalyse (RSA)

2.1.1 Definition und Einteilung von Eigenspannungen

Mechanische Spannungen von Bauteilen lassen sich in Last- und Eigenspannungen unterteilen. Lastspannungen werden durch äußere Kräfte verursacht, während Eigenspannungen als diejenigen Spannungen zu verstehen sind, die in einem abgeschlossenen System vorliegen, auf das keine äußeren Kräfte

und Momente einwirken [5]. Demnach befinden sich die mit den Eigenspannungen verbundenen Kräfte und Momente im mechanischen Gleichgewicht.

Eigenspannungen lassen sich nach verschiedenen Kriterien klassifizieren. Führt man die Entstehungsursachen aus werkstoffwissenschaftlicher Sicht an, so erweist sich eine Einteilung in thermische Eigenspannungen, Umwandlungseigenspannungen, Biegeeigenspannungen usw. als sinnvoll [6]. Aus technologischer Sicht lassen sich die Eigenspannungen nach der Ursache beispielsweise als Bearbeitungs-, Füge- und Wärmebehandlungseigenspannungen einteilen [1].

Aus Sicht der röntgenographischen Messtechnik zweckmäßiger ist die Definition nach der Reichweite [5]. Demnach werden Eigenspannungen, die über größere Werkstoffbereiche (viele Körner) homogen sind, als *Eigenspannungen I. Art* bezeichnet. Davon abweichende Eigenspannungen, die über kleinere Werkstoffbereiche (ein Korn oder Kornbereiche) nahezu homogen verteilt vorliegen, werden als *Eigenspannungen II. Art* bezeichnet. *Eigenspannungen III. Art* erstrecken sich als die Abweichungen von den ES II. Art über kleinste Werkstoffbereiche (Atomabstände). Ein Eingriff in das Kräfte- und Momentengleichgewicht führt bei ES I. Art stets zu makroskopischen Formänderungen, im Falle der ES II. Art kann es zu solchen Formänderungen kommen und bei ES III. Art sind makroskopische Formänderungen ausgeschlossen. Die Eigenspannung $\sigma(x,y,z)$ an einem beliebigen Punkt ergibt sich aus der Summe der Einzelbeiträge.

Da die Definitionen der Eigenspannungen I., II. und III. Art zunächst keine getrennte Betrachtung der Phasen beinhalten, wurde in Hinblick auf die Phasenselektivität der röntgenographischen Eigenspannungsanalyse eine Erweiterung des Eigenspannungsbegriffs vorgenommen [7]. Die phasenspezifischen Mittelwerte $\langle \sigma^{II} \rangle^\alpha$ und $\langle \sigma^{III} \rangle^\alpha$ (Abb. 2.1) werden herangezogen, um die *phasenhomogenen Eigenspannungen* $\langle \sigma \rangle^\alpha$ zu definieren [2]:

$$\langle \sigma \rangle^\alpha = \sigma^I + \langle \sigma^{II} \rangle^\alpha + \langle \sigma^{III} \rangle^\alpha. \quad (2.1)$$

Die *phasenspezifischen mittleren Eigenspannungen II. Art* $\langle \sigma^{II} \rangle^\alpha$ können als Maß für die gegenseitige Verspannung der einzelnen Phasenbestandteile betrachtet werden, die auf deren unterschiedliche thermische und mechanische Eigenschaften zurückgehen. Sie kompensieren sich gemäß ihrer

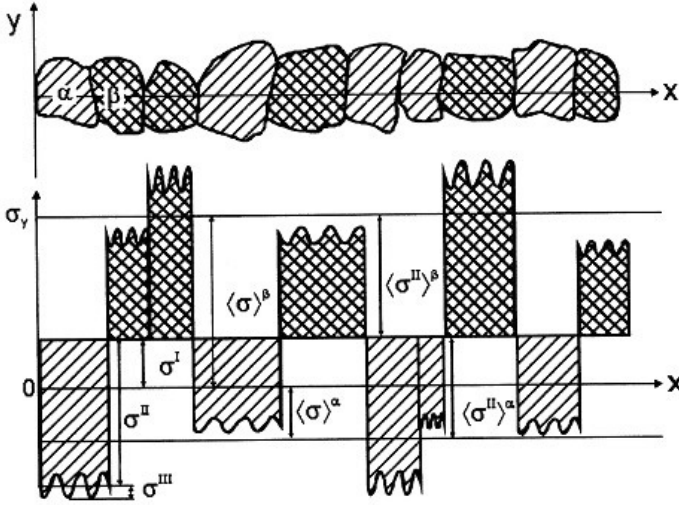


Abbildung 2.1: Zur Definition von Eigenspannungen in mehrphasigen Werkstoffen nach [7].

Volumenanteile f_α über alle Phasen α :

$$\sum_{\alpha=1}^N f_\alpha \langle \sigma^{II} \rangle^\alpha = 0. \quad (2.2)$$

Definitionsgemäß summieren sich die phasenhomogenen Eigenspannungen zur Eigenspannung I. Art [8]:

$$\sum_{\alpha=1}^N f_\alpha \langle \sigma \rangle^\alpha = \sigma^I. \quad (2.3)$$

Im angelsächsischen Sprachgebrauch ist die Unterscheidung der Eigenspannungen nach *Makro*-, *Mikro*- und *Pseudo-Makro*eigenspannungen (PM) üblich (macro/micro stresses, pseudo macro stresses [9]). Im Sinne der eingeführten Definitionen lassen sich folgende Zuordnungen treffen [5]:

$$\sigma^{Makro} = \sigma^I , \quad (2.4)$$

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

$$\sigma^{PM,\alpha} = \langle \sigma \rangle^\alpha . \quad (2.6)$$

Die Nachweismöglichkeit von Eigenspannungen auf den verschiedenen Längenskalen ist von der Strahlung bzw. Sonde abhängig. Mittels konventioneller Röntgendiffraktometrie, Hochenergiesynchrotronstrahlung oder Neutronenbeugung lassen sich bei einphasigen Stoffen Eigenspannungen I. Art σ^I und bei mehrphasigen Stoffen phasenhomogene Eigenspannungen $\langle \sigma \rangle^\alpha$ bestimmen.

2.1.2 Gleichgewichts- und Randbedingungen

Aus Gründen des makroskopischen Gleichgewichts müssen in einem abgeschlossenen System, auf das keine äußeren Kräfte und Momente wirken, die resultierenden Kräfte und Momente bezüglich jeder Querschnittsfläche A mit dem Flächenvektor \mathbf{A} bzw. bezüglich jeder Achse durch den gesamten Körper verschwinden. Es gilt

$$\int_A \sigma_{ij} d\mathbf{A} = 0 \quad (2.7)$$

und

$$\int_A \vec{M}_{ij} d\mathbf{A} = \int_A \vec{r}_i \times \vec{\sigma}_j d\mathbf{A} = 0 . \quad (2.8)$$

Die kontinuumsmechanischen Gleichgewichts- und Randbedingungen der Eigenspannungen auf Mikro- und Makroebene werden in der linearen Elastizitätstheorie [10] formuliert. Ausgangspunkt ist die mathematische Bedingung, dass Eigenspannungen definitionsgemäß quellfrei sind, d.h. die Divergenz des Spannungstensors in jedem Punkt des Körpers null sein muss ($\text{div} \sigma = 0$). Daraus ergeben sich die differentiellen *Gleichgewichtsbedingungen*:

$$\frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{13}}{\partial z} = 0 , \quad (2.9a)$$

$$\frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{22}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{23}}{\partial z} = 0 , \quad (2.9b)$$

$$\frac{\partial \sigma_{13}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{23}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{33}}{\partial z} = 0 . \quad (2.9c)$$

Neben den Gleichgewichtsbedingungen können differentielle *Randbedingungen* für die freie Oberfläche formuliert werden. Da keine Kraftkomponente an der Oberfläche aus dem Körper heraus wirkt, gilt für eine beliebige Spannungskomponente σ_{ij} ($i, j = 1, 2, 3$):

$$\sum_{j=1}^3 \sigma_{ij} n_j = 0 \quad (i = 1, 2, 3) \quad (2.10)$$

wobei n_i ($i, j = 1, 2, 3$) die Komponenten des äußeren Normaleneinheitsvektors \mathbf{n} bezeichnen. Aus den Gleichungen 2.9 und 2.10 lassen sich wichtige Schlussfolgerungen für den Spannungszustand ableiten. Zunächst ist zu bemerken, dass Eigenspannungen in einem abgeschlossenen System prinzipiell als *Gradienten* auftreten, deren Ausprägungen von der Vorgeschichte des Werkstoffs abhängen. Die Eigenspannungsfelder im oberflächennahen Bereich können eine komplexe Form annehmen, wobei zwischen ein- und mehrphasigen Werkstoffen unterschieden werden muss. Geht man von einem probenfesten Bezugskordinatensystem aus, dessen x-y-Ebene mit der als eben angenommenen Probenoberfläche zusammenfällt, lässt sich aus den elastizitätstheoretischen Bedingungen schlussfolgern, dass an jedem Punkt der freien Oberfläche ($z = 0$)

- die Komponenten σ_{i3} ($i = 1, 2, 3$) verschwinden müssen und
- die Ableitung der Normalspannung senkrecht zur Oberfläche $\sigma_{33,3}$ null sein muss.

Unterhalb der Oberfläche ($z \neq 0$) liegt ein dreiachsiger inhomogener Eigenspannungszustand vor, für den ausschließlich das Gleichungssystem 2.9 gilt. In Bezug auf den möglichen Eigenspannungszustand lassen sich zwei Fälle unterscheiden:

1. Im betrachteten Oberflächenbereich liegen *keine* signifikanten Gradienten der oberflächenparallelen Spannungskomponenten σ_{ij}^I ($i, j = 1, 2$) in x-, bzw. y-Richtung vor. Die Ableitungen der Scherkomponenten σ_{13} und σ_{23} nach z verschwinden auf makroskopischer Ebene, d.h. es dürfen keine Eigenspannungen I. Art σ_{i3}^I ($i = 1, 2, 3$) in z-Richtung auftreten. In mehrphasigen Gefügen können sich Pseudomakroeigenspannungen ausbilden, die sich jedoch in jeder Tiefe gemäß Gleichung 2.3 zwischen den Phasen kompensieren müssen.
2. Es treten Gradienten der Komponenten σ_{ij}^I ($i, j = 1, 2$) in x-, bzw. y-Richtung auf, mit denen Makroeigenspannungen σ_{i3}^I ($i = 1, 2, 3$) verbunden sind. Entsprechende Gradienten treten beispielsweise in der Nähe von Kanten und makroskopischen Oberflächeninhomogenitäten auf, so dass dort mit besonders komplexen Eigenspannungsverhältnissen zu rechnen ist.

Im Falle mehrphasiger Gefüge können sich unter der unmittelbaren Oberfläche pseudomakroskopische Eigenspannungsgradienten $\langle \sigma_{i3} \rangle^\alpha$ ausbilden, wenn unterschiedliche phasenhomogene Eigenspannungen $\langle \sigma_{ii}^{II} \rangle^\alpha$ ($i = 1, 2$) in x- und y-Richtung vorliegen. Der Übergangsbereich, in dem der zweiachsige Eigenspannungszustand mit $\sigma_{i3} = 0$ für jede Phase an der freien Oberfläche $z = 0$ zu einem dreiachsigen Zustand mit $\sigma_{i3} \neq 0$ übergeht, muss in der röntgenographischen RSA entsprechende Berücksichtigung finden [8, 11]. In [12] wird gezeigt, dass die Dreiaxsigkeit immer dann signifikanten Einfluss auf die Messergebnisse zeigt, wenn die periodisch angenommenen Verteilungen von $\langle \sigma_{ii}^{II} \rangle^\alpha$ ($i = 1, 2$) entlang von x bzw. y eine kleinere Wellenlänge aufweisen als der Betrag der Eindringtiefe der zur Messung benutzten Röntgenstrahlung ist.

2.1.3 Grundgleichung der RSA für quasiisotrope vielkristalline Werkstoffe

Die röntgenographische Analyse von elastischen Spannungen wird in einer Vielzahl von Lehrbüchern ausführlich beschrieben, z.B. [2, 3, 9]. Das Prinzip besteht in der Berechnung von Spannungen aus den experimentell

ermittelten richtungsabhängigen Dehnungen mittels des HOOKEschen Gesetzes. Dazu werden die Dehnungen aus den Netzebenenabständen $d(hkl)$ ermittelt, die im winkeldispersiven Beugungsversuch aus dem Glanz- bzw. BRAGGwinkel θ gemäß der BRAGGschen Gleichung

$$d(hkl) = \frac{n\lambda}{2} \cdot \frac{1}{\sin \theta} \quad (2.11)$$

bestimmt werden (n = Beugungsordnung der Interferenz, λ = Wellenlänge der Strahlung, hkl = MILLER-Indizes). Im energiedispersiven Modus lassen sich analog zu Gleichung 2.11 die Netzebenenabstände bei einem gewählten Beugungswinkel θ' aus der Energieposition $E(hkl)$ gemäß

$$d(hkl) = \frac{hc}{2 \sin \theta'} \cdot \frac{1}{E(hkl)} \quad (2.12)$$

mit $E = h\nu = h\frac{c}{\lambda}$ (h = PLANCKsche Konstante, ν = Frequenz, c = Lichtgeschwindigkeit) bestimmen¹.

Die Gitterdehnungen $\epsilon_{\varphi\psi}(hkl)$ in einer Messrichtung (definiert durch den Azimuthwinkel ϕ und den Neigungswinkel ψ) bezüglich eines vorgegebenen Probensystems $\{\mathbf{P}\}$ berechnet sich bei Kenntnis des dehnungsfreien Gitterparameters $d_0(hkl)$ aus

$$\epsilon_{\varphi\psi}(hkl) = \frac{d_{\varphi\psi}(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)}. \quad (2.13)$$

Die ermittelten Gitterdehnungen und die zu berechnenden Spannungen werden durch Tensoren beschrieben. Dabei wird der Zusammenhang zwischen der in einer Messrichtung L_3 innerhalb eines laborfesten Koordinaten-

¹Bei der winkeldispersiven Beugung beschreibt der Glanzwinkel θ den physikalisch definierten Winkel unter dem es bei einer gegebenen Wellenlänge λ bezüglich einer Gitterebene hkl zur konstruktiven Interferenz kommt. Im energiedispersiven Fall ist es umgekehrt: Bei einem gegebenen, aber prinzipiell frei wählbaren Beugungswinkel θ' tritt bei physikalisch bestimmten diskreten Energien $E(hkl)$ konstruktive Interferenz auf. Da in vielen Fällen, insbesondere bei beugungsgeometrischen Überlegungen, keine Unterscheidung bezüglich θ und θ' notwendig ist, wird im weiteren Verlauf an gegebenen Stellen zwar vom BRAGG- bzw. Glanzwinkel auf der einen Seite und vom Beugungswinkel auf der anderen Seite gesprochen aber die einheitliche Bezeichnung θ genutzt.

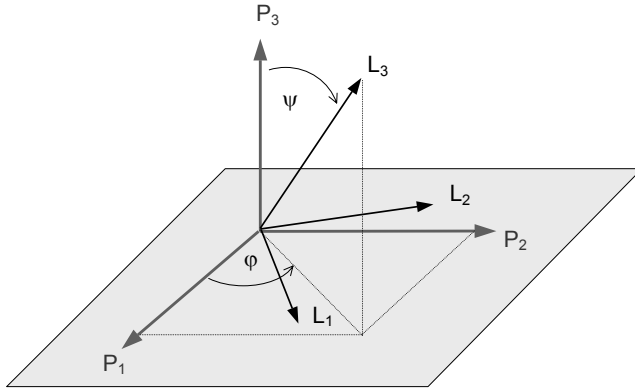


Abbildung 2.2: Festlegung von Probensystem P_3 und Laborsystem L in der RSA. L_3 bezeichnet die Messrichtung.

systems $\{\mathbf{L}\}$ (Laborsystem) bestimmten Dehnung ϵ_{33}^L und dem Probenkoordinatensystem $\{\mathbf{P}\}$ mittels einer Transformationsmatrix hergestellt (Abbildung 2.2). Die Verknüpfung der Gitterdehnungen mit den zugehörigen Spannungen in einem isotropen Körper erfolgt dann durch das HOOKEsche Gesetz. Den gesuchten Zusammenhang zwischen den experimentell bestimmten Gitterdehnungen $\epsilon_{\phi\psi}$ und den Komponenten des Spannungstensors im Probensystem σ_{ij}^P beschreibt die *Grundgleichung der RSA*:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\phi\psi}(hkl) = & \left(\frac{1+\nu}{E} \right)_{hkl} \left[(\sigma_{11}^P \cos^2 \varphi + \sigma_{22}^P \sin^2 \varphi + \sigma_{12}^P \sin 2\varphi) \sin^2 \psi \right. \\ & \left. + (\sigma_{13}^P \cos \varphi + \sigma_{23}^P \sin \varphi) \sin 2\psi + \sigma_{33}^P \cos^2 \psi \right] \\ & + \left(-\frac{\nu}{E} \right)_{hkl} (\sigma_{11}^P + \sigma_{22}^P + \sigma_{33}^P) \end{aligned} \quad (2.14)$$

(E = Elastizitätsmodul und ν = Querkontraktionszahl)². Im Gegensatz zu

²Auf den Index P zur Kennzeichnung des Probensystems wird im weiteren verzichtet,

mechanischen Verfahren muss dem zumeist anisotropen Verhalten der Kristallite im vielkristallinen Werkstoff Rechnung getragen werden. Abhängig von den zur Beugung beitragenden Kristalliten werden die richtungsabhängigen elastischen Konstanten E_{hkl} und ν_{hkl} verwendet. Abkürzend werden die diffraktionselastischen Konstanten (DEK)

$$s_1(hkl) = \left(-\frac{\nu}{E}\right)_{hkl} \quad \text{und} \quad \frac{1}{2}s_2(hkl) = \left(\frac{1+\nu}{E}\right)_{hkl} \quad (2.15)$$

eingeführt. Die DEK lassen sich im Zug- oder Biegeversuch ermitteln [13, 14] oder aus den Einkristallkonstanten berechnen. Dabei kommen Modelle nach Voigt [15], Reuss [16] und Eshelby/Kröner [17, 18] zur Anwendung, die auf unterschiedlichen Annahmen zur Kristallitkopplung im vielkristallinen Verbund beruhen.

Im Prinzip kann der Dehnungstensor durch Messung in sechs wechselseitig nicht koplanaren Richtungen nach Gl. 2.14 bestimmt und mittels HOOKEschen Gesetzes der Spannungstensor berechnet werden. Allerdings erfordert diese Vorgehensweise die genaue Kenntnis der spannungsfreien Ebenenabstände d_0 zur Berechnung der Dehnungen, und sie ist wie alle Verfahren der dreiachsigen Spannungsanalyse gegenüber Messfehlern anfällig.

In der Praxis wird daher ein Verfahren genutzt, bei dem eine schrittweise Kippung der Probe um ψ bei unterschiedlichen, konstanten Probendrehungen φ erfolgt. Bezeichnet man die Richtungen $(\varphi+180^\circ, \psi)$ als $(\varphi, -\psi)$, so lassen sich die Kombinationen

$$d^+ = \frac{d(\varphi, \psi) + d(\varphi, -\psi)}{2} \quad \text{und} \quad d^- = \frac{d(\varphi, \psi) - d(\varphi, -\psi)}{2} \quad (2.16)$$

bilden. Dabei hängt nach Gl. 2.14 die Größe d^+ linear von $\sin^2 \psi$ und d^- linear von $\sin 2\psi$ ab, so dass bei entsprechender Auftragung die Spannungskomponenten den Steigungen und Achsenabschnitten entnommen werden

wenn Verwechslungen auszuschließen sind.

können [19, 20]:

$$\sigma_{11} - \sigma_{33} = \frac{1}{d_0} \frac{1}{1/2s_2} \frac{\partial d^+(\varphi = 0^\circ, \psi)}{\partial \sin^2 \psi}, \quad (2.17a)$$

$$\sigma_{22} - \sigma_{33} = \frac{1}{d_0} \frac{1}{1/2s_2} \frac{\partial d^+(\varphi = 90^\circ, \psi)}{\partial \sin^2 \psi},$$

$$\sigma_{13} = \frac{1}{d_0} \frac{1}{1/2s_2} \frac{\partial d^-(\varphi = 0^\circ, \psi)}{\partial \sin 2\psi}, \quad (2.17b)$$

$$\sigma_{23} = \frac{1}{d_0} \frac{1}{1/2s_2} \frac{\partial d^-(\varphi = 90^\circ, \psi)}{\partial \sin 2\psi}.$$

Unter der Annahme, dass σ_{33} innerhalb der Messtiefe zu vernachlässigen ist, ergeben sich die anderen Hauptspannungen aus den Gleichungen 2.17a. Bei der Bestimmung der Spannungskomponenten kann der Wert für d_0 aus Tabellenwerken entnommen oder aus den Messdaten als Mittelwert bestimmt werden, da die Spannungswerte bei der Berechnung unempfindlicher gegenüber Fehlern in d_0 sind.³ Im Falle eines zweiachsigen Spannungszustandes ($\sigma_{33} = 0$) kann d_0 zusätzlich in der dehnungsfreien Richtung ψ^* gemäß

$$\sin^2 \psi^* = \frac{-s_1(hkl)}{1/2s_2(hkl)} \left(\frac{\sigma_{22}}{\sigma_{11}} + 1 \right) \quad (2.18)$$

unter $\varphi = 0$ bestimmt werden. Die Auswertung des vollständigen Spannungstensors wird als DÖLLE-HAUK-Methode [20] bezeichnet, während die Auswertung der Spannungskomponenten, die durch Auftragung über $\sin^2 \psi$ gewonnen werden (Gl. 2.17a), als $\sin^2 \psi$ -Verfahren bekannt ist [19].

³Dies lässt sich durch Reihenentwicklung von Gl. 2.17 zeigen. Sei m der Anstieg der $d_{\varphi\psi} \sin^2 \psi$ -Geraden, dann ist nach [21]

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

Ein mit einem Fehler Δd_0 behaftetes d_0 führt also lediglich zu einer Verschiebung der Verläufe entlang der Ordinatenachse $d_{\varphi\psi}$, der Anstieg ändert sich hingegen kaum.

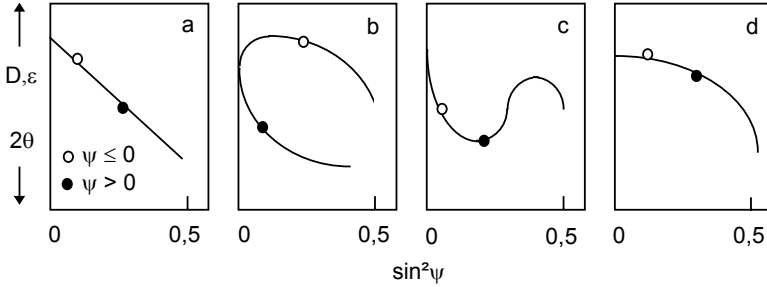


Abbildung 2.3: Mögliche Gitterdehnungsverteilungen bei der Auftragung über $\sin^2\psi$ nach [22]: (a) linear, (b) ψ -Aufspaltung als Folge von Scherspannungskomponenten, (c) Oszillationen in Folge von Textur (elastische Anisotropie) und vorangegangener plastischer Verformung, (d) Krümmungen durch signifikante Spannungsgradienten innerhalb der Messtiefe

Das $\sin^2\psi$ -Verfahren ist an bestimmte Voraussetzungen in Bezug auf den oberflächennahen Werkstoffzustand gebunden. Wie in Abb. 2.3 dargestellt, sind lineare $d_{\varphi\psi}(\text{hkl})$ - $\sin^2\psi$ -Verteilungen nur dann zu beobachten, wenn weder Textur noch plastische Deformation vorliegen, die sich beide in oszillierenden Gitterdehnungsverteilungen äußern. Scherspannungskomponenten und Spannungsgradienten innerhalb der Messtiefe führen ebenfalls zu Nichtlinearitäten der Verläufe in Form von Aufspaltungen der ψ -Äste bzw. gekrümmten $\sin^2\psi$ -Verteilungen. Folglich müssen bei der Bestimmung der hier interessierenden Spannungsgradienten andere Methoden angewendet werden, die der Tiefenabhängigkeit der röntgenographisch ermittelten Größen Rechnung tragen.

2.2 Diffraktometrische Methoden zur Analyse von Spannungsgradienten senkrecht zur Oberfläche

2.2.1 Einteilung der Methoden

Es gibt eine Vielzahl von zerstörungsfreien diffraktometrischen Verfahren, die die Bestimmung von Spannungs- bzw. Dehnungsgradienten senkrecht zur Oberfläche ermöglichen. Um einen Überblick zu gewinnen und die in dieser Arbeit vorgestellte neue Methode gegenüber existierenden Verfahren einzuordnen, ist zunächst eine Einteilung nach der Informationstiefe sinnvoll (Abb. 2.4). Da die Informationstiefen prinzipiell von einer Reihe von Parametern wie Strahlungsart, Probe und Messparameter abhängen, orientiert sich die Darstellung an Stahl als Probenmaterial unter Berücksichtigung üblicher experimenteller Bedingungen.

Die Variation der Informationstiefe erfolgt in der klassischen Eigenspannungsanalyse durch Berücksichtigung der Strahlgeometrie auf die effektive Strahleindringtiefe $\langle z \rangle$ (vgl. Gleichung 2.22). Unter streifendem Einfall können so minimale Eindringtiefen von einigen zehn Nanometern erreicht werden. Die maximale Eindringtiefe wird durch die Targetmaterialien der verwendeten Röntgenröhren bestimmt. So wird, abhängig von Werkstoff und geometrischen Verhältnissen, ein Tiefenbereich bis zu einigen Mikrometern erfasst (z.B. [7, 23]).

Deutlich aufwendiger als die Labormessungen sind Experimente mit monochromatischer Synchrotronstrahlung. Die Vorteile bestehen in einem um mehrere Größenordnungen höheren Fluss, der kürzere Messzeiten ermöglicht, sowie einer Durchstimbarkeit der Wellenlängen. Wendet man die im Labor üblichen Beugungsmethoden in Reflexionsanordnung an, werden bei Energien bis zu einigen 10 keV Tiefenbereiche von bis zu einigen zehn Mikrometern erfasst (z.B.[24]).

Höhere Energien sind im energiedispersiven Experiment nutzbar. Dabei wird das von den Photonenquellen (Undulatoren, Wiggler) bereitgestellte weiße Spektrum vollständig zur Beugung genutzt. Entsprechend höhere Eindringtiefen von bis zu wenigen 100 μm werden so möglich (z.B.[25, 26, 27]).

Bei Beugungsexperimenten in Reflexion ist die maximale Eindringtiefe durch Photonenenergie und Probenabsorption physikalisch begrenzt. Grö-

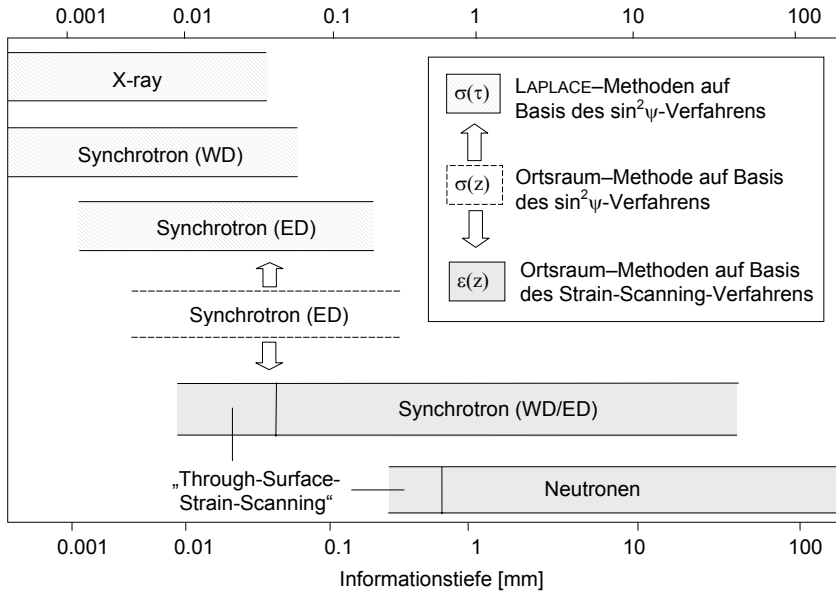


Abbildung 2.4: Einteilung zerstörungsfreier diffraktometrischer Methoden zur Eigenspannungsanalyse nach der Informationstiefe und Verfahrenszugehörigkeit sowie Einordnung der entwickelten Ortsraummethode zur direkten Bestimmung von $\sigma(z)$.

ßere Tiefenbereiche erschließen sich bei Synchrotron- und Neutronenexperimenten in Transmissionsanordnung [28]. Ortsfeste Blendensysteme beschränken dabei den primären- und sekundären Strahlengang, die Probe wird relativ zu dem so definierten Messvolumen translatiert. Die sogenannten Ortsraumverfahren lassen sich in zwei Verfahren unterteilen. Die erste Gruppe bildet diejenigen Verfahren, bei denen das Volumenelement lediglich in die Werkstoffoberfläche eintaucht und unter Beachtung der komplizierten strahlgeometrischen Bedingungen Dehnungsverteilungen bestimmt werden („Through-Surface-Strain-Scanning“ [29]). Ist das Volumenelement vollständig in die Werkstoffoberfläche eingetaucht, können im Ortsraum prinzipiell

von jedem Bereich durch entsprechende Probenpositionierung Beugungsinformationen erhalten werden („Strain-Scanning“ [30]). Die Beschränkung der erzielbaren Informationstiefe besteht bei gegebener Auflösung nur in der geringen Beugungsintensität bzw. den langen Messzeiten. Typische maximale Informationstiefen liegen bei Nutzung von hochenergetischer Synchrotronstrahlung bei einigen Millimetern in Stahl und bei Neutronenstrahlung bis zu einigen Zentimetern [28].

Die Einteilung nach der Informationstiefe berücksichtigt nicht die prinzipiellen Unterschiede in den Ergebnissen der LAPLACE- und Ortsraummethoden, auf die in den nächsten Kapiteln detailliert eingegangen werden soll. An dieser Stelle sei lediglich darauf hingewiesen, dass die LAPLACE-Methoden auf Basis des $\sin^2\psi$ -Verfahrens zunächst einen Spannungstiefenverlauf $\sigma(\tau)$ im LAPLACE-Raum liefern, während die Ortsraummethoden die Bestimmung eines Dehnungsverlaufs $\epsilon(z)$ im Ortsraum erlauben (Abb. 2.5). Die in dieser Arbeit entwickelte Methode soll die Charakteristika beider Verfahren aufgreifen, so dass die unmittelbare Bestimmung des Spannungsverlaufs $\sigma(z)$ möglich wird. Ziel ist die Verzahnung der unterschiedlichen Verfahren.

2.2.2 Tiefenabhängigkeit röntgenographisch ermittelter Größen in Reflexionsgeometrie ohne strahlbegrenzende Optiken

Die Schwächung der primären Intensität I_0 des einfallenden Strahls im Inneren eines Werkstoffs mit „ideal imperfekter“ Kristallstruktur [31], d.h. mit regellos orientierten Kristallitblöcken, kann in guter Näherung mit dem BEERSchen Gesetz beschrieben werden. Es gilt für die Intensität I der Strahlung nach Durchlaufen einer Strecke t innerhalb eines Werkstoffs

$$I = I_0 e^{-\mu(E)t}, \quad (2.19)$$

wobei der materialspezifische, von der Photonenenergie E abhängige lineare Schwächungskoeffizient $\mu(E)$ Tabellenwerken entnommen werden kann.

In Reflexionsgeometrie lässt sich das Verhältnis von durchlaufenem Gesamtweg des gebeugten Strahls zum Abstand zur Werkstoffoberfläche mit

dem Geometriefaktor k

$$k = \frac{t}{z} = \frac{\sin \alpha + \sin \beta}{\sin \alpha \sin \beta} \quad (2.20)$$

beschreiben, wobei α und β die Winkel bezeichnen, die der Primär- bzw. Sekundärstrahl mit der Probenoberfläche einschließt (Abb. 2.6).

Unter Berücksichtigung der Strahlschwächung können die im Beugungsexperiment ermittelten Interferenzen einer gemittelten Eindringtiefe $\langle z \rangle$ ge-

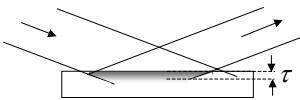
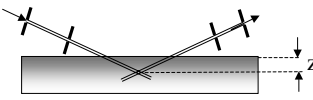
	Laplace - Methoden	Ortsraum - Methoden
		
Gemittelte Messtiefe	$\tau = \frac{1}{\mu k}$	$\langle z \rangle = \frac{\iiint_{V_g} z g(x, y, z) dx dy dz}{\iiint_{V_g} g(x, y, z) dx dy dz}$
Informationsprofil	$g(\tau) = \frac{1}{\tau} L \left[g(z); \frac{1}{\tau} \right]$	$\langle g(x, y, z) \rangle_{\text{bestrahtes Volumen}}$

Abbildung 2.5: Einteilung der diffraktometrischen Verfahren zur Eigenspannungsanalyse nach integralen LAPLACE- und Ortsraum-Methoden.

mäß

$$\langle z \rangle = \frac{\int_0^D z e^{-\mu k z} dz}{\int_0^D e^{-\mu k z} dz} \quad (2.21)$$

zugeordnet werden. Ist die Probendicke D gegenüber dem Durchdringungsvermögen der Strahlung groß ($D \gg 1/\mu k$), so läßt sich die Strahleindringtiefe mit

$$\langle z \rangle = \tau = \frac{1}{\mu(E) k} \quad (2.22)$$

angeben. Physikalisch läßt sich die Eindringtiefe τ als der Tiefenbereich interpretieren, aus dem 63% des Gesamtintensität stammt, die zum Beugungssignal beiträgt. Gleichung 2.22 ist ferner zu entnehmen, dass die Eindringtiefe nicht nur materialspezifischen Charakter hat, sondern auch von der Wellenlänge $\lambda(E)$ und der Beugungsgeometrie abhängt.

Alle ortsabhängigen Werkstoffeigenschaften $g(x,y,z)$ gehen aus dem Interferenzprofil entsprechend der exponentiellen Strahlschwächung als gewichtete Mittelwerte bezüglich der Tiefe z hervor [32]. Wird lateral eine hinreichend große Fläche A erfasst, und trägt so eine statistisch genügen-

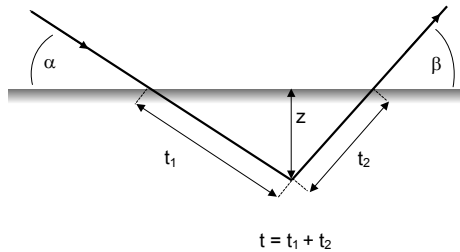


Abbildung 2.6: Strahlgeometrische Beziehungen zur Veranschaulichung von Strahlweg t und Eindringtiefe z

de Anzahl von Kristalliten zur Beugung bei, ergibt sich für das ermittelte Tiefenprofil

$$\langle g(\tau) \rangle = \frac{\int_0^D \left\{ \left[\iint_A g(x, y, z) dx dy / \iint_A dx dy \right] e^{-z/\tau} \right\} dz}{\int_0^D e^{-z/\tau} dz} . \quad (2.23)$$

Mit $D \gg 1/\mu k$ entsprechen die im Experiment ermittelten Tiefenprofile $g(\tau)$ der LAPLACE-Transformierten der Tiefenverläufe im Ortsraum $g(z)$ bezüglich der reziproken Eindringtiefe $1/\tau$ gemäß

$$\langle g(\tau) \rangle = \frac{1}{\tau} \int_0^\infty g(z) e^{-z/\tau} dz = \frac{1}{\tau} \mathcal{L} \left[g(z); \frac{1}{\tau} \right] . \quad (2.24)$$

Der durch die RSA ermittelte Tiefenverlauf $g(\tau)$ stellt aus mathematischer Sicht den geglätteten Verlauf der Ortsraumeigenspannung dar. Insbesondere im Falle von steilen, nichtlinearen Eigenspannungsgradienten weichen die Verläufe in LAPLACE- und Ortsraum deutlich voneinander ab, so dass eine Rücktransformation vielfach erforderlich ist.

2.2.3 LAPLACE-Methoden zur Bestimmung randschichtnaher Eigenspannungsgradienten $\sigma(\tau)$

Unter „randschichtnahem“ Bereich soll im Folgenden derjenige Werkstoffbereich verstanden werden, der mittels Röntgenbeugung in Reflexionsanordnung erfasst wird und sich - unter Berücksichtigung der Eindringtiefe hochenergetischer Synchrotronstrahlung - von der Oberfläche bis in eine Tiefe von einigen hundert Mikrometern erstreckt. So wird auch der Tiefenbereich mit eingeschlossen, der in der Literatur bisweilen als „intermediär“ [26, 33] bezeichnet wird. Aus technologischer Sicht ist es der Bereich, in dem vorwiegend Bearbeitungseigenspannungen und Beschichtungseigenspannungen vorliegen können.

Bei der Analyse von Gradienten werden die Spannungskomponenten tiefen aufgelöst ermittelt. Unter Berücksichtigung der Variation der Eindringtiefe mit den strahlgeometrischen Bedingungen nach Gl. 2.22 lässt sich die Grundgleichung der RSA (Gl. 2.14) erweitern:

$$\epsilon_{\phi\psi}(hkl, \tau) = \frac{1}{2}s_2(hkl) \left[(\sigma_{11}(\tau) \cos^2 \varphi + \sigma_{22}(\tau) \sin^2 \varphi + \sigma_{12}(\tau) \sin 2\varphi) \sin^2 \psi \right. \\ \left. + (\sigma_{13}(\tau) \cos \varphi + \sigma_{23}(\tau) \sin \varphi) \sin 2\psi + \sigma_{33}(\tau) \cos^2 \psi \right] \\ + s_1(hkl) (\sigma_{11}(\tau) + \sigma_{22}(\tau) + \sigma_{33}(\tau)) . \quad (2.25)$$

Die ermittelten Dehnungen $\epsilon_{\phi\psi}(hkl, \tau)$ bzw. Spannungen $\sigma(\tau)$ stehen mit den Ortsraumverteilungen gemäß Gleichung 2.24 in Beziehung; es ist

$$\epsilon_{\phi\psi}(hkl, \tau) = \frac{1}{\tau} \mathcal{L} \left[\epsilon_{\phi\psi}(hkl, z); \frac{1}{\tau} \right] \text{ bzw. } \sigma_{ij}(\tau) = \frac{1}{\tau} \mathcal{L} \left[\sigma_{ij}(z); \frac{1}{\tau} \right] . \quad (2.26)$$

Eine Änderung der Messrichtung (φ, ψ) ist mit einer Variation der Eindringtiefe verbunden. Die in Gleichung 2.22 aufgestellte Beziehung von Strahlgeometrie und Eindringtiefe nimmt unter Verwendung der entsprechenden Winkelbeziehungen die Form [34]

$$\tau = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 \psi + \cos^2 \theta \sin^2 \psi \sin^2 \eta}{2\mu(E) \sin \theta \cos \psi} \quad (2.27)$$

an, wobei der Winkel η die Drehung der Probe um den Streuvektor bei einer gegebenen Messrichtung (φ, ψ) beschreibt. Die Eindringtiefe hängt demnach von einer Reihe von Parametern ab, die in Tabelle 2.1 aufgelistet sind. So können neben der kontinuierlichen Variation der Eindringtiefe durch Probenkipfung ψ und -drehung η im winkeldispersiven Fall unterschiedliche Wellenlängen zur diskontinuierlichen Variation beitragen. Im Falle der energiedispersiven Beugung ist mit der Variation des Beugungswinkels θ' nach Gl. 2.12 eine Änderung der Energielagen der Interferenzen und folglich des Eindringungsvermögens der Strahlung verbunden. Die Berücksichtigung mehrerer Interferenzen (hkl) bietet dabei zusätzliche Tiefeninformationen.

Tabelle 2.1: Parameter der Eindringtiefe τ in Abhängigkeit der angewandten Beugungsmethoden

	experimentell festgelegte Parameter	physikalisch vorgegebene Parameter
methodenunabhängig	ψ, η	$\mu(E)$
winkeldispersiv	$\lambda(E)$	$\theta(hkl, \lambda)$
energie dispersiv	θ'	$E(hkl, \theta')$

In beiden Fällen wird durch den Streuwinkel θ (bzw. θ') die Eindringtiefe aus geometrischen Gründen beeinflusst (Gl. 2.27).

Bei der *Mehrwellenlängenmethode* [35] werden ungeachtet eventuell auftretender Nichtlinearitäten (vgl. Abb. 2.3) zunächst die oberflächenparallelen Spannungskomponenten $\sigma_{ij}(hkl)$ ($i, j = 1, 2$) nach dem $\sin^2 \psi$ -Verfahren (Kap. 2.1.3) ermittelt und dann entsprechend der eingesetzten Strahlungsquellen und vermessenen Interferenzen einer mittleren Eindringtiefe τ bei $\sin^2 \psi = 0,5$ zugeordnet. Über eine Übertragung der Mehrwellenlängenmethode auf den energiedispersiven Fall der Beugung wird erstmals in [36] berichtet. Dabei wird ausgenutzt, dass die einzelnen Interferenzen $E(hkl)$ im Spektrum unterschiedlichen mittleren Informationstiefen zuzuordnen sind, für die die Autoren die Größe $\langle \tau \rangle = 1/2 (\tau_{\psi_{min}} + \tau_{\psi_{max}})$ einführen.

Der Nachteil der Methode besteht darin, dass bei stark gekrümmten Dehnungsverläufen nur eine näherungsweise Auswertung der einzelnen Spannungswerte nach dem $\sin^2 \psi$ -Verfahren möglich ist. Hinzu kommt, dass die Festlegung der Eindringtiefe willkürlich ist und von dem gewählten Messbereich abhängt, so dass der Spannungsverlauf im LAPLACE-raum nur in grober Näherung beschrieben werden kann. Zudem erfordert die Methode im winkeldispersiven Fall einen erhöhten Justageaufwand, der sich durch das Wechseln des Targetmaterials ergibt.

Bei Nutzung des *Universalplotverfahrens* [24] kommt es zu einer detail-

lierten Abbildung des Tiefenverlaufs der oberflächenparallelen Spannung $\sigma_{ij}(\tau)$ ($i = 1, 2$). Dabei wird von der Annahme $\sigma_{33} = 0$ ausgegangen, während sich die Scherkomponenten σ_{i3} ($i = 1, 2$) in den Auswerteformalismus einbeziehen lassen. Aus Gleichung 2.25 lassen sich dann die folgenden Größen berechnen:

$$\begin{aligned} f^+(\tau) &= \frac{1/4 [\epsilon_{0\psi}(\tau) + \epsilon_{90\psi}(\tau) + \epsilon_{180\psi}(\tau) + \epsilon_{270\psi}(\tau)]}{1/2s_2 \sin^2 \psi + 2s_1} \\ &= \frac{1}{2} [\sigma_{11}(\tau) + \sigma_{22}(\tau)] , \\ f^-(\tau) &= \frac{1/4 \{ [\epsilon_{0\psi}(\tau) + \epsilon_{180\psi}(\tau)] - [\epsilon_{90\psi}(\tau) + \epsilon_{270\psi}(\tau)] \}}{1/2s_2 \sin^2 \psi} \end{aligned} \quad (2.28a)$$

$$\begin{aligned} &= \frac{1}{2} [\sigma_{11}(\tau) - \sigma_{22}(\tau)] , \\ f_{13}(\tau) &= \frac{1/2 [\epsilon_{0\psi}(\tau) - \epsilon_{180\psi}(\tau)]}{1/2s_2 \sin |2\psi|} = \sigma_{13}(\tau) , \\ f_{23}(\tau) &= \frac{1/2 [\epsilon_{90\psi}(\tau) - \epsilon_{270\psi}(\tau)]}{1/2s_2 \sin |2\psi|} = \sigma_{23}(\tau) . \end{aligned} \quad (2.28b)$$

Daraus erhält man für die Tiefenverteilungen der Spannungskomponenten

$$\begin{aligned} \sigma_{11}(\tau) &= f^+(\tau) + f^-(\tau) , \\ \sigma_{22}(\tau) &= f^+(\tau) - f^-(\tau) , \\ \sigma_{13}(\tau) &= f_{13}(\tau) \text{ und} \\ \sigma_{23}(\tau) &= f_{23}(\tau) . \end{aligned} \quad (2.29)$$

Die aufgestellten Gleichungen erlauben das Auftragen der Spannungskomponenten $\sigma_{ij}(\tau)$ unabhängig von den experimentellen Bedingungen (In-

terferenz, Strahlung, geometrische Anordnung) in einem einzigen „Universalplot“. Es ist zu beachten, dass die Spannungskomponenten σ_{11} und σ_{22} in der Nähe der dehnungsfreien Richtung ψ^* hohe Streuungen aufweisen. Das lässt sich darauf zurückführen, dass der Nenner von $f^+(\tau)$ in Gl. 2.28a gemäß Gl. 2.18 sehr kleine Werte annimmt. Gleiches gilt für große Eindringtiefen ($\psi \rightarrow 0$) und $\sigma_{11} \neq \sigma_{22}$. In diesem Falle kommt es zu Singularitäten im $f^-(\tau)$ -Term für $\psi = 0$.

Beim *Streuvektorverfahren* [21, 34, 37] wird die Variation der Eindringtiefe unter konstantem Neigungswinkel ψ und Azimuth φ durch sukzessive Drehung um den Streuvektor η gemäß Gleichung 2.27 erreicht. Durch Messung in weiteren Orientierungen des Streuvektors (φ, ψ) lässt sich der dehnungsfreie Gitterparameter d_0 in einer Optimierungsroutine bestimmen. Weiterhin lässt sich die Spannungskomponente σ_{33} in einer iterativen Berechnung selbstkonsistent berechnen. Zugrunde liegt die Bestimmung des Dehnungsprofils $d_{\psi^*}^+$ in der dehnungsfreien Richtung des zweiachsigen Spannungszustandes und der Ansatz [21]

$$\sigma_{33}(\tau) = \frac{d_{\psi^*}^+(hkl, \tau) - d_0(hkl)}{d_0(hkl) [1/2s_2(hkl) + 3s_1(hkl)]} . \quad (2.30)$$

Da die Orientierung des Streuvektors während der Messung konstant bleibt, eignet sich diese Methode in der Praxis insbesondere bei stark texturierten Proben und dünnen Schichten.

2.2.4 Möglichkeiten zur Übertragung der LAPLACE-Verteilungen $\sigma(\tau)$ in den Ortsraum

Die mit Hilfe der Universalplotauftragung in diskreten Stützstellen τ_k erhaltenen Eigenspannungstiefenverteilungen $\sigma_{ij}(\tau_k)$ weisen aufgrund der experimentell bedingten Messunsicherheiten oftmals starke Streuungen auf. Da das Signal im LAPLACE-Raum jedoch definitionsgemäß die exponentiell gedämpfte und damit geglättete Information der Ortsraumverteilung $\sigma_{ij}(z)$ darstellt, erweist sich die numerische Rücktransformation als schwierig. So gehen die meisten Verfahren der inversen numerischen LAPLACE-

Transformation (INLT) von glatten Bildraumverteilungen aus und versagen immer dann, wenn die entsprechenden Verteilungen verrauscht sind [38].

In [39] wird beispielsweise die Ausgangsfunktion $\sigma(z)$ durch eine Summe von Dreiecksfunktionen approximiert und anschließend in den τ -Raum überführt, wo sie an den berechneten Verlauf angepasst wird. Aus der Rücktransformation ergeben sich die Datenpunkte im Ortsraum, die bei Verrauschung von $\sigma(\tau)$ ausgeprägte Oszillationen aufweisen. In einer Weiterführung in [40, 41, 42] wird daher neben der Verwendung linearer Splines zur Approximation der Messkurve ein Dämpfungsfaktor λ eingeführt. Die Unsicherheit des Verfahrens liegt in der empirischen Festlegung von λ in einem „trial-and-error“-Prozess. Wird ein zu kleiner Wert festgelegt, kommt es zu Überschwingungen; bei einem zu hohen Wert nähert sich das z -Profil der Form einer Geraden.

Die Folgen einer beschränkten Belegung der $\sigma(\tau)$ -Tiefenverteilung mit Datenpunkten zeigen sich bei einem etwas anderen Ansatz in [43], bei dem die Ortsraumfunktion durch eine Reihe von orthogonalen Polynomen approximiert wird [44, 45, 46]. So lässt sich die vorgegebene Ortsraumfunktion nur dann korrekt wiedergeben, wenn charakteristische Bereiche, in denen besonders starke Änderungen (d. h. Gradienten) vorliegen, mit hinreichend vielen Datenpunkten belegt sind. Da diese Bereiche bei einer Messung unbekannt sind, erfährt die praktische Anwendbarkeit an dieser Stelle bereits eine Einschränkung.

Praktikabler ist daher ein analytischer Ansatz. Als Ausgangspunkt wird eine Beschreibung der Ortsraumverläufe $\sigma_{ij}(z)$ durch einfache Funktionen wie Polynome [47, 48], gedämpfte Polynome höherer Ordnung [49, 24] (siehe Tabelle 2.2) oder komplexere Funktionen mit Unstetigkeiten und trigonometrischen Anteilen [48] vorgenommen. Die LAPLACE-Transformierten werden den Messpunkten mittels Fehlerquadratmethode angepasst und anschließend die Verläufe durch Rücktransformation in den Ortsraum überführt.

Die Ortsraumfunktionen $\sigma(z)$ können - trotz guter Anpassung der Datenpunkte im LAPLACE-Raum durch verschiedene Funktionen - deutlich unterschiedliche Verläufe aufweisen, was anhand von Abbildung 2.7 deutlich wird. So zeigen die mit Polynomen unterschiedlichen Grades erhaltenen $\sigma(z)$ -Verläufe bis zu einer Tiefe von $z \approx 5 \mu\text{m}$ einen ähnlichen Verlauf. In

Tabelle 2.2: Aus [21] entnommene Ansätze zur Beschreibung Eigenspannungsverläufe $\sigma(z)$ im Ortsraum und deren LAPLACE-Transformierte.

$\sigma(z)$	$\sigma(\tau)$	Bezeichnung der Funktionspaare
$\sum_{k=1}^N a_k z^k$	$\sum_{k=1}^N k! a_k \tau^k$	
$a_0 + a_1 e^{-a_2 z}$	$a_0 + \frac{a_1}{a_2 \tau + 1}$	P ₀
$(a_0 + a_1 z) e^{-a_2 z}$	$\frac{a_0}{a_2 \tau + 1} + \frac{a_1 \tau}{(a_2 \tau + 1)^2}$	P ₁
$(a_0 + a_1 z + a_2 z^2) e^{-a_3 z}$	$\frac{a_0}{a_3 \tau + 1} + \frac{a_1 \tau}{(a_3 \tau + 1)^2} + \frac{2a_2 \tau^2}{(a_3 \tau + 1)^3}$	P ₂

größeren Tiefen kommt es jedoch infolge eines „Aufschwingens“ der Funktionen zu physikalisch unsinnigen Verteilungen.

Eine Alternative bietet das *Polynomverfahren* [35, 51, 52, 53] durch Anpassung geeigneter Funktionen an die $2\theta_{\varphi\psi}\text{-sin}^2\psi$ -Verteilungen. Die Berechnung der Ortsraumverläufe $\sigma(z)$ erfolgt aus den Koeffizienten der Anpassungsfunktionen. Das Verfahren beruht auf der Abhängigkeit von τ vom Abzissenparameter $\text{sin}^2\psi$.⁴ Damit sind im Falle zweiachsiger Spannungszustände die Dehnungen $\epsilon_{\phi,\psi}$ in Gleichung 2.25 eine Funktion von $\text{sin}^2\psi$ gemäß

$$\epsilon_{\phi,\psi}(\tau) = \epsilon_{\phi,\psi}(\tau[\text{sin}^2\psi]).$$

Eine Entscheidung, welches Polynom den Ortsraumverlauf am geeignetsten wiedergibt, erfolgt, indem mehrerer Anpassungen mit sukzessiv steigenden Polynomgraden n vorgenommen werden. Ergeben mehrere Polynome mit

⁴Die Abhängigkeit τ von $\text{sin}^2\psi$ ergibt sich aus Gleichung 2.27 unter Beachtung $\cos\psi = \sqrt{1 - \text{sin}^2\psi}$ in der Ψ bzw. Ω -Beugungsanordnung [21, 54], bei der die Probekippung ψ in der Diffraktometerebene (d. h. $\eta = 0$ in Gleichung 2.27) bzw. senkrecht zur Diffraktometerebene (d. h. $\eta = 90^\circ$) erfolgt.

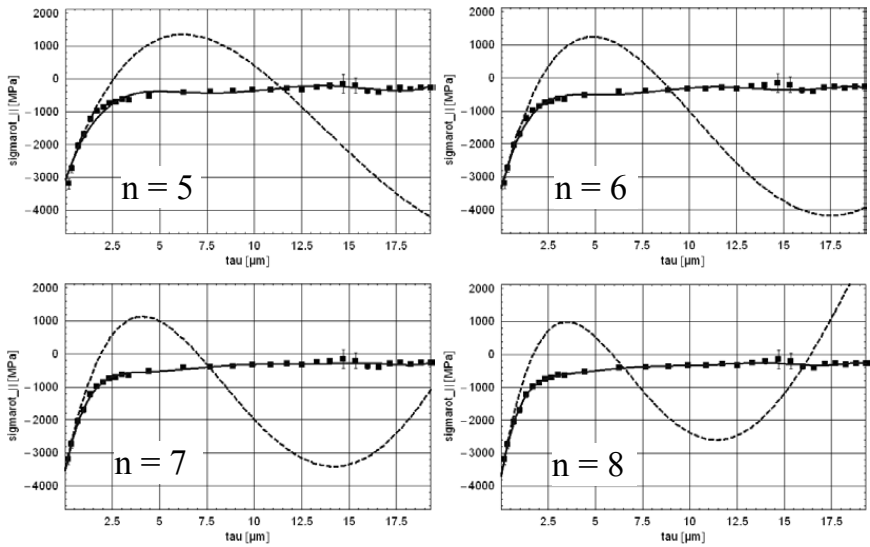


Abbildung 2.7: Rücktransformation einer Eigenspannungsverteilung $\sigma(\tau)$ im Oberflächenbereich einer kugelgestrahlten Al_2O_3 -Keramik mit Polynomansätzen der Form $\sigma_{\parallel}(z) = \sum_{k=1}^N a_k z^k$ in [50] (durchgezogene Linie = $\sigma(\tau)$, gestrichelt = $\sigma(z)$).

aufeinanderfolgenden Graden einen vergleichbaren Spannungsverlauf, wird die Lösung als stabil angesehen (vgl. Abbildung 2.8). Der Tiefenbereich, für den die Polynome verlässliche Ergebnisse liefern, ist allerdings wiederum auf den oberflächennahen Bereich beschränkt.

Eine Weiterführung stellt das *Abschnitt-Polynom-Verfahren* [55] dar, in dem die abschnittsweise Beschreibung der Eigenspannungstiefenverteilungen durch Polynome niedrigen Grades (Splines) vorgenommen wird. Ziel ist neben der erhöhten Flexibilität in der Anpassung eine verbesserte Lösungsstabilität.

Vergleicht man die mittels Universalplot-Auftragung (Abb. 2.7) und (Abschnitt-)Polynom-Verfahren (Abb. 2.8) erzielbaren Lösungen

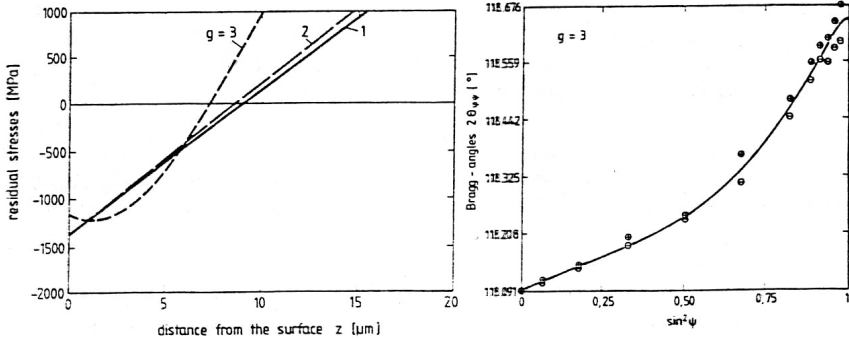


Abbildung 2.8: Wiedergabe eines Eigenspannungstiefenverlauf $\sigma(z)$ in einer oberflächenbearbeiteten $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ Keramik mittels Polynomen g -ten Grades (links) und Anpassung des $2\theta_{\varphi\psi}$ - $\sin^2\psi$ -Verlaufs (rechts) mit einem Polynom 3. Grades in [51].

$\sigma_{ii}(z)$ ($i = 1, 2$) miteinander, so ist festzuhalten, dass beide Verfahren mit Unsicherheiten behaftet sind, die aus numerischen Instabilitäten resultieren. Beim (Abschnitt-)Polynom-Verfahren ist ferner anzumerken, dass die Ortsraumverläufe $\sigma(z)$ in einem Schritt aus der Anpassungsfunktion gegen $\sin^2\psi$ erhalten werden und ein wichtiger Schritt quasi „übersprungen“ wird (nämlich $d\text{-}\sin^2\psi \rightarrow \sigma(z)$ anstatt $d\text{-}\sin^2\psi \rightarrow \sigma(\tau) \rightarrow \sigma(z)$), so dass eine Beurteilung der Anpassung aufgrund des mangelnden anschaulichen Zusammenhangs schwierig ist.

2.2.5 Eigenschaften der Ortsraummethoden zur Bestimmung langreichweitiger Eigenspannungsgradienten $\sigma(z)$

Die diffraktometrische, zerstörungsfreie Bestimmung von Spannungsverteilungen im Ortsraum erfordert eine definierte räumliche Beschränkung des zum Beugungssignal beitragenden Streuvolumens. Der primäre Strahlengang wird dazu mittels laborfester (ortsfester) Blenden begrenzt oder mittels Linsen fokussiert; sekundärseitig erfolgt die Begrenzung mittels ortsfester Blendensysteme. Ausschließlich der Bereich der Überschneidung beider

Strahlengänge trägt zum Beugungssignal bei und wird als Volumenelement (VE) bezeichnet (vgl. Abb. 2.5). Translatiert man die Probe relativ zum ortsfesten VE, lassen sich Beugungsinformationen in Abhängigkeit vom Probenort erhalten. Eindringtiefen, die einem Mehrfachen der VE-Ausdehnung entsprechen, die durch die Forderung nach ausreichender Kornstatistik eine (materialunabhängige) Mindestgröße nicht unterschreiten darf, werden durch hochenergetische Neutronen- und Synchrotronstrahlung ermöglicht, die ein hohes Durchdringungsvermögen aufweisen.

Allerdings müssen bei den Neutronenverfahren aufgrund der geringen Wechselwirkung von Neutronen mit Materie und dem im Vergleich zu Synchrotronquellen geringen Fluss große VE von mindestens $0,5 \text{ mm}^3$ verwendet werden [28]. Dadurch kann kein Überlappungsbereich zu den LAPLACE-Verfahren, die Synchrotronstrahlung bzw. Röntgenstrahlung nutzen, hergestellt werden (vgl. Abbildung 2.4). Im Weiteren wird daher auf eine detaillierte Betrachtung der Neutronenverfahren verzichtet.

Die in den Experimenten dieser Arbeit genutzte Synchrotronstrahlung hingegen weist eine Reihe von positiven Eigenschaften auf, denn sie besitzt [56, 57, 58]:

- a) einen um viele Größenordnungen höheren Photonenfluss als herkömmliche Strahlungsquellen,
- b) einen breiten Spektralbereich,
- c) eine hohe Brillanz (Anzahl der Photonen, die pro Flächeneinheit der Quelle und Sekunde in einen Einheitsraumwinkel $d\Omega$ emittiert werden),
- d) eine geringe Vertikaldivergenz $\delta_v \propto 1/\gamma$ mit $\gamma = E/E_0$ (E = Teilchenenergie, E_0 = Ruheenergie),
- e) sowie eine geringe Horizontaldivergenz δ_h , bedingt durch den großen Abstand von Quelle zum Experiment.

Bei den Ortsraumverfahren wird sowohl der durch einen Monochromator diskret einstellbare Wellenlängenbereich genutzt (winkeldispersive Variante), als auch der weiße Strahl mit einer der Synchrotronquelle typischen

Photonenverteilung direkt verwendet (energiedispersive Variante). In beiden Fällen finden Photonen hoher Energien im Bereich von einigen zehn bis einigen hundert keV Verwendung, um eine hohe Eindringtiefe zu erreichen (>1 cm in Stahl, > 10 cm in Al). Die Zählzeiten sind im Allgemeinen um Größenordnungen geringer als bei Neutronenexperimenten und liegen üblicherweise im Bereich von Sekunden [28]. Oft ist nicht der von der Quelle bereitgestellte Photonenfluss der zeitbestimmende Faktor, sondern die Totzeit des Detektors, das heißt, dessen Vermögen, eintreffende Photonen in einer bestimmten Zeit elektronisch verarbeiten zu können.

Gemäß Gleichung 2.12 sind hohe Energien prinzipiell mit entsprechend geringen Beugungswinkeln ($2\theta \approx 4 - 20^\circ$) verbunden, so dass das Volumenelement eine langgestreckte rautenförmige Querschnittsfläche aufweist. Das Verhältnis von Länge w_{VE} zu Höhe h_{VE} des VE ist unter symmetrischen Bedingungen ($\theta = \omega$, Blendenweite des Primärstrahls = Blendenweite des Sekundärstrahls) durch $w_{VE}/h_{VE} = 1/\tan\theta$ gegeben (Abb. 2.9a). Bei üblichen 2θ von 2 bis 10° ist $w_{VE}/h_{VE} \approx 10 - 60$, das heißt die Ortsauflösung hängt in direkter Weise mit der Lage der Probe relativ zur Messrichtung \mathbf{N}_{hkl} zusammen (Abb. 2.9b und c).

Eine Unterscheidung in Transmissions- und Reflexionsanordnung erscheint an dieser Stelle zweckmäßig, da das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Verfahren überwiegend in Reflexionsanordnung zur Anwendung kommen soll, während die üblicherweise verwendeten Verfahren in Transmission angewendet werden.

In der Transmissionsanordnung (Abbildung 2.9b) durchdringt der Strahl die gesamte Probe. Das Verhältniss von tatsächlichem Strahlweg s zur Messtiefe z ist maximal

$$s/z = 2/\cos\theta.$$

Taucht der primäre Strahl im selben spitzen Winkel θ in die Probe ein, unter dem der gebeugte Strahl sie auch wieder verlässt (Reflexionsanordnung, Abbildung 2.9c), ist das Verhältnis von effektivem Strahlweg zur Messtiefe durch

$$s/z = 2/\sin\theta$$

gegeben und so für kleine 2θ deutlich ungünstiger als im Falle der Trans-

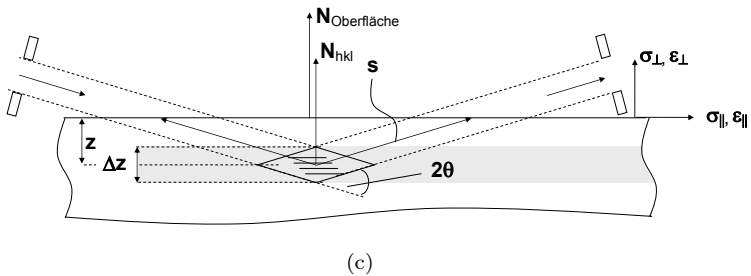
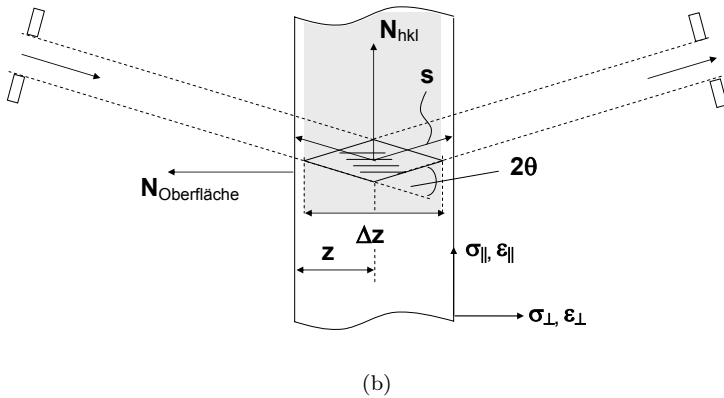
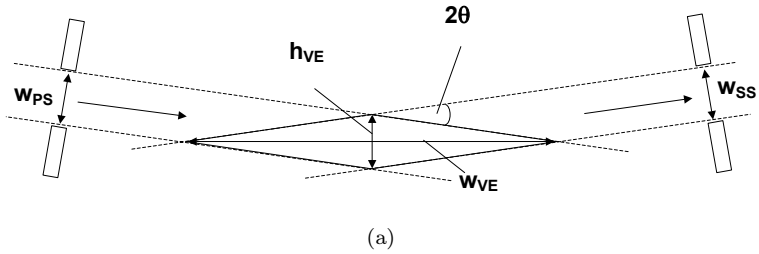


Abbildung 2.9: Geometrische Beschreibung des VE (a) und Zusammenhang von Ortsauflösung und Messrichtung (b und c). Der effektive Strahlweg s ist bei gleichem Abstand von der Oberfläche z in Transmission (b) deutlich geringer als in Reflexion (c).

mission.

Als Beispiel sei die Interferenz Fe_{α} -110 ($d_0 = 0,203 \text{ nm}$) aufgeführt, die bei einer monochromatischen Strahlung der Energie von 50 keV unter einem Winkel 2θ von $\approx 7^\circ$ auftritt. In Transmission ist die durchstrahlbare Dicke ≈ 33 mal so groß wie in der Reflexionsanordnung. Legt man die LAPLACE'sche Eindringtiefe $\tau(\psi = 0)$ gemäß Gl. 2.27 zugrunde, steht eine Informationstiefe in Reflexion von $\approx 0,02 \text{ mm}$ einer Messtiefe in Transmission von $\approx 0,6 \text{ mm}$ gegenüber.

2.2.6 Strain-Scanning-Verfahren

Die für die Verfahren geprägte Bezeichnung „strain scanning“ trägt dem Umstand Rechnung, dass in den meisten Fällen keine Bestimmung der Spannungskomponenten erfolgt, sondern lediglich die Dehnungsverteilungen als Funktion des Probenortes angegeben werden. Dazu werden in [28] mehrere Gründe genannt. Zum einen ist eine Bestimmung von sechs unabhängigen Richtungen aufgrund des hohen Zeitaufwandes oftmals nicht möglich, zum anderen aber auch aus experimentellen Gründen nur eingeschränkt realisierbar, da sowohl die Zugänglichkeit des Probenortes als auch die Ortsauflösung von der Messrichtung abhängen. Da unterschiedliche Messrichtungen stets mit veränderten Orientierungen des VE bzgl. des Probensystems einhergehen, wird im Falle komplizierter VE-Geometrien (z. B. langgestreckte Raute) effektiv ein wesentlich größeres Messvolumen in Form einer „Korona“ um einen gewissen Kernbereich herum erfasst (Abb. 2.10).

Die Reduzierung der Anzahl von Messrichtungen erfolgt unter Berücksichtigung der Bauteilstruktur, -form und -vorgeschichte. So wird bei Messungen an Schicht- und Faserverbunden (z. B. in [28, 59]) sowie Schweißnähten (z. B. in [60, 61]) in der Regel von der Annahme ausgegangen, dass das Probensystem mit dem Hauptachsensystem der Spannungen übereinstimmt. Bei der Bestimmung von Eigenspannungen im oberflächennahen Bereich wird parallel zur Oberfläche ein zweiachsiger rotationssymmetrischer Eigenspannungszustand vorausgesetzt und die Spannungskomponente $\sigma_{\parallel} = \sigma_{11} = \sigma_{22}$ aus der Dehnungskomponente senkrecht zur Oberfläche ϵ_{33} mit Hilfe der elastischen Konstanten ($\sigma_{\parallel} = -E_{hkl}\epsilon_{33}(z)/2\nu_{hkl}$) berechnet

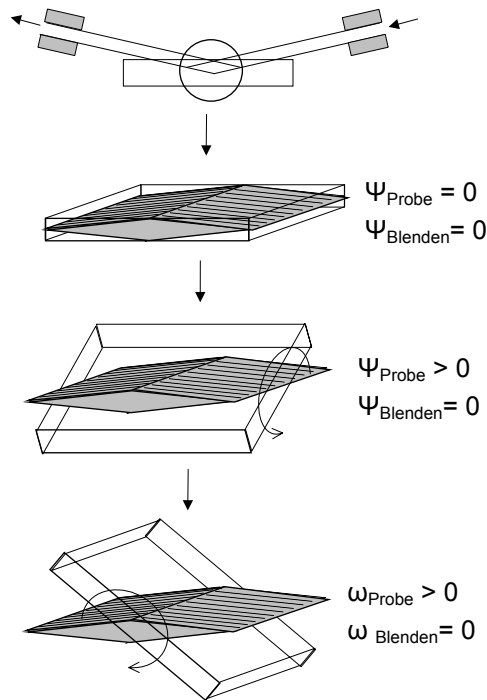


Abbildung 2.10: Zur Veranschaulichung des effektiven Messvolumens bei Kippung der Probe relativ zum ortsfesten Volumenelement.

(beispielsweise in [62, 63]).

Die Bestimmung der Spannungen aus den Dehnungen erfordert die Kenntnis des dehnungsfreien Gitternetzabstands d_0 (Gleichungen 2.13). Insbesondere bei der Beschränkung der Messrichtungen auf die Richtungen des Hauptspannungssystem ist die Kenntnis des exakten d_0 der zu untersuchenden Probenstelle unerlässlich. In der Praxis werden zur Bestimmung mehrere, dem Messproblem angepasste Möglichkeiten in Betracht gezogen:

- Bei der Bestimmung von Spannungen im Werkstoffvolumen ist die Nutzung einer spannungsfreien chemisch identischen Referenzprobe

möglich.

- b) Im Falle von lokal begrenzten Spannungsfeldern kann ein weit entfernter, von der Spannung als unbeeinflusst betrachteter Bereich zur Ermittlung von d_0 herangezogen werden.
- c) Bei Eigenspannungsverläufen über eine Querschnittsfläche A kann gemäß der Gleichgewichtsbedingungen (Gl. 2.7) d_0 aus dem Mittelwert der gemessenen Gitterabstände d über A bestimmt werden.

Gemäß Abbildung 2.4 kann das Strain-Scanning-Verfahren in zwei Schritte eingeteilt werden, die das Eintauchen des VE in die Oberfläche („through surface strain scanning“) und das anschließende Durchscannen des Volumens („strain scanning“) wiedergeben.

Beim Eintauchen des VE in die Oberfläche treten eine Reihe von Einflussfaktoren auf, deren Ausprägung vom individuellen experimentellen Aufbau und der Strahlgeometrie abhängen [29, 64, 65, 66, 67]:

- a) Die Verteilung der Wellenlängen über den primären Strahlquerschnitt und folglich über den VE-Querschnitt sind aufgrund der Eigenschaften von Quelle und Monochromator inhomogen. Bei monochromatischen Experimenten tragen sie daher beim Eintauchvorgang des VE in die Oberfläche signifikant zur Interferenzverschiebung bei. Im Falle der energiedispersiven Synchrotronexperimente können die Effekte aufgrund des großen Abstands von Quelle zum Experiment in der Regel vernachlässigt werden.
- b) Die Eigenschaften der primären und sekundären optischen Elemente, z. B. die Divergenz des Soller und die Form der Blendenöffnungen, bestimmen den Strahlengang und somit die Form des VE. Bei der mathematischen Beschreibung der optischen Elemente werden oft vereinfachende Ansätze gewählt, um eine analytische Lösung der geometrischen Verhältnisse beim Eintauchvorgang zu ermöglichen. Beispielsweise wird in [66] die winkelabhängige Intensitätsverteilung einer Sollerblende durch eine Normalverteilung angenähert und nicht durch eine Dreiecksfunktion entsprechend der grundlegenden Theorie in [68] beschrieben.

- c) Wie in Abbildung 2.11 dargestellt, bestimmt beim Eintauchvorgang nicht das gesamte durch die Blenden definierte VE die Informationsschwerpunktlage, sondern nur der Teil des VE, der in die Oberfläche eingetaucht ist. Dadurch kommt es beim Eintauchen zu einer sukzessiven Schwerpunktverschiebung, die zu einer Verschiebung des effektiven Beugungswinkels führt. Prinzipiell ist dabei der Einfluss der Absorption zu beachten, bei Neutronenmessung wird dieser Term aber wegen der geringen Wechselwirkung der Strahlung mit der Materie in der Regel vernachlässigt.
- d) Ein Teil des gebeugten Strahlengangs wird durch die sekundäre Blende(n) beim Eintauchen des VE asymmetrisch abgeschnitten (Abb. 2.12) und so, abhängig von der Position des VE beim Eintauchvorgang, ein asymmetrisches, verschobenes Beugungsprofil hervorgerufen.

Bei der Herleitung der analytischen Lösung des Eintauchvorgangs werden die Einzelbeiträge in einer Gewichtung f der Intensität I beim Beugungsprozess zusammengefasst. Der Schwerpunkt der 2θ - bzw. Energieverteilung berechnet sich dann gemäß [69] zu

$$\langle E \rangle = \frac{\int E \cdot f(E) \cdot I(E) dE}{\int f(E) \cdot I(E) dE}.$$

Die Überprüfung der analytischen Beschreibungen erfolgte in [64, 67] durch Monte Carlo Simulationen oder in [70, 64] experimentell durch die Bestimmung der Winkel- bzw. Energieverschiebung innerhalb des VE mit Hilfe von sehr dünnen Folien und Drähten. Es zeigt sich, dass die mathematischen Ansätze die Korrektur der Messdaten innerhalb der Fehlergrenzen erlauben.

Nach vollständigem Eintauchen des VE bleiben die geometrischen Verhältnisse beim Durchscannen des Volumens unter der Voraussetzung eines hinreichend homogenen und feinkörnigen Gefüges [71] unverändert, so dass relative Korrekturen der Interferenzlage nicht notwendig sind. Allerdings erscheint die Entfaltung der gemessenen Verteilung von dem Intensitäts- und Interferenzlagenprofil des VE in Hinblick auf eine Verbesserung der Ortsauflösung insbesondere in den Fällen sinnvoll, bei denen die Ausdehnung

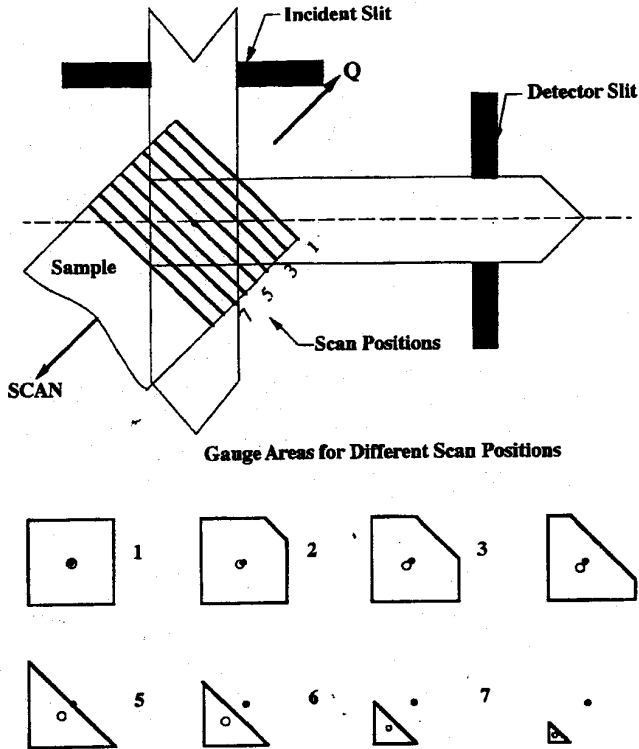


Abbildung 2.11: Veränderung der VE-Querschnittsfläche beim schrittweisen Eintauchen des VE in die Probe bei $2\theta = 90^\circ$: Der Schwerpunkt des „effektiven“ VE (○) verschiebt sich relativ zum geometrischen Mittelpunkt (●) [29].

des VE im Verhältnis zur Eindringtiefe groß ist. Ein entsprechender Ansatz lässt sich in [72] finden. Die mathematisch aufwendige Prozedur trägt dabei dem Umstand Rechnung, dass die einzelnen Datenpunkte des gemessenen Verlaufs mit Fehlern behaftet sind, obwohl aus mathematischer Sicht aufgrund der Faltung des Dehnungsprofils mit dem VE-Profil ein „geglätteter“ Verlauf erwartet wird.

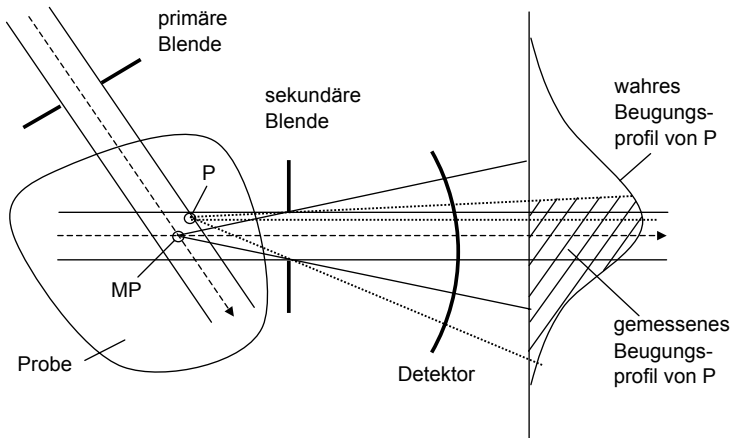


Abbildung 2.12: Ausbildung eines asymmetrischen Beugungsprofils in Abhängigkeit vom VE-Bereich bedingt durch sekundäre Strahlbegrenzung nach [29].

Für die experimentelle Umsetzung des Strain-Scanning-Konzeptes ist eine Vielzahl von Methoden entwickelt worden, die jeweils unterschiedliche Strahlungsquellen und Detektorkonzepte nutzen. Nach Abb. 2.13 [28] lässt sich eine Einteilung anhand folgender Charakteristika vornehmen:

- Monochromatischer Strahl, $\theta/2\theta$ -Scans in Reflexions- und Transmissionsanordnung, mit und ohne Analysatorkristall (Abb. 2.13i),
- Monochromatischer Strahl, Transmission, CCD Flächendetektor, mit und ohne Fokussierung des Primärstrahls, mit und ohne sekundäre Blendensysteme (Abb. 2.13ii),
- Energiedispersive Methoden mit Halbleiterdetektoren (Abb. 2.13iii).

Das zuerst genannte Konzept wird beispielsweise an der ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) an den Beamlines SRS 16.3 [28, 73],

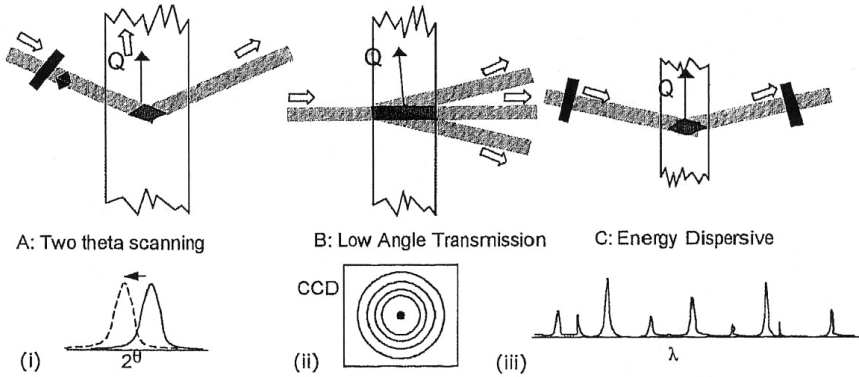


Abbildung 2.13: Einteilung der Strain-Scanning - Synchrotronmethoden in [28].

BM16 [60, 62] und ID15 [30] zur Untersuchungen von Aluminiumwerkstoffen eingesetzt. Geringe Beugungswinkel zwischen 5° und 15° bei Strahlenergien im Bereich von 30 - 40 keV erzeugen VE mit einem Seiten-zu-Höhe-Verhältnis von 7:1 bis 10:1. Die Blendenöffnungen betragen minimal 0,1 mm und definieren so VE mit einer Ausdehnung von etwa $0,1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$. Die Verwendung eines sekundären Analysatorkristalls erlaubt bei den Experimenten eine signifikante Verringerung der zu korrigierenden Effekte beim Eintauchvorgang [30].

Abb. 2.14 verdeutlicht die Problematik bei der Bestimmung von Eigenspannungen aus den im Strain-Scanning-Verfahren ermittelten Dehnungsverläufen [62]. Betrachtet wurden zwei unterschiedliche Fälle, die jeweils auf den Tiefenverlauf σ_{\parallel} der in-plane-Spannungskomponente führen:

- a) Wird das VE in Reflexionsanordnung unter $\psi = 0$ eingetaucht („normal gauge“), erfasst man gerade die Dehnungen der oberflächenparallelen Netzebenen $\epsilon_{\perp}(hkl, z)$ (vgl. Abb. 2.9b), und es gilt

$$\sigma_{\parallel}(z) = - \left(\frac{E}{2\nu} \right)_{hkl} \epsilon_{\perp}(hkl, z) \text{ (Querkontraktionseffekt).}$$

- b) Taucht das VE hingegen unter dem spitzen Winkel 2θ in die Probe ein (Transmissionsanordnung, „in-plane gauge“), erhält man die direkt von der in-plane-Spannung beeinflussten Gitterdehnungen der senkrecht zur Oberfläche liegenden Netzebenen $\epsilon_{\parallel}(hkl, z)$ (vgl. Abb. 2.9a). In diesem Fall wird:

$$\sigma_{\parallel}(z) = - \left(\frac{E}{1 - \nu} \right)_{hkl} \epsilon_{\parallel}(hkl, z) .$$

Dem Vorteil der wesentlich höheren Ortsauflösung im ersten Fall steht lediglich die um einen Faktor von etwa drei (Querkontraktion) höhere Sensitivität der Messanordnung im zweiten Fall gegenüber.

Die in den „in-plane“- und „normal“-Richtungen ermittelten oberflächenparallelen Spannungsverteilungen zeigen im Bereich der ersten 0,3 mm deutliche Abweichungen, die auf die unterschiedlichen geometrischen Verhältnisse beim Eintauchen der VE zurückzuführen sind. Der mittels $\sin^2 \psi$ -Verfahren ermittelte Oberflächenwert spricht dafür, dass die Umrechnung aus der Dehnung parallel zur Oberflächennormalen den tatsächlichen Eigenspannungsverlauf besser widerspiegelt als die „in-plane“- und Neutronenmessung. Die Anwendung der kürzlich in [72] entwickelten Methode zur Entfaltung von Messprofilen zeigt die Schwierigkeiten, eine Übereinstimmung in den in unterschiedlichen Orientierungen bestimmten Verläufen zu erreichen (kleines Bild in Abb. 2.14).

Eine Weiterentwicklung der monochromatischen Verfahren stellt der Einsatz von hochauflösenden CCD (charge-coupled device) Flächendetektoren dar (Abb. 2.13ii), die in Verlängerung der Strahlachse hinter der Probe positioniert werden. Durch ausschnittsweise oder ganze Aufnahme von Debye-Scherrer-Ringen können so richtungsabhängige Informationen innerhalb von kurzen Aufnahmezeiten gewonnen werden, ohne das Probensystem relativ zum Laborsystem zu kippen, was diese Methoden für in-situ-Experimente besonders geeignet erscheinen lässt [74]. Günstig in Bezug auf die geringe zur Verfügung stehende Detektorfläche wirkt sich dabei aus, dass die Beugungsinformation infolge der hohen Strahlenergien bzw. kurzen Wellenlängen auf einen kleinen Raumwinkelbereich beschränkt bleibt.

Die im Detektor gesammelte Intensität wird nach einem Algorithmus

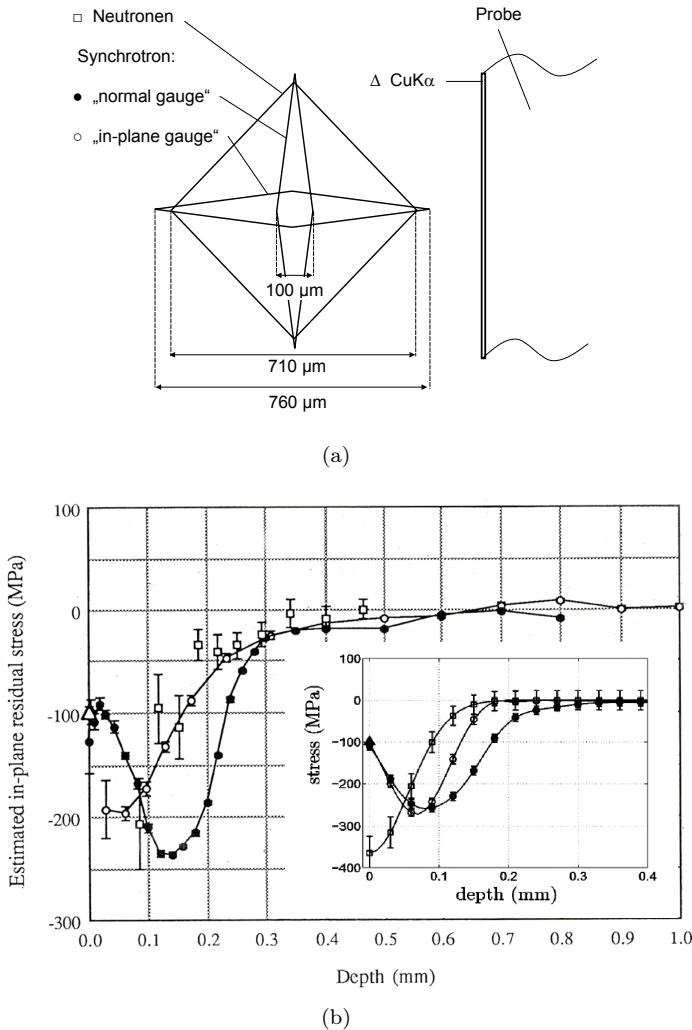


Abbildung 2.14: Eigenspannungstiefenverläufe $\sigma(z)$ ermittelt mit Strain-Scanning-Experimenten unterschiedlicher Strahlungen und Beugungsbedingungen (a) an einer einseitig gestrahlten Al7071-Platte in [62] (b). Zum Vergleich der oberflächennahe Wert aus einer $\sin^2\psi$ -Messung (Δ). Kleine Abbildung: Mittels Entfaltung erhaltene Verläufe in [72].

ausgewertet, bei dem nach geometrischen Korrekturen mit Hilfe einer Referenzprobe die geeignete Integration über entsprechende Winkelbereiche ausgeführt wird [75]. Das Verfahren reagiert auf Dejustageeffekte empfindlich. Nach [76] ist bei kleinen Bragg-Winkeln der Gitterabstand

$$d \approx \frac{2\lambda L}{D}$$

(L = Proben - Detektor - Abstand, D = Durchmesser des Beugungsringes). Daraus folgt unmittelbar, dass sich schon kleine Unsicherheiten in der Proben- und Detektorpositionierung erheblich auf die Dehnungsbestimmung auswirken. Eine Vergrößerung des Proben - Detektor - Abstands verringert den Effekt deutlich [77, 78]. Darüberhinaus ist die Energiestabilität des Synchrotronstrahls von großer Bedeutung, was entsprechende Anforderungen an den Monochromator stellt.

Die Erweiterung des Verfahrens von dem zweidimensionalen Strain Scanning relativ zur Oberfläche der durchleuchteten flachen Probe hin zu einem dreidimensionalen Scanning mit hoher örtlicher Auflösung lässt sich mittels konischer [79] und spiralförmiger [80] Blenden verwirklichen. Dabei werden die Blenden variabel zwischen Probe und Detektor positioniert und so die Ausdehnung des langgestreckten VE begrenzt. Die Fokussierung des Primärstrahls ermöglicht dabei zwar VE geringer Ausdehnung, führte aber andererseits zu Grobkorneffekten, die in [81] diskutiert werden. Das Verfahren ist grundsätzlich auf die Transmissionsgeometrie beschränkt, da es sehr sensibel auf Oberflächeneinflüsse reagiert. Das wird anhand der experimentellen Vorgehensweise bei der Bestimmung des Oberflächeneintrags einer kugelgestrahlten Al-Probe in [79] deutlich. Hier wurden Oberflächeneffekte durch Aneinanderlegen zweier Proben unterdrückt und die Oberfläche „im Volumen“ untersucht.

Seit den 70er Jahren wird Synchrotronstrahlung zur energiedispersiven Beugung genutzt [82, 83]. Von ersten Strain-Scanning-Experimenten wird Anfang der 80er Jahre berichtet [84, 85]. Ausgehend von systematischen Untersuchungen werkstoffwissenschaftlicher Fragestellungen und methodischer Weiterentwicklungen Ende der 90er Jahre [59, 86], die von der zunehmenden Verfügbarkeit hochenergetischer Synchrotronstrahlung bis zu mehreren

100 keV (z. B. an der ESRF) profitierten, findet das ED Strain-Scanning inzwischen als etablierte Methode Anwendung.

Neben der Bestimmung von Dehnungen aus den Energielagenpositionen der detektierten Interferenzen lassen sich aus der Vielzahl der gleichzeitig detektierten Interferenzen phasenspezifische Strukturen durch „scattering intensity profiling“ [87, 88] abbilden, wobei auch Fluoreszenzlinien einbezogen werden [89]. So lassen sich gezielt Bereiche innerhalb des Werkstoffs aufspüren und untersuchen, beispielsweise Faserverbunde [59], Schichtsysteme [87] und Rissspitzen [90].

2.2.7 Schlussfolgerungen

In Tabelle 2.3 werden die Ortsraumverfahren den LAPLACE-Verfahren in Hinblick auf ihre Anwendbarkeit im oberflächennahen Werkstoffbereich gegenübergestellt. Die Angabe der Messtiefe, die von der Strahlungsart, dem Verfahren und der Probenabsorption sowie -geometrie abhängt, orientiert sich dabei an Untersuchungen von Stahlproben mit Synchrotronstrahlung im Energiebereich von 60 keV.

In der ersten Spalte der Tabelle wird auf die in Kapitel 2.2.3 beschriebenen LAPLACE-Verfahren Bezug genommen. Die Verfahren ermöglichen unter wohldefinierten Voraussetzungen die Bestimmung aller Spannungskomponenten und komplexer Spannungsverteilungen. Der Messbereich erstreckt sich von der unmittelbaren Oberfläche bis in eine durch Strahlungsart und Absorption der Probe festgelegte Tiefe. Insbesondere bei Nutzung hochenergetischer, energiedispersiver Methoden und Auswertung mehrerer Interferenzen kann in Abhängigkeit von der Schrittweite in der Kippung ψ eine hohe Tiefenauflösung im LAPLACE-Raum erreicht werden. Die Verfahren sind unter gewissen Annahmen selbstkonsistent, was heißt, dass die Eigenspannungen ohne eine vorhergehende Bestimmung des spannungsfreien Gitterparameters ermittelt werden können.

Wegen der Streuung der Messdaten ist die Überführung der Spannungsverläufe in den Ortsraum jedoch aus mathematischer Sicht problematisch. Die „wahren“ Spannungsverläufe $\sigma(z)$ sind mit Fehlern behaftet, so dass ein Zusammenhang der „Ortsraum“-Eigenschaften (Inhomogenitäten, Schich-

Tabelle 2.3: Zusammenstellung diffraktometrischer Verfahren zur Bestimmung von Spannungsgradienten in Hinblick auf die oberflächennahe Analyse.

	LAPLACE	Strain-Scanning		Abtrag
<u>Zugängliche Spannungskomponenten:</u>		in Transmission	in Reflexion	
σ_{11}, σ_{22}	+	+	-	+
$\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$	+	-	-	-
σ_{13}, σ_{23}	+	-	-	+
<u>Tiefe/Auflösung</u>				
Max. Tiefe [μm]	100	>> 100	100	>> 100
Übliche Tiefenauflösung bei der Messung [μm]	1	> 200	>50	je nach Abtragsschritt
<u>Verfahren/Probleme:</u>				
Selbstkonsistenz (d_0 -Problematik)	+	-	-	+
Zuverlässige Bestimmung der Ortsraumverteilung	-	+	+	+
<u>Anwendung:</u>				
Zerstörungsfrei	+	+	+	-
Oberflächennaher Gradient	+	-	(-)	+
Oberflächennahe vergrabene Schichten gleicher Zusammensetzung, Spannung 2-achsig und rotationssymmetrisch	-	(-)	+	(+)

ten, Grenzflächen usw.) und Eigenspannungsverläufen im LAPLACE-Raum nur schwer herzustellen ist. Daher erlaubt die Methode zunächst nur eine vergleichende Untersuchungen „ähnlicher“ Proben mit „ähnlichen“ Spannungsverläufen.

Die Strain-Scanning-Verfahren (zweite und dritte Spalte in Tab. 2.3) sind auf die Bestimmung der Hauptspannungskomponenten $\sigma_{ii}(z)$ beschränkt, so dass die Ausrichtung des Hauptspannungssystems als bekannt vorausgesetzt

und das Probensystem entsprechend gewählt werden muss. Die Messungen lassen sich entweder in Transmissions- oder Reflexionsgeometrie durchführen.

Der Vorteil der Transmissionsanordnung, bei der die oberflächenparallelen Dehnungen bestimmt werden, besteht in der erreichbaren Messtiefe, die insbesondere bei hochenergetischer Röntgenstrahlung um ein Vielfaches größer ist als in Reflexion. Hingegen ist die Tiefenauflösung deutlich geringer, weil das langgestreckte VE senkrecht zur Oberfläche positioniert ist (vgl. Abb. 2.9). Wegen der komplexen Beugungsbedingungen beim Eintauchen des VE in die Probenoberfläche ist daher selbst bei Entfaltung des Messprofils vom VE-Profil eine zuverlässige Bestimmung der oberflächennahen Eigenspannungsverteilungen schwierig.

Zur Messung im oberflächennahen Bereich bis ca. 30 μm an die Oberfläche heran wird daher die Reflexionsanordnung genutzt, bei der das VE parallel zur Oberfläche in die Probe eintaucht und so die senkrecht zur Oberfläche verlaufenden Dehnungen wahrgenommen werden. Die Bestimmung der Eigenspannungen aus der Querkontraktion ist allerdings an weitere Voraussetzungen, wie $\sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma_{\parallel}$ und $\sigma_{33} = 0$, gebunden. Eine Einbeziehung beider aus Transmissions- und Reflexionsanordnung erhaltenen Dehnungsverläufe zur Bestimmung der Eigenspannungen ist aufgrund der unterschiedlichen Beugungsbedingungen problematisch.

Es zeigt sich, dass die bisher existierenden zerstörungsfreien Ortsraummethoden aufgrund ihrer stark einschränkenden Annahmen hinsichtlich des Spannungszustandes, der geringen Ortsauflösung und der d_0 -Problematik nur unzureichend im oberflächennahen Bereich eingesetzt werden können, in dem die LAPLACE-Verfahren sensitiv sind. Aus der mangelnden Verzahnung beider Verfahren ergibt sich die Forderung nach einer Ortsraum-Messmethodik, die bei einer hohen Ortsauflösung selbstkonsistent und zerstörungsfrei zu den LAPLACE-Verfahren komplementäre Ergebnisse liefert. Ziel ist dabei auf der einen Seite die Bewertung und Weiterentwicklung der analytischen ILT und auf der anderen Seite die Erschließung komplexer Werkstoffsysteme wie mehrlagige Schichtsysteme.

Der Ansatz der energiedispersiven Beugung bietet dabei den Vorteil, dass zur Aufnahme des Beugungsspektrums kein „Abscannen“ des Beu-

gunswinkels θ notwendig ist und somit die Beugungsgeometrie während des Aufnahmevorganges unverändert bleibt. Weiterhin können bei Photonenenergien an Synchrotronexperimenten zwischen 10 und 130 keV mittels LAPLACE-Verfahren große Eindringtiefen erreicht werden, so dass ein weiterer Überlappungsbereich mit den Ortsraummethoden möglich wird (vgl. Abbildung 2.4). Den einfachen Beugungsbedingungen stehen allerdings besondere Anforderungen an die Eigenschaften der ED Detektoren gegenüber, deren Stabilität entscheidend zur Qualität der Ergebnisse beitragen. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit zu grundlegenden Untersuchungen, die in Kap. 3 einen entsprechenden Raum einnehmen.

Mit dem in Tab. 2.3 in Spalte vier aufgeführten (zerstörenden) Abtragsverfahren lassen sich die Ergebnisse der LAPLACE- und des in dieser Arbeit entwickelten Verfahrens verifizieren. Dabei sind die vergleichsweise geringen Einschränkungen hinsichtlich des Spannungszustandes, die hohe Ortsauflösung und die weite Abtragstiefe von Vorteil.

3 Grundlegende Untersuchungen zur energiedispersiven RSA

3.1 Motivation

Bei energiedispersiven Eigenspannungsanalysen an Standardproben war zu beobachten, dass wiederholte Untersuchungen derselben Proben unter „nahezu“ identischen Bedingungen zu signifikanten Abweichungen in den Ergebnissen führten. Da sich nur wenige Arbeiten ([25, 26, 33]) detailliert mit der Analyse von Eigenspannungsgradienten mittels LAPLACE-Verfahren unter Nutzung energiedispersiver Beugung beschäftigen, ließen sich keine Hinweise zu den Ursachen in der Literatur finden. Mit dem vorliegenden Kapitel wird daher die Absicht verfolgt, entscheidende, bislang aber unzureichend beachtete Fehlerquellen zu identifizieren und so in der RSA zu berücksichtigen, dass eine hohe Zuverlässigkeit der ED Methoden gewährleistet ist.

Zur Bewertung möglicher Fehlerquellen wird in Abb. 3.1 ein Vergleich der energiedispersiven mit den etablierteren winkeldispersiven Verfahren gezogen. Während Fehler in den materialspezifischen Größen bei beiden Verfahren in gleicher Weise die Bestimmung der Eigenspannungsverteilungen beeinträchtigen, ist der Einfluss der geometrischen Abweichungen unterschiedlich zu bewerten. Auf der einen Seite wird bei der ED Beugung der Beugungswinkel 2θ konstant gehalten, und so eine mögliche geometrische Fehlerquelle ausgeschlossen. Durch die deutlich geringeren Beugungswinkel im Vergleich zur WD Beugung auf der anderen Seite fällt der Kugelfehler der Eulerwiege aber stärker ins Gewicht, der als scheinbare Dehnung ϵ^S nach

$$-\frac{\Delta\theta}{\tan\theta} = \frac{\Delta d(hkl)}{d(hkl)} = \epsilon^S \quad (3.1)$$

eingeht⁵. Hinzu kommt, dass dem Vorteil der hohen Parallelität von Synchrotronstrahlung eine mangelnde Verfügbarkeit von parallelisierenden Optiken im sekundären Strahlengang gegenübersteht.

⁵Die nach Ableitung von Gl. 2.13 erhaltene Gleichung gilt nur für geringe Änderungen

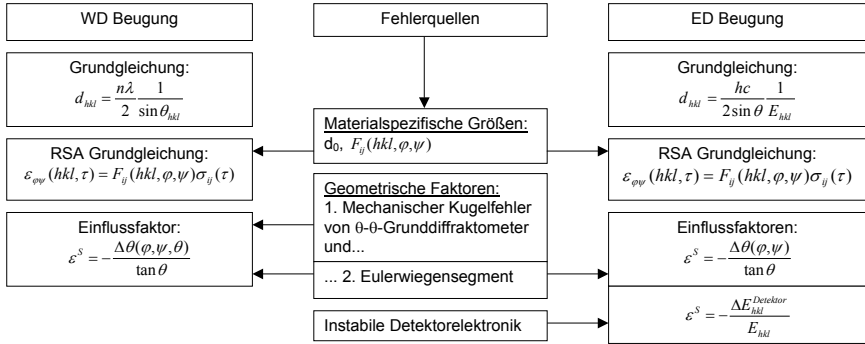


Abbildung 3.1: Mögliche Fehlerquellen in der diffraktometrischen RSA und Einfluss auf die Methoden der winkeldispersiven und energiedispersiven Beugung.

Neben den geometrischen Faktoren sind die spezifischen Eigenschaften der energiedispersiven Detektoren von Bedeutung. Diese leisten mit der Energieauflösung den Beitrag, der im WD Experiment mittels des zeitaufwendigen 2θ -Scans realisiert wird. Gemäß Gl. 2.12 und Gl. 2.13 werden die Dehnungen aus den Energielagenverschiebungen nach

$$\epsilon_{\varphi\psi}(hkl) = \frac{\Delta d_{\varphi\psi}(hkl)}{d_0(hkl)} = -\frac{\Delta E_{\varphi\psi}(hkl)}{E_0(hkl)} \quad (3.2)$$

bestimmt. Da Schwankungen in den Energielagen als scheinbare Dehnungen ϵ^S in die Berechnung der Spannungswerte eingehen, sind höchste Anforderungen hinsichtlich der Energielagenstabilität an das Detektorsystem zu stellen. Herstellerangaben zu der Energiestabilität der Detektorsysteme, insbesondere als Funktion der Zählrate, in dem für die ED RSA interessanten Energiebereich bis einige hundert keV sind allerdings nicht verfügbar. Im MeV-Bereich, in dem die Detektorsysteme überwiegend zu spektroskopischen Anwendungen in der Nuklearphysik genutzt werden, gibt es hingegen

einige Untersuchungen, die auf eine Abhängigkeit der Energiestabilität von der Photonenrate auch im Bereich von 10 - 150 keV hinweisen.

Das Kapitel beginnt mit der Identifikation möglicher Fehlerquellen bei der Detektion von Photonen unterschiedlicher Energien. Diese verlangt eine detaillierte Betrachtung der Wirkungsweise des Detektorsystems, um eine möglichst vollständige Matrix von Einflussparametern aufzustellen und aus dieser die für die Methoden der RSA wesentlichen Größen für eine geeignete Untersuchung auszuwählen. Es folgt die Quantifizierung der Energielagenstabilität bei dem eingesetzten Detektorsystem, die im Rahmen dieser Arbeit erstmalig und mit hoher Auflösung durchgeführt und in [91] und [92] hinsichtlich der Bedeutung bei der RSA dargestellt wurde.

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild

3.2.1 Wirkungsweise des ED Germanium-Detektors

Die bei der γ -Spektroskopie im Energiebereich bis einige hundert keV relevanten Wechselwirkungsmechanismen im Halbleiterkristall des Ge-Detektors, der Photo- und der Compton-Effekt, werden in den Fachbüchern [93, 94, 95, 96, 97] ausführlich behandelt.

Der Photoeffekt (auch als Absorptionseffekt bezeichnet) beschreibt die Wechselwirkung eines γ -Quants mit den Hüllenelektronen. Dabei entfernt ein γ -Quant das Elektron aus seinem gebundenen Zustand, wenn dessen Energie E_γ größer als die Bindungsenergie E_B des Elektrons ist. Dabei wird die gesamte Energie des γ -Quants auf das Elektron übertragen, wobei die „überschüssige“ Energie als kinetische Energie auf das Elektron übergeht. Das Quant wird ausgelöscht. Der freigewordene Platz in der Elektronenhülle wird durch nachrückende Elektronen aus höheren Schalen besetzt, die bei dem Übergang ein charakteristisches Röntgenquant erzeugen, welches den Absorber in der Regel nicht verlässt⁶. Der Wirkungsquerschnitt für den Photoeffekt σ_{Ph} ist von der Kernladungszahl z und der Energie E der γ -

⁶gilt für Elemente $z > 25$

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 49

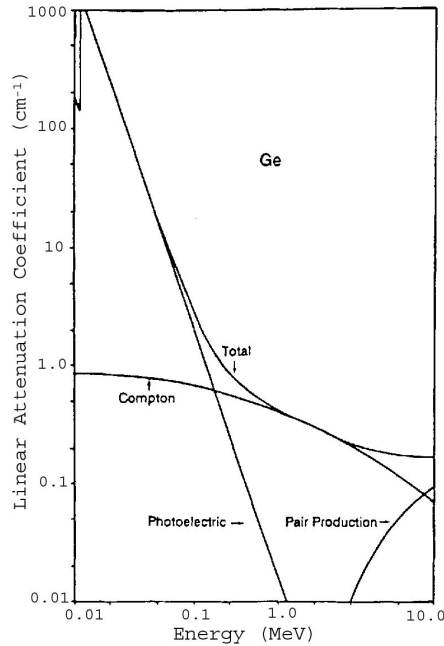


Abbildung 3.2: Wechselwirkungsmechanismen im Halbleiterkristall.⁷

Quanten abhängig. Durch experimentelle Bestimmung der Extinktion erhält man den in Abb. 3.2 gezeigten Verlauf

$$\sigma_{Ph} \propto z^{\alpha} E_{\gamma}^{\delta} \quad (3.3)$$

mit $4 < \alpha < 5$ und $\delta \approx -3.5$ im hier betrachteten Energiebereich bis einige hundert keV (Abb. 3.2). Ist die Quantenenergie gerade so groß wie die Bindungsenergie der Elektronen ändert sich der Wirkungsquerschnitt unstetig, man spricht von Absorptionskanten (bei Ge etwa bei 11 keV).

Der Compton-Effekt lässt sich als eine unelastische Streuung des γ -Quants an einem quasi ruhenden Elektron auffassen, wobei das γ -Quant einen Teil

⁷Canberra Application Note AN-D-8901: Compton Suppression Made Easy

seiner Energie an das Elektron abgibt und seine Ausbreitungsrichtung ändert. Die abgegebene Energie ist ein variierender Bruchteil von E_γ und daher bei der γ -Spektroskopie ein unerwünschter Effekt. Zusätzlich hängt der Wirkungsquerschnitt in komplexer Weise von der Energie des γ -Quants ab [98, 99]. Die maximale auf das Elektron übergehende Energie ist dabei durch den Ausdruck

$$E_{e,max} = E_\gamma \frac{2\epsilon}{1 + 2\epsilon} \text{ mit } \epsilon = \frac{E_\gamma}{m_0 c^2} \quad (3.4)$$

gegeben, der einen Anstieg des Untergrundes unterhalb eines detektierten Peaks („Comptonkante“) beschreibt.

Die Detektion der Quantenenergie erfolgt beim Germanium-Detektor in einer Halbleiterdiode. Diese besteht aus angrenzenden p- und n-dotierten Bereichen, zwischen denen sich eine ladungsträgerverarmte Zone ausbildet. Durch Anlegen einer äußeren Spannung von bis zu einigen kV wird der durch die Raumladung erzeugte Potentialsprung beider Bereiche erhöht und die Breite der Zone von einigen Mikrometern auf einige Millimeter vergrößert. Der mit der Erhöhung des Feldes einhergehenden Zunahme des Kriechstroms und der damit verbundenen Verschlechterung der Detektoreigenschaften wird mit der Kühlung des Halbleiters durch flüssigen Stickstoff begegnet. In diese Zone eindringende γ -Quanten setzen entsprechend dem Photo- und Comptoneffekt energiereiche Elektronen frei. Dabei wird ein Teil der Energie zur Erzeugung von Phononen verbraucht. Ein anderer wird auf dem Weg der Elektronen durch den Festkörper auf Valenzelektronen übertragen, die in das Leitungsband übergehen und Vakanzen („Löcher“) hinterlassen, die sich wie positive Ladungsträger verhalten. Durch das hohe elektrische Feld der Verarmungszone wird die Trennung der Elektronen und Löcher möglich, die als Ladungsimpulse auf den Elektroden registriert werden. Der Betrag des Impulses ist ein Maß für die Energie des primären Elektrons, von der wiederum unter entsprechenden Voraussetzungen auf E_γ geschlossen werden kann.

Eine wesentliche Detektorkenngröße ist das energetische Auflösungsvermögen, das die zuverlässige Unterscheidung zweier Spektrallinien bestimmt. Dieses ist zunächst durch die Wechselwirkungsmechanismen im Detektorkri-

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 51

stall gegeben. Dabei ist von Bedeutung, dass die Freisetzung der Elektron-Loch-Paare nur unter der Beteiligung von Phononen möglich ist, so dass E_γ statistisch auf die Phononen- und Elektron-Loch-Paar-Erzeugung verteilt wird. Die physikalische Beschreibung trägt dem durch Einführung des Fanofaktors F [100] Rechnung, so dass für die Halbwertsbreite ΔE_{HWP} in erster Näherung

$$\delta E_{HWP} = [(\Delta E_{amp})^2 + 5,546 F \epsilon E]^{1/2} \quad (3.5)$$

gilt, wobei ϵ die Bildungsenergie für das Elektronen-Loch-Paar ist und ΔE_{amp} alle elektronischen Effekte, wie beispielsweise das Rauschen des an den Detektor angeschlossenen Verstärkers, zusammenfasst.

Eine weitere Detektorkenngröße ist die Effizienz, also die Energieabhängigkeit der Nachweiswahrscheinlichkeit für ein γ -Quant. Da nur die Quanten nachweisbar sind, die über den Photoeffekt mit den Elektronen in Wechselwirkung getreten sind, fällt die Effizienz mit zunehmender Bedeutung des Compton-Effekts mit steigender Photonenenergie ab (Abb. 3.3).

3.2.2 Zusammenhang zwischen Detektorelektronik und der Impulsverarbeitung

Die im Detektor erzeugte elektrische Ladungsmenge, von der auf E_γ zurückzuschließen ist, wird durch die in Abb. 3.4 skizzierte Elektronik erfasst und abgespeichert. Dazu wird zunächst im Vorverstärker mittels eines Operationsverstärkers (Integrator) ein Spannungsimpuls erzeugt, dessen Höhe proportional zu E_γ ist. Die Entladung des Integrationskondensators C_k erfolgt dabei üblicherweise konitinuierlich durch einen Widerstand (RC feedback). Da es zu Unterschwingungen kommen kann, die eine korrekte Bewertung eines nachfolgenden Impulses unmöglich machen, lässt sich eine Untergrundkorrektur manuell vornehmen („pole/zero-compensation“). Um die Effekte zu vermeiden, die zu einer Verminderung der Energieauflösung führen, wird

⁸Germanium Detectors, User's Manual, 9231358B, Copyright 2003, Canberra Industries Inc.

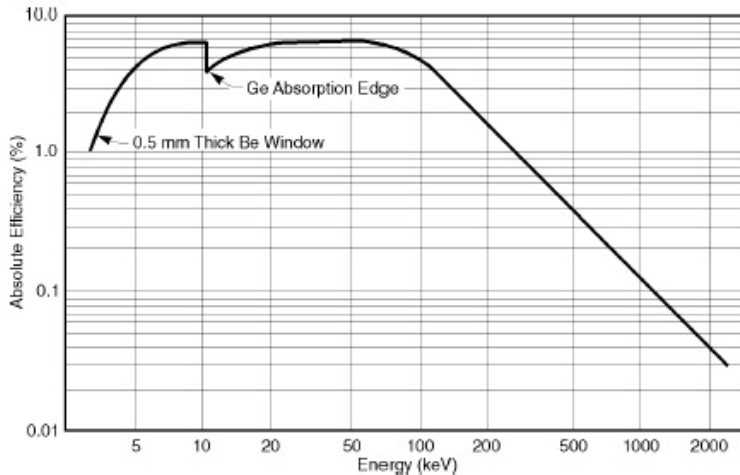


Abbildung 3.3: Detektoreffizienz nach Angaben des Herstellers.⁸

bei dem vorliegenden System ein aktiv rückgesetzter Vorverstärker (transistor reset preamplifier = TRP) genutzt, bei dem eine abrupte Nullsetzung bei Erreichen eines Schwellenwertes von 4 V erfolgt. Für die Dauer der Nullsetzung von einigen Mikrosekunden wird vom System eine Totzeit ausgegeben, die das Verhältnis der tatsächliche Messzeit („live time“) zur Messdauer („real time“) angibt. Im Gegensatz zur RC-Variante sind laut Hersteller⁹ keine Einstellungen für das Erreichen der Nulllinie notwendig („pole/zero reset“). Die Dauer zum Erreichen des Schwellenwertes und die mit der Totzeit verbundene Nullsetzung ist dabei sowohl von der Zählrate als auch der Photonenenergie („Energierate“) abhängig.

In dem verwendeten System erfolgt die Digitalisierung der Spannungsimpulse nicht erst am Ende der analogen Bearbeitung vor der Speicherung im MCA, sondern unmittelbar nach der Vorverstärkung und anschließender Differentiation. Die Vorteile bestehen in einem erhöhten Durchsatz insbesondere bei hohen Zählraten durch die digitale Verarbeitung unter Nutzung

⁹Model 2060 Digital Signal Processor, User's Manual, 12/1999 und Canberra Application Note Basic "Basic Counting Systems", 06/2006

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 53

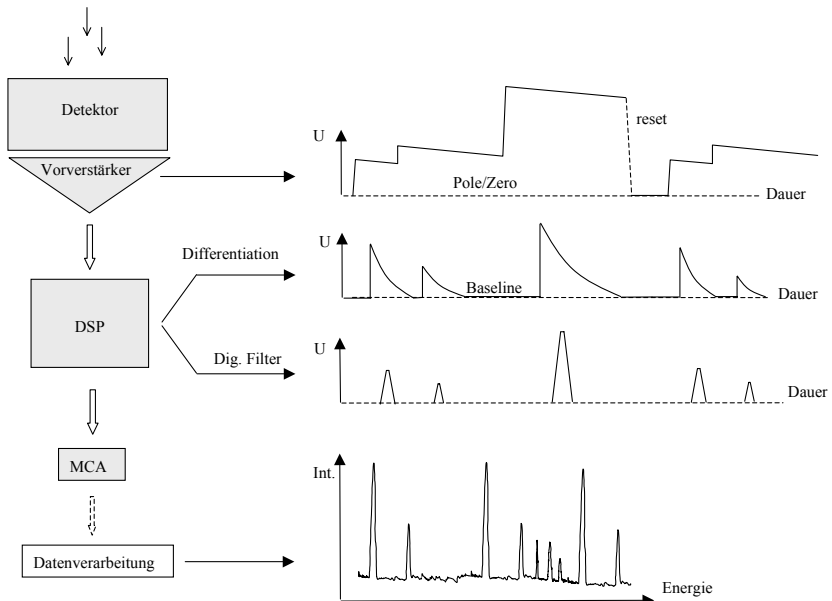


Abbildung 3.4: Prinzipieller Aufbau und Wirkungsweise eines energiedispersiven LEGe Detektorsystems mit aktiv rückgesetztem Vorverstärker (TRP) und digitaler Signalverarbeitung (DSP).

verschiedener anpassbarer Algorithmen¹⁰ und der Reduzierung zeit- und temperaturabhängiger Drifts in den elektronischen Komponenten.

Das den Vorverstärker verlassende Signal wird im DSP zunächst differenziert (Abbildung 3.4) bevor es mittels eines trapezförmigen Filters digitalisiert wird. Die Verarbeitungsdauer des Impulses lässt sich dabei durch Einstellung der Flanken (“rise time/fall time”¹¹) und des Plateaus (“flat top”) vornehmen. Dabei gilt, dass das Signal/Rausch-Verhältnis um so bes-

¹⁰Canberra Application Note Basic “Performance of Digital Signal Processors for Gamma Spectrometry”, 11/1999

¹¹Im Weiteren wird der Kürze wegen ausschließlich von der “rise time” die Rede sein.

ser ist, je länger die Verarbeitungszeit T_p mit

$$T_p = 2T_{RiseTime} + T_{FlatTop}$$

gewählt wird. Das bedeutet, dass der Photonendurchsatz im Detektor prinzipiell auf Kosten der Energieauflösung steigt.

Die weitere Signalverarbeitung erfolgt auf digitalem Wege. Das ist zunächst die Wiederherstellung der Nulllinie („baseline“), für die verschiedene manuelle Einstellmöglichkeiten gegeben sind („baseline restorer“). Bei diesem Schritt ist Sorge zu tragen, dass die Nulllinie nach jedem Impuls wieder zuverlässig erreicht wird. Die Korrektur der Baseline hat nach [101] einen maßgeblichen Einfluss auf die Peaklagenstabilität und Energieauflösung bei erhöhten Zählraten.

Ein weiterer Schritt ist die Korrektur der Pulsaufstockung („pile up“). Folgen die Impulse in einem so kurzen Zeitintervall, dass die Nulllinie zwischendurch nicht erreicht wird, kommt es zur Aufstockung der Pulse, was eine Zuordnung eines deutlich zu hohen Energiewertes zur Folge hat. Um die Fehlmessung zu verhindern, wird daher die Aufstockung digital überwacht, untrennbare Pulse verworfen („pile up rejection“, PUR), und ein entsprechender Wert für die Totzeit ausgegeben. Die Variation des zulässigen maximalen Zeitintervalls aufeinanderfolgender Impulse erfolgt durch Einstellung der Variable x am DSP zwischen 1.1 und 2.5 („PUR guard“) gemäß $T_p = x \cdot T_{RiseTime} + T_{FlatTop}$.

Die im Ge-Halbleiter erzeugten Ladungsträger wandern zu den Elektroden mit einer Geschwindigkeit von etwa 1 mm/10 ns. Erhöht sich der Driftweg der Ladungsträger durch Einfall der Photonen unter verschiedenen Winkeln oder bei Verwendung größerer Halbleiterkristalle, muss die Erhöhung der durchschnittlichen Driftzeit bei der Impulsverarbeitungszeit T_p berücksichtigt werden. Das erfolgt durch Anpassung der Prozesszeit mit dem „flat top“-Parameter. Dazu bietet das eingesetzte System eine Automatik an, die eingehende Signale analysiert und den Parameter entsprechend setzt („automatic ballistic deficit correction“). Ist die Verarbeitungszeit zu kurz, kommt es zur Verminderung der Energieauflösung und einem Verschmieren des Spektrums.

Die Impulse werden der Höhe und der Anzahl nach im MCA mit 16k

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 55

Kanälen gespeichert. Dabei ist zu beachten, dass während der Speicherung eines Impulses jeder andere eintreffende Impuls nicht verarbeitet werden kann. Der entsprechende Beitrag zur Systemtzeit ist also unabhängig davon, ob tatsächlich ein Impuls ankommt.

3.2.3 Mögliche Ursachen der Energielagenverschiebung und Folgerungen für die experimentelle Untersuchung

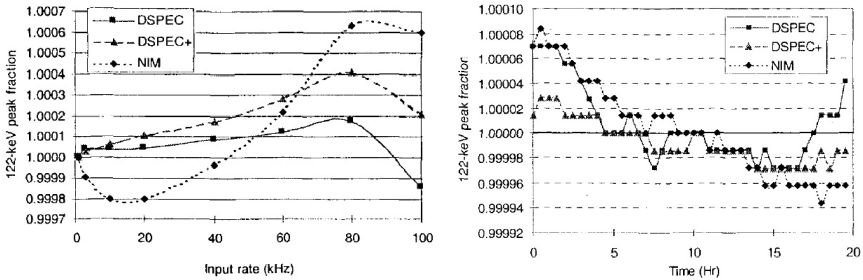
Die Arbeiten [102, 103, 104, 105] zur analytischen Bestimmung der energiedispersiven Profilformen zeigen, dass Asymmetrien einerseits im Detektorkristall entstehen und andererseits durch fehlerhafte Verarbeitung bei erhöhtem Durchsatz in der Elektronik verursacht werden. Daraus folgt die Vermutung, dass sich bei zunehmender Energie- und Zählrate mit Ausbildung der Asymmetrie nicht nur die Peakbreiten, sondern auch die Peaklagen verschieben, was in Untersuchungen der Detektorhersteller zur Demonstration der Peaklagenstabilität [106, 107] Bestätigung findet. Die vergleichenden Studien [108, 109] zeigen, dass bei allen Systemen gängiger Hersteller Peaklagenverschiebungen vorliegen, unabhängig davon, ob die Impulsverarbeitung digital oder analog erfolgt. In [110] wird eine Größenordnung von $\Delta E/E = 9 \cdot 10^{-4}$ beobachtet, das entspricht $\Delta E = 85$ eV bei 122 keV (Abb. 3.5a).

Hinzu kommen zeitabhängige Peaklagenverschiebungen¹² bis zu $\Delta E/E = 1,2 \cdot 10^{-4}$ ($\Delta E = 15$ eV bei 122 keV) (Abb. 3.5b) und eine von der (Tages-)Temperatur abhängige Energielagenverschiebung im Bereich von $\Delta E/E = 0,5 \cdot 10^{-4}$ ($\Delta E = 6$ eV bei $E = 122$ keV) [111]. Der Hersteller des in dieser Arbeit verwendeten Systems geht von einer linearen Verschiebung von $1,4$ keV/50°C aus.¹³

Die Untersuchungen in [110] belegen, dass die relativen Verschiebungen eines 1,3 MeV Peaks deutlich geringer sind als die eines 122 keV Peaks, was eine absolute (d. h. energieunabhängige) Peaklagenverschiebung vermuten lässt. Daraus ergibt sich im Umkehrschluss eine deutlich höhere relative Verschiebung im Energiebereich bis 100 keV, der bei den Untersuchungen

¹²Bei der Untersuchung wird die Raumtemperatur im Bereich $\Delta T_{Raum} < 2^\circ$ konstant gehalten.

¹³Canberra: Digital Signal Processing Introduction, 6/06



(a) Energielagenstabilität als Funktion der Zählrate (b) Energielagenstabilität als Funktion der Messdauer

Abbildung 3.5: Einflussfaktoren auf die Energielagenstabilität in der Studie [110] anhand des 122 keV Peaks von ^{57}Co für verschiedene Detektorsysteme.

in dieser Arbeit genutzt wird. Die RSA verlangt hingegen die Bestimmung von Dehnungen im Bereich von $\epsilon = 10^{-4}$, das entspricht nach Gl. 2.13 einer Genauigkeit in der Energielagenbestimmung von 1 - 10 eV im Energiebereich von 10 - 100 keV. Dabei muss gefordert werden, dass sich selbst unter stark schwankenden (Strahl-)bedingungen das Detektorsystem stabil verhält bzw. die Energielagenverschiebungen als Funktion der Strahlbedingungen durch Untersuchungen des individuellen Systems mit hinreichender Genauigkeit bestimmt werden.

Zur Bestimmung der Untersuchungsparameter ist der Zusammenhang von Strahleigenschaften und möglichen Fehlerquellen bei der Photonendetektion von Bedeutung und soll daher anhand von Abb. 3.6 erläutert werden.

Während der Messung kommt es zu einer Variation der Zählrate (A) von mehreren Größenordnungen. Die Hauptursache liegt in der abnehmenden Streuintensität bei sukzessiver Kippung der Probe in Reflexionsgeometrie oder in dem schrittweisen Eintauchen des Volumenelements in die Probe. Die durch die „Zählrate“ bezeichnete Strahleigenschaft berücksichtigt nicht die Energieverteilung der Photonen und unterscheidet sich so von der „Energie“ (B). Dies trägt dem Umstand Rechnung, dass sich das im Detektor aufgenommene Spektrum beispielsweise durch Textur oder Grobkorn in der

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 57

Probe sowie inhomogene Bereiche während einer Messung deutlich ändern kann. Je nach Art des Experiments kann die Dauer einer Messung einige Sekunden oder viele Stunden betragen. Da sich während der Dauer einer Messung das Detektorsystem stabil verhalten muss, stellt die Zeitstruktur (C) ein wesentliches Kriterium dar. Bei der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Methode wird der Detektor translatiert, so dass der Photonenstrahl unter unterschiedlichen Winkeln auf den Germaniumkristall auftrifft. Aus diesem Grund wird der Raumwinkel (D) als weitere „Strahleigenschaft“ aufgeführt.

Im Halbleiter des Detektors tritt das Photon mit den Elektronen in Wechselwirkung; eine der Photonenenergie proportionale Anzahl von Ladungsträgern wird ausgelöst und durch die Elektroden „abgesaugt“. Dabei sind nur die durch den Photoeffekt ausgelösten Ladungsträger von Interesse, Comptonstreuung im Kristall und in der Detektorumgebung tragen zum Untergrund im Diffraktogramm bei. Systematische Fehlerquellen sind zu erwarten, wenn sich Einfallswinkel oder -ort im Detektor während der Messung ändern. Ein veränderter Abstand zu den Elektroden, sowie Verunreinigungen bzw. Defekte im Ge-Kristall und eine inhomogene Feldverteilung können die mittlere Dauer zwischen Ladungsträgererzeugung und -sammlung deutlich verändern und Fehlmessungen („ballistic deficit“) hervorrufen. Ein weiterer Effekt ist die in der unmittelbaren Detektorumgebung auftretende Rückstreuung einzelner Photonen in den Detektor. Ändert sich die Abschirmung oder der Einfallswinkel kann es so zu deutlichen Änderungen im Untergrund des Diffraktogramms und zum Auftreten von „Rückstreupeaks“ kommen. Ein weiterer, zeitabhängiger Faktor kann durch die Verringerung des Vakuums im Kühlsystem verursacht werden, was sich durch das Verschmieren des Spektrums ankündigt¹⁴. Dabei werden die Molekularsiebe zugesetzt und das Signal durch herangetragene Ladungsträger gestört.

Bei der elektronischen Datenverarbeitung im Vorverstärker und vor der Digitalisierung im DSP sind als mögliche Fehlerquellen vor allem die oben genannten Effekte der Verfehlung der Nulllinien zu nennen. Entsprechende Parameter sind zwar im DSP einstellbar, hängen aber von sowohl der

¹⁴Der Effekt tritt etwa halbjährlich bei den eingesetzten Detektoren auf.

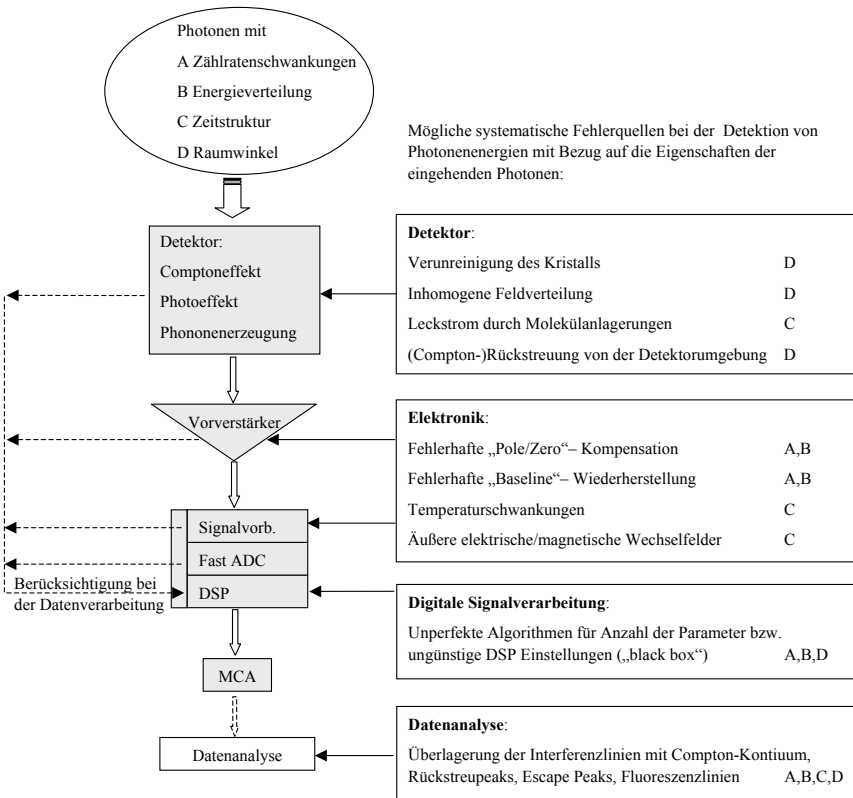


Abbildung 3.6: Mögliche Einflussfaktoren auf die Energielagenstabilität beim energiedispersiven Ge-Detektorsystem.

Energie- als auch der Zählrate ab. Schwankende Bedingungen während der Messungen können so – abhängig von der individuellen Einstellung – zu systematischen Schwankungen in der Energielage führen. Darüber hinaus können die elektronischen Komponenten zeit- und temperaturabhängige Eigenschaften aufweisen, die die Detektorperformance beeinflussen. Eine Ursache der zeitabhängigen Energielagenverschiebungen können dabei auftretende

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 59

elektrische und magnetische Wechselfelder in umgebenden elektronischen Geräten sein, auf die die Detektorelektronik erfahrungsgemäß sensibel reagiert.

Aufgabe der digitalen Signalverarbeitung ist es, bei möglichst hohem Durchsatz manipulierende Einflüsse auf die Daten zu erkennen und zu eliminieren. Zur Verarbeitung der Datenimpulse werden mathematische Algorithmen verwendet, für die von dem Anwender über die externen DSP-Einstellungen Parameter gesetzt werden können, die aber nicht einsehbar sind. So fällt die Beurteilung der korrekten Parameter schwer, und die Auswahl „schlechter“ Parameter stellt eine Fehlerquelle für die korrekte Energiedetektion dar. Hinzu kommt, dass die DSP-Einstellungen laut Handbuch in Abhängigkeit von Energie- und Zählrate zu tätigen sind, diese während der Messung allerdings erheblich schwanken können.

Bei der Datenanalyse muss darauf geachtet werden, dass das Diffraktogramm nicht nur aus Beugungslinien besteht, sondern Fluoreszenzlinien von der Probe enthält sowie Artefakte des Detektors (Abbildung 3.7). Das sind zum einen Escape Peaks [112], bei denen das eingehende Photon um den Betrag der Anregungsenergie der $\text{GeK}\alpha$ und der $\text{K}\beta$ Kante zu gering analysiert wird und die entsprechend 9.88 keV und 10.98 keV unterhalb der eigentlichen Photonenenergie in Erscheinung treten. Zum anderen treten bei doppelter Energielage die aufgrund von pile-up-Effekten fehlerhaft analysierten Peaks auf, die sich in der Regel mit den Beugungsinterferenzen höherer Ordnung überlagern. Die durch Comptonstreuung verursachten Schwankungen im Untergrund (Comptonkante, Comptonpeak) sind in dem hier betrachteten Energiebereich bis zu 100 keV zu vernachlässigen.

Grundsätzlich hängt die Performance eines Detektorsystems von allen Komponenten ab. Dabei ist die Matrix, bestehend aus den Eigenschaften des Photonenstrahls und den (realen) Eigenschaften des Detektors und der Elektronik so komplex (vgl. Abb. 3.6), dass sich die Detektoreigenschaften im Rahmen dieser Arbeit nicht vollständig untersuchen lassen.

Daher erscheint eine Prioritätensetzung der Einflussparameter auf die RSA notwendig. Als entscheidender Faktor wird der Einfluss der Zählrate bzw. Detektortotzeit auf die Energiestabilität als Funktion der absoluten Energielagen angesehen. Die Untersuchungen beziehen dabei die unter-

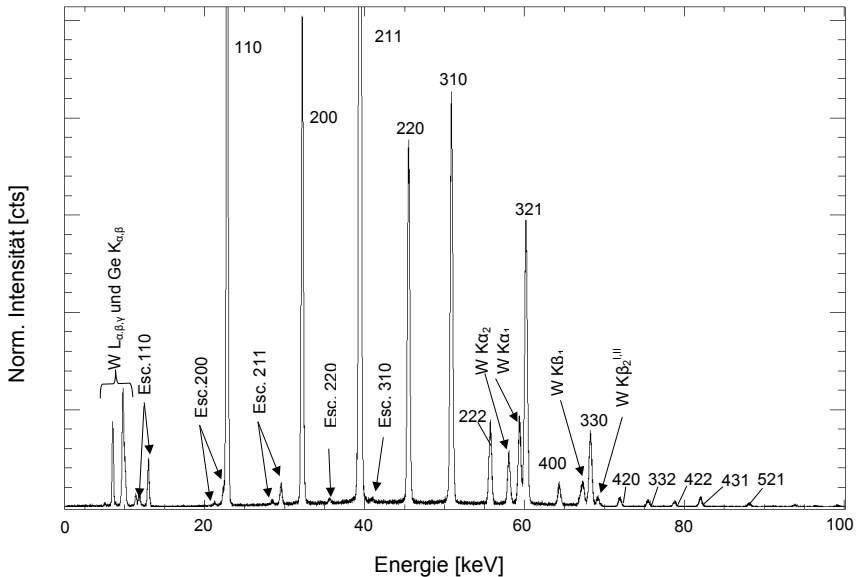


Abbildung 3.7: Energiedispersives Spektrum von W-Pulver bei $2\theta = 14^\circ$. Neben den Beugungslinien treten W- und Ge-Fluoreszenzlinien sowie Escapelinien (Esc.) auf.

schiedlichen DSP-Einstellungen mit ein.

Unberücksichtigt bleiben folgende, als weniger bedeutend erachtete Einflussfaktoren auf die Energielagen:

- Temperaturschwankungen, die durch Klimatisierung der Experimentierhalle auf ein Minimum beschränkt werden
- Veränderungen in äußeren elektrischen und magnetischen Wechselfeldern
- der Einstrahlwinkel in den Detektor und die Rückstreuung an der Abschirmung

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 61

- Schwankungen in der Energierate (Photonenverteilung im Diffraktogramm).

3.2.4 Experimenteller Aufbau und Vorgehensweise

Die Untersuchung des Detektorsystems wurde am Strahlrohr für energiedispersive Diffraction (EDDI) am BESSY durchgeführt. Der Versuchsaufbau ist in Abb. 3.8 skizziert. Der weiße Primärstrahl, der experimentell nutzbare Energien bis ca. 130 keV enthält, wird durch ein Doppelspaltsystem S1/S2 auf ca. 1 mm² ausgeblendet bevor er auf die Probe trifft. Sekundärseitig sorgt das Doppelspaltsystem S3/S4 für die entsprechende Kollimation bei einem gegebenen Streuwinkel 2θ .

Die Einzelkomponenten des untersuchten Detektorsystems wurden von Canberra Industry im Jahr 2000 geliefert. Es besteht aus einem „Low Energy Germanium“(LEGe)-Detektor mit einem 10 mm dicken, scheibenförmigen Ge-Kristall (\varnothing 11,3 mm), an dem eine Hochspannung von 1 kV anliegt, einem Vorverstärker (Typ TRP), einem DSP und einem Vielkanalanalysator (MCA) mit 16k Kanälen. Die Typenbezeichnungen sind in Tab. 3.1 zusammengestellt.

Bei den Untersuchungen erfolgte die Variation der DSP-Verarbeitungszeiten T_P durch Wahl der Parameter „flat top“ und „rise time“, alle anderen Einstellungen, die als Standardeinstellungen gemäß Tab. 3.2 betrachtet werden, blieben unverändert.

Tabelle 3.1: Herstellerbezeichnungen des Detektorsystems

Detektor	Canberra Model GL0110
Cryostat	Canberra Model 7935-7F
Vorverstärker	Canberra Model HRR
DSP	Canberra Model 2060
MCA	Canberra MPT-EXE
Hochspannung	Canberra Model 3106D

Tabelle 3.2: DSP Standardeinstellungen. Nur die mit * bezeichneten Parameter wurden in die Untersuchung einbezogen.

<i>GAIN</i>		<i>MCA</i>		<i>MISC</i>	
Coarse Gain	$\times 40$	Conv. Gain	16384	Inp Polarity	negative
Fine Gain	$\times 1,1299$	Conv. Range	16384	Inh Polarity	negative
SF Gain	$\times 0,6864 \times 10^{-2}$	LLD	1,819	Inhibit Mode	reset
		Offset	0	PUR	ON
<i>FILTER</i>		MCA Type	AIM / ACC.	PUR guard	$\times 2,5$
Rise Time*	4,8 μ s	Zero Adj.	0,000%	LT trim	250
Flat Top*	0,5 μ s			gate	anti
Baseline	hard			monitor out	trapezoid
Pole/Zero	reset			disc thresh	manual
P/Z Setting	0 (reset)			disc setting	5%

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 63

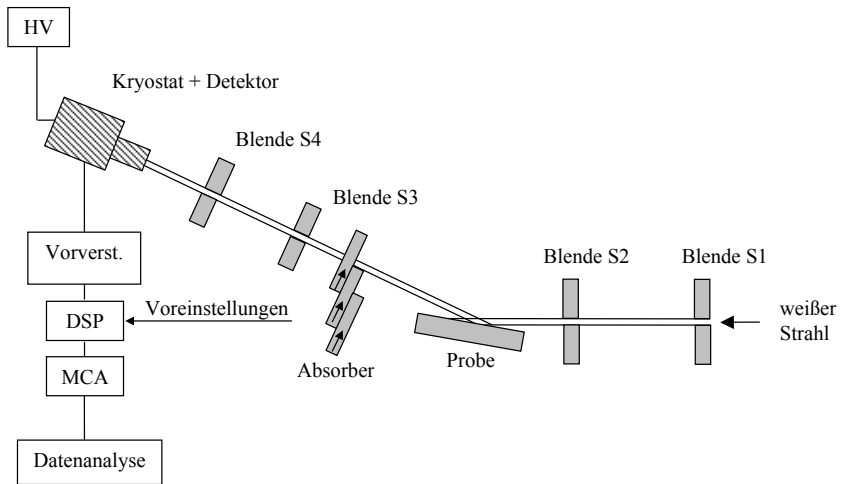


Abbildung 3.8: Versuchsaufbau zur Untersuchung schwankender Detektortotzeiten auf die Energielagenstabilität bei unterschiedlichen DSP-Einstellungen.

Aus Gründen der Übersichtlichkeit werden die Spektren und die Ergebnisse der Auswertung nicht bezüglich der Kanalnummer des MCA angegeben, sondern auf die Energieskala überführt. Dabei wird die Kalibrierfunktion $E(ch)=a+b \times ch+c \times ch^2$ mit $a = 0,146382$, $b = 0,00823545$ und $c = 8,5497 \times 10^{-10}$ verwendet.

Die Untersuchungen der Detektoreigenschaften wurden nicht anhand der γ -Linien radioaktiver Proben durchgeführt [113], sondern mittels Fluoreszenzlinien, die physikalisch in ihrer Lage und Breite ausreichend definiert sind, um Kalibriermessungen durchzuführen [114, 115]. Der Vorteil besteht, neben dem Wegfall der Vorsichtsmaßnahmen im Umgang mit radioaktiven Proben, in der einfachen Variation der Zählraten durch Veränderung der Blendenöffnungen, ohne den Abstand der Proben vom Detektor zu verändern, der den Raumwinkel der einfallenden Strahlung im Detektorkristall

Tabelle 3.3: Verwendete Elemente und zugehörige Energiepositionen der Fluoreszenzlinien nach [116].

Element	E [keV]	Element	E [keV]	Element	E [keV]
Zr/ $K\beta_1$	17,6678	Ho/ $K\alpha_2$	46,6997	W/ $K\alpha_2$	57,9817
Mo/ $K\beta_1$	19,6083	Ho/ $K\alpha_1$	47,5467	W/ $K\alpha_1$	59,31824
Ag/ $K\beta_1$	24,9424	Ho/ $K\beta_1$	53,877	W/ $K\beta_1$	67,2443
Cd/ $K\beta_1$	26,0955			Pb/ $K\alpha_2$	72,8042
Te/ $K\beta_1$	30,9957			Pb/ $K\alpha_1$	74,9694

bestimmt (vgl. Aspekt D in Abb.3.6).

Bei den Untersuchungen wurden Proben unterschiedlicher Elemente dem Weißstrahl ausgesetzt und die Fluoreszenzlinien detektiert, die einen Energiebereich zwischen 17,7 keV und 75 keV (Tab. 3.3) abdeckten. Bei den Elementen niedriger Ordnungszahl, bei denen die $K\alpha_1$ - und $K\alpha_2$ -Linien nicht zu trennen sind, erfolgte ausschließlich eine Auswertung der $K\beta_{1/3}$ -Linien. Nach Abzug des Untergrunds erfolgte die Anpassung der Einzellinien durch eine Pseudo-Voigt-Funktion und der Doppellinien durch eine Gaußfunktion. Probenabsorption, Wigglerpektrum und Ringstrom wurden bei der Datenauswertung berücksichtigt.

Durch Variation der Zählrate ließen sich Detektortotzeiten zwischen 0.1% und 100% erreichen. Dazu wurden bei jeder Probe Blendenweiten von einigen Millimetern verwendet und 2θ zwischen 1° und 10° so eingestellt, dass Beugungslinien im Spektrum zwar erscheinen, aber nicht mit den Fluoreszenzlinien überlappen. Abb. 3.9 zeigt ein typisches Spektrum eines Wolframpulvers, in dem neben den Fluoreszenzlinien aufgrund der weiten Sekundärblenden breite Beugungslinien auftreten. Bei einigen Versuchsreihen wurde zusätzlich die radioaktive Probe ^{133}Ba nahe des Detektors angebracht, um unabhängig vom Synchrotronstrahl eine Referenzlinie [117] zu erhalten. So konnten hohe Detektortotzeiten erreicht werden, die durch Einbringen eines Aluminiumabsorbers (effektive Dicke bis 100 mm) in den

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 65

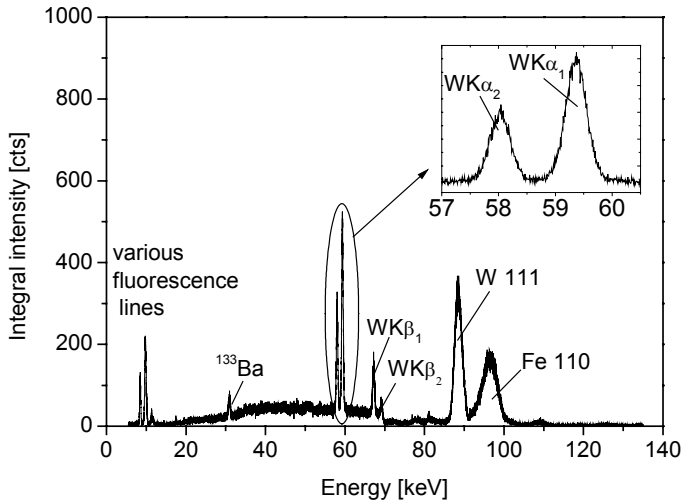


Abbildung 3.9: Spektrum einer Wolframprobe bei dem beschriebenen Versuchsaufbau in [91].

sekundären Strahlengang sukzessive verringert wurden.

3.2.5 Quantifizierung der Detektorauflösung und der Energielagenverschiebungen

Abb. 3.10 demonstriert den Einfluss der DSP-Einstellungen auf den Detektordurchsatz als Funktion der ausgegebenen Totzeit des Detektorsystems (DT) anhand der Intensität der W- $\text{K}\alpha_2$ -Fluoreszenzlinie. Es wird deutlich, dass durch Wahl der Prozesszeit T_P der Detektordurchsatz um mehr als eine Größenordnung gesteigert werden kann. Dies ist insbesondere im Bereich $\text{DT} < 10\%$ der Fall, in dem in der Regel die $\sin^2 \psi$ -Messungen durchgeführt werden.

Allerdings ist mit dem gesteigerten Durchsatz eine Verringerung der Auflösung verbunden. Abb. 3.11a zeigt die Halbwertsbreiten der W- $\text{K}\alpha_2$ -Fluoreszenzlinien nach Abzug der der eigenen natürlichen Breite [118] und

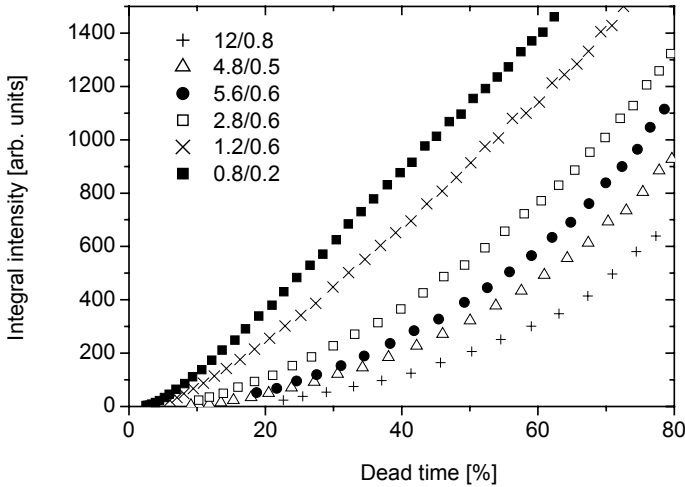


Abbildung 3.10: Integralintensität der W-K α_2 -Fluoreszenzlinie in Abhängigkeit der DSP Einstellungen rise time / flat top und der Detektortotzeit in [91].

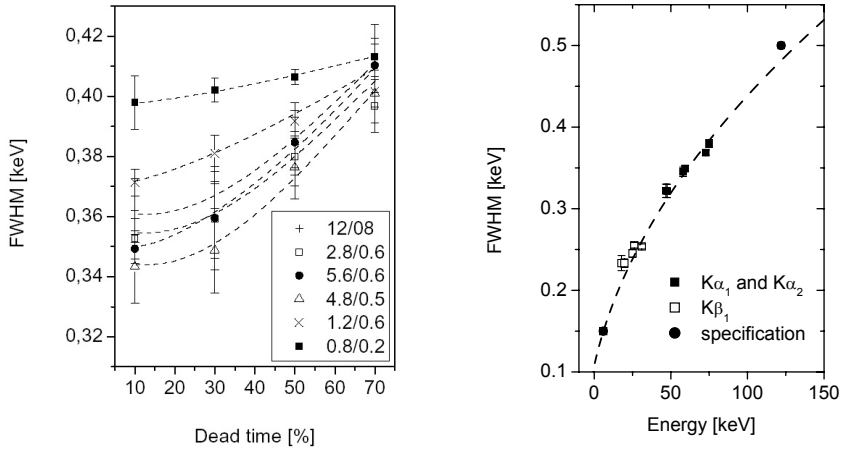
Mittelung über einen DT-Bereich von $\pm 10\%$ um den angegebenen Wert. Es wird deutlich, dass mit steigender T_P auch die Auflösung steigt, so dass die Differenz zu geringeren T_P bis zu 50 eV betragen kann. Mit zunehmender DT nimmt die Auflösung ab, und der Einfluss der verwendeten T_P wird geringer.

Gibt man die Detektorauflösung als Funktion der Energie an, so muss folglich der Einfluss der DT berücksichtigt werden. Abb.3.11b gibt die Auflösung bei einer DT von 5% anhand der in Tab. 3.3 dargestellten Fluoreszenzlinien wieder. Neben den Eigenbreiten der K $\alpha_{1/2}$ -Linien wurden dabei die Überlagerung der K $\beta_{1/3}$ -Linien [116] berücksichtigt. Der Verlauf wurde nach [119] gemäß

$$\delta E_{HWB} = [(\Delta E_{amp})^2 + 5,546 F \epsilon E]^{1/2} \quad (3.6)$$

bestimmt. Die ermittelten Werte für $\Delta E_{amp} = 106,3$ eV und $F = 0.113$

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 67



(a) Detektorauflösung bei verschiedenen T_P gemittelt über einen DT-Bereich von $\pm 10\%$ als Funktion der DT.

(b) Detektorauflösung bei rise time / flat top = 5.6 / 0.6 als Funktion der Energie bei einer DT von 5%.

Abbildung 3.11: Detektorauflösung als Funktion der Systemtotzeit und der Energie in [91]. Details siehe Text.

entsprechen dabei weitgehend denen in [119] mit $\Delta E_{amp} = 108$ eV und $F = 0.11$. Die Ergebnisse bestätigen bei den geringen DT die Spezifikationen des Detektors, die der Hersteller mittels Standardmessungen¹⁵ mit den Präparaten ^{55}Fe und ^{57}Co in zwei Messpunkten erzielt.

Der für die RSA signifikantere Einflussfaktor ist die Energielagenstabilität der Detektoren, da Energielagenverschiebungen in direkter Weise in die Bestimmung der Spannungen eingehen. Abb. 3.12 zeigt die zu Abb. 3.10 gehörigen Energiepositionen der W- $K\alpha_2$ -Fluoreszenzlinien als Funktion der DT. Zunächst fällt auf, dass sich die Energiepositionen mit dem Wechseln der DSP-Einstellungen auf der Energieachse um bis zu 2 keV willkürlich verschieben. Daraus folgt unmittelbar, dass eine Veränderung der Prozessparameter immer mit einer Überprüfung bzw. Änderung der MCA-Kalibrierung

¹⁵Die Auflösung wird vom Hersteller nach IEEE Standard ANSI/IEEE std325-1996 ermittelt.

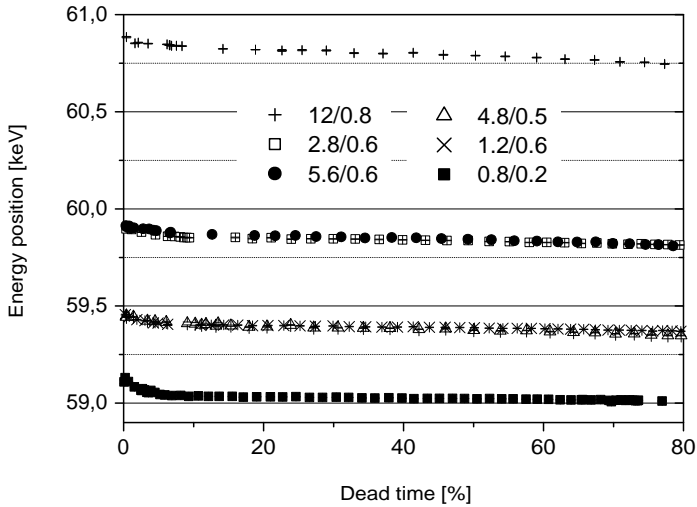


Abbildung 3.12: Energielage der W-K α_2 -Fluoreszenzlinie in Abhängigkeit der DSP-Einstellungen rise time / flat top und der Detektortotzeit in [91].

verbunden sein muss.

Von besonderer Bedeutung ist der Verlauf der Energiepositionen mit der DT. Hier zeigt sich bei allen Einstellungen ein Abfall der Energie innerhalb der ersten 10%. Dieser ist um so stärker ausgeprägt, um so geringer T_P ist. Im weiteren Verlauf bis DT = 80% zeigt sich eine geringere Abnahme, die bei höheren T_P vergleichsweise stärker ausgeprägt ist.

Bei einer mittleren T_P (rise time / flat top = 4.8 μs / 0,5 μs) wurden bei allen in Tab. 3.3 aufgeführten Proben die Positionen der Fluoreszenzlinien in Abhängigkeit der DT bestimmt und mit einer exponentiellen Funktion angepasst. Die absoluten Energielagenverschiebungen sind in Abb. 3.13 zusammengefasst, wobei die individuellen Verläufe parallel zur Ordinate so verschoben wurden, dass der Nulldurchgang der Anpassungskurven bei DT = 5% erfolgt. In der Abbildung wird der Bereich bis DT = 35% abgedeckt, der bei üblichen Beugungsexperimenten zur RSA nicht überschritten wird. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die Ergebnisse

3.2 Einfluss von Detektoreigenschaften auf das Beugungsbild 69

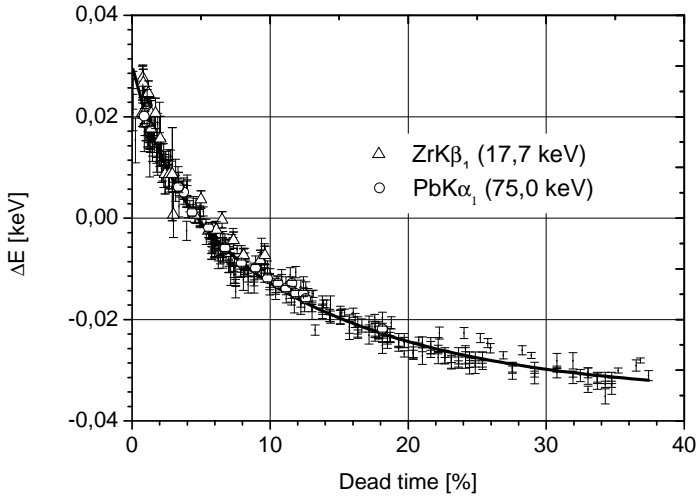


Abbildung 3.13: Absolute Verschiebung der Fluoreszenzlinien als Funktion der Detektortotzeit (rise time = 4.8 μ s, flat top = 0.5 μ s) in [91].

der Einzellinien nicht gekennzeichnet, sondern nur die Ergebnisse der niedrigsten ($\text{ZrK}\beta_1$ bei 17,7 keV) und der höchsten Energiepositionen ($\text{PbK}\alpha_1$ bei 75,0 keV) hervorgehoben. Es zeigen sich keine systematischen Abweichungen von der Verteilung, so dass von einer absoluten, d. h. energieunabhängigen, Verschiebung ausgegangen werden kann. Der Verlauf lässt sich mit einer doppelten Exponentialfunktion

$$y = y_0 + A_1 e^{-x/t_1} + A_2 e^{-x/t_2} \quad (3.7)$$

beschreiben mit $y_0 = -0,0350$, $A_1 = 0,020$, $t_1 = 2,5$, $A_2 = 0,044$ und $t_2 = 14,0$. Diese Parameter dienen im weiteren Verlauf der Arbeit zur Korrektur der Messdaten.

3.3 Bedeutung der Detektoreigenschaften für die RSA

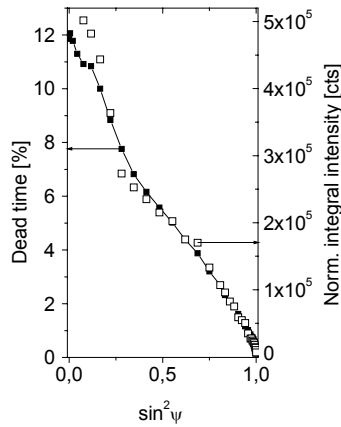
3.3.1 Anwendung der Korrekturfunktion

Die folgenden exemplarischen Messungen zur Demonstration der Bedeutung von Energielagenkorrekturen bei der ED RSA wurden am EDDI-Strahlrohr mit den in Tab. 3.1 aufgeführten Systemkomponenten unter Verwendung der in Tab. 3.2 verzeichneten DSP-Einstellungen durchgeführt. Die Totzeitkorrektur erfolgte unter Nutzung von Gl. 3.7 und den angegebenen Werten für die Parameter. Die Ergebnisse lassen sich in zwei unterschiedliche Verfahren unterteilen. Zuerst werden Messungen in Reflexion auf Basis der $\sin^2\psi$ -Methode betrachtet (LAPLACE-Verfahren), es folgen die Ergebnisse der Strain-Scanning-Experimente (Ortsraumverfahren).

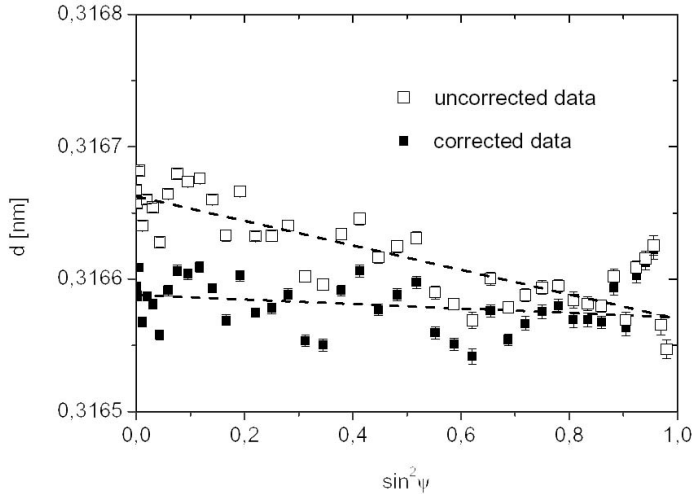
Bei der Ausführung von $\sin^2\psi$ -Messungen vermindert sich die im Detektor „gesammelte“ Intensität kontinuierlich mit zunehmenden Kippwinkel ψ . Die Abnahme der Intensität ist mit einer Verringerung der Detektortotzeit verbunden. Unter $\psi = 0^\circ$ wird üblicherweise mittels Absorber eine Detektortotzeit von 10% eingestellt, um die Anforderungen an das Detektorsystem gering zu halten. Während der Messung sinkt die Totzeit auf $\approx 0,1\%$ bei hohen Kippwinkeln ψ nahe 90° . Abb. 3.14a zeigt die kontinuierliche Verringerung der Totzeit während einer $\sin^2\psi$ -Messung an einem W-Pulver, das auf der Makroskala als textur- und spannungsfrei betrachtet werden kann, sich zudem elastisch isotrop verhält und daher als Standardprobe verwendet wird.

Die Ergebnisse der Spannungsanalyse sind in Abb. 3.14b anhand einer $\sin^2\psi$ -Auftragung dargestellt. Der Gitterabstand d ist dabei unter Beachtung der Flächenhäufigkeit aus der Mittelung der Reflexe 110, 200, 211, 220, 310 und 321 bestimmt worden. Der Anstieg einer angepassten Geraden an die unkorrigierten Werte von $\Delta d/d = 3,5 \times 10^{-4}$ weist auf eine (Schein-)Spannung von $-94 \pm 10 \text{ MPa}$ hin, während der Anstieg bei den korrigierten Daten von $\Delta d/d = 1,0 \times 10^{-4}$ zu $-18 \pm 10 \text{ MPa}$ führt und unter Beachtung der Datenstreuung nahezu vernachlässigbar ist.

Generell gilt, dass die Scheinspannungen aufgrund der absoluten Energieverschiebungen um so stärker ausfallen, um so geringer die Energie der



(a) Detektortotzeit und norm. Integralintensität der W-110-Interferenz



(b) Gemittelter Gitterparameter von korrigierten und unkorrigierten Datenpunkten

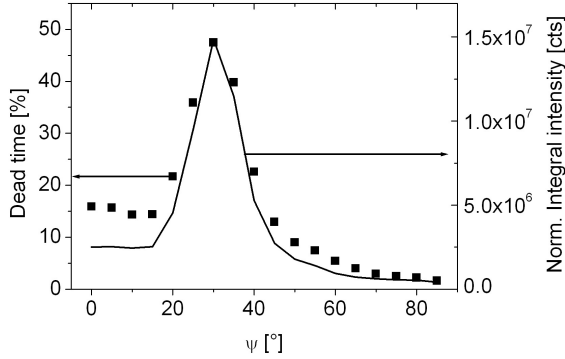
Abbildung 3.14: ED $\sin^2\psi$ Standardmessung an W-Pulver ($2\theta = 16^\circ$) nach [91].

Beugungslinien ist ($\sigma \propto \Delta E/E$) und je weiter das DT-Intervall gewählt ist. Es ist darauf hinzuweisen, dass die Absolutwerte der Scheinspannungen in direkter Weise mit den DEK zusammenhängen. Das bedeutet, dass die aus der totzeitbedingten Verschiebung in Abb. 3.14b resultierenden Scheinspannungen für Stahl etwa die Hälfte betragen. Weiterhin macht der korrigierte Verlauf deutlich, dass bei der gewählten äquatorialen¹⁶ Kollimation des Sekundärstrahls auf $0,005^\circ$ der Einfluss von geometrischen Faktoren so gering ist, dass er in der Regel vernachlässigt werden kann.

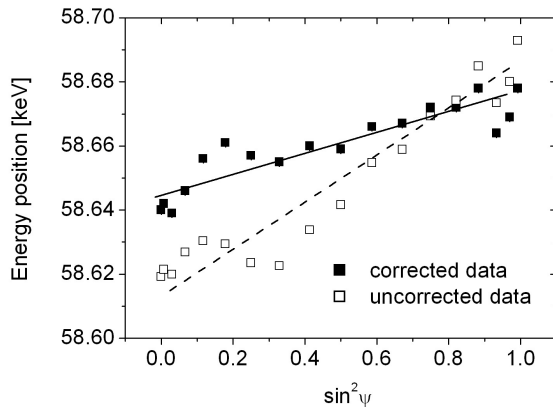
Das Beispiel in Abb. 3.15 zeigt die Totzeitverteilung über $\sin^2\psi$ einer texturierten, spannungsbehafteten Stahlprobe, die sich signifikant von der einer Pulverprobe unterscheidet. Dabei bestimmt im Wesentlichen die Intensität der 110 Beugungslinie (rechte Skala in Abb. 3.15a) bei 59 keV ($2\theta = 16^\circ$) die Detektortotzeit. Alle anderen Beugungslinien liegen bei höheren Energien, deren Intensitäten wegen der Photonenverteilung der Quelle um Größenordnungen geringer sind. Die Korrektur der totzeitbedingten Energielagenverschiebungen vermindert die Steigung der angepassten Geraden um einen Betrag, der für die oberflächenparallele Spannungskomponente einem Wert von 60 MPa entspricht.

Entsprechend der Korrektur der einzelnen $\sin^2\psi$ -Verläufe kommt es bei der Auswertung von ED $\sin^2\psi$ -Messungen mittels der Mehrwellenlängenmethode zu Verschiebungen der gesamten Spannungsverteilungen. Abb. 3.16 zeigt den Spannungsverlauf einer spannungsarm geglähten Stahlprobe S690QL, deren Oberfläche nach der Wärmebehandlung mechanisch poliert wurde. Die Anwendung der Energielagenkorrektur in Abhängigkeit der DT zeigt eine signifikante Verschiebung des Spannungsverlaufs. Dabei werden die Spannungswerte innerhalb der Probe $\tau > 40 \mu\text{m}$ von etwa -65 MPa auf -5 MPa reduziert, so dass die Probe ab dieser Tiefe als makroskopisch spannungsfrei betrachtet werden kann. Noch deutlicher zeigt sich die Verschiebung der Spannungen bei geringeren Tiefen, d.h. bei den Reflexen geringerer Energie. Der korrigierte Wert von ≈ -120 MPa an der Oberfläche, der mit

¹⁶Gemäß der Definition nach Wilson in [68] wird die Richtung als „äquatorial“ bezeichnet, die in der Beugungsebene liegt, während „axial“ die Richtung senkrecht zur Ebene charakterisiert. Die äquatoriale Einschränkung des gebeugten Strahls bedeutet also i. d. R. eine Verminderung der Divergenz $\Delta(2\theta)$.



(a) Detektortotzeit und norm. Integralintensität



(b) Energielagen-Verteilung korrigierter und unkorrigierter Datenpunkte

Abbildung 3.15: Auswertung der Fe-110-Interferenz an einer spannungsbehafteten, texturierten Tiefziehprobe aus Stahlblech in [92].

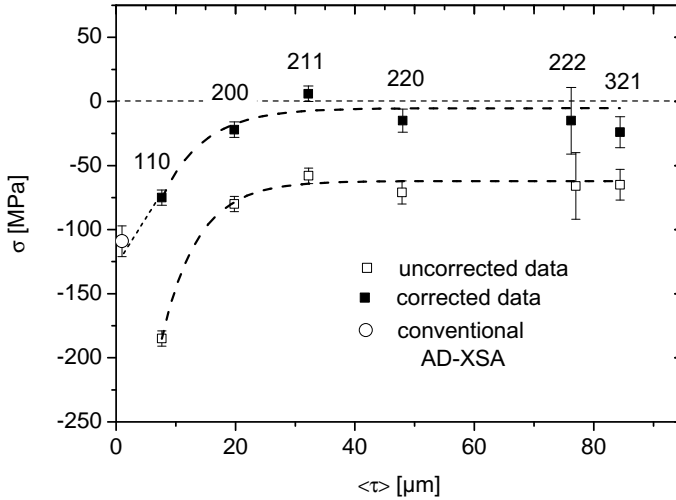


Abbildung 3.16: Auswertung einer ED $\sin^2\psi$ -Messung nach der Mehrwellenlängenmethode an einer spannungsarm geglähten Stahlprobe mit mechanisch polierter Oberfläche in [91]. Der Oberflächenwert stammt von einer konventionellen WD Messung.

der mechanischen Einwirkung bei der Oberflächenbearbeitung zu erklären ist, wird durch eine konventionelle WD Röntgenmessung bestätigt.

Den Einfluss der Totzeitkorrektur bei Anwendung des Universalplotverfahrens zeigt Abb. 3.17 am Beispiel einer vergüteten Stahlprobe 100Cr6, in die durch Schleifen eine hohe Druckeigenspannung in den oberflächennahen Bereich eingebracht wurde. Aus Gründen der Übersicht sind die Einzellinien 110, 200, 211 220, 310, 222 und 321 nicht einzeln gekennzeichnet. Die Totzeitkorrektur der Messpunkte führt bei geringen Kippwinkeln ψ und hohen Energien zu einer Verminderung der Druckeigenspannungen von etwa 100 MPa im tieferen Probenbereich. Bei hohen ψ und geringen Energien fällt die Detektortotzeit von anfänglich $\approx 5\%$ auf unter 1%, was mit einer Korrektur der Eigenspannungen im oberflächennahen Bereich von bis zu 300 MPa verbunden ist. Der Vergleich mit experimentellen Ergebnissen aus Labordaten in Abb. 3.17 zeigt, dass die komplementäre Untersuchung eines Span-

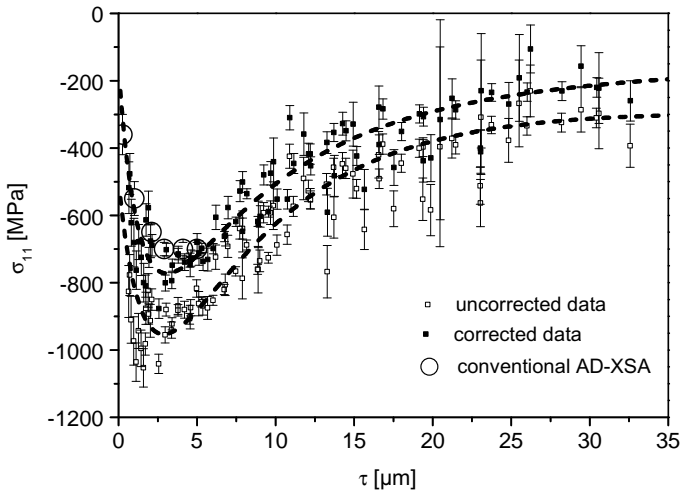


Abbildung 3.17: Universalplotauswertung der Eigenspannungsverteilung in Schleifrichtung einer 100Cr6 Stahlprobe in [91]. Die Kreise stammen von einer konventionellen WD Messung.

nungszustandes mit sowohl (monochromatischem) Röntgen- als auch (polychromatischem) Synchrotronstrahl zu praktisch identischen Spannungstiefenverläufen im Überschneidungsbereich führt.

Zu signifikante Korrekturen kommt es neben den LAPLACE-Verfahren auch bei den Strain-Scanning-Experimenten, bei denen die Probe relativ zu einem ausgeblendeten Volumenelement (VE) translatiert wird. Von besonderem experimentellen Interesse im Rahmen der vorliegenden Arbeit ist dabei die Anwendung auf oberflächennahe Bereiche, deren Ausdehnung geringer ist als die des VE, sowie die Untersuchung von Grenzflächen (vergrabene Schichten) und inhomogenen Bereichen innerhalb des Werkstoffvolumens. Bei diesen Fällen sind komplexe Korrekturfaktoren anzuwenden, da das unvollständige Eintauchen des VE in den zu untersuchenden Probenbereich zu einer Verschiebung des effektiven Beugungsschwerpunktes führt (vgl. Abb. 2.11). Gleichzeitig ist das Eintauchen des VE in die Probenbe-

reiche immer auch mit einer Veränderung des Beugungsbildes verbunden, die oftmals mit einer Schwankung der Zählrate einhergeht, so dass sich die detektorbedingte Energielagenverschiebung mit der geometrisch bedingten Interferenzverschiebung überlagert.

Abb. 3.18 zeigt den Eintauchvorgang des VE in die Oberfläche eines spannungsarm geglühten Stahls anhand der Energieposition der Fe-110-Interferenzlinie. Die Ortsauflösung ist durch die Ausdehnung des VE in Tiefenrichtung bestimmt und beträgt $12\text{ }\mu\text{m}$, während der gesamte aufgetragene Verlauf die ersten $30\text{ }\mu\text{m}$ abdeckt. Beim Eintauchen des VE in die Oberfläche steigt zunächst die im Detektor wahrgenommene Intensität aufgrund des zunehmenden Beugungsvolumens. Ist das VE vollständig eingetaucht, kommt es zur exponentiellen Abnahme der Streuintensität entsprechend der Probenabsorption; analog verhält sich die Detektortotzeit. Wie innerhalb einer spannungsarmen Probe zu erwarten ist, führt die entsprechende Korrektur der totzeitbedingten Energielagenverschiebungen zu einer konstanten Energieposition (innerhalb einiger eV Streuung) sobald das VE vollständig eingetaucht ist. Der anfängliche Anstieg der Kurve resultiert aus der Verschiebung des Beugungsschwerpunktes und der damit verbundenen Verringerung des effektiven Beugungswinkels 2θ .

Besondere Bedeutung erhalten die Strain-Scanning-Methoden für die Untersuchung von vergrabenen Schichten, da sich aus den mit LAPLACE-Verfahren erhaltenen integralen Beugungsinformationen keine zuverlässigen Ergebnisse für diese Schichten erzielen lassen. Da die Verringerung der VE-Größe unter $10\text{ }\mu\text{m}$ aus experimenteller Sicht mit Schwierigkeiten verbunden ist, sind die Schichtdicken oft geringer als die Ausdehnung des VE senkrecht zur Schicht. Ein entsprechendes Modell ist in Abb. 3.19 mit einer 150 nm dicken Goldschicht gegeben, die gegenüber der VE-Ausdehnung von $12\text{ }\mu\text{m}$ als vernachlässigbar dünn betrachtet werden darf. Der Verlauf der Integralintensität des Au-111 Reflexes entspricht dem Verlauf der Totzeit, die aufgrund der ausgeprägten 111 Fasertextur der gesputterten Schicht Werte bis ca. 30% annimmt. Entsprechend auffällig ist der Einfluss der Totzeitkorrektur, die einen s-förmigen Verlauf in einen scharfen z-förmigen Verlauf überführt. Der Anstieg innerhalb des VE resultiert dabei aus der Probentranslation Δz relativ zu S3/S4 im Abstand a gemäß

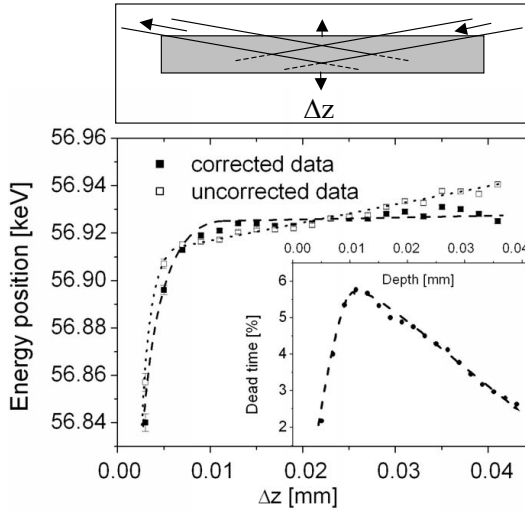


Abbildung 3.18: Energieposition der 110-Beugungslinie beim Eintauchen des Volumenelements in die Oberfläche einer spannungsarm geglühten Stahlprobe ($2\theta = 16^\circ$) nach [92]. Kleines Bild: Totzeitverlauf.

$-\Delta E/E = \Delta\theta/\tan\theta \approx \Delta z/a$. Die Einschränkung des sekundären Strahlenganges vor und nach dem Bereich verursacht einen entsprechend stärkeren Anstieg von $\Delta\theta$ und folglich auch der Energiepositionen. Sind die Verläufe in einer Genauigkeit von einigen eV entsprechend Abb. 3.19 bekannt, lassen sich Aussagen über die Dehnungen im Bereich von $\epsilon = -\Delta E/E = 2 \cdot 10^{-5}$ treffen. Insbesondere bei der Überlappung von Schichtinformationen, die auftritt, wenn der Abstand zweier gleichartiger Schichten geringer als die VE-Ausdehnung ist, ist die Kenntnis der Verläufe Voraussetzung für eine Spannungsabschätzung, wie sie in [120] vorgenommen wird.

Grundsätzlich ist festzuhalten, dass bei einer „abrupten“ Änderung der Zählrate während der Aufnahme des Signals es zu einer fehlerhaften Totzeitkorrektur kommt. Abb. 3.20 verdeutlicht die Fehlerquelle im Falle des plötzlichen Shuttterschlusses während einer Messung an der Synchrotron-

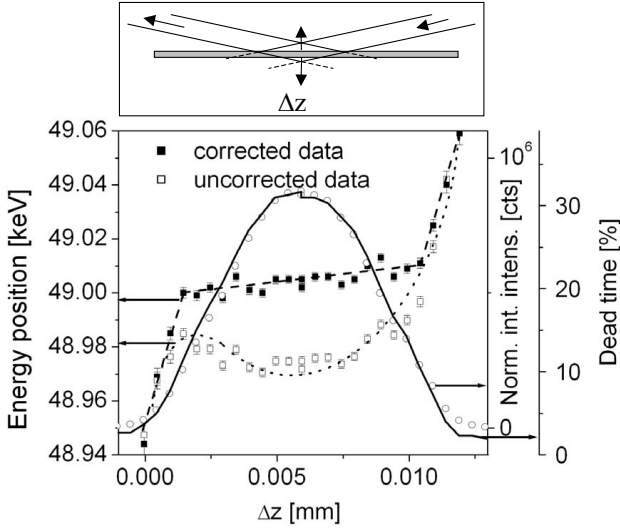


Abbildung 3.19: Energieposition und norm. Integralintensität der 111-Beugungslinie bei Translation einer Au-Folie (150 nm) sowie Verlauf der Detektortotzeit ($2\theta = 6^\circ$) nach [92].

beamline, wie er etwa alle acht Stunden bei Injektion auftritt. Beträgt die Integrationszeit („acquisition time“) $t_{acqu.} = 60$ s, wird der Shutter aber nach einer Belichtungsdauer $t_{belicht.} < 60$ s geschlossen, gibt der Detektor eine um den Faktor $t_{belicht.}/t_{acqu.}$ geringere Totzeit aus. Da aber nur während $t_{belicht.}$ das Signal gesammelt wurde, entspricht die Energielage während dieser Dauer der Totzeit. Das Resultat sind Energielagenverschiebungen von Einzelpunkten, die in der Regel nicht korrigiert werden können, da $t_{belicht.}$ unbekannt ist und die daher grundsätzlich verworfen werden müssen.

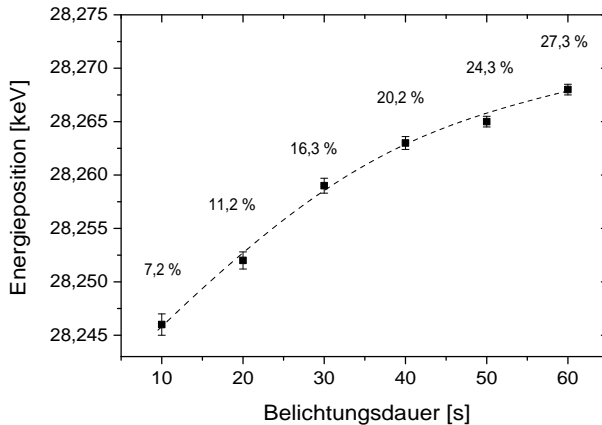


Abbildung 3.20: Korrigierte Energielagen der W-220-Beugungsinterferenz ($2\theta = 16^\circ$) nach Gl. 3.7 bei unterschiedlichen Belichtungsdauern der Probe aber konstanter Integrationszeit von 60 s. Die Angaben an den Punkten geben die vom System ausgegebene gemittelte Totzeit wieder.

3.3.2 Schlussfolgerungen

Hält man die in Kap. 3.2.3 genannten äußeren Einflussfaktoren, wie elektrische Felder, Temperatur, Strahleintritt in den Ge-Kristall und andere, weitgehend konstant, so lässt sich eine Quantifizierung der Energiestabilität jedes individuellen Detektorsystems vornehmen. Dabei ist zu beachten, dass bei Austausch von Hardwarekomponenten oder bei Änderungen der elektronischen und digitalen Einstellungen eine erneute Überprüfung vorgenommen werden muss. Anhand der Beispiele in Kap. 3.3.1 wird deutlich, dass die Korrektur erheblich ist und weit über die üblichen Korrekturfaktoren in der RSA hinausgehen.

Es muss darauf hingewiesen werden, dass die Energieverschiebung nicht durch eine vorhergehende Eichmessung ersetzt werden kann, da eine Simulation des Totzeitverlaufs nicht möglich ist. Das ist darin begründet, dass insbesondere bei Messung in Reflexionsgeometrie die Detektortotzeiten in

Abhängigkeit der Messorientierung erheblich von der Probenbeschaffenheit abhängen, was beispielsweise bei Vergleich von Abb. 3.14a mit Abb. 3.15a deutlich wird. Hinzu kommt, dass durch die kontinuierliche Abnahme der Ladungsträger im Synchrotronring der Photonenstrahl einer Intensitätsschwankung um den Faktor zwei ausgesetzt ist.

Zu der Bestimmung der Energieverschiebungen gibt es zwei Alternativen, die jedoch mit jeweils spezifischen, das Ergebnis beeinflussenden Nebeneffekten verbunden sind. Zum einen kann eine radioaktive Probe nahe des Detektors angebracht werden, so dass die γ -Linien mit aufgenommen werden. Beim Kernzerfall wird allerdings eine Vielzahl von Photonen unterschiedlicher Energie freigesetzt, die zu ungewollten Überlappungen mit den Beugungslinien führen können. Abgesehen davon ist die Verwendung der Präparate mit umfangreichen Strahlenschutzvorschriften verbunden. Eine weitere Möglichkeit zur Untersuchung der Energielagenverschiebungen eröffnet das Aufbringen eines (definitionsgemäß makrospannungsfreien) Pulvers auf die Probenoberfläche. Die Möglichkeit wird insbesondere bei unebenen Oberflächen genutzt, um geometrische Effekte zu korrigieren. Allerdings kommt es bei hoher Probenkipfung zu starker Strahlabsorption in dem Pulver, so dass keine Beugungsinformationen vom oberflächennahen Bereich der Probe zu erzielen sind.

Zusammenfassend konnte Folgendes gezeigt werden: Unter den üblichen Messbedingungen führen die Korrekturen zu zuverlässigen Ergebnissen; treten allerdings Änderungen der äußeren Bedingungen während der Messung ein oder ändert sich die Energierate erheblich, sollte auf die genannten Alternativen der „in situ“ Eichung zurückgegriffen werden. Die Quantifizierung der einzelnen Einflüsse, die andernfalls notwendig wäre, ist so umfangreich, dass sie im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter verfolgt werden kann.

4 Entwicklung des Stress-Scanning-Verfahrens

4.1 EDDI-Beamline am BESSY II

Die Materialforschungsbeamline für energiedispersive Diffraction (EDDI) [27, 121] wird neben der monochromatischen Beamline für magnetische Streuung (MAGS) von einem 7 T Multipolwiggler [122] als Photonenquelle versorgt. Der Wiggler besteht aus 13 vollen Polen und einem 3/4 bzw. 1/4 Endpol mit einer Periodenlänge von 140 mm, die die Elektronen auf einen sinusförmigen Pfad zwingen. Jeder Pol stellt einen Umkehrpunkt für die Elektronen dar, die bei der Richtungsänderung elektromagnetische Strahlung emittieren. Der Wiggler kann also als eine Anordnung von Punktquellen betrachtet werden, die sich auf zwei parallelen Linien mit einem Abstand von 1,22 mm quer zum Elektronenstrahl befinden. Da die EDDI-Beamline 12 mrad „off-axis“ angeordnet ist, erscheinen die Punkte versetzt, und die Quelle nimmt eine effektive Ausdehnung von 12 mm in der Horizontalen (Axialebene) und 20 μm in der Vertikalen (Äquatorialebene) an. Die kritische Energie des Wignglers beträgt 13,4 keV bei einer Ringenergie von 1,7 GeV und das Spektrum der Quelle besitzt die Form einer Besselfunktion [123] mit einem Maximum zwischen 10 keV und 20 keV (Abb. 4.2). Die Strahleigenschaften sind innerhalb einer Querschnittsfläche von $4 \times 4 \text{ mm}^2$

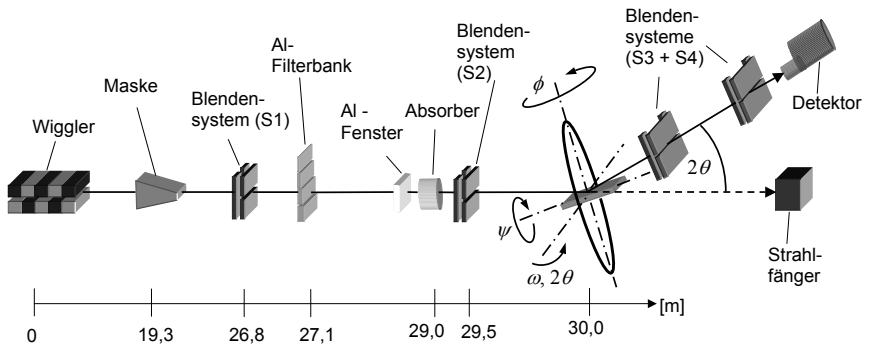


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau der EDDI-Beamline am BESSY II.

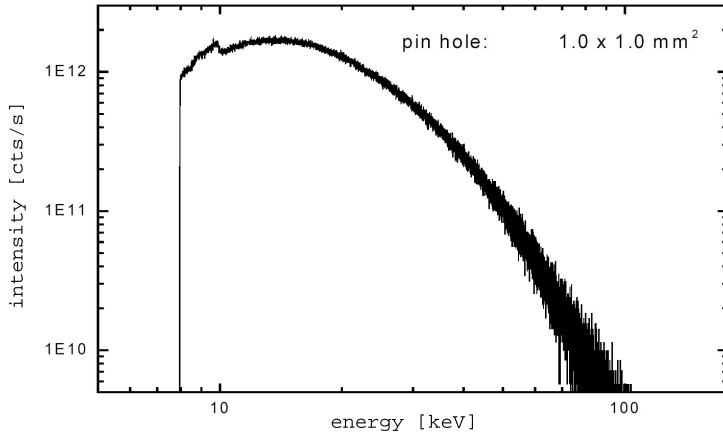


Abbildung 4.2: Energiespektrum des 7 T-Multipolwiggers an einem Pinhole von $1 \times 1 \text{ mm}^2$ 30 m hinter der Quelle am Ort des EDDI Experiments bei einem Ringstrom von 250 mA in [124].

am Ort der Probe homogen. Das konnte mittels eines dünnen Drahtes ($\varnothing 100 \text{ }\mu\text{m}$) gezeigt werden, dessen Interferenzbild nach schrittweisem Abrastern des Strahls in der axialen und äquatorialen Ebene ausgewertet wurde. Die am Experiment nutzbare Energie liegt zwischen 8 keV und 150 keV, für Beugungsexperimente werden in der Regel Energien zwischen 20 und 80 keV genutzt.

Abb. 4.1 zeigt schematisch den Aufbau der EDDI-Beamline. Da das Experiment ausschließlich für energiedisperisve Diffraktion konzipiert ist, kommen nur strahlbegrenzende Optiken und Filter bzw. Absorber zum Einsatz.

Durch die Maske wird zunächst ein $3,9 \times 3,9 \text{ mm}^2$ großer Teil aus dem Primärstrahlprofil herausgeschnitten, was einem Raumwinkel von $0,2 \times 0,2 \text{ mrad}^2$ entspricht. Die weitere Strahlbegrenzung erfolgt durch das wassergekühlte Blendensystem S1, das aus 10 mm dicken Wolframblenden besteht, die sich äquatorial und axial schließen lassen. Zur Absorption niedrig energetischer Strahlungsanteile können an der Filterbank Al-Plättchen mit einer Dicke von 1 mm bis 4 mm in den Strahl gebracht werden.

Der Hochvakuum-Bereich des Strahlrohres in der Optikhütte (Abb. 4.3) ist durch eine 0,5 mm dicke Al-Folie von den Komponenten in der Experimentierhütte getrennt. In dieser befindet sich vor dem Diffraktometer ein weiteres Blendensystem, das 29,5 m hinter der Quelle bei üblichen Blendenöffnungen von $1 \times 1 \text{ mm}^2$ unter Berücksichtigung der Quellausdehnung eine primäre Strahldivergenz von $0,03 \text{ mrad}$ (äquatorial) $\times 0,4 \text{ mrad}$ (axial) zulässt. Vor S2 lassen sich verschiedene Absorbermaterialien (C, Al, Fe, Cu usw.) zur Strahlschwächung einbringen.

Die Experimentierhütte der EDDI-Beamline ist klimatisiert, um eine konstante Temperatur während der Messungen zu gewährleisten. In der Hütte befindet sich ein Diffraktometer von GE Inspection Technologies (Abb. 4.4). Die Haupteinheit besteht aus einem senkrecht zum Strahl in axialer (y-) sowie aquatorialer (z-) Richtung translatierbaren Tisch aus Kunststein. Aufgrund der horizontalen Polarisierung des Synchrotronstrahls wird die Beugungsebene (= Äquatorialebene) in vertikaler Richtung angeordnet. Das θ - θ -Diffraktometer trägt eine Probenpositioniereinheit sowie den Detektor. Die Probenpositionierung erfolgt über ein 90° - χ -Wiegen-segment mit integriertem, in x-, y- und z-Richtung translatierbarem φ -Drehtisch. Diese 5-Achsen-einheit erlaubt ein maximales Probengewicht von 3 kg. Der Detektorarm ist mit einer optischen Schiene ausgerüstet, auf der ein Doppelblendensystem für die sekundärseitige Strahlbegrenzung sorgt. Aufgrund der Nähe zum MAGS-Strahlrohr, das in einem Abstand von 390 mm zum Diffraktometermittelpunkt verläuft, ist die ψ -Kippung nur in eine Richtung ausführbar. Zur exakten Probenpositionierung kann ein Lasersystem mit CCD-Kamera genutzt werden.

Die Beamline und das Experiment werden durch zwei unter Linux betriebenen PCs mit der Software SPEC von Certified Scientific Software [125] gesteuert. Dazu werden als Schnittstellen GPIB und VME Standards genutzt, die Wigglerdaten (Ringstrom, Wigglerfeld usw.) werden als EPICS-Variablen ausgelesen. Die Messablaufdateien werden mittels eines MATHEMATICA[®]-Programms erzeugt.

Das Detektorsystem besteht aus einem Ge-Halbleiterdetektor mit digitaler Elektronik zur Datenverarbeitung. Die detaillierte Beschreibung findet sich in Kap. 3.2.4.

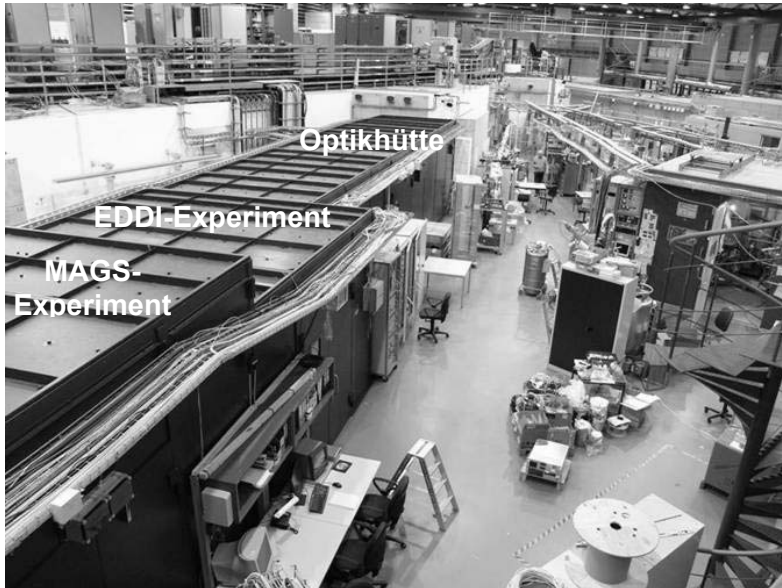


Abbildung 4.3: EDDI- und MAGS-Beamline am Bessy II in der Perspektive entgegen der Strahlrichtung.

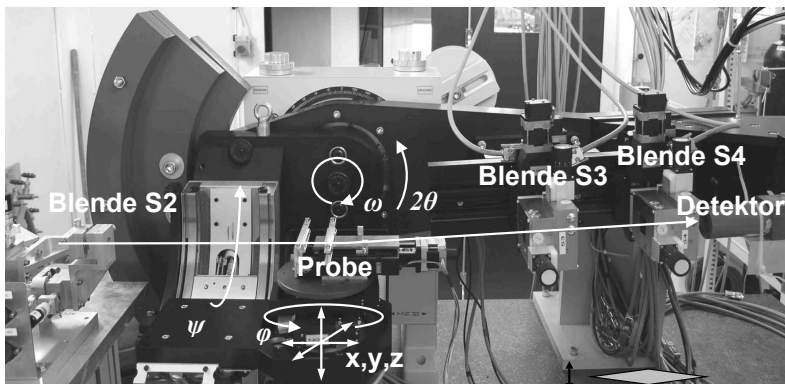


Abbildung 4.4: EDDI-Diffraktometer aus seitlicher Sicht.

4.2 Messprinzip

Die Grundidee des Stress-Scanning-Verfahrens besteht darin, innerhalb des *selben* Volumenelements (VE) unter *verschiedenen* Orientierungen Beugungsinformationen aufzunehmen. Entsprechend Abb. 4.5 wird dazu ein rautenförmiges VE durch ortsfeste Blenden T2/T3 definiert. Die Blende S4 und der Detektor lassen sich horizontal translatieren, so dass Informationen aus dem selben VE unter verschiedenen Orientierungen $\psi > 0^\circ$, die jeweils anderen mittleren Beugungswinkeln 2θ entsprechen, aufgenommen werden können. Dabei wird die sekundäre Strahldivergenz bei $\psi = 0^\circ$ maßgeblich durch die vertikale Blendenöffnung von S4 bestimmt. Für $\psi > 0^\circ$ nimmt der Einfluss der horizontalen Blendenöffnung auf die Divergenz zu. Erfolgt die Translation des VE von der Probenoberfläche bis in eine Tiefe z , so lassen sich aus den Informationen gemäß dem $\sin^2\psi$ -Verfahren Eigenpannungen ermitteln. Voraussetzung ist, dass die Beugungswinkel 2θ mit ausreichender Genauigkeit durch eine Standardprobe (z.B. Pulver) bestimmt werden.

Die mathematische Beschreibung erfolgt anhand der Darstellungen in Abb. 4.6 unter Nutzung von Winkelbeziehungen der sphärischen Trigonometrie.

Eine horizontale Verschiebung c von S4 ist mit einer Verkipfung des Streuvektors um ψ , einer Drehung der Beugungsebene φ und der Vergrößerung des Beugungswinkels 2θ verbunden. Der Beugungswinkel lässt sich durch

$$\cos 2\theta = \cos \varphi^* \cos \theta_0 \sin d - \sin \theta_0 \cos d \quad (4.1)$$

mit

$$\begin{aligned} \tan \varphi^* &= c/a, \\ \sin d &= \cos \theta_0 \sin^{-1} \gamma \text{ und} \\ \cos \gamma &= \sin \varphi^* \sin \theta_0 \end{aligned} \quad (4.2)$$

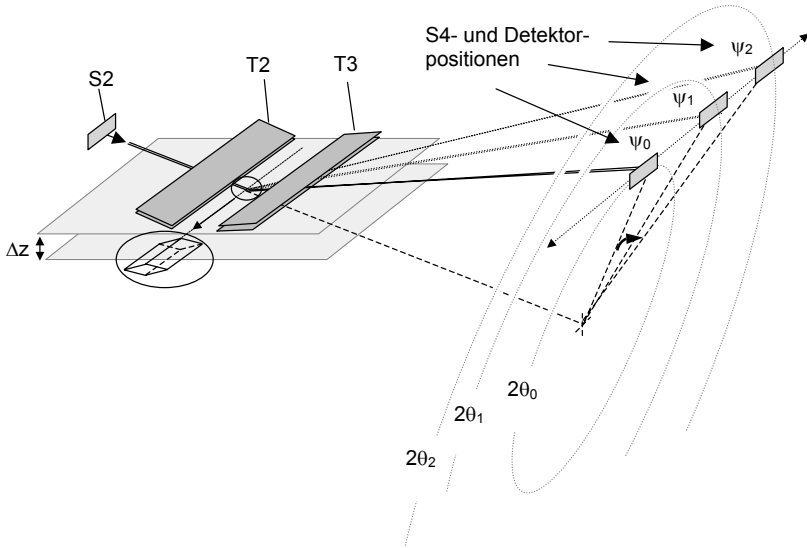
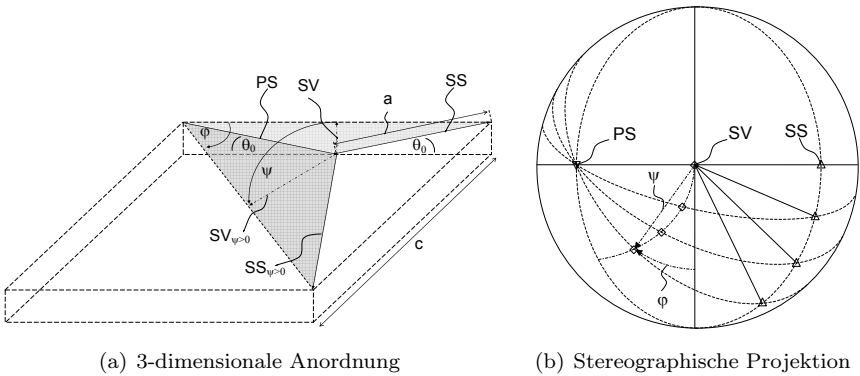


Abbildung 4.5: Skizze zur Veranschaulichung des Messprinzips.



(a) 3-dimensionale Anordnung

(b) Stereographische Projektion

Abbildung 4.6: Zur Veranschaulichung der Beugungsbedingungen. PS = Primärstrahl, SS = Sekundärstrahl, SV = Streuvektor, a = Abstand Probe - S4, c = horizontale Verschiebung von S4.

beschreiben. Die Kippung des Streuvektors gegen die Oberflächennormale ist dabei durch

$$\cos \psi = \sin \theta_0 \sin \theta + \cos \theta_0 \cos \theta \cos \varphi \quad (4.3)$$

gegeben. Abb. 4.6b zeigt, dass die ψ -Kippung mit einer Veränderung der Azimutalkomponente φ der Messrichtung verbunden ist, die sich aus

$$\cos \varphi = \frac{\cos \theta \sin \varphi^{**}}{\sin \psi} \quad (4.4)$$

ergibt, wobei

$$\sin \varphi^{**} = \frac{\sin \varphi^*}{\sin 2\theta} \sin d .$$

In Abb. 4.7 ist der Beugungswinkel 2θ in Abhängigkeit vom Verhältnis c/a (vertikale Verschiebung des Detektors aus der Ringebene zu Abstand Probe - Detektor) dargestellt. Bei $2\theta_0 = 6^\circ$ kommt es bis $c/a = 0,3$ zu einer starken Änderung von ψ von 0° bis 70° , während φ nahezu linear auf 8° und 2θ auf 17° steigt. Folglich ist bei Proben mit nicht rotationssymmetrischen oberflächenparallelen Spannungszuständen neben der Pulvermessung zur präzisen Bestimmung von 2θ eine Drehung der Probe entgegen der Rotation φ auszuführen.

Die Dehnung ergibt sich gemäß dem Quotienten aus dem Gitterabstand einer beliebigen Ebene hkl zu dem einer Referenz nach

$$\epsilon = \frac{d^{Probe}}{x \cdot d_0^{Ref}} - 1 , \quad (4.5)$$

wobei

$$x = \frac{d_0^{Probe}}{d_0^{Ref}} = \frac{a_0^{Probe} / h^{hkl, Probe}}{a_0^{Ref} / h^{hkl, Ref}} \quad (4.6)$$

den Normierungsfaktor darstellt. Dabei ist a_0 der dehnungsfreie Gitterparameter und h^{hkl} der Faktor des jeweiligen Kristallsystems zur Bestimmung der Ebenenabstände d^{hkl} , der beispielsweise im kubischen System durch $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ gegeben ist.

Mit Gl. 2.12 ergibt sich damit für die Dehnung

$$\epsilon = \frac{h^{hkl,Probe}}{h^{hkl,Ref}} \cdot \frac{a_0^{Ref}}{a_0^{Probe}} \cdot \frac{E^{hkl,Ref}}{E^{hkl,Probe}} - 1. \quad (4.7)$$

Als Fehler geht die Summe der Einzelfehler von a_0^{Probe} , a_0^{Ref} , $E^{hkl,Probe}$ und $E^{hkl,Ref}$ ein.

4.3 Experimentelle Umsetzung

Zur experimentellen Umsetzung wurden der Detektor und die Blende S4 auf eine Positioniereinheit montiert, die eine Translation in horizontaler und vertikaler Richtung erlaubt, und die Blendensysteme T2 und T3 auf einer optischen Schiene an der Ω -Achse des Diffraktometers angebracht (Abb. 4.8). Die Blenden sind jeweils mittels zwei Mikrometerschrauben in der Vorneigung ($\approx \theta_0$) und Verkipfung (ψ_Δ) einstellbar (vgl. Abb. 4.9). Die Feinjusta-

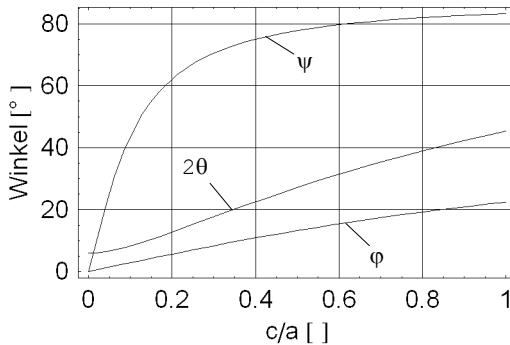


Abbildung 4.7: Veränderung des Kippwinkels ψ , des Rotationswinkels φ und des Beugungswinkels 2θ mit zunehmendem Verhältnis c/a bei $2\theta_0 = 6^\circ$.

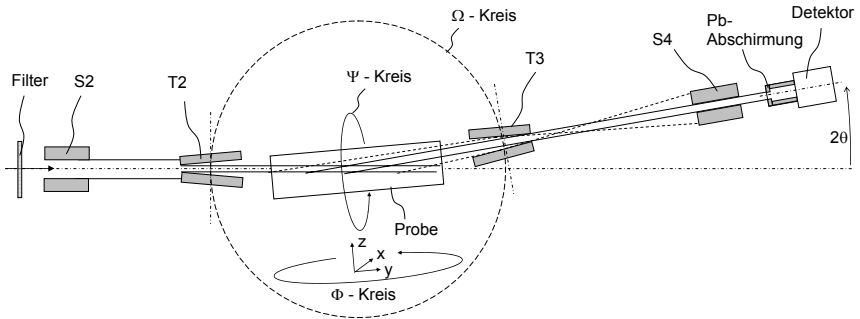


Abbildung 4.8: Seitenansicht der Messanordnung. Die gestrichelte Linie gibt den Strahlengang des totalreflektierten Strahls wieder.

ge zur Ausfluchtung von T2 erfolgt mittels Ω -Achse des Diffraktometers. Das „Durchfädeln“ des gebeugten Strahls wird mit Hilfe der genauen Positionierung von S4 realisiert. Die Probe lässt sich unabhängig vom Blendenystem in ψ und φ bewegen. So ist einerseits die Ausrichtung der Probenoberfläche parallel zu dem in x-Richtung langgestreckten VE möglich. Andererseits wird die Bedingung für die Nachführung der Probe in φ bei $\psi > 0^\circ$ erfüllt. Die Translation des VE durch die Probe erfolgt durch die x-, y- und z-Translationstische.

Das Blendenpaar T2/T3 besteht aus der Wolframlegierung Densimet. Die Oberflächen wurden bis zu einer Rauigkeit von $< 0,1 \mu\text{m}$ poliert und weisen eine Welligkeit innerhalb der Querschnittsfläche ($18 \times 30 \text{ mm}^2$) von $< 1 \mu\text{m}$ auf. Der Blendenabstand wird durch Streifen von Kaptonfolie eingestellt, die an die seitlichen Ränder der Blendenseiten gelegt werden. Mittels zweier Schrauben werden die Blendenpaare aufeinander gepresst, so dass der Blendenabstand der Foliendicke entspricht. Zur Verhinderung von Totalreflexion an den Blendenoberflächen, die zur Aufweitung des VE führt, werden die Blenden so angewinkelt, dass die Öffnung jeweils zur Probe hin zeigt (vgl. Abb. 4.8). Der Anstellwinkel von $\approx 0,04^\circ$ lässt sich einstellen, indem ein zusätzlicher Streifen der $13 \mu\text{m}$ dicken Kaptonfolie auf der jeweiligen Seite eingebracht wird.

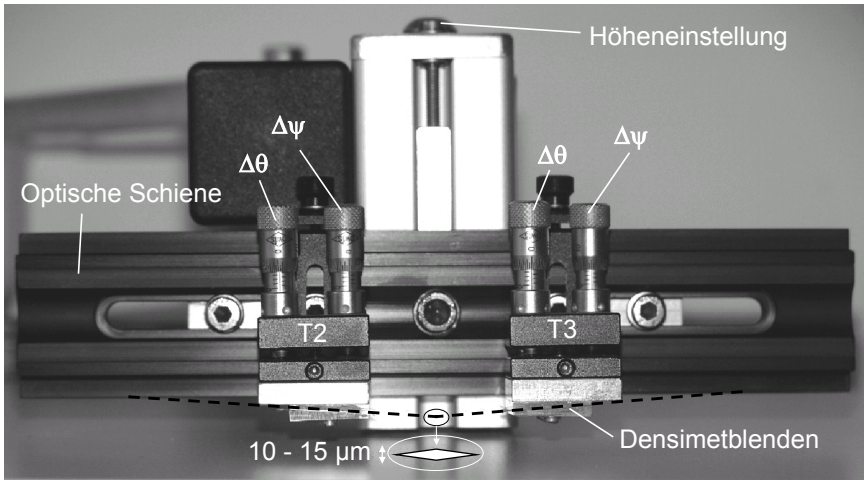


Abbildung 4.9: Experimentelle Umsetzung der Ortsraumblenden, die an der Ω -Achse des Diffraktometers befestigt werden.

Zur Demonstration des Einflusses der Totalreflexion im sekundären Strahlengang wurde unter $2\theta = 0^\circ$ T2 entfernt und T3 in den Strahlengang gebracht. Mit geringer vertikaler Blendenweite S4 von ca. 0,15 mm wurde der durchgehende Strahl in der Höhe abgefahren und die Intensität aufgezeichnet. Abb. 4.10 zeigt, dass neben dem direkten Strahl weitere Intensitätsmaxima aufgrund von Totalreflexion an den Blendenoberflächen auftreten. Deren Abstand vom direkten Strahl hängt von der Verkippung $\Delta\omega$ von T3 ab, die im Bereich von einigen hundertstel Grad variiert wurde. Da die Probe für den weißen Strahl wie ein sogenannter „ 4π -Strahler“ wirkt, der den gesamten Raum mit gebeugter Strahlung belegt, treffen Photonen in unterschiedlichen Winkeln auf die Blendenoberflächen von T3. Das Anwinkeln der Blenden führt dazu, dass die Intensitätsmaxima aufgrund der Totalreflexion ausreichend weit vom direkt passierenden Strahl entfernt sind, so dass eine „sichere“ Ausblendung der totalreflektierten Photonen durch S4 erfolgen kann.

Bedingt durch die kleinen Streuvolumina können sehr geringe Intensitäten im sekundären Strahlengang auftreten. Daher wurde das Peak-Untergrund-

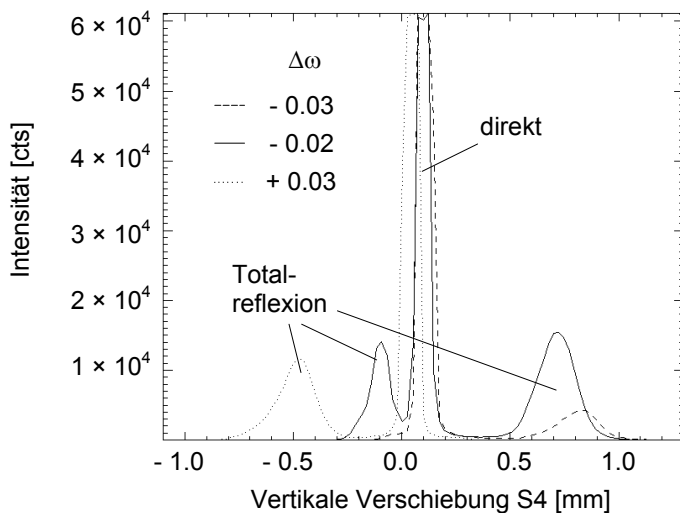


Abbildung 4.10: Nachweis der Totalreflexion durch Bestimmung der Intensitätsverteilung ca. 500 mm hinter T3 bei $2\theta=0^\circ$ mit $T3 = 13 \mu\text{m}$ und $S4 = 0.15 \text{ mm (vert.)} \times 2 \text{ mm (hor.)}$.

Verhältnis des Detektors insbesondere bei geringen Zählzeiten durch geeignete Abschirmung optimiert, indem Rückstreuung in der Detektorumgebung (vgl. Abb. 3.6) unterdrückt wurde. Von entscheidender Bedeutung ist dabei eine möglichst vollständige Abschirmung des Detektorkristalls, die nur einen schmalen Schlitz dicht vor dem Kristall aufweist. Abb. 4.11 demonstriert den Einfluss der Schlitzkappe am vorderen Ende des Detektors. Wird diese entfernt, ist der Untergrund so hoch, dass die Interferenzlinien nicht auswertbar sind.

Weitere Studien wurden bezüglich des Absorbermaterials im primären Strahlengang durchgeführt. Abb. 4.12 zeigt die Temperatur eines Thermoelements, das am Ort der Probe dem Einfluss des Primärstrahls ausgesetzt ist. Wird kein Absorbermaterial eingesetzt, lässt sich ein Temperaturanstieg auf ca. 85°C beobachten. Da die Gitterdehnung aufgrund des Temperaturgradienten in ihrer Wirkung nicht von oberflächennahen Eigenspannungs-

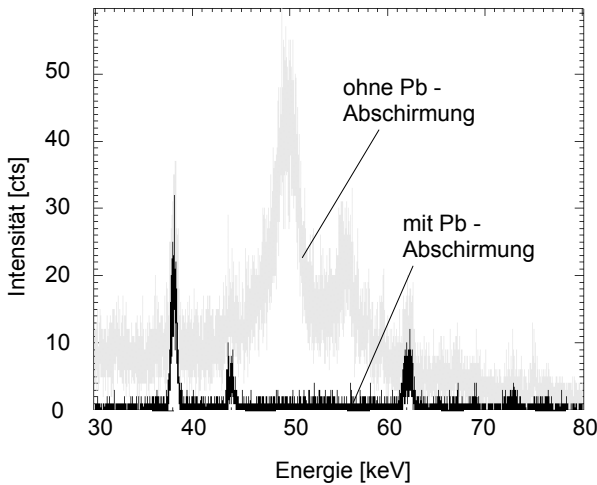


Abbildung 4.11: Beugungsbild eines geringen Streuvolumens in einer Stahlprobe aufgenommen mit und ohne zusätzlicher Pb-Abschirmung, Zählzeit jeweils 60 s.

gradienten zu unterscheiden ist, müssen bei der RSA geeignete Absorber verwendet werden. Dabei sind Materialien geringer Ordnungszahl zu bevorzugen, um die Photonen niedriger Energie im Verhältnis stärker zu eliminieren, so dass die hohe Eindringtiefe des Weißstrahls erhalten bleibt. Der Vergleich der Wirkung von Kohlenstoff und Aluminium in Abb. 4.12 zeigt, dass Al eine etwa zehnmal höhere Absorption aufweist als C.

Im Sinne der angestrebten hohen Ortsauflösung ist allerdings eine möglichst geringe Absorberdicke und homogenes Material vorzuziehen, um eine Strahlaufweitung des Primärstrahls aufgrund von diffuser Streuung im Absorbermaterial zu minimieren. Abb. 4.13 zeigt den Strahlquerschnitt des Primärstrahls nach Passieren verschiedener Absorbermaterialien und -dicken. Dazu wurde bei einer vertikalen Blendenöffnung $S2 = 0,05 \text{ mm}$ der Primärstrahl mittels $S4$ (ebenfalls vertikale Blendenöffnung $0,05 \text{ mm}$) abgefahren. Es wird deutlich, dass die Ränder des Strahls mit zunehmender Absorberdicke „verwaschen“.

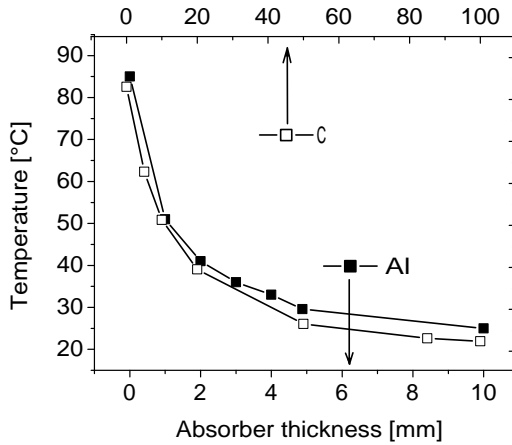


Abbildung 4.12: Einfluss des Absorbermaterials und -dicke auf die Temperatur der bestrahlten Fläche in [92].

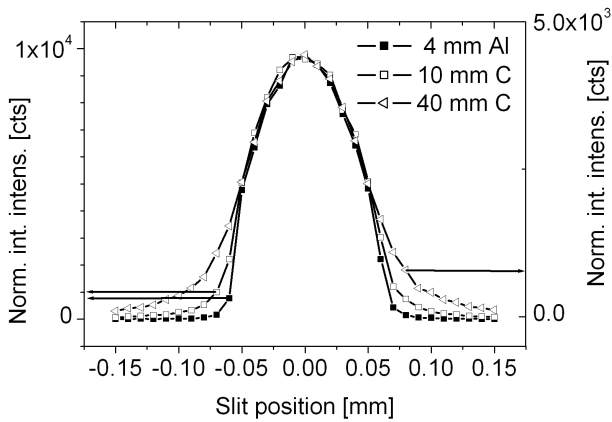


Abbildung 4.13: Einfluss von Absorbermaterial und -dicke auf die Aufweitung des Primärstrahls in [92].

4.4 Simulation des Eintauchvorgangs der Probe in das Volumenelement

4.4.1 Einleitung

Bei den Ortsraumverfahren trägt nur das Probenvolumen, das durch die Ausdehnung des VE definiert ist, zur Beugung bei. Die Tiefenauflösung der Verfahren wird durch die Höhe h des Volumenelements bestimmt, die im Rahmen dieser Arbeit im Bereich von 10 - 15 μm liegt (Abb. 4.14). Die Breite des VE ist durch die Beugungsbedingungen gemäß $b = h \cdot \tan^{-1}\theta$ festgelegt. Die einzige Möglichkeit zur Erhöhung der oftmals sehr geringen Intensität ist die Verlängerung l des VE in x-Richtung.

Eine Verlängerung des VE führt allerdings zu einer stärkeren Ausprägung der Eintaucheffekte und zu einer erhöhten Sensibilität gegenüber Dejustageeinflüssen, insbesondere bei $\psi > 0$. Daher sollen die nachfolgenden Betrachtungen mögliche Dejustageeffekte infolge einer Probenverkipfung mit einschließen und deren Auswirkungen auf die Messergebnisse aufzeigen.

Die Simulationsrechnungen beruhen auf der Bestimmung der Informationsschwerpunkte innerhalb des VE beim Eintauchen in a) eine (unendlich) dünne Schicht und b) eine (unendlich) dicke Probe (Abb. 4.14a und b). Aus der Verschiebung des Schwerpunktes ergibt sich eine Verschiebung des Beugungswinkels $\Delta\theta_{eff}$, die wiederum zu einer Linienlagenverschiebung ΔE führt.

Bezüglich der Beugungsbedingungen werden folgende Annahmen getroffen:

- die Probenoberfläche ist eben,
- die Probe ist bzgl. der Absorption homogen,
- die Divergenz im sekundären Strahlengang ist vernachlässigbar (kein Schattenvolumenelement) und
- das VE weist eine ideale rautenförmige Form auf.

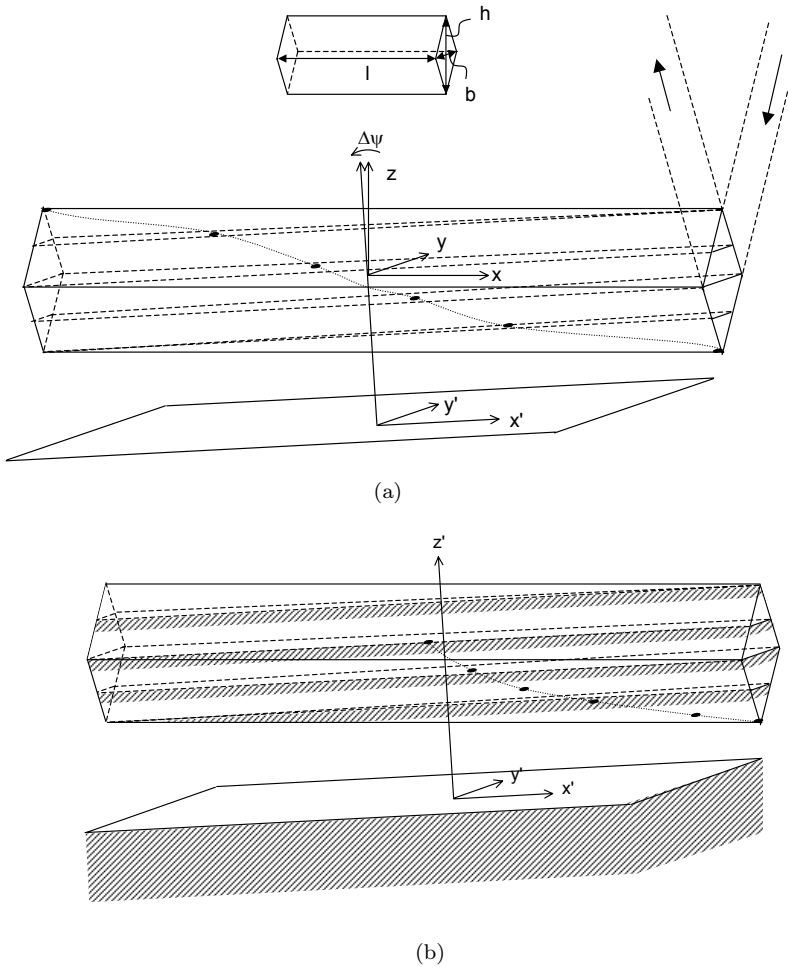


Abbildung 4.14: Schematische Darstellung des Eintauchvorganges einer unendlich dünnen Folie (a) und einer massiven Probe (b) in das VE. Die Punkte weisen auf den geometrischen Schwerpunkt der beleuchteten Oberflächen als Funktion der Probenposition z' hin (a) bzw. stellen die Schwerpunkte des eingetauchten Teils des VE als Funktion der Eintauchtiefe dar (b).

4.4.2 Mathematische Beschreibung

Das VE im Koordinatensystem (x,y,z) lässt sich bezüglich z durch die geometrische Gewichtsfunktion

$$g(z) = b \cdot \left(1 + \frac{|z|}{h/2} \right) \quad (4.8)$$

beschreiben (Abb. 4.14). Dabei ist b die Ausdehnung in x- und h die Ausdehnung in z-Richtung. Das Koordinatensystem der eintauchenden Probe (x',y',z') sei entlang der Achse in der Beugungsebene entgegen dem Uhrzeigersinn um den Betrag ψ_Δ verkippt, so dass die Überführung der Koordinatensysteme $X = R \cdot X'$ bzw. $X' = R^T \cdot X$ durch die Drehmatrix

$$R = \begin{pmatrix} \cos \psi_\Delta & 0 & -\sin \psi_\Delta \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \psi_\Delta & 0 & \cos \psi_\Delta \end{pmatrix} \quad \text{bzw.} \quad R^T = \begin{pmatrix} \cos \psi_\Delta & 0 & \sin \psi_\Delta \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \psi_\Delta & 0 & \cos \psi_\Delta \end{pmatrix} \quad (4.9)$$

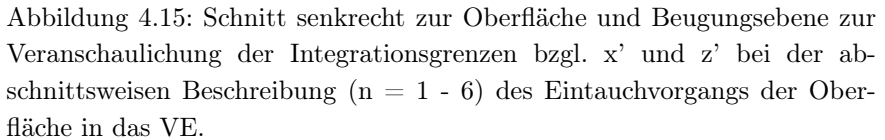
vorgenommen werden kann. Entsprechend lässt sich g(z) als

$$g'_{u/o}(x', z', \psi_\Delta) = b \cdot \left(1 \pm \frac{x' \sin \psi_\Delta + z' \cos \psi_\Delta}{h/2} \right) \quad (4.10)$$

beschreiben, wobei u/o die Unterteilung in einen unteren und oberen Abschnitt des VE bezeichnet.

Beim Eintauchen der Oberfläche werden die einzelnen Abschnitte n nach Abb. 4.15 durch die diskreten Grenzen des VE (x,z) in horizontaler Richtung $((+\frac{l}{2}, x), (0, x) \text{ und } (-\frac{l}{2}, x))$ und in vertikaler Richtung $((z, +\frac{b}{2}), (z, 0) \text{ und } (z, -\frac{b}{2}))$ durch die Integrationsgrenzen

$$x'_m = f(z', \psi_\Delta) \quad \text{bzw.} \quad z'_p = f(\psi_\Delta) \quad (4.11)$$


$$I_n(z', \psi_\Delta) = \int_{x'_m} g'_{u/o}(x', z', \psi_\Delta) dx' \quad (4.12)$$

Die Schwerpunkte $SP_n^{x'}(z', \psi_\Delta)$ der Folie bzgl. x' ergeben sich dann innerhalb der Abschnitte n entsprechend

während der Schwerpunkt $SP^{z'}$ bzgl. z' durch die Folienposition selbst gegeben ist.

¹⁷Die Abhängigkeit der Integrationsgrenzen von z' und ψ bzw. nur von ψ wird im Folgenden der Übersicht wegen nicht mit angegeben. Obwohl die Abhängigkeit bei kleinen ψ von vergleichsweise geringer Bedeutung ist, findet sie in den Simulationen dennoch Berücksichtigung.

Im Falle der Überschneidung von Abschnitten gilt der Teilschwerpunktssatz

$$Spkt = \frac{\sum_n Sp_n \cdot G_n}{\sum_n G_n} = \frac{Sp_1 \cdot G_1 + Sp_2 \cdot G_2 + Sp_3 \cdot G_3 \dots}{G_1 + G_2 + G_3 \dots}, \quad (4.14)$$

wobei Sp_n die Teilschwerpunkte und G_n die zugehörigen Gewichtsfunktionen sind.

Im Falle von dicken Proben¹⁸ muss die Integration der Intensität zur Ermittlung der Schwerpunkte entlang z' durch Berücksichtigung eines Schwächungsfaktors entsprechend

$$A(s', z', \mu) = e^{-\mu k(s' - z')} \quad (4.15)$$

erfolgen (k = Geometriefaktor, μ = Absorptionskoeffizient, s' = Eintauchtiefe). Dann wird die Intensität innerhalb des ersten Abschnitts

$$Int_1(s', \psi_\Delta, \mu) = \int_{z'_1}^{s'} I_1(z', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz' \quad (4.16)$$

und innerhalb eines jeden weiteren Abschnitts mit $s' > z'_2$

$$Int_n(s', \psi_\Delta, \mu) = Int_{n-1}(z'_n, \psi_\Delta, \mu) \cdot A(s', z'_n, \mu) + \int_{z'_n}^{s'} Int_n(z', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz' \quad (4.17)$$

Für den Schwerpunkt der eintauchenden Probe ergibt sich innerhalb des ersten Abschnitts

$$Spkt_1^{x'}(s', \psi_\Delta) = \frac{\int_{z'_1}^{s'} SP_1^{x'}(z', \psi_\Delta) \cdot I_1(z', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz'}{\int_{z'_1}^{s'} I_1(z', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz'} \quad (4.18)$$

¹⁸Unter einer "dicken" Probe ist eine Probe zu verstehen, die eine deutlich größere Ausdehnung bezüglich z aufweist als das VE, so dass nur das Eintauchen der Probe in das VE von Bedeutung ist, nicht aber das "Austauchen".

bzw.

$$Spkt_1^{z'}(s', \psi_\Delta) = \frac{\int_{z'_1}^{s'} z' \cdot I_1(z', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz'}{\int_{z'_1}^{s'} I_1(z', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz'} \quad (4.19)$$

und innerhalb eines jeden weiteren Abschnitts unter Anwendung des Teilschwerpunktsatzes

$$\begin{aligned} Spkt_n^{x'}(s', \psi_\Delta) = & \left[\sum_{k=1}^{n-1} \left[Spkt_k^{x'}(z_{k+1}, \psi_\Delta) \cdot G_k(s', \psi_\Delta, \mu) \right] \right. \\ & \left. + \int_{z'_n}^{s'} SP_n^{x'}(s', \psi_\Delta) \cdot I_n(s', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz' \right] \\ & \times \left[\sum_{k=1}^{n-1} [G_k(s', \psi_\Delta, \mu)] + \int_{z'_n}^{s'} I_n(s', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz' \right]^{-1} \quad (4.20) \end{aligned}$$

bzw.

$$\begin{aligned}
Spkt_n^{z'}(s', \psi_\Delta) = & \sum_{k=1}^{n-1} \left[Spkt_k^{z'}(z_{k+1}, \psi_\Delta) \cdot G_k(s', \psi_\Delta, \mu) \right] \\
& + \int_{z'_n}^{s'} SP_n^{z'}(s', \psi_\Delta) \cdot I_n(s', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz' \Bigg] \\
& \times \left[\sum_{k=1}^{n-1} [G_k(s', \psi_\Delta, \mu)] + \int_{z'_n}^{s'} I_n(s', \psi_\Delta) \cdot A(s', z', \mu) dz' \right]^{-1}. \quad (4.21)
\end{aligned}$$

Dabei finden die bereits eingetauchten Abschnitte durch Gewichtung mit

$$G_k(s', \psi_\Delta, \mu) = A(s', z'_{k+1}, \mu) \cdot \int_k^{k+1} I_k(s', \psi_\Delta, \mu) dz' \quad (4.22)$$

entsprechend ihrer Größe und der Eintauchtiefe Berücksichtigung.

Die Übertragung der Schwerpunktlage der Beugungsinformation innerhalb des VE bzgl. (x', z') auf den effektiven Beugungswinkel bzw. die Energielage ergibt sich durch

$$\Delta E = -E \frac{\Delta \theta}{\tan \theta} \approx -E \frac{\Delta z^*/(2a)}{\tan \theta}, \quad (4.23)$$

wobei a den Abstand von der Probe zu S4 und Δz^* die Verschiebung des Schwerpunktes entlang des Streuvektors beschreibt. Definiert die Position des Detektors eine Verkippung ψ_{Det} , so erhält man

$$\Delta z^* = -x'_{Sp} \sin(\psi_{Det} + \psi_\Delta) + z'_{Sp} \cos(\psi_{Det} + \psi_\Delta). \quad (4.24)$$

4.4.3 Ergebnisse

In der Simulation werden die in Tab. 4.1 aufgeführten Parameter verwendet, die weitgehend den Bedingungen späterer Messungen entsprechen. Es werden zwei Fälle unterschieden. Einerseits wird das Eintauchen einer unendlich dünnen Schicht in das VE betrachtet, um so Rückschlüsse auf die Untersuchungen von Schichten ziehen zu können, die gegenüber der VE-Ausdehnung sehr dünn sind. Andererseits wird das Eintauchen dicker Proben betrachtet. Dabei sollen zwei Einflussparameter näher untersucht werden, die durch „einfache“ geometrische Betrachtungen nicht zu erschließen sind. Das ist zum einen der Winkel ψ_{Δ} , der die Verkippung der Probenoberfläche zum VE beschreibt und im Experiment üblicherweise mit einer Genauigkeit von $0,1^{\circ}$ einzustellen ist. Zum anderen soll der Einfluss der Probenabsorption betrachtet werden, da bei Messungen in verschiedenen Orientierungen die Energielage (und somit die Absorption) der Interferenzen variiert.

Die Simulationsergebnisse in Abb. 4.16a zeigen, dass beim Eintauchen einer dünnen Schicht in das VE unter verschiedenen Verkippungen ψ_{Δ} der Intensitätsverlauf von einer Dreiecksfunktion in eine glockenförmige Verteilung übergeht. Dabei kommt es zu einer Verbreiterung des VE, d.h. einer Verminderung der Ortsauflösung als Funktion von ψ_{Δ} , die etwa $3 \mu\text{m}/0,1^{\circ}$ beträgt. Gleichzeitig bedingt das schräge Eintauchen der Schicht nach Abb. 4.16b eine Verschiebung des Schwerpunktes $SP^{x'}$ bzgl. x' (vgl.

Tabelle 4.1: Verwendete Simulationsparameter.

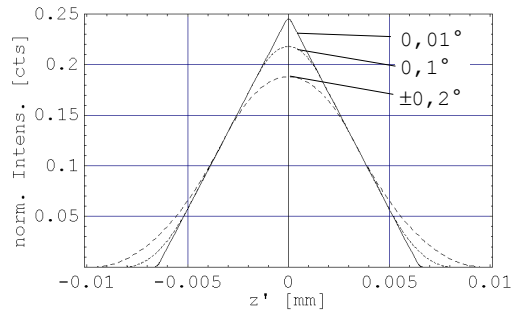
$h \times b \times l$	$0,013 \times 0,248 \times 2,0 \text{ mm}^3$
a	2000 mm
$2\theta_0$	6°
$\mu_{Fe}(30\text{keV})$	$0,6 \text{ mm}^{-1}$
$\mu_{Fe}(50\text{keV})$	$1,5 \text{ mm}^{-1}$
$\mu_{Fe}(70\text{keV})$	$6,4 \text{ mm}^{-1}$
Energieposition	50,4 keV

Abb. 4.14a). Die Lage von $SP^{x'}$ ist bei $\psi_{\Delta} = 0^{\circ}$ unabhängig von z' , nimmt aber schon bei geringen Verkippungen Verläufe an, die bezüglich des Koordinatenmittelpunktes symmetrisch sind. Mit zunehmender Verkippung kommt es zu einer Linearisierung der Verläufe, die etwa bei $\psi_{\Delta} = \pm 0,2^{\circ}$ die Form einer Geraden annehmen. Eine Verkippung $-\psi_{\Delta}$ der Schicht zum VE entspricht einer Spiegelung der Verläufe an der Abszisse, was anhand von Abb. 4.15 deutlich wird.

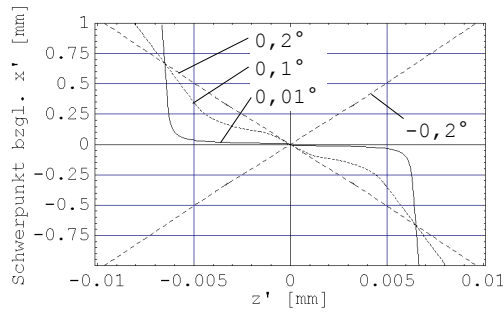
Abb. 4.16c zeigt die aus $SP^{x'}$ und $SP^{z'}$ resultierenden Energielagenverschiebungen bei $\psi_{Det} = 57^{\circ}$ gemäß Gleichungen 4.23 und 4.24. Es wird deutlich, dass die Energielagenverschiebungen wegen $l \gg h$ maßgeblich auf die Verläufe von $SP^{x'}(z')$ zurückzuführen sind. Die Verschiebungen liegen unter den gegebenen Bedingungen im Bereich von bis zu ± 100 eV und sind daher bei der RSA unbedingt zu berücksichtigen. Der Vergleich der Energielagenverschiebungen mit den Intensitätsverläufen zeigt, dass die Energielagen in der Mitte des VE (bei $z' = 0$ mm) unabhängig von der Verkippung ψ_{Δ} sind. Eine zuverlässige Energielagenbestimmung innerhalb des VE lässt sich daher durch die Anpassung einer symmetrischen Funktion bzgl. des Mittelpunktes erhalten.

Abb. 4.17 zeigt die Gegenüberstellung der Simulationsergebnisse mit dem gemessenen Verlauf der 311-Interferenz an einer Au-Schicht mit $3 \mu\text{m}$ Schichtdicke. Die experimentell ermittelten Verläufe kreuzen sich in den Intensitätsmaxima, so dass sich im Mittelpunkt des VE eine mittlere Energielage von 50,421 durch lineare Regression der drei Verläufe ermitteln lässt. Der Fehler beträgt ± 6 eV und liegt somit innerhalb des für die RSA üblicherweise tolerierten Fehlerbereichs. Es ist zu beachten, dass wegen der geringen Intensitäten die äußeren Ränder des VE nicht mit experimentellen Datenpunkten belegt werden konnten. Der abgerundete Verlauf der Integralintensität bei $\psi_{\Delta} = 0^{\circ}$ lässt sich darauf zurückführen, dass die Translation einer Schicht mit der Dicke > 0 mm zu einer Glättung des Intensitätsverlaufes führt.

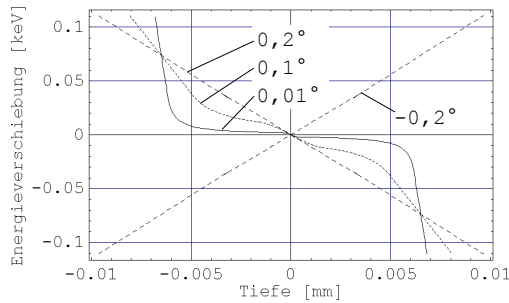
Beim Eintauchen einer dicken Probe in das VE lässt sich ein charakteristischer Intensitätsverlauf beobachten, der aus einem anfänglichen Anstieg besteht, ein Maximum erreicht und im weiteren Verlauf exponentiell abfällt (Abb. 4.18a). Der Verlauf hängt dabei von der Verkippung ψ_{Δ} ab, so



(a)



(b)



(c)

Abbildung 4.16: Intensitätsverlauf, Verlauf des Schwerpunktes bzgl. x' und Verlauf der Energielage beim Durchscannen einer dünnen Schicht durch das VE bei unterschiedlichen Probenkipnungen ψ_Δ .

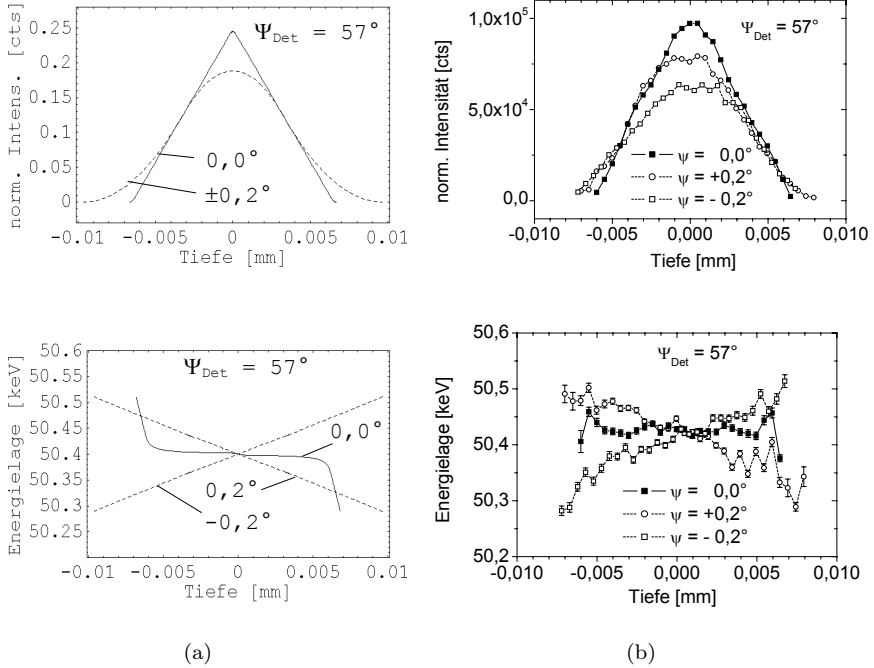
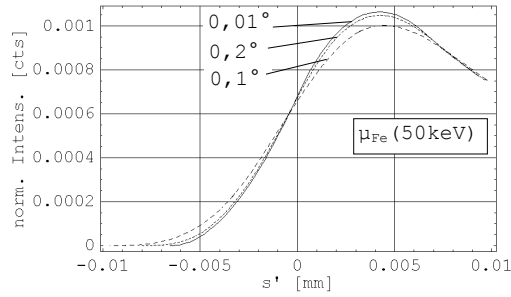
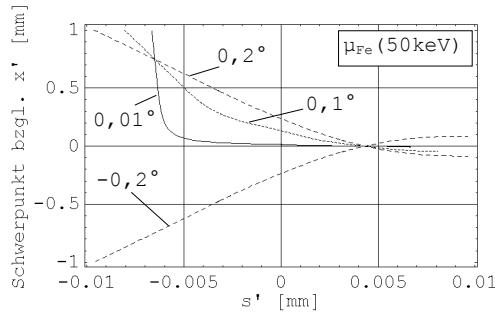


Abbildung 4.17: Gegenüberstellung der simulierten und gemessenen Verläufe der Intensitäten (a) und der Energielagen (b) der Au-311-Interferenz bei $\psi_{Det} = 57^\circ$.

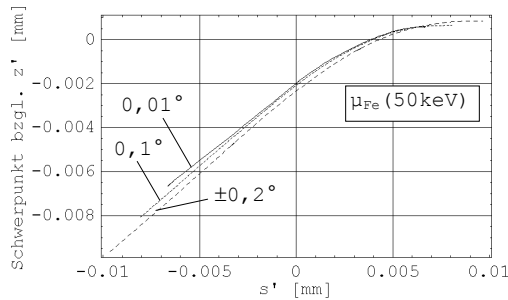
dass er als ein Indikator für die Lage der Oberfläche relativ zum VE gelten kann. Die genaue Analyse des Verlaufes ist wichtig, da die Lage des Schwerpunktes innerhalb des VE beim Eintauchvorgang, aber auch nach Abschluss des Eintauchvorganges, von der Lage der Probenoberfläche beeinflusst wird (Abb. 4.18b und 4.18c). Dabei ist bei $\psi_\Delta > 0^\circ$ die Verschiebung entlang x' deutlich stärker ausgeprägt als bzgl. z' . In dem Bereich, in dem die Intensität das Maximum erreicht, schneiden sich die Schwerpunkte $Spkt^{x'}$. Ist das VE vollständig eingetaucht, unterscheiden sich die Schwerpunkte $Spkt^{x'}$ im betrachteten Bereich um etwa $50 \mu\text{m}/0,1^\circ$.



(a)



(b)



(c)

Abbildung 4.18: Verläufe der Intensitäten und der Schwerpunktlagen beim Eintauchen des VE in eine dicke Probe unter verschiedenen ψ_Δ bei $\mu_{Fe}(50 \text{ keV})$.

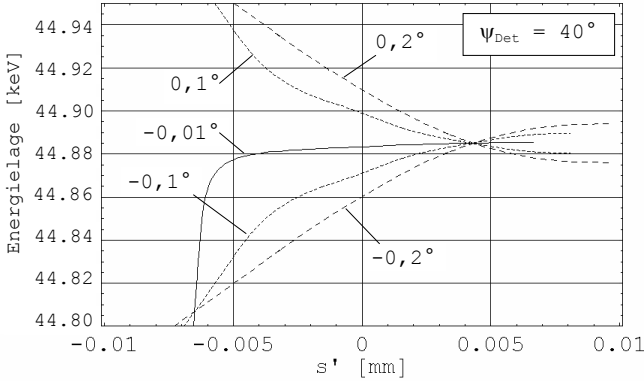


Abbildung 4.19: Energielagenverschiebung einer Fe-Interferenz bei 50 keV als Funktion der Eintauchtiefe bei verschiedenen Probenverkipnungen ψ_{Δ} und $\psi_{Det} = 57^{\circ}$.

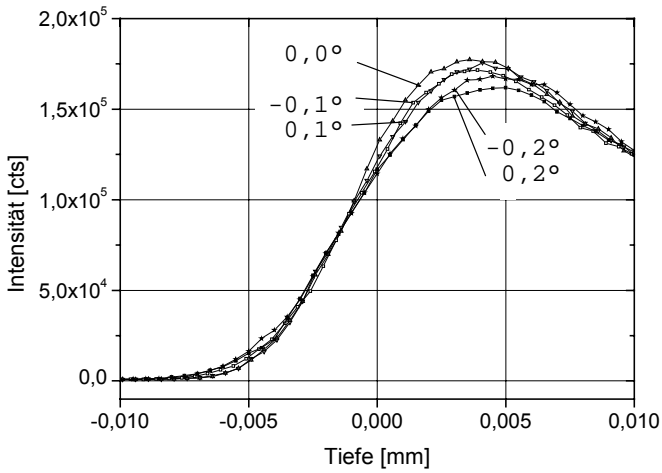
Der Schwerpunkt $Spkt^{z'}$ bzgl. z' ist nur geringfügig von der Probenverkippfung beeinflusst. Für das eingetauchte VE beträgt der Unterschied zwischen den Verkipnungen weniger als $0,5 \mu\text{m}/1^{\circ}$. Entsprechend geht die Verschiebung der Energiepositionen insbesondere bei $\psi_{Det} > 0^{\circ}$ in Abb. 4.19 maßgeblich auf $Spkt^{x'}$ zurück. Dabei beträgt die maximale Abweichung $\Delta E \approx 0.1 \text{ keV}$. Ist das VE vollständig eingetaucht, ist die Verschiebung $0,005 \text{ keV}/0,1^{\circ}$ ($\Delta E/E = 1 \times 10^{-4}$). Abb. 4.20b zeigt die experimentell ermittelten Energielagen der Fe-110 Interferenzen im Eintauchversuch bei $\psi = 40^{\circ}$ nahe der dehnungsfreien Richtung. Dabei lassen sich die in Abb. 4.19 simulierten Verläufe bei unterschiedlichen Probenverkipnungen ψ_{Δ} experimentell wiedergegeben. Anhand der zugehörigen Intensitätsverläufe in Abb. 4.20a zeigt sich, dass bei der vorliegenden Streuung der Datenpunkte eine Probenverkippfung im Bereich von $\pm 0,1^{\circ}$ leicht erkennbar ist, so dass bei allen experimentellen Ergebnissen ein Fehler $< \pm 0,1^{\circ}$ angenommen werden kann.

Aus den Ergebnissen lässt sich ableiten, dass es notwendig ist, das VE möglichst parallel zur Oberfläche auszurichten, wobei die Intensitätsverläufe

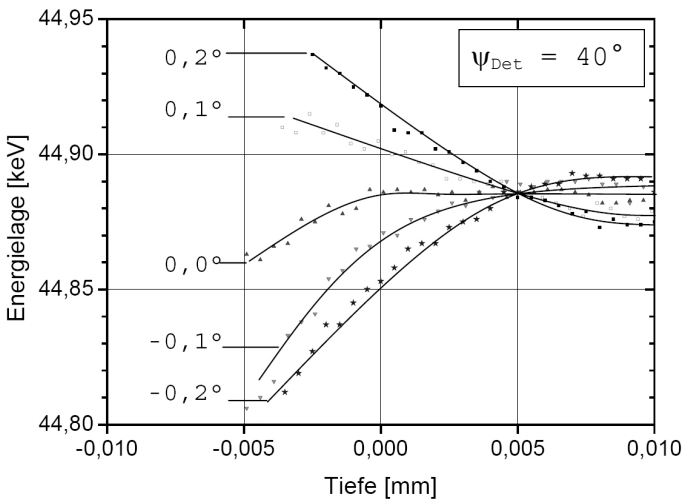
als Kriterium verwendet werden können. Die Unsicherheiten in den Energiepositionen liegen für $\psi_{\Delta} < \pm 0,1^{\circ}$ im Bereich von $\Delta E/E < \pm 1 \times 10^{-4}$.

In Abb. 4.21 ist der Eintauchvorgang unter $\psi_{\Delta} = 0,1^{\circ}$ für verschiedene Absorptionsverhältnisse, die Ferrit-Interferenzlagen bei 30 keV, 50 keV und 70 keV entsprechen, dargestellt. Anhand der Intensitätsverläufe in 4.21a wird deutlich, dass die Lage des Maximums von der Absorption abhängt und somit kein allgemeingültiges Kriterium für die Lage des VE innerhalb der Probe sein kann. Die Messergebnisse in Abb. 4.22 zeigen die Übereinstimmung mit den Berechnungen. Die Abweichungen in dem Abfall der Intensitäten sind auf Unsicherheiten bei der Bestimmung der Absorption in der Probe zurückzuführen, für die im angegebenen Beispiel die Werte für reinen Ferrit angenommen wurden.

Aus Abb. 4.21b und c geht hervor, dass auch die Schwerpunktlagen von der Absorption beeinflusst werden. Dabei ist der Einfluss auf $Spkt^{x'}$ gemäß der größeren Ausdehnung des VE in x deutlich größer als auf $Spkt^{z'}$. Allerdings kann bei geringen VE-Ausdehnungen und steilen Gradienten eine Korrektur der Tiefenlage z' notwendig werden, die im betrachteten Bereich zwischen 30 keV und 70 keV ca. 2 μm beträgt (Abb. 4.21c). Aus der Verschiebung von $Spkt^{x'}$ ergeben sich nach Abb. 4.23 bei $\psi_{Det} = 57^{\circ}$ Energielagenverschiebungen von < 20 eV unter den angenommenen Bedingungen.

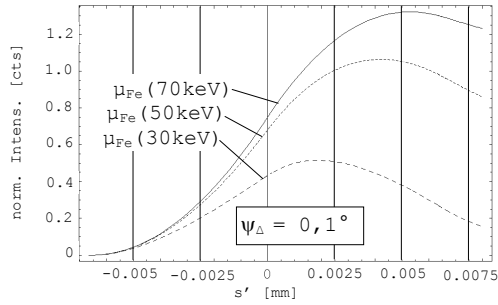


(a)

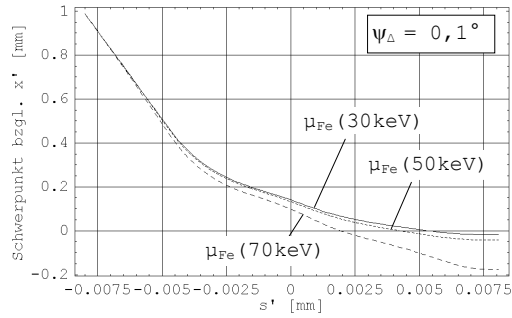


(b)

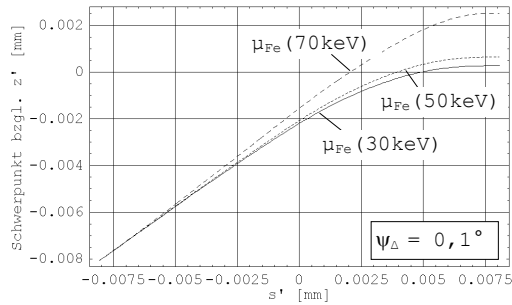
Abbildung 4.20: Experimentell ermittelte Verläufe der Fe-110 Integralintensitäten und Interferenzlagen beim Eintauchen des VE in eine dicke Probe bei verschiedenen ψ_{Δ} unter $\psi_{Det} = 40^\circ$.



(a)



(b)



(c)

Abbildung 4.21: Verläufe der Intensitäten und der Schwerpunktlagen beim Eintauchen des VE in eine dicke Probe unter verschiedenen μ_{Fe} bei $\psi_{\Delta} = 0,1^{\circ}$.

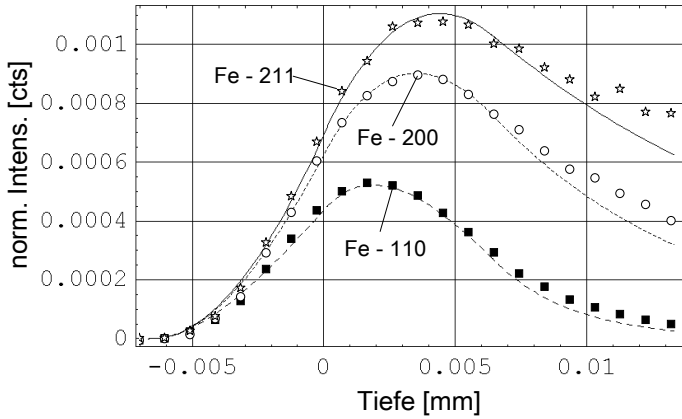


Abbildung 4.22: Gerechnete (durchgezogene Linie) und gemessene Verläufe (Punkte) der Intensitäten verschiedener Interferenzen beim Eintauchen des VE in eine Stahlprobe 100Cr6 bei $2\theta \approx 8^\circ$.

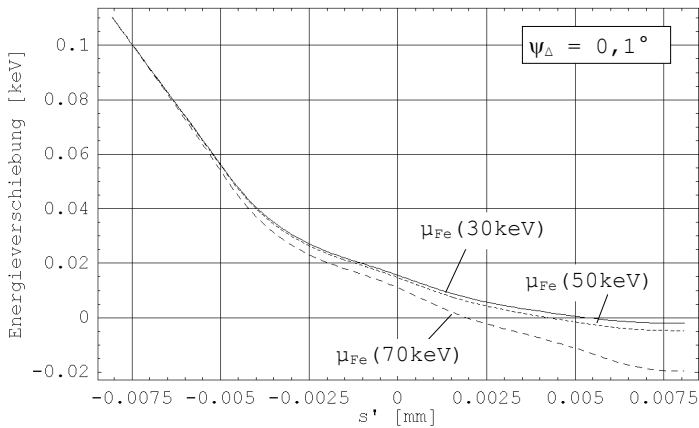


Abbildung 4.23: Energielagenverschiebung verschiedener Fe-Interferenzen als Funktion der Eintauchtiefe bei $\psi_\Delta = 0,1^\circ$ und $\psi_{Det} = 57^\circ$.

5 Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

5.1 Messbedingungen der angewendeten Verfahren

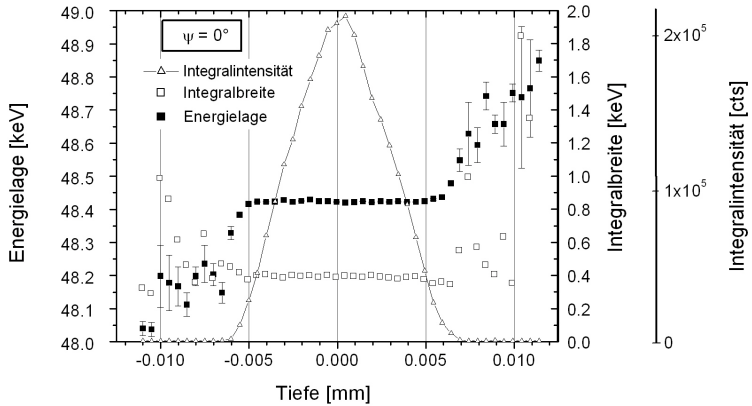
5.1.1 Stress-Scanning-Verfahren

Die Messbedingungen des Stress-Scanning-Verfahrens sind in Tab. 5.1 für die Stahlprobe (Fe) und die Multilagenschichtsysteme (MLS) zusammengefasst. Bei allen Messungen wurde ein VE mit den Abmessungen $0,013 \times 0,25 \times 2,0 \text{ mm}^3$ ($h \times b \times l$) genutzt. Primärseitig erfolgte die Absorption der niedrigen Energien bis etwa 10 keV durch einen 2 mm dicken Al-Filter um die Erwärmung der Probe zu unterbinden. Sekundärseitig diente die Blende T4 mit einer Blendenweite von $0,1 \times 10 \text{ mm}$ zur Strahlbegrenzung, die sich in einem Abstand von ca. 1650 mm von der Probe befand. Mit der horizontalen Verschiebung der Blende von 145 mm und 271 mm wurden neben $\psi = 0^\circ$ ($\sin^2\psi = 0$) weitere Kippungen von 40° ($\sin^2\psi \approx 0,4$) und 57° ($\sin^2\psi \approx 0,7$) eingestellt. Die Ermittlung der Beugungswinkel als auch die Charakterisierung des Volumenelements (VE) in Bezug auf Ausdehnung und Beugungsbedingungen erfolgte mittels einer $3 \text{ }\mu\text{m}$ dicken, auf einem Si-Träger galvanisch abgeschiedenen Au-Schicht. Licht- und elektronenmikroskopische Aufnahmen zeigten, dass die Schicht keine signifikanten Unebenheiten aufweist und die Abweichung in der Dicke weniger als 10% beträgt. Durch Energie- und winkeldispersiven Eigenspannungsanalysen an der Schicht konnte darüber hinaus nachgewiesen werden, dass der Betrag der Eigenspannungen vernachlässigbar ist.

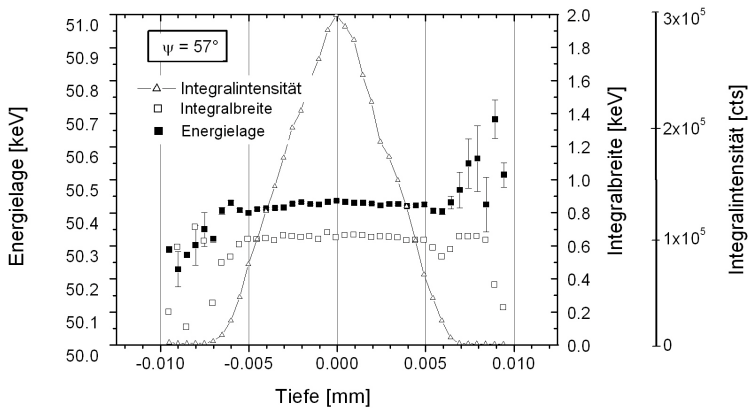
Abb. 5.1 zeigt die Ergebnisse der vertikalen Translation der Au-Schicht in Schrittweiten Δz von $0,5 \text{ }\mu\text{m}$ durch das VE am Beispiel der Au-111 Interferenz bei $\psi = 0^\circ$ (Abb. 5.1a) und der Au-311 Interferenz bei $\psi = 57^\circ$ (Abb. 5.1b). Der Verlauf der Integralintensität als Funktion der Tiefe z zeigt, dass die eingestellte Ausdehnung des VE der Dicke der Kaptonfolie, die als Abstandshalter dient, von ca. $13 \text{ }\mu\text{m}$ entspricht. Es ist zu beachten, dass in der Abb. 5.1 keine Entfaltung des Schichtprofils und des VE vorgenommen wurde, so dass die Verteilung nicht einer exakten Dreiecksfunktion entspricht, sondern geringfügige „Verwaschungen“ an den Kanten auftreten. Die Energiepositionen sind innerhalb des VE entsprechend dem simulierten

Tabelle 5.1: Messbedingungen und Auswerteparameter für die Stress-Scanning-Spannungsanalyse am Synchrotronmessplatz für energiedispersive Diffraktion (EDDI) am BESSY.

Detektor	Spezifikationen und Einstellungen siehe Tab. 3.2
Strahlung	Weißstrahl (vgl. Abb.4.2)
Optische Elemente	Ortsraumblenden, Details siehe Kap. 4.3
Sekundärseitige Optik	Spaltsystem 1650 mm von der Probe entfernt, $0,1 \times 10 \text{ mm}^2$ (äquatorial \times axial)
Volumenelement	$0,013 \times 0,25 \times 2,0 \text{ mm}^3$
Absorber	2 mm Al
Schrittweite Δz	5 μm (Fe) 0,5 μm (MLS)
Zählzeit pro Spektrum	600 - 1800 s
Kippwinkel ψ	$0^\circ / 40^\circ / 57^\circ$
Beugungswinkel 2θ	$6.2^\circ / 8.0^\circ / 11.5^\circ$
Verfahrweg c	0 mm / 145 mm / 271 mm
Ausgewertete Beugungslinien	Ferrit: 110, 211, 220 Al_2O_3 : 012, 024
Gitterparameter	$a_0^{\text{Ferrit}} = 0.28665 \text{ nm}$, $a_0^{\text{Au}} = 0.4078 \text{ nm}$
Kalibrierprobe	Au-Schicht, Dicke = 3 μm
linearer Schwächungs- koeffizient	NIST Datenbank, siehe Fußnote 19
DEK	$s_1 = -1,268 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$, $\frac{1}{2}s_2 = 5,804 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ (Fe-110, -211, -220) $s_1 = -0,544 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$, $\frac{1}{2}s_2 = 2,96 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ (Al_2O_3 -012, -024)



(a)



(b)

Abbildung 5.1: Charakterisierung des Volumenelements bei $\psi = 0^\circ$ (a) und $\psi = 57^\circ$ (b) bezüglich Ausdehnung und Beugungsbedingungen anhand von Integralintensität, Energielage und -breite verschiedener Reflexe nach Durchfahren einer 3 μm dicken Au-Folie durch das VE.

Verlauf in Abb. 4.16 nahezu konstant. Der Betrag der Integralbreiten ist für $\psi = 57^\circ$ gegenüber $\psi = 0^\circ$ gestiegen, da die horizontale Blendenöffnung T4 von 10 mm bei zunehmender Verkippung eine immer größere Divergenz zulässt (vgl. Abb. 4.5). Bezüglich Integralintensitäten und Energielagen lassen sich keine signifikanten Unterschiede feststellen, so dass die Ortsauflösung - unabhängig vom Kippwinkel ψ - der eingestellten Blendenweite entspricht.

Zur Bestimmung der Dehnungen nach Gl. 4.7 wurden unterschiedliche Interferenzen hkl genutzt und für a_0^{Ref} der Gitterparameter von 0,4078 nm verwendet. Die Berechnung der Eigenspannungen erfolgte mittels der in Tab. 5.1 aufgeführten Interferenzen mit den angegebenen diffraktionselastischen Konstanten (DEK). Die DEK wurden aus den Einkristallkonstanten nach dem Eshelby/Kröner-Modell bestimmt. Zur Bestimmung der Tiefenverläufe wurden die energieabhängigen linearen Absorptionskoeffizienten Tabellenwerken entnommen¹⁹.

5.1.2 Komplementäre Verfahren der RSA zur Verifizierung der Ergebnisse

Den Ergebnissen des Stress-Scanning-Verfahrens werden zur Verifizierung Ergebnisse komplementärer röntgenographischer Verfahren gegenübergestellt. Das sind zum einen zerstörungsfreie Messungen im Labor, bei denen winkeldispersiv in Reflexion die ersten Mikrometer unter der Oberfläche erfasst werden. Darüberhinaus wurden Abtragsmessungen vorgenommen, bei denen nach schrittweisem Oberflächenabtrag von ca. 10 μm erneut Messungen nach der $\sin^2\psi$ -Methode vorgenommen werden. Zum anderen ermöglichten energiedispersive Analysen in Reflexion die zerstörungsfreie Bestimmung der Eigenspannungskomponenten im Bereich der ersten 100 μm .

Die oberflächennahen Messungen wurden auf einem für die Analyse von Eigenspannungs-, Textur- und Mikrostrukturgradienten optimierten Röntgendiffraktometer am Hahn-Meitner-Institut (Berlin) durchgeführt. Bei dem Gerät handelt es sich um ein 5-Kreis-Diffraktometer (ETA-Diffraktometer)

¹⁹Die Daten werden vom National Institute of Standards and Technology in der Datenbank „X-Ray Attenuation and Absorption for Materials of Dosimetric Interest (XAAMDI) database“ im Internet unter <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayNoteB.html> zur Verfügung gestellt. Sie gleichen weitgehend den in [123] angegebenen Werten.

mit der Möglichkeit der direkten Probendrehung um den Streuvektor. Die Spezifikationen sind in Tab. 5.2 zu finden. Zur Festlegung der Messposition auf der Probenoberfläche ist das ETA-Diffraktometer mit CCD-Kamera sowie einem Laser-Abtastsystem ausgerüstet, das eine berührungslose Ermittlung der Probendicke gestattet. Die Messungen wurden mit $\text{CoK}\alpha$ Strahlung ($\lambda = 0.178897 \text{ nm}$) ohne $k\beta$ -Filter unter den Betriebsbedingungen 32 kV / 50mA im symmetrischen Ψ -Modus der RSA (Probenkippfung um Achse in der Beugungsebene) durchgeführt. Durch die Verwendung einer Polykapillarsemilinse der Firma IFG im primären sowie einer Sollerblende und einem Sekundärmonochromator im sekundären Strahlengang wurde eine Quasi-Parallelstrahlanordnung realisiert, die neben der Möglichkeit sehr streifen-der Beugungsbedingungen den weiteren Vorteil bietet, dass der Einfluss von Kanteneffekten (in Form einer falschen Probendicke) auf das Messergebnis minimiert werden kann. Die Messbedingungen und Auswertparameter sind ebenfalls in Tab. 5.2 zusammengefasst. Zur Kalibrierung des Gerätes wurde Au-Pulver verwendet. Messungen an ausgewählten Interferenzen bis hin zu hohen ψ -Kippwinkeln von 89° ergaben maximale Linienverschiebungen von $\pm 0,01^\circ$, systematische ψ -Aufspaltungen traten nicht auf. Die Datenerfassung erfolgte vollautomatisch mit dem Messprogramm-Paket RayfleX[®] der Firma SEIFERT, zur Auswertung wurde ein unter MATHEMATICA[®] 4.0 erstelltes Programmpaket verwendet. Die dem Programm zu Grunde liegenden Algorithmen basieren auf den in Kap. 2.2.3 eingeführten Zusammenhängen.

Untersuchungen der weitreichenden Spannungsgradienten mit semizerstörendem Abtragsverfahren wurden an der Universität Kassel im Institut für Werkstofftechnik durchgeführt. Dazu wurde die Oberfläche schrittweise abgetragen und jeweils anschließend oberflächennahe diffraktometrische Eigenspannungsanalysen mit $\text{CrK}\alpha$ -Strahlung ($\lambda = 0,22898 \text{ nm}$) durchgeführt (Tab. 5.3). Der Oberflächenabtrag wurde mit einem Gerät zur elektrolytischen Präparation von metallischen Proben vorgenommen. Dabei wurde darauf geachtet, dass es zu keiner signifikanten Erwärmung der Probe kam. Der Abtrag wurde mittels einer mechanischen Messuhr auf einer polierten keramischen Grundplatte mit einer Genauigkeit von $< 0,5 \mu\text{m}$ bestimmt. Bei der Auftragung des Eigenspannungstiefenverlaufs wurde sowohl die mittlere

Tabelle 5.2: Messbedingungen und Auswerteparameter für die oberflächen-nahen röntgenographischen Analysen am ETA-Röntgendiffraktometer im HMI (Berlin).

Diffraktometer	5-Kreis-Diffraktometer von GE Inspections (früher Seifert), CCD-Kamera u. Laser zur Probenjustage
Strahlung	CoK α (ohne K β -Filter), 32 kV / 50 mA, Langfeinfokus
Optische Elemente	Polykapillar-Semilinse primärseitig, 0,4° Sollerblende + (001) LiF-Monochromator
Messbereich	$2\theta = [95,5^\circ \dots 104,0^\circ]$ (Reflex: Ferrit 211) $2\theta = [65.5 \dots 71.0]$ (Reflex: Al ₂ O ₃ 024)
Schrittweite	$\Delta 2\theta = 0,05^\circ$
Zählzeit / Schritt	8 - 20 s
ψ -Schrittweite	$\Delta \sin^2 \psi = 0,1$ bis $\psi = 80^\circ$, $\Delta \psi = 1^\circ$ bis $\psi = 89^\circ$ (Fe) $\Delta \sin^2 \psi = 0,1$ bis $\psi = 80^\circ$, $\Delta \psi = 0,5^\circ$ bis $\psi = 89^\circ$ (MLS)
Azimutwinkel ϕ	$0^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 270^\circ$ (Fe) 0° (MLS)
Kalibrierung	Au-Pulver, Korngröße 1,5 - 4 μm
linearer Schwächungskoeffizient	$\mu_{Co} K\alpha = 421 \text{ cm}^{-1}$ (Fe) $\mu_{Co} K\alpha = 195 \text{ cm}^{-1}$ (Al ₂ O ₃)
DEK	siehe Tab. 5.1

Tabelle 5.3: Messbedingungen und Auswerteparameter der röntgenographischen Analysen mit schrittweisem Oberflächenabtrag an der Universität Kassel.

Diffraktometer	4-Kreis-Diffraktometer D 5000 von Siemens
Strahlung	$\text{CrK}\alpha$ (mit $\text{K}\beta$ -Filter), 40 kV / 35 mA, Feinfokus
Optische Elemente	Kollimator \varnothing 1 mm primärseitig, $1/3^\circ$ Schlitzblende sekundärseitig
Abtragsmedium	Struers Elektrolyt A2
Abtragsschritte	ca. 10 μm
Messbereich	$2\theta = [64\dots73]$ (Reflex: 110) $2\theta = [145\dots166]$ (Reflex: 211)
Schrittweite	$\Delta 2\theta = 0,1^\circ$
Zählzeit / Schritt	4 s
ψ -Schrittweite	$\Delta \sin^2 \psi = 0,09$ bis $\psi = 70^\circ$
Azimutwinkel ϕ	$0^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 270^\circ$
Kalibrierung	Fe-Pulver, Korngröße ca. 1 - 5 μm
linearer Schwächungskoeffizient	$\mu_{\text{Cr}} K\alpha = 860 \text{ cm}^{-1}$
DEK	siehe Tab. 5.1

Eindringtiefe der Strahlung $\langle \tau \rangle$ als auch die Auslösung von Eigenspannungen I. Art durch das Abtragen [126] berücksichtigt.

Die energiedispersiven $\sin^2 \psi$ Spannungsanalysen wurden bei 2θ -Winkeln zwischen 6° und 16° durchgeführt, die Mess- und Auswerteparameter sind in Tab. 5.4 zusammengestellt. Der primärseitige Strahlquerschnitt für die Messungen betrug $0,5 \times 0,5 \text{ mm}^2$, sekundärseitig wurde die Äquatorialdivergenz des gebeugten Strahles durch ein Doppelspaltsystem mit Blendenöffnungen von jeweils $0,03 \times 5 \text{ mm}^2$ auf Werte $\Delta 2\theta < 0,01^\circ$ begrenzt. Die Spezifika-

tionen und Einstellungen des eingesetzten Germanium-Festkörperdetektors lassen sich Tab. 3.2 entnehmen. Bei der Auswertung der Diffraktogramme wurden die Probenabsorption, das Wignerspektrum, der Ringstrom und die totzeitbedingten Verschiebungen in Form von Korrekturfaktoren berücksichtigt. Die DEK wurden nach dem Eshelby/Kröner-Modell unter Nutzung der Einkristallkonstanten berechnet. Die Bestimmung der Spannungen erfolgte analog zu den winkeldispersiven Messungen unter Nutzung der Formalismen in Kap. 2.2.3.

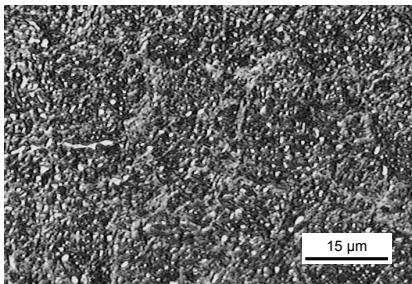
Tabelle 5.4: Messbedingungen und Auswerteparameter für die $\sin^2\psi$ Spannungsanalyse am Synchrotronmessplatz für energiedispersive Diffraktion (EDDI) am BESSY.

Diffraktometer	θ - θ -Diffraktometer Typ MZ VI mit 5-Achsen-Positioniereinheit von GE Inspections, CCD-Kamera u. Laser zur Probenjustage
Detektor	Spezifikationen und Einstellungen siehe Tab. 3.2
Strahlung	Weißstrahl (vgl. Abb.4.2)
Optische Elemente	Filterbank und Doppelspaltsystem primär- und sekundärseitig (Details siehe Kap. 4.1)
Strahlquerschnitt	$0,5 \times 0,5 \text{ mm}^2$
Absorber	2 mm Al
Sekundärseitige Optik	Doppelspaltsystem (äquatorial \times axial) $0,03 \times 5 \text{ mm}^2$
Beugungswinkel	16° (Fe), 6° (MLS)
Zählzeit pro Spektrum	200 - 600 s
Ausgewertete Beugungslinien	Ferrit: 111, 200, 211, 220, 310, 222, 321, 411, 420, 431 Al_2O_3 : 012
ψ -Schrittweite	$\Delta \sin^2 \psi = 0,1$ bis $\psi = 80^\circ$, $\Delta \psi = 1^\circ$ bis $\psi = 89^\circ$ (Fe) $\Delta \sin^2 \psi = 0,1$ bis $\psi = 80^\circ$, $\Delta \psi = 0,5^\circ$ bis $\psi = 89^\circ$ (MLS)
Azimutwinkel ϕ	$0^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 270^\circ$ (Fe) 0° (MLS)
Kalibrierung	W-Pulver, $< 1 \mu\text{m}$
lin. Schwächungsk.	NIST Datenbank
DEK	berechnet aus den Einkristallkonstanten nach dem Eshelby/Kröner-Modell

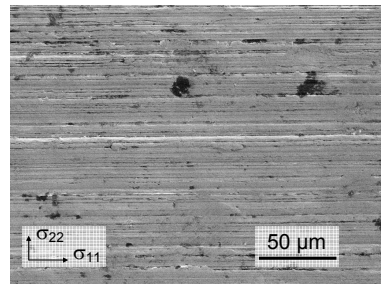
5.2 Anwendung des Stress-Scanning-Verfahrens auf eine Stahlprobe mit langreichweitigem Spannungsgradienten

5.2.1 Probenbeschreibung

Das Stress-Scanning-Verfahren wurde auf eine kugelgestrahlte Stahlprobe 100Cr6 angewendet, die ein vergütetes Gefüge aufweist, das aus einer martensitischen Matrix mit feinverteilten Mischkarbiden $M_{23}C_6$ besteht, deren Phasenanteil ca. 7% beträgt (Abb. 5.2a und Tab. 5.5).



(a) Gefüges des Grundwerkstoffs



(b) Oberfläche

Abbildung 5.2: Mikroskopische Aufnahmen der kugelgestrahlten Stahlprobe 100Cr6 [4].

Die scheibenförmige Probe (\varnothing 24 mm, Höhe = 4 mm) wurde zunächst plangeschliffen und anschließend mit einer Almintensität von 0,15 - 0,17 mmA und einem Deckungsgrad von 200% senkrecht zur Oberfläche gestrahlt (Tabelle 5.6). Wie aus Abb. 5.2b ersichtlich wird, weist die ebene Oberfläche nach dem Strahlprozess noch Spuren vom vorangegangenen Schleifen auf. Entsprechend wurden die Messrichtungen definiert und eingezeichnet. Die interferometrische Rauigkeitsprüfung ergab eine mittlere Rauheit von $0,52 \mu\text{m}$, die Oberflächenhärte beträgt 850 HV. Mittels röntgenographischer Texturanalyse konnte gezeigt werden, dass keine ausgeprägte Vorzugsorientierung vorliegt.

5.2.2 Ergebnisse und Diskussion

Abb. 5.3a zeigt die Verteilung der Gitterdehnungen $\epsilon_{22}(z)$ in den Orientierungen $\psi = 0^\circ, 40^\circ$ und 57° . Dabei wurden die Interferenzen 110 ($\psi = 0^\circ$) und 211 ($\psi = 40^\circ$ und $\psi = 57^\circ$) genutzt und gemäß Gl. 4.7 jeweils mit den Au-Interferenzen 111, 200 und 311 normiert. Es wurde der Tiefenbereich als Fehler angegeben, aus dem 68% der Informationen innerhalb des 13 μm hohen VE (vgl. Abb. 5.1) stammen.²⁰ Der Anstieg der Fehler in der Dehnung mit zunehmender Tiefe ergibt sich aus der geringeren gebeugten Intensität der Einzelmessungen in der Tiefe.

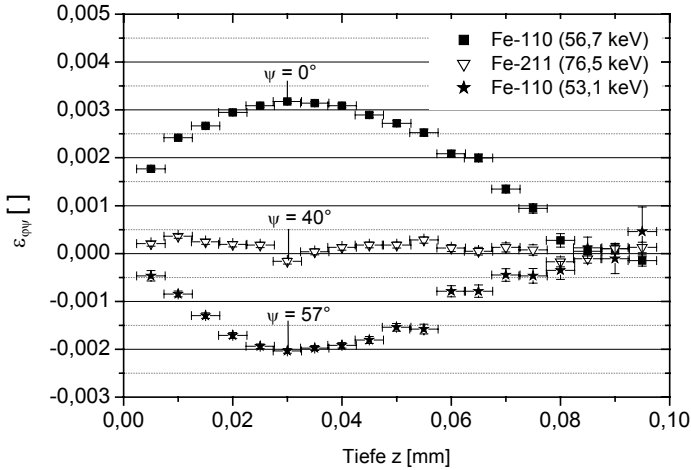
Da die Interferenzen Fe-110 und 211 die gleichen DEK aufweisen, lässt sich aus den Dehnungswerten in jeder Tiefe durch Auftragung über $\sin^2\psi$ ein Spannungswert ermitteln. Der resultierende Spannungstiefenverlauf $\sigma(z)$ ist in Abb. 5.3b dargestellt.

Bei der Auswertung wurde von einem zweiachsigen Eigenspannungszustand im untersuchten Tiefenbereich ausgegangen. Dies ist zum einen durch den geringen Phasenanteil der Karbide begründet, der einen signifikanten Spannungsaufbau in der Matrix nicht zulässt. Zum anderen sind gemäß dem konstanten Verlauf der Dehnungskurve nahe der dehnungsfreien Richtung bei 40° in Abb. 5.3a keine Hinweise auf einen Gradienten von σ_{33} erkenn-

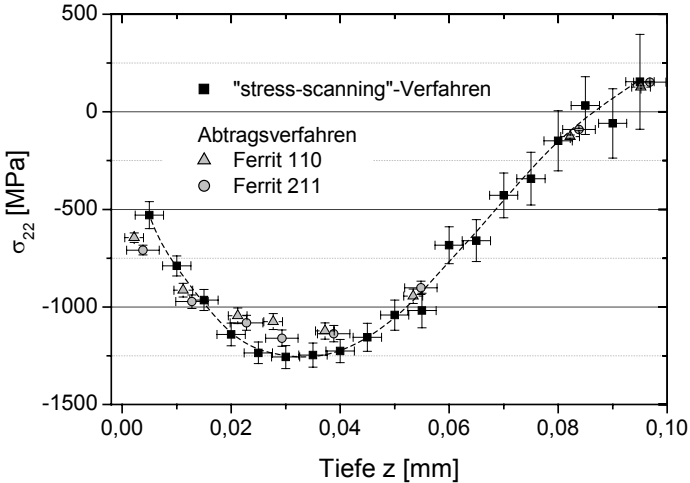
²⁰Es wurden nur die geometrischen Bedingungen berücksichtigt, also der Einfluss der Absorption innerhalb des VE auf das Ergebnis als vernachlässigbar angenommen.

Tabelle 5.5: Zusammensetzung des vergüteten Stahls 100Cr6 nach der Emissionsfunktenspektalanalyse in Masse-%.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
0,967	0,225	0,281	0,014	0,011	1,43	0,13
Mo	Cu	Al	Ti	Nb	V	W
0,029	0,148	0,027	0,001	< 0,001	0,002	< 0,001
Co	B	Sn				
0,019	0,0003	0,007				



(a)



(b)

Abbildung 5.3: Dehnungstiefenverlauf für $\psi=0^\circ$, 40° und 57° (a) und berechneter Spannungstiefenverlauf (b) ermittelt mit dem Stress-Scanning-Verfahren an der kugelgestrahlten Probe 100Cr6. (b) enthält darüber hinaus zum Vergleich die Ergebnisse des Abtragverfahrens [4].

Tabelle 5.6: Strahlparameter der Stahlprobe 100Cr6.

Strahlmittel	Stahl S 110H
Intensität	0,15 - 0,17mmA
Deckungsgrad	200%

bar. Die Annahme ist für den Vergleich mit den komplementären Verfahren von Bedeutung, da diejenigen Verfahren, deren Auswertung auf dem $\sin^2\psi$ -Verfahren basieren, ebenfalls σ_{22} - σ_{33} liefern (Mehrwellenlängenmethode) und das Abtragverfahren sowie Universalplotverfahren von $\sigma_{33} = 0$ ausgehen (vgl. Kap. 2.2.3).

In Abb. 5.3b sind neben den Ergebnissen des Stress-Scanning-Verfahrens die Ergebnisse des Abtragverfahrens [4] dargestellt, die an einer unter identischen Bedingungen hergestellten Probe durchgeführt wurden. Die Unsicherheiten in der Tiefe ergeben sich dabei aus der mittleren Eindringtiefe der einzelnen Interferenzen und der Messungenauigkeit in den Abtragsbeiträgen. Innerhalb der Fehlergrenzen lässt sich eine hohe Übereinstimmung der Messergebnisse beider Verfahren feststellen.

Den Ortsraumergebnissen $\sigma(z)$ sind in Abb. 5.4 die Ergebnisse $\sigma(\langle\tau\rangle)$ bzw. $\sigma(\tau)$ verschiedener, in Kap. 2.2.3 beschriebener LAPLACE-Methoden gegenübergestellt, die sowohl im Labor unter Nutzung von Röntgenstrahlung ($\text{CrK}\alpha$ und $\text{CoK}\alpha$) als auch am Synchrotronmessplatz erzielt wurden.

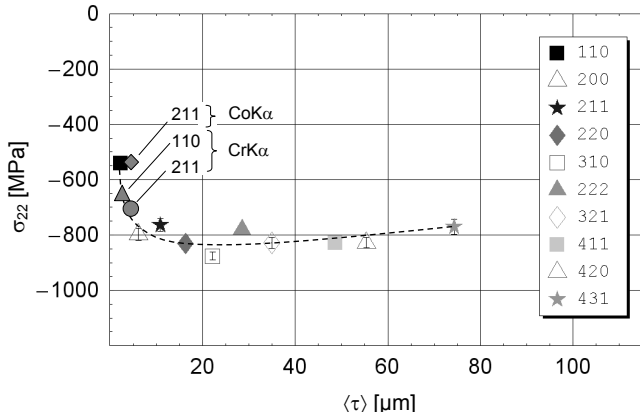
Bei der Mehrwellenlängenmethode (Abb. 5.4a) werden die d - $\sin^2\psi$ -Verläufe für jede Interferenz durch Geraden angepasst, aus deren Steigung sich σ_{22} bestimmen lässt. Durch den integralen Charakter des Verfahrens, bei dem jeder Interferenz eine mittlere Eindringtiefe $\langle\tau\rangle$ zugeordnet wird, gibt der Verlauf $\sigma(\langle\tau\rangle)$ eine „gedämpfte“ Form des Ortsraumverlaufs $\sigma(z)$ wieder. So lässt sich der steile Gradient an der Oberfläche recht gut abbilden, eine Aussage über Betrag und Tiefe des Druckmaximums (im Ortsraum) jedoch kann nicht getroffen werden.

Eine deutlich detailliertere Aussage gewinnt man bei Anwendung des Universalplotverfahrens. Dazu sind die Ergebnisse der winkel- und der ener-

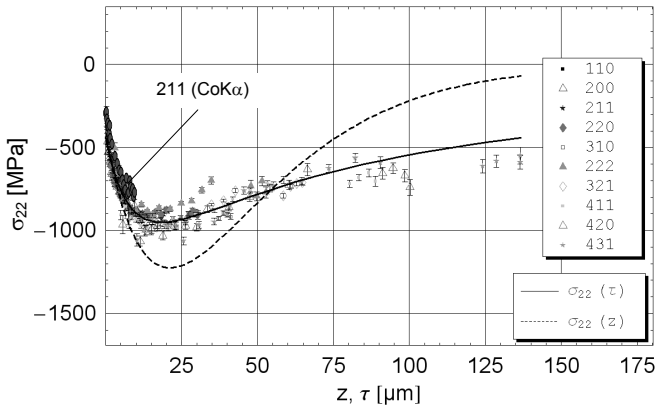
giedispersiven Messungen in Abb. 5.4b zusammengefasst. Der aus den experimentell bestimmten Datenpunkten $\sigma(\tau)$ durch inverse LAPLACE-Transformation berechnete Ortsraumverlauf $\sigma(z)$ wird durch ein exponentiell gedämpftes Polynom 2ten Grades (P_2) beschrieben (vgl. Tab. 2.2). Der Vergleich mit den Ergebnissen aus Abb. 5.3b zeigt eine Übereinstimmung mit dem berechneten Verlauf bezüglich des Gradienten an der Oberfläche und des Druckmaximums. Signifikante Abweichungen in $\sigma(z)$ treten erst mit zunehmender Tiefe auf. So erfolgt der Wechsel von Druck- in Zugeigenspannung in Abb. 5.3b bei ca. 90 μm , während der berechnete Verlauf in Abb. 5.4b innerhalb des betrachteten Tiefenbereichs bis 130 μm ausschließlich Druckeigenspannungen aufweist.

Die Berechnung der Ortsraumverläufe $\sigma(z)$ aus den experimentell bestimmten Verläufen $\sigma(\tau)$ ist aufgrund der Datenstreuung mit Unsicherheiten behaftet, die anhand von Abb. 5.5 näher betrachtet werden sollen. So kann $\sigma(\tau)$ mit der gewählten Funktion P_2 gut beschrieben werden, während Polynome höheren Grades (P_3 - P_7) nur noch für eine geringfügig bessere Approximation (Abb. 5.5a) sorgen. Die in den Ortsraum überführten Verläufe $\sigma(z)$ in Abb. 5.5b zeigen für P_1 bis P_4 einen ähnlichen Verlauf, ab P_5 kommt es zu „Überschwingungen“, die einen unrealistischen Eigenspannungsverlauf beschreiben, obwohl $\sigma(\tau)$ formal immer besser angepasst wird. Die Problematik bei der Berechnung von $\sigma(z)$ besteht also darin, ein Kriterium zu finden, anhand dessen die optimale Anpassungsfunktion gefunden werden kann. In Anlehnung an das in [51] vorgeschlagene Kriterium lässt sich die Anzahl der Parameter n so weit erhöhen, bis die Ortsraumverläufe anfangen „Überschwingungen“ aufzuweisen. Der Abschnitt $\sigma(z)$, in dem sich die Funktionen P_n gleichen, könnte dann als „sicher“ gelten. In dem gewählten Beispiel trifft das für die Funktionen P_1 - P_4 in dem Bereich von der unmittelbaren Oberfläche bis ca. 30 μm zu.

Eine Bewertung der Vorgehensweise lässt sich anhand der Ergebnisse des Stress-Scanning-Verfahrens und des Abtragverfahrens in Abb. 5.6 vornehmen. Dort zeigt sich, dass der experimentell bestimmte Verlauf $\sigma(z)$ durch die Funktionen ab P_2 bis 150 μm und ab P_5 bis 300 μm gut wiedergegeben werden kann, so dass die gewählten Funktionen prinzipiell als geeignet betrachtet werden können. Bei der Berechnung von $\sigma(\tau)$ ist entscheidend,



(a) Auswertung nach der Mehrwellenlängenmethode.



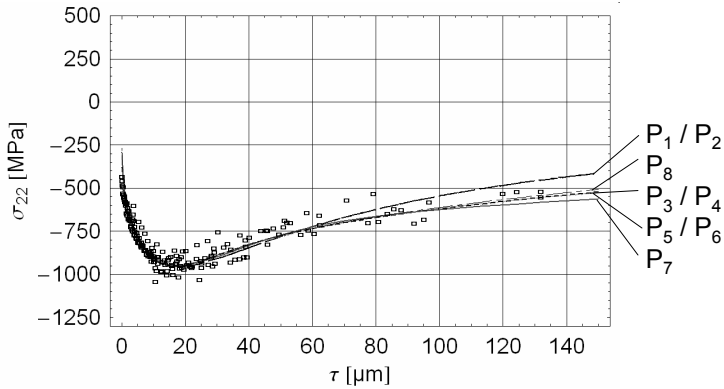
(b) Auswertung nach dem Universalplotverfahren. Die Datenpunkte nahe der Dehnungsfreien Richtung wurden aus Übersichtsgründen nicht mit angegeben.

Abbildung 5.4: Eigenspannungstiefenverteilung ermittelt nach den LAPLACE-Verfahren in energie- und winkeldispersiven Messungen an der kugelgestrahlten Probe 100Cr6.

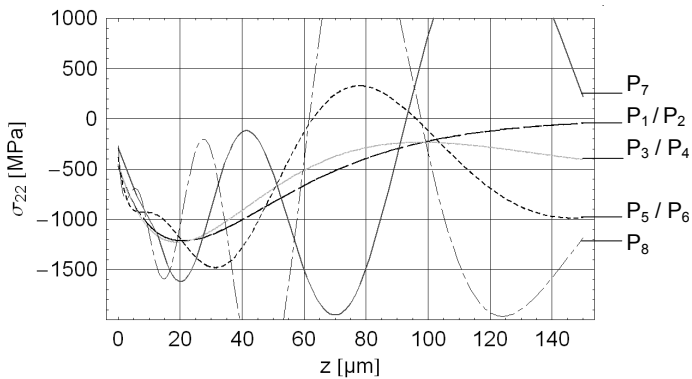
dass die gewählte Funktion die oberflächennächsten Punkte “richtig” bewertet (gemäß der Messung mit $\text{CoK}\alpha$ in Abb. 5.4b). Das heißt, dass diejenigen Funktionen, die sich einem Oberflächenwert von $< 500 \text{ MPa}$ annähern (P_1 und P_4), zu einem Verlauf $\sigma(\tau)$ führen, der dem gemessenen Verlauf in Abb. 5.5a entspricht. Geschieht das nicht, weist das berechnete $\sigma(\tau)$ größere Abweichungen auf.

Die Streuung der Datenpunkte $\sigma(\tau)$ könnte auf das unterschiedliche Verhalten der Gitterebenen hkl auf die vorangegangenen plastischen Verformung zurückzuführen sein. Stellt man die experimentell bestimmten Gitterabstände d und die Anpassungsfunktionen über $\sin^2\psi$ dar, lässt sich in Anlehnung an das Polynomverfahren (Kap. 2.2.4) eine Beurteilung der Anpassungsfunktion P_2 in Abb. 5.4b für die Datenpunkte jeder individuellen Interferenz hkl vornehmen. Am Beispiel der 211-Interferenz in Abb. 5.7a lässt sich erkennen, dass die Anpassung insbesondere bei geringen Kippungen ψ signifikante Abweichungen aufweist. Nimmt man eine Anpassung an dem allein aus der 211-Interferenz erhaltenen Verlauf $\sigma(\tau)$ vor, lässt sich, wie Abb. 5.7b zeigt, ein besseres Ergebnis erzielen. Bei individueller Anpassung aller Reflexe mit den Funktionen P_1 , P_2 und P_3 ergibt sich das in Abb. 5.8 dargestellte Bild, in dem jede Interferenz hkl zu einem individuellen Eigenspannungsverlauf führt. Hier zeigt sich, dass die Berechnung von $\sigma(z)$ aus den Datenpunkten $\sigma(\tau)$ aller Interferenzen zu einer „Mittelung“ $\sigma(z)$ führt. Der Vergleich mit dem experimentell bestimmten Verlauf $\sigma(z)$ weist allerdings eine über die Fehlergrenzen hinausgehende Abweichung auf (vgl. dazu Abb. 5.3b), die auf die Schwierigkeiten der inversen LAPLACE-Transformation bei streuenden Daten zurückzuführen ist.

Den Schwierigkeiten bei der Berechnung von $\sigma(z)$ steht die hohe Sensitivität des Universalplotverfahrens gegenüber des oberflächennächsten Eigenspannungszustandes entgegen. Das zeigt sich beispielsweise in der auf die Scherspannungskomponente σ_{23} zurückgehende, nur sehr gering ausgeprägte Aufspaltung der “ ψ -Äste”, die in Abb. 5.7 erkennbar ist. Eine Auswertung aller Interferenzen führt zu dem Verlauf in Abb. 5.9. Die Absolutwerte von σ_{23} sind so gering, dass sie bei dem Stress-Scanning-Verfahren nicht sichtbar werden.

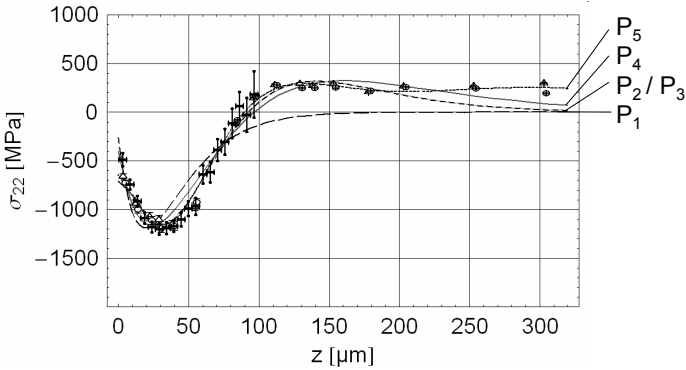


(a) Anpassung verschiedener Funktionen an die experimentellen Datenpunkte $\sigma(\tau)$

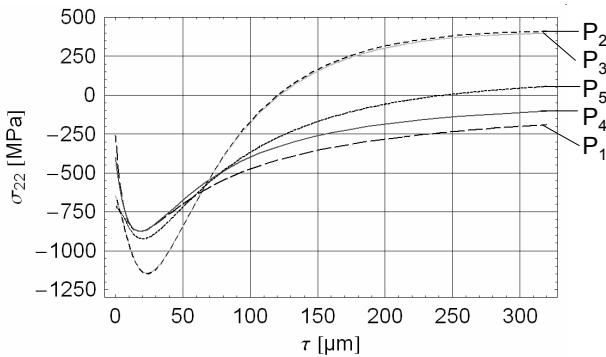


(b) Berechnung $\sigma(z)$ aus $\sigma(\tau)$

Abbildung 5.5: Übertragung der Ergebnisse aus dem Universalphtoverfahren von $\sigma(\tau)$ nach $\sigma(z)$.



(a) Anpassung verschiedener Funktionen an die mittels Stress-Scanning- und Abtragsverfahren [4] ermittelten experimentellen Datenpunkte $\sigma(z)$



(b) Berechnung von $\sigma(\tau)$ aus $\sigma(z)$

Abbildung 5.6: Übertragung der Ergebnisse des Abtragsverfahrens von $\sigma(z)$ nach $\sigma(\tau)$.

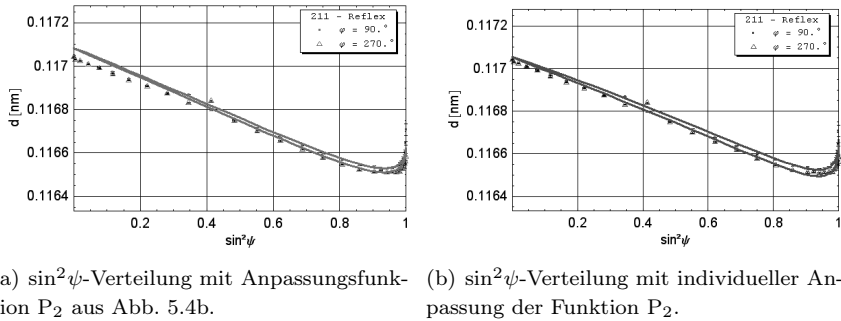
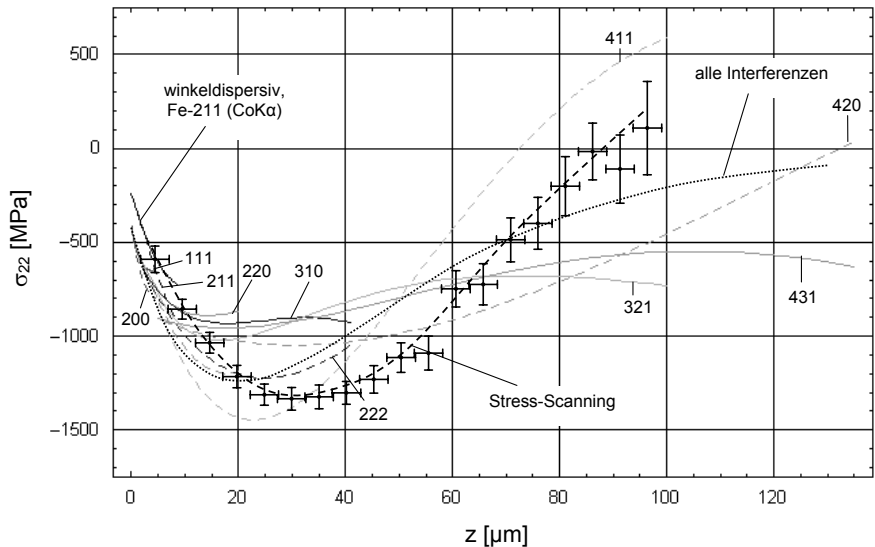


Abbildung 5.7: $\sin^2\psi$ -Verteilung der 211-Interferenz aus Abb. 5.4b einschließlich Anpassungsfunktionen.



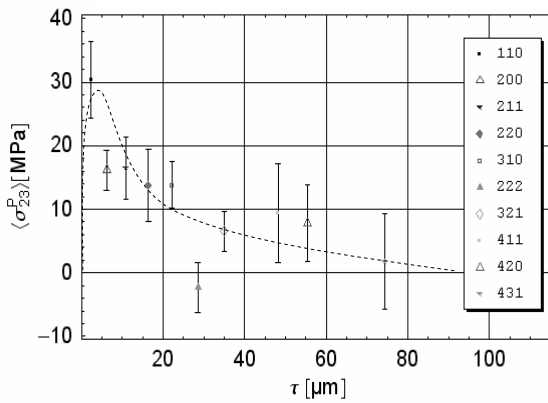


Abbildung 5.9: Verlauf der Scherspannungskomponente ermittelt aus dem Universalplotverfahren an der Stahlprobe 100Cr6.

5.3 Anwendung des Stress-Scanning-Verfahrens auf Multilagenschichtsysteme

5.3.1 Probenbeschreibung

Untersucht wurde eine ungestrahlte und eine gestrahlte Wendeschneidplatte aus Hartmetall, auf denen jeweils ein Multilagenschichtsystem aufgebracht wurde. Die Wendeschneidplatten haben auf der Oberseite eine quadratische Querschnittsfläche von $16 \times 16 \text{ mm}^2$, auf der Unterseite von $14 \times 14 \text{ mm}^2$. Die Höhe beträgt 5 mm.

Das Schichtpaket der Proben besteht aus einer Abfolge von Schichten wie sie in Abb. 5.10 und Tab. 5.7 wiedergegeben ist. Die Schichten wurden mittels chemischer Abscheidung aus der Gasphase (CVD) hergestellt. Dabei erfolgte die Abscheidung in einem Zyklus bei einer Temperaturführung zwischen 850°C und 1050°C bei unterschiedlichen Prozessgasen und Prozessgasdrücken. Die als MT bezeichneten Schichten bestehen aus einer Abfolge von mehreren Schichten mit unterschiedlicher Zusammensetzung $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$. Die Schichtdicken wurden mittels Kalottenschliffverfahren an einer Probe der Charge bestimmt.

Gegenstand der Untersuchungen sind die Al_2O_3 -Schichten, die im Weiteren von der Oberfläche ausgehend mit 1., 2. und 3. Schicht bezeichnet werden.

Die Schichtabfolge ist typisch für moderne Hochleistungsschneidplatten, die hoher mechanischer und thermischer Beanspruchung ausgesetzt sind. Die Abfolge der Einzelschichten mit ihren charakteristischen Eigenschaften wie thermische Ausdehnung und Leitfähigkeit, Oxidationsbeständigkeit, Diffusionsneigung, Haftung, Verschleißfestigkeit, Härte usw., hat zum Ziel, im Verbund ideale Eigenschaften in Hinblick auf die Standzeiten der Werkzeuge zu erreichen.

Neben der Schichtauswahl und -abfolge, sowie der Einstellung der Schichteigenschaften durch die Prozessparameter lassen sich die Eigenschaften des Schichtverbundes nach der Herstellung durch Oberflächenbearbeitung einstellen [127]. Mit dem Ziel, Druckeigenspannungen in die 1. Schicht einzubringen, wurde die untersuchte Probe mit dem Strahlmittel Edeldornd rosa 280-320 mesh bei einem Druck von 2 bar für 3 s senkrecht zur Oberfläche

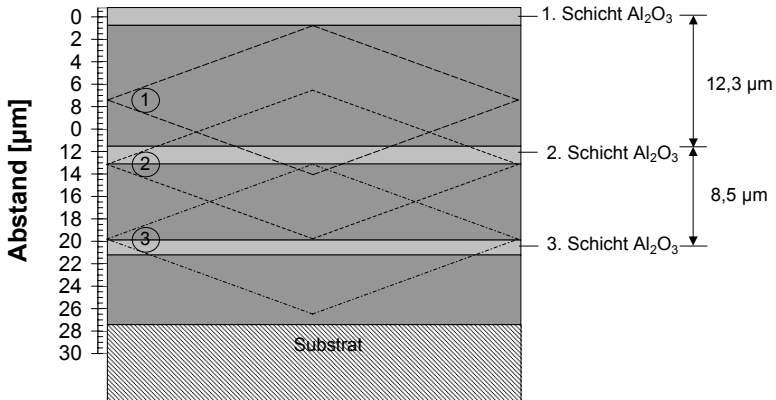


Abbildung 5.10: Multilagenschichtsystem mit eingeblendetem Volumenelement. Die Dimensionen in der Vertikalen sind maßstabsgetreu.

Tabelle 5.7: Schichtaufbau des Multilagenschichtsystems der ungestrahlten Oberfläche nach Angaben des Herstellers.

	Schicht	Dicke [µm]
1.Schicht	Al_2O_3	1,63
Zwischenschichten	MT1	10,65
2.Schicht	Al_2O_3	1,63
Zwischenschichten	MT2	6,98
3.Schicht	Al_2O_3	1,38
Zwischenschichten	MT3	6,11
Substrat	WC	∞

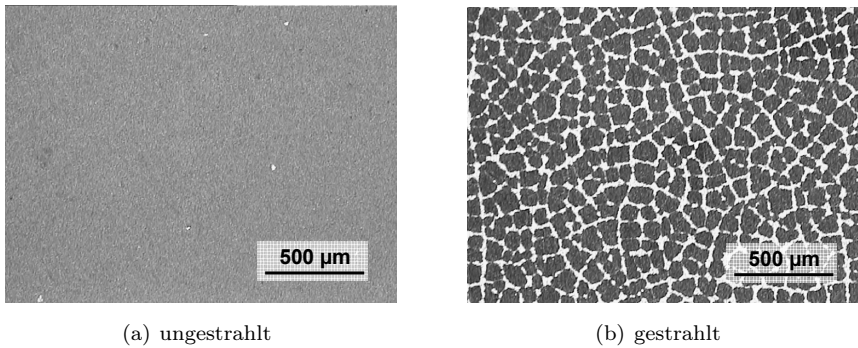


Abbildung 5.11: Lichtmikroskopische Aufnahme der Oberflächen des ungestrahlten Multilagenschichtsystems (a) und des für 3 s bei 2 bar gestrahlten Multilagenschichtsystems (b).

gestrahlt.

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen in Abb. 5.11 zeigen, dass sich durch den Strahlprozess in der anfänglich geschlossenen Oberflächenschicht eine Rissstruktur ausbildet (Abb. 5.11b). Da bei längeren Strahlzeiten ein vollständiger Abtrag der ersten Al_2O_3 -Schicht erfolgt, ist bei der vorliegenden Probe mit einem teilweisen Abtrag zu rechnen.

5.3.2 Ergebnisse und Diskussion

Abb. 5.12 und Abb. 5.13 zeigen die Energielagen und Integralintensitäten der 012- und 024- Al_2O_3 Interferenzlinien beim Translatieren des Volumenelements (VE) durch die Probe unter $\psi = 0^\circ$ und $\psi = 57^\circ$. Die exakten Energielagen wurden entsprechend der Simulationsergebnisse in Kap. 4.4.3 an den Orten der Intensitätsmaxima, die durch Pfeile gekennzeichnet sind, durch Anpassung einer Geraden bestimmt. Dabei sind nur die Bereiche berücksichtigt worden, in denen es nicht zu einer Überlagerung der Schichtinformationen kommt, was in den Abbildungen durch die Rechtecke angedeutet ist. Beispielfhaft ist dazu in Abb. 5.10 mit den Positionen 1 und 2 des VE der Bereich charakterisiert, in dem die Beugungsinformationen ausschließlich der Schicht 2 zuzuordnen sind. Die Position 3 markiert den Beginn der

überlagerungsfreien Schichtinformationen aus Schicht 3.

Nach Normierung der Beugungswinkel sind die Dehnungen aller Schichten nach Gl. 4.7 über $\sin^2\psi$ aufgetragen und aus den Steigungen die in Abb. 5.14 angegebenen Eigenspannungswerte bestimmt worden. Die Fehler ergeben sich aus der Summe der Einzelfehler der Energielagen in Gl. 4.5. Dabei wurde eine Maximalfehlerabschätzung vorgenommen, der je nach Datenqualität ein Fehler von 10 eV oder 20 eV bei der Bestimmung der Energielage zugrunde liegt.

Die Ergebnisse zeigen, dass die 1. und 3. Al_2O_3 -Schicht der ungestrahlten Probe geringe Zugeigenspannungen von wenigen hundert MPa aufweisen, während die mittlere Schicht leichte Druckeigenspannungen zeigt. Durch Strahlen der Oberfläche wird in die 1. Schicht eine Druckeigenspannung von ca. 4,7 GPa eingebracht. Die Eigenspannungen in der 2. Schicht wechseln das Vorzeichen und weisen geringe, kompensierende Zugeigenspannungen auf, die 3. Schicht bleibt innerhalb der Fehlergrenzen unbeeinflusst.

Die Methode erlaubt (unter der Voraussetzung, dass die Schichten eine geringe Dicke bzw. geringe Absorption aufweisen), die Schichtabstände anhand der Intensitätsmaxima abzuschätzen. Für die Schichten in Abb. 5.12 und Abb. 5.13 lassen sich so $12,0 \pm 0,5 \mu\text{m}$ und $8,5 \pm 0,5 \mu\text{m}$ als mittlere Schichtabstände bei der ungestrahlten Probe und $13,0 \pm 0,5 \mu\text{m}$ und $8,5 \pm 0,5 \mu\text{m}$ bei der gestrahlten Probe abschätzen. Der Vergleich der Intensitätsverläufe von gestrahlter und ungestrahlter Probe zeigt deutlich, dass der Schichtabstand von 1. zur 3. Schicht in der gestrahlten Probe ca. $1 \mu\text{m}$ größer ist, obwohl die geringeren Intensitätsverhältnisse der 1. Schicht der gestrahlten Probe den vermuteten Schichtabtrag bestätigen. Eine plausible Erklärung lässt sich in einem schuppenartigen „Aufbuckeln“ der Oberfläche (vgl. Abb. 5.11b) finden. Ein Unterschied in der Schichtdicke der Proben aufgrund der Herstellung ist bei dem angewendeten CVD-Verfahren unwahrscheinlich.

Der Vergleich mit den komplementären LAPLACE-Verfahren ist nur eingeschränkt möglich, da es bislang keinen Ansatz gibt, die LAPLACE-Verläufe unter Berücksichtigung der alternierenden Schichtung in den Ortsraum zu überführen. Laufende Forschungsarbeiten dazu [128] zeigen, dass der Möglichkeit einer Überführung erheblich von der genauen Kenntnis des Schicht-

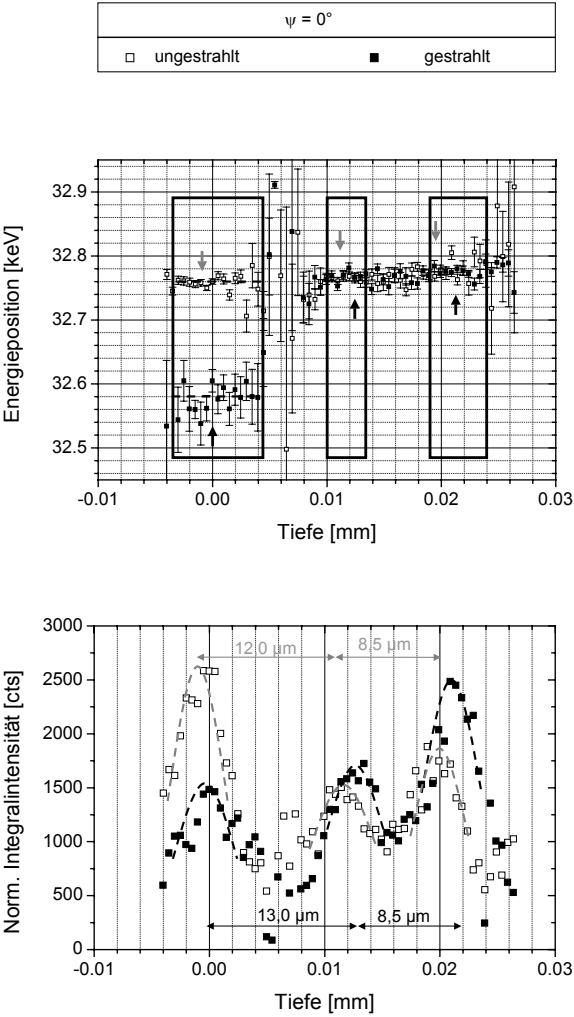


Abbildung 5.12: Energiepositionen und Integralintensitäten der Al_2O_3 -012 Interferenzen unter $\psi = 0^\circ$ der ungestrahlten und gestrahlten Probe.

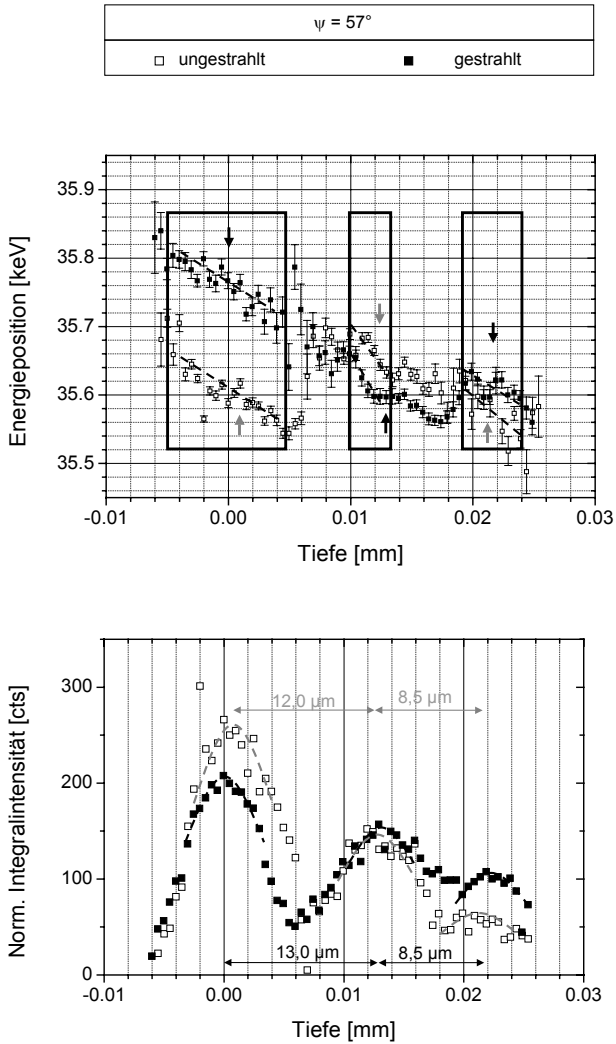


Abbildung 5.13: Energiepositionen und Integralintensitäten der Al_2O_3 -024 Interferenzen unter $\psi = 57^\circ$ der ungestrahlten und gestrahlten Probe.

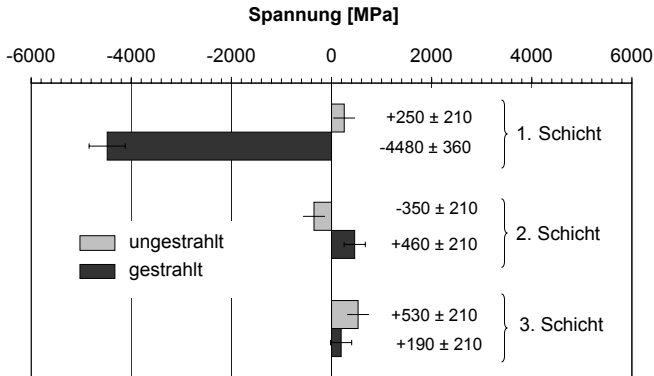


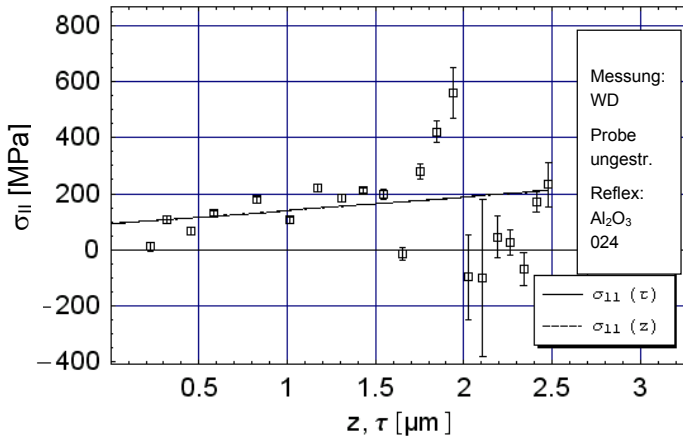
Abbildung 5.14: Mittlere oberflächenparallele Eigenspannungen σ_{II} in den Al_2O_3 -Schichten des ungestrahlten und gestrahlten Multilagenschichtsystems bestimmt nach dem Stress-Scanning-Verfahren.

aufbaus (Schichtdicken, Absorptionsbedingungen usw.) abhängt und selbst bei sehr hoher Datenqualität problematisch ist.

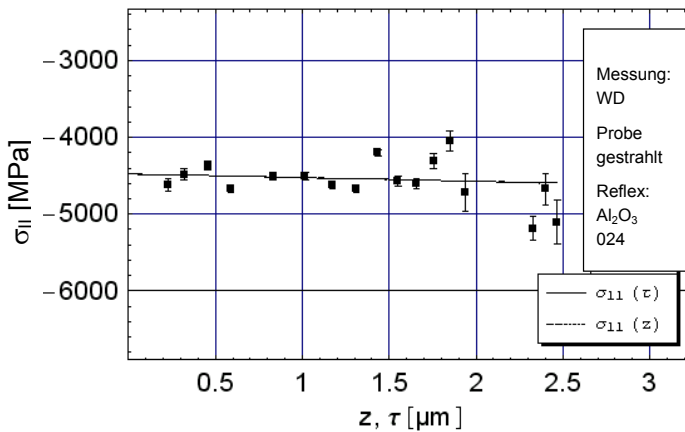
Abb. 5.15 zeigt das Ergebnis der Labormessung. Trägt man hier die Spannungswerte über τ gemäß dem Universalplotverfahren unter Nutzung des Absorptionskoeffizienten von TiCN und der Annahme einer unendlichen Schichtausdehnung auf, lässt sich erkennen, dass der Informationsgehalt auf die oberen $2,5 \mu\text{m}$ und damit ausschließlich auf die erste Schicht beschränkt ist. Damit ergibt sich für die erste Al_2O_3 -Schicht eine oberflächenparallele Eigenspannung von $150 - 200 \text{ MPa}$, nach dem Strahlprozess weist sie hingegen eine hohe Druckeigenspannung von ca. -4500 MPa auf. Der Vergleich mit den im Stress-Scanning-Verfahren in Abb. 5.14 bestimmten Werten zeigt innerhalb der Fehlergrenzen eine sehr gute Übereinstimmung.

Abb. 5.16 zeigt die Ergebnisse der energiedispersiven Messung in der Universalplotauftragung ebenfalls unter der Verwendung des Absorptionskoeffizienten von TiCN. Entsprechend der höheren Eindringtiefe des Verfahrens sind in den Verläufen Informationen von allen drei Schichten enthalten,

so dass sich qualitative Hinweise auf den Oberflächenwert (1. Schicht) und auf eine relative Tendenz in der Tiefe (2. und 3. Schicht) ergeben. Bei der ungestrahlten Probe beträgt der Oberflächenwert ca. 150 MPa und es sind keine wesentlichen Veränderungen des Eigenspannungswertes innerhalb der Eindringtiefe ersichtlich. Anders verhält es sich mit der gestrahlten Probe, bei der der Oberflächenwert etwa -4600 MPa beträgt und eine Tendenz zu geringeren Druckeigenspannungen in den tiefergelegenen Schichten deutlich wird.

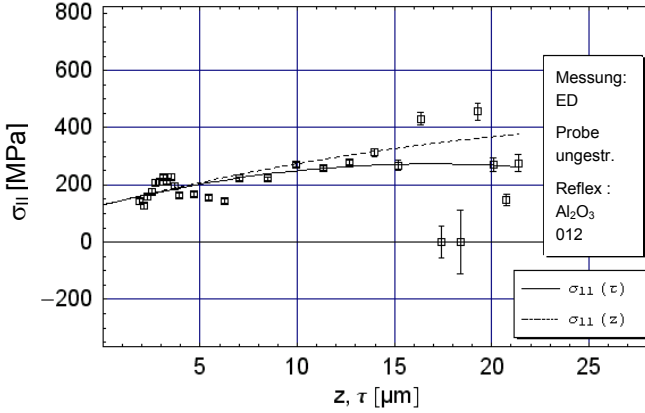


(a) Eigenspannungsverteilung in der ungestrahlten Probe

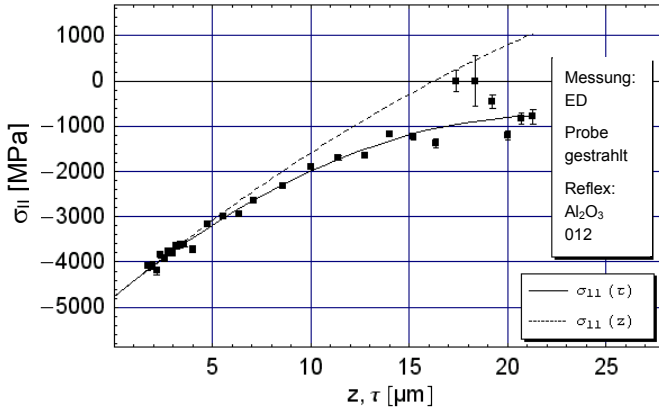


(b) Eigenspannungsverteilung in der gestrahlten Probe

Abbildung 5.15: Anwendung des Universalplotverfahrens auf die Ergebnisse der winkeldispersiven Messung unter Nutzung der Absorption von TiCN und Anpassung einer Geraden.



(a) Eigenspannungsverteilung in der ungestrahlten Probe



(b) Eigenspannungsverteilung in der gestrahlten Probe

Abbildung 5.16: Anwendung des Universalplotverfahren auf die Ergebnisse der energiedispersiven Messung unter Nutzung der Absorption von TiCN und Anpassung der Funktion P_2 in Tab 2.2 ($2\theta = 6^\circ$).

6 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden ein Messverfahren und eine Auswertestrategie zur Erfassung randschichtnaher Eigenspannungsverteilungen $\sigma(z)$ in polykristallinen Werkstoffen mittels energiedispersiver Diffraktion entwickelt. Das so genannte Stress-Scanning-Verfahren unterscheidet sich von den bekannten Strain-Scanning-Verfahren durch die hohe Ortsauflösung im Bereich einiger Mikrometer und insbesondere darin, dass keine einschränkenden Grundannahmen bezüglich d_0 und des vorliegenden Spannungszustandes $\sigma_{ij}(z)$ getroffen werden müssen. Im Gegensatz zu den üblicherweise zur Ermittlung oberflächennaher Spannungszustände eingesetzten LAPLACE-Verfahren wird der Ortsraumverlauf $\sigma(z)$ direkt bestimmt, und es entsteht somit bei der Überführung der Verläufe $\sigma(\tau)$ nicht die Problematik der inversen LAPLACE-Transformation (ILT). Anhand der Ergebnisse konnte gezeigt werden, dass bei Stahlproben innerhalb der Strahleindringtiefe von ca. 100 μm eine Messgenauigkeit erreicht werden kann, die der vom semizerstörenden Abtragsverfahren entspricht.

Bei der Entwicklung des Verfahrens wurde die spezifische Eigenschaft der energiedispersiven Beugung ausgenutzt, dass unter einem konstanten Beugungswinkel eine Vielzahl von Beugungslinien gleichzeitig zu erhalten sind. Vorausgehend verlangte die Methode der energiedispersiven Detektion grundlegende Untersuchungen, mit Hilfe derer erst die notwendige Genauigkeit bei der RSA ermöglicht wurde (Kap. 3). So konnte gezeigt werden, dass neben der energie- und zählratenabhängigen Auflösung des Detektorsystems eine Verschiebung des Beugungsspektrums als Funktion der Photonenrate auftritt, die bei üblichen Detektoreinstellungen bis zu 60 eV beträgt, und so erhebliche Scheinspannungen von bis zu einigen hundert MPa verursachen kann. Da eine Korrektur mithilfe einer vorhergehenden Kalibriermessung in vielen Fällen Unsicherheiten birgt, erfolgte die Einführung einer Korrekturfunktion, die prinzipiell für jedes individuelle Detektorsystem erneut ermittelt werden muss. Vergleichende winkeldispersive Untersuchungen an spannungsfreien und spannungsbehafteten Proben bestätigen durch eine hohe Übereinstimmung der erzielten Ergebnisse die gewählte Vorgehensweise bei der Untersuchung des Detektorsystems. Andere mögliche Einflussfak-

toren, wie beispielsweise Temperatur- und Energieratenschwankungen oder Änderungen in äußeren Wechselfelder, haben keinen nachweisbaren Effekt auf die hier ausgeführten Messungen ausgeübt. Allerdings verdienen sie in einer weiterführenden Arbeit nähere Betrachtung.

Die zur Umsetzung des Stress-Scanning-Verfahrens gewählte Strategie basiert auf der Idee einer unabhängig von der zu untersuchenden Probe justierbaren Blendeneinheit zur Erzeugung des Volumenelements. Die Haupteinheit des experimentellen Aufbaus besteht aus zwei Blendenpaaren, die den primären und den gebeugten Strahl auf eine Höhe von $13\text{ }\mu\text{m}$ parallel zur Probenoberfläche begrenzen (Kap. 4). Dabei wurden die Blendenpaare keilförmig jeweils so angekippt, dass es nicht zu störender Totalreflexion auf den Blendenoberflächen kommt. Durch Bestimmung der Probentemperatur in Abhängigkeit von Filterdicke und -material sowie der sorgfältigen Abschirmung des Detektors konnten weitere Verbesserungen hinsichtlich der Qualität der erzielten Ergebnisse bei der ED Beugung erzielt werden. Das Prinzip des Stress-Scanning-Verfahrens besteht darin, sekundärseitig unter verschiedenen Orientierungen ψ des Streuvektors relativ zum Probensystems Beugungsinformationen innerhalb des identischen, parallel zur Probenoberfläche ausgerichteten VE zu gewinnen und die Probe schrittweise durch das VE zu translatieren. Nach Bestimmung der exakten Beugungswinkel 2θ durch eine Kalibrierprobe lassen sich aus den Energielagen Dehnungen als Funktion von $\sin^2\psi$ angeben und mit den $\sin^2\psi$ -Verfahren auswerten.

Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Simulationsrechnungen haben dazu beigetragen, die gewählten experimentellen Bedingungen und Vorgehensweisen im Sinne von "Machbarkeitsstudien" festzulegen und die erzielten Ergebnisse hinsichtlich ihrer Zuverlässigkeit bewerten zu können.

Zunächst wurden homogene, oberflächenparallele Eigenspannungen innerhalb von dünnen Schichten betrachtet, deren Dicke deutlich geringer ist als die Ausdehnung des VE in der Tiefe. Es zeigte sich, dass die Schicht mindestens zur Hälfte durch das VE translatiert und die Lage und Integralintensität der Beugungslinie als Funktion der VE-Position bestimmt werden muss. Aus der Lage der Beugungslinie im Intensitätsmaximum lässt sich

dann zuverlässig ein Wert für die Dehnung innerhalb der Schicht angeben, aus der sich die Eigenspannung berechnen lässt. Die Simulation von Massivproben verdeutlichte, dass sich die Bedingung der ebenen und innerhalb des Untersuchungsbereichs homogen streuenden Probenbeschaffenheit ableiten lässt. Die Verkipfung ψ_{Δ} der ebenen Probenoberfläche bzw. Grenzfläche innerhalb der Probe relativ zum langgestreckten VE muss innerhalb eines definierten Bereichs liegen, der mittels der Intensitätsverläufe beim Eintauchen in das VE bestimmt werden kann.

Bei der Anwendung des Verfahrens auf ausgewählte Proben mit definierten Eigenspannungszuständen in Kap. 5 zeigen sich die Möglichkeiten des Verfahrens. So kann der Spannungstiefenverlauf der oberflächenparallelen Spannungskomponente einer kugelgestrahlten Probe 100Cr6 mit einer dem Abtragsverfahren vergleichbaren Genauigkeit innerhalb der ersten 100 μm wiedergegeben werden. Dabei ist der Zeitaufwand der Gesamtmessung mit etwa 24 Stunden vergleichsweise gering. Durch den zerstörungsfreien Charakter des Stress-Scanning-Verfahrens kann allerdings die identische Probe beliebig oft untersucht werden, was beispielsweise im Zusammenhang mit der Bestimmung von Materialermüdung von großer Bedeutung ist.

Die Ergebnisse erlaubten die Gegenüberstellung der experimentell bestimmten Spannungstiefenverläufe $\sigma(z)$ mit den durch die ILT berechneten Verläufen $\sigma(z)$, die aus den mittels LAPLACE-Verfahren bestimmten Verteilungen $\sigma(\tau)$ hervorgehen. Dabei zeigen sich die prinzipiellen Vor- und Nachteile der unterschiedlichen Verfahren: Aus dem Stress-Scanning-Verfahren wird der Ortsraumverlauf bestimmt, eine geringfügige oberflächennahe Scherspannung kann hingegen nicht wahrgenommen werden. Die LAPLACE-Verfahren liefern zwar die Scherspannungskomponenten, die zuverlässige Bestimmung der Eigenspannungen im Ortsraum ist allerdings nicht möglich. Daraus ergeben sich unterschiedliche Anwendungsgebiete. Während das Stress-Scanning-Verfahren immer dann von Interesse ist, wenn Ortsraumeigenschaften, wie beispielsweise Schichten, Grenzflächen und Risspitzen, von Bedeutung sind, bieten die LAPLACE-Verfahren eine höhere Sensitivität bei vergleichenden Untersuchungen komplexer Eigenspannungsverhältnisse "ähnlicher" Werkstoffzustände.

Das zweite Anwendungsbeispiel besteht aus einem Modellsystem für Lei-

stungsschichten von Schneidwerkzeugen, das drei identische Al_2O_3 -Schichten von ca. $1,5\text{ }\mu\text{m}$ Dicke in einem Abstand von $12,3\text{ }\mu\text{m}$ und $8,5\text{ }\mu\text{m}$ aufweist. Die Anwendung des Stress-Scanning-Verfahrens erlaubte die Bestimmung der Eigenspannungen innerhalb der Einzelschichten vor und nach einem Strahlprozess. Die Ergebnisse demonstrieren die Vorzüge des Verfahrens, da auf der einen Seite die Anwendung des Abtragverfahrens wegen der chemischen Beständigkeit der keramischen Schichten problematisch, auf der anderen Seite aber mittels der LAPLACE-Verfahren eine Trennung der Schichten aufgrund des integralen Charakters der Verfahren nicht möglich ist. So konnte mit den LAPLACE-Methoden lediglich der Eigenspannungszustand der obersten Schicht bestimmt werden, der eine sehr gute Übereinstimmung mit den mittels Stress-Scanning-Verfahren erzielten Ergebnis aufweist.

Ein weiteres interessantes Gebiet, das sich den Möglichkeiten der Strain-Scanning- und LAPLACE-Verfahren entzieht, stellt die Anwendung auf Proben mit Zusammensetzungstiefenverläufen dar, wie sie beispielsweise bei einsatzgehärteten [129] und nitrierten Stählen auftreten können. In diesen Fällen gestattet das Stress-Scanning-Verfahren unter gewissen Annahmen (Zweiachsigkeit des randschichtnahen Eigenspannungszustandes) eine Trennung von Spannungs- und Konzentrationsgradienten und erlaubt aufgrund der Zerstörungsfreiheit die weitere Untersuchung der identischen Proben beispielsweise nach anschließenden Wärmebehandlungszyklen.

Eine Erweiterung des Verfahrens könnte mit der gleichzeitigen Detektion der Beugungssignale in verschiedenen Orientierungen unter Hinzunahme weiterer Detektoren vorgenommen werden. So wäre neben der entsprechenden Verkürzung der Messdauer die in-situ-Beobachtung von Veränderungen im Eigenspannungszustand während eines Prozesses denkbar.

Eine weitere Zukunftsaussicht stellt die Bestimmung von Texturtiefenverläufen auf Basis des Verfahrens dar. Wegen der Vielzahl von Messpunkten, die bei der Bestimmung vollständiger Polfiguren notwendig werden, ist allerdings die Nutzung von höheren Photonenflüssen bei höherer Energien ratsam.

Verzeichnis der wichtigsten Symbole und Abkürzungen

σ	Spannung
$\sigma^I, \sigma^{II}, \sigma^{III}$	Eigenspannungen I., II. und III. Art
σ_{ij}	Komponenten des Spannungstensors
$\epsilon_{ij}(z)$	Komponenten des Dehnungstensors
$\langle \sigma \rangle^\alpha$	mittlere Phasenspannungen
$\sigma_{ij}(\tau)$	Tiefenprofil der Spannungskomponente σ_{ij} im LAPLACE-Raum, LAPLACE-Spannungen
$\sigma_{ij}(z)$	Tiefenprofil der Spannungskomponente σ_{ij} im Ortsraum
$d_{\phi\psi}(\tau, hkl)$	LAPLACE-Tiefenprofil des Netzebenenabstandes d der Gitterebenschar hkl
$d_0(hkl)$	spannungsfreier Netzebenenabstand der Gitterebenschar hkl
hkl	MILLERSche Indizes
$s_1(hkl), 1/2s_2(hkl)$	diffraktionselastische Konstanten (DEK)
$\{\mathbf{P}\}, \{\mathbf{L}\}, \{\mathbf{A}\}$	Proben-, Labor- und Kristallachsensystem
E, ν	Elastizitätsmodul, Querkontraktionszahl des quasi-isotropen Vielkristalls
φ, ψ	Azimet- und Neigungswinkel der Messrichtung bzgl. des Probensystems
η	Drehwinkel um den Streuvektor
\mathbf{N}	Normalenvektor der beugenden Netzebenen-schar hkl
τ	Eindringtiefe der Röntgenstrahlung
D	Schichtdicke

μ	linearer Massenschwächungskoeffizient
θ	BRAGG-Winkel
α, β	Winkel zwischen dem einfallenden bzw. gebeugten Strahl und der Probenoberfläche
λ	Wellenlänge
h	Planck'sches Wirkungsquantum, $h = 6,62607 \cdot 10^{-34} \text{ Js} = 4,13567 \cdot 10^{-15} \text{ eVs}$
c	Lichtgeschwindigkeit, $c = 2,99792 \cdot 10^8 \text{ m/s}$
$E_0(hkl)$	Energieposition der Interferenzenlinie hkl des spannungsfreien Zustands
$E_{\varphi\psi}(hkl)$	Energieposition der Interferenzenlinie hkl in Messrichtung
I_0, I	Intensität des einfallenden und gebeugten Strahls
t	Gesamtstrahlweg in der Probe
ψ^*	dehnungsfreie Richtung des zweiachsigen Spannungszustandes
δ	Strahldivergenz
DT	Totzeit des Detektorsystems
DSP	Digitaler Signalprozessor
HWB	Halbwertsbreite
LEGe-Detektor	„Low Energy Germanium“-Detektor
PS, SS	Primärstrahl, Sekundärstrahl
VE	Volumenelement
RSA	röntgenographische Spannungsanalyse (residual stress analysis)

DEK	diffraktionselastische Konstanten
I(N)LT	inverse (numerische) LAPLACE-Transformation
WD	winkeldispersiv
ED	energiedispersiv
EDDI	Weißstrahlbeamline für energiedispersive Beugung am BESSY
BESSY	Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung
ESRF	European Synchrotron Radiation Facility in Grenoble, Frankreich
HASYLAB	Hamburger Synchrotron Labor
MLS	Multilagenschichtsystem

Literatur

- [1] SCHOLTES, B.: *Eigenspannungen in mechanisch randschichtverformten Werkstoffen. Ursachen, Ermittlung und Bewertung*. Oberursel : DGM Informationsgesellschaft, 1991
- [2] HAUKE, V.: *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*. Amsterdam usw. : Elsevier, 1997
- [3] SPIESS, L. ; SCHWARZER, R. ; BEHNKEN, H. ; TEICHERT, G.: *Moderne Röntgenbeugung*. Wiesbaden : B. G. Teubner Verlag, 2005
- [4] *Die Untersuchungen wurden an der Universität Kassel am Lehrstuhl für Werkstofftechnik durchgeführt.*
- [5] MACHERAUCH, E. ; WOHLFAHRT, H. ; WOLFSTIEG, U.: Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen. In: *Härterei Tech. Mitt* 28 (1973), S. 203 – 211
- [6] TIETZ, H.-D.: Entstehung und Einteilung von Eigenspannungen in Werkstoffen. In: *Neue Hütte* 25 (1980), S. 371 – 377
- [7] HAUKE, V. ; NIKOLIN, H.-J.: The Evaluation of the Distribution of Residual Stress of the I. Kind (RS I) and of the II. Kind in Textured Materials. In: *Textures and Microstructure* 8 and 9 (1988), S. 693 – 716
- [8] NOYAN, I. C.: Equilibrium Conditions for the Average Stresses Measured by X-Rays. In: *Metallurg. Trans.* A14 (1983), S. 1907 – 1914
- [9] NOYAN, I. C. ; COHEN, J. B.: *Residual Stress. Measurement by Diffraction and Interpretation*. New York : Springer-Verlag, 1987
- [10] E. KRÖNER: *Kontinuumstheorie der Versetzungen und Eigenspannungen*. Berlin usw. : Springer-Verlag, 1958
- [11] RUPPERSBERG, H.: Stress fields in the surface region of pearlite. In: *Materials Science and Engineering A* 224 (1997), S. 61 – 68

- [12] HANABUSA, T. ; NISHIOKA, K. ; FUJIWARA, H.: Criterion for the Triaxial X-Ray Residual Stress Analysis. In: *Z. Metallkde* 74 (1983), Nr. 5, S. 307 – 313
- [13] MACHERAUCH, E. ; MÜLLER, P.: Ermittlung der röntgenographischen Werte der elastischen Konstanten von kalt gerecktem Armco-Eisen und Chrom-Molybdän-Stahl. In: *Arch. f. d. Eisenhüttenwesen* 29 (1958), S. 257 – 260
- [14] HAUKE, V.: *Röntgenographische Elastizitätskonstanten. In: Eigenspannungen und Lastspannungen.* München, Wien : Härtereitech. Mitt. Beiheft, Carl Hanser Verlag, 1982
- [15] VOIGT, W.: *Lehrbuch der Kristallphysik.* Bd. 1. Berlin / Leipzig : Teubner, 1928
- [16] REUSS, A.: Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingungen für Einkristalle. In: *Zeitschrift f. angew. Math. u. Mech.* 9 (1929), S. 49 – 58
- [17] ESHELBY, J.D.: The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion and Related Problems. In: *Proc. Roy. Soc. London A* 241 (1957), S. 376 – 396
- [18] KRÖNER, E.: Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls. In: *Zeitschrift f. Physik* 151 (1958), S. 504 – 518
- [19] MACHERAUCH, E. ; MÜLLER, P.: Das $\sin^2 \psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung. In: *Z. angew. Physik* 13 (1961), S. 305 – 312
- [20] DÖLLE, H. ; HAUKE, V.: Röntgenographische Spannungsermittlung für Eigenspannungssysteme allgemeiner Orientierung. In: *Härtereitech. Mitt.* 31 (1976), S. 165 – 168

- [21] GENZEL, C.: *Entwicklung eines Mess- und Auswerteverfahrens zur röntgenographischen Analyse des Eigenspannungszustandes im Oberflächenbereich vielkristalliner Werkstoffe*. Berlin : Habilitationsschrift Humboldt-Universität Berlin, 1999
- [22] HAUKE, V.: Stress Evaluation on Materials having Non-Linear Lattice Strain. In: *Adv. X-Ray Anal.* 27 (1984), S. 101 – 120
- [23] BEHNKEN, H. ; HAUKE, V.: Determination of steep stress gradients by X-ray diffraction - results of a joint investigation. In: *Materials Science and Engineering A* 300 (2000), S. 41 – 51
- [24] RUPPERSBERG, H. ; DETEMPLE, I. ; KRIER, J.: Evaluation of Strongly Non-Linear Surface-Stress Fields $\sigma_{xx}(z)$ and $\sigma_{yy}(z)$ from Diffraction Experiments. In: *phys. stat. sol. (a)* 116 (1989), S. 681 – 687
- [25] RUPPERSBERG, H. ; DETEMPLE, I.: Evaluation of the Complex Stress Field in a Ground Steel Plate from Energy Dispersive X-Ray Diffraction Experiments. In: *Mat. Sci. Eng. A* 161 (1993), S. 41 – 44
- [26] GENZEL, Ch. ; STOCK, C. ; REIMERS, W.: Application of energy-dispersive diffraction to the analysis of multiaxial residual stress fields in the intermediate zone between surface and volume. In: *Materials Science and Engineering A* 372 (2004), S. 28 – 43
- [27] GENZEL, C. ; DENKS, I.A. ; GIBMEIER, J. ; KLAUS, M. ; WAGENER, G.: The materials science synchrotron beamline EDDI for energy-dispersive diffraction analysis. In: *Nucl. Instr. and Meth. A* 578 (2007), S. 23 – 33
- [28] WITHERS, P. J. ; WEBSTER, P. J.: Neutron and Synchrotron X-ray Strain Scanning. In: *Strain* 37 (2001), Nr. 1, S. 19 – 33
- [29] WEBSTER, P. J. ; MILLS, G. ; WANG, X. D. ; KANG, W. P. ; HOLDEN, T. M.: Impediments to Efficient Through-Surface Strain Scanning. In: *J. Neutron Research* 3 (1996), S. 223 – 240

- [30] WITHERS, P. J. ; PREUSS, M. ; WEBSTER, P. J. ; HUGHES, D. J. ; KORSUNSKI, A. M.: Residual Strain Measurement by Synchrotron Diffraction. In: *Mat. Sci. Forum* 404 - 407 (2002), S. 1–12
- [31] FANINGER, G. ; HARTMANN, U.: Physikalische Grundlagen der quantitativen röntgenographischen Phasenanalyse (RPA). In: *Härtere Tech. Mitt.* 27 (1972), S. 233 – 244
- [32] DÖLLE, H. ; HAUKE, V.: Der theoretische Einfluss mehrachsiger tiefenabhängiger Eigenspannungszustände auf die röntgenographische Spannungsermittlung. In: *Härtere Tech. Mitt.* 34 (1979), S. 272 – 277
- [33] GENZEL, C. ; STOCK, C. ; WALLIS, B. ; REIMERS, W.: The application of white radiation to residual stress analysis in the intermediate zone between surface and volume. In: *Nucl. Instr. and Meth. A* 467 - 468 (2001), S. 1253 – 1256
- [34] GENZEL, Ch.: Formalism for the Evaluation of Strongly Non-Linear Surface Stress Fields by X-Ray Diffraction in the Scattering Vector Mode. In: *phys. stat. sol. (a)* 146 (1994), S. 629 – 637
- [35] EIGENMANN, B. ; SCHOLTES, B. ; MACHERAUCH, E.: Eine Mehrwellenlängenmethode zur röntgenographischen Analyse oberflächennaher Eigenspannungszustände in Keramiken. In: *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 21 (1990), S. 257 – 265
- [36] STOCK, C.: *Analyse mehrachsiger Eigenspannungsverteilungen im intermediären Werkstoffbereich zwischen Oberfläche und Volumen mittels energiedispersiver Röntgenbeugung*. Berlin : Dissertation an der TU-Berlin, 2003
- [37] GENZEL, C.: 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. In: *J. Appl. Cryst.* 32 (1999), S. 770 – 778

- [38] CRAIG, I.J.D. ; THOMPSON, A.M.: Why Laplace transforms are difficult to invert numerically. In: *Computers in Physics* 8 (1994), Nr. 6, S. 648 – 654
- [39] ZHU, X. ; PREDECKI, P.: Development of a numerical procedure for determining the depth profiles of X-ray diffraction data. In: *Adv. X-ray Anal.* 37 (1994), S. 197 – 203
- [40] ZHU, X. ; BALLARD, B. ; PREDECKI, P.: Determination of z-profiles of diffraction data from τ -profiles using a numerical linear inversion method. In: *Adv. X-ray Anal.* 38 (1995), S. 255 – 261
- [41] ZHU, X. ; PREDECKI, P. ; BALLARD, B.: Comparison of inverse Laplace and numerical inversion methods for obtaining z-depth profiles of diffraction data. In: *Adv. X-ray Anal.* 38 (1995), S. 263 – 268
- [42] ZHU, X. ; PREDECKI, P.: Residual Stress Depth Profiling on Ground and on Polished Surfaces of an $Al_2O_3/SiC(w)$ Composite. In: *Adv. X-ray Anal.* 39 (1997), S. 371 – 380
- [43] GENZEL, C.: 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. In: *phys. stat. sol. (a)* 156 (1996), S. 353–363
- [44] PAPOULIS, A.: A New Method of the Inversion of the Laplace-Transform. In: *Quart. appl. Math* 14 (1956/57), S. 405 – 414
- [45] SPINELLI, R.A.: Numerical Inversion of a Laplace Transform. In: *SIAM J. Numer. Anal.* 3 (1966), S. 636 – 649
- [46] MILLER, M.K. ; GUY, W.T.: Numerical Inversion of the Laplace Transform by Use of Jacobi Polynomials. In: *SIAM J. Numer. Anal.* 3 (1966), S. 624 – 635
- [47] RUPPERSBERG, H. ; DETEMPLE, I. ; KRIER, J.: $\sigma_{xx}(z)$ and $\sigma_{yy}(z)$ Stress Fields calculated from Diffraction Experiments Performed with Synchrotron Radiation in the Ω - and Ψ -Mode Techniques. In: *Z. Kristallographie* 195 (1991), S. 189 – 203

- [48] PREDECKI, P.: Determination of depth profiles from X-ray diffraction data. In: *Powder Diffraction* 8 (1993), S. 122 – 126
- [49] HAUKE, V. ; KRUG, W. K.: Röntgenographische Ermittlung tiefenabhängiger Eigenspannungszustände nach Schleifen. In: *Härtereitech. Mitt.* 43 (1988), Nr. 3, S. 164 – 170
- [50] *Arbeitsbericht zum DFG-Forschungsvorhaben: Entwicklung einer Mess- und Auswertestrategie zur Ermittlung der Ortsraumeigenspannungsverteilung $\sigma(z)$ in randzonenbearbeiteten Werkstoffen mit Beugungsverfahren.* Dezember 2006
- [51] EIGENMANN, B. ; SCHOLTES, B. ; MACHERAUCH, E.: An improved Technique for X-Ray Residual Stress Determinations on Ceramics with steep Subsurface Stress Gradients. In: FUJIWARA, H. (Hrsg.) ; ABE, T. (Hrsg.) ; TANAKA, K. (Hrsg.): *Residual Stresses-III, Science and Technology, ICRS 3* Bd. 1. London and New York : Elsevier Applied Science, 1992, S. 601 – 606
- [52] EIGENMANN, B.: *Röntgenographische Analyse inhomogener Spannungszustände in Keramiken, Keramik-Metall-Fügeverbindungen und dünnen Schichten*, Universität Karlsruhe, Diss., 1990
- [53] EIGENMANN, B. ; MACHERAUCH, E.: Determination of Grinding Residual Stress States in Surface Layers of Engineering Ceramics Using Synchrotron X-rays. In: *Z. Metallkd.* 86 (1995), Nr. 2, S. 84 – 90
- [54] HAUKE, V. ; MACHERAUCH, E.: A Useful Guide for X-ray Stress Evaluation (XSE). In: *Adv. X-ray Analysis* 27 (1984), S. 81 – 99
- [55] LEVERENZ, T. ; EIGENMANN, B. ; MACHERAUCH, E.: Das Abschnitt-Polynom-Verfahren zur zerstörungsfreien Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände in den Randschichten von bearbeiteten Keramiken. In: *Z. Metallkunde* 87 (1996), S. 616 – 625
- [56] KOCH, Ernst-Eckhard (Hrsg.): *Handbook of Synchrotron Radiation*. North-Holland Publishing Company, 1983

- [57] AUTHIER, André: *Dynamical Theory of X-Ray Diffraction*. Bd. 1. Oxford / New York : Oxford University Press, 2001
- [58] ELSNER, E. ; RIEKEL, C. ; ZACHMANN, G.: Synchrotron Radiation in Polymer Science. In: *Advances in Polymer Science* 67 (1985), S. 1 – 22
- [59] REIMERS, W. ; BRODA, M. ; DANTZ, G. ; LISS, K.-D. ; PYZALA, A. ; SCHMAKERS, T. ; TSCHENSCHER, T.: Evaluation of residual stresses in bulk materials by high energy synchrotron radiation. In: *Non. Dest. Eval.* 17 (1998), S. 129–140
- [60] OOSTERKAMP, L. D. ; WEBSTER, P. J. ; BROWNE, P. A. ; VAUGHAN, G. B. M. ; WITHERS, P. J.: Residual Stress Field in a Friction Stir Welded Aluminium Extrusion. In: *Mat. Sci. Forum* 347 - 349 (2000), S. 678–683
- [61] WEBSTER, P.J. ; KANG, W.P. ; HUGHES, D.J. ; WITHERS, P.J.: High resolution synchrotron area strain mapping of a double-V weld. In: *The Sixth International Conference on Residual Stresses ICRS-6*. Oxford - United Kingdom, 10. - 12. July 2000, S. 743 – 750
- [62] WEBSTER, P. J. ; MILLS, G. ; WANG, X. D. ; KANG, W. P.: Synchrotron Strain Scanning through a peened aluminium alloy plate. In: *5. International Conference on Residual Stresses ICRS-5 Linköping, Sweden* (1997), S. 551–556
- [63] SHOBU, T. ; MIZUKI, J. ; SUZUKI, K. ; AKINIWA, Y. ; TANAKA, K.: High Space-Resolutive Evaluation of Subsurface Stress Distribution by Strain Scanning Method with Analyzer Using High-Energy Synchrotron X-Rays. In: *JSME International Journal Series A* 49 (2006), Nr. 3, S. 376 – 381
- [64] WEBSTER, P. J. ; WANG, X. D. ; MILLS, G.: Through thickness strain scanning using synchrotron radiation. In: *Mat. Sci. Forum* 228 (1996), S. 227–232

- [65] SPOONER, S. ; WANG, X.-L.: Diffraction Peak displacement in Residual Stress Samples Due to Partial Burial of the Sampling Volume. In: *J. Appl. Cryst.* 30 (1997), S. 449 – 455
- [66] WANG, X.-L. ; SPOONER, S. ; HUBBARD, C. R.: Theory of the Peak Shift Anomaly due to Partial Burial of the Sampling Volume in Neutron Diffraction Residual Stress Measurements. In: *J. Appl. Cryst.* 30 (1998), S. 52 – 59
- [67] BORLADO, C. R. ; MOMPEAN, F. J. ; PENG, R. L.: Monte Carlo simulation of a reactor-based neutron strain scanning diffractometer. In: *J. Appl. Cryst.* 34 (2001), S. 613 – 624
- [68] WILSON, A. J. C.: *Röntgenstrahl-Pulverdiffraktometrie, mathematische Theorie*. Eindhoven, Niederlande : Philips Technische Bibliothek, 1965
- [69] WILSON, A. J. C.: Note on the Aberration of a Fixed-Angle Energy-Dispersive Powder Diffractometer. In: *J. Appl. Cryst.* 6 (1973), S. 230 – 237
- [70] ZAKHARCHENKO, I. ; GULAK, Y. ; ZHONG, Z. ; CROFT, M. ; TSAKALAKOS, T.: Methodology of synchrotron EDXRD strain profiling. In: *Adv. X-Ray Anal.* 46 (2003), S. 98 – 105
- [71] STEUWER, A. ; PEEL, M. ; BUSLAPS, T.: Aspects of Residual Stress Determination using Energy-Dispersive Synchrotron X-ray Diffraction. In: *Materials Science Forum* 524 - 525 (2006), S. 267 – 272
- [72] XIONG, Y.-S. ; WITHERS, P. J.: A deconvolution method for the reconstruction of underlying profiles measured using large sampling volumes. In: *J. Appl. Cryst.* 39 (2006), S. 410 – 424
- [73] WEBSTER, G. A.: Neutron diffraction measurements of residual stress in ring plug. In: *Versailles Project on Advanced Materials Structures TWA20, Technology Trend assessment Tech Report* 38 (2000). – ISSN 1016-2186

- [74] DAYMOND, M. R. ; WITHERS, P. J.: A synchrotron radiation study of transient internal strain changes during the early stages of thermal cycling in an *Al/SiC_W* MMC. In: *Scripta Materialia* 35 (1996), Nr. 10, S. 1229–1234
- [75] KORSUNSKY, A.M. ; WELLS, K.E. ; WITHERS, P.J.: Mapping two-dimensional state of strain using synchrotron X-ray diffraction. In: *Scripta Materialia* 39 (1998), S. 1705–1712
- [76] WANNER, A. ; DUNAND, D. C.: Synchrotron X-Ray Study of Bulk Lattice Strains in Externally Loaded Cu-Mo Composites. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 31A (2000), S. 2949 – 2962
- [77] KAMPMANN, R. ; LIPPMANN, T. ; BURMESTER, J. ; SANTOS, J. F. ; FRANZ, H. ; HAESE-SEILLER, M. ; MARMOTTI, M.: Upgrading of the PETRA-2 beamline at HASYLAB for materials science analysis. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 467 - 468 (2001), S. 1261 – 1264
- [78] BÖHM, J. ; WANNER, A. ; KAMPMANN, R. ; FRANZ, H. ; LISS, K.-D. ; SCHREYER, A. ; CLEMENS, H.: Internal stress measurements by high-energy synchrotron X-ray diffraction at increased specimen-detector distance. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 200 (2003), S. 315 – 322
- [79] LIENERT, U. ; GRIGULL, S. ; KVICK, Å. ; MARTINS, R. V. ; POULSEN, H. F.: Three dimensional strain measurements in bulk materials with high spatial resolution. In: *The Sixth International Conference on Residual Stresses ICRS-6* Bd. 2, IOM Communications, 10. - 12. July 2000, S. 1050 – 1057
- [80] MARTINS, R.V. ; HONKIMÄKI, V.: Depth Resolved Strain and Phase Mapping of Friction Stir Welds Using High Energy Synchrotron Radiation. In: *Texture Microstruct.* 35 (2003), S. 145 – 152
- [81] LIENERT, U. ; POULSEN, H. F. ; MARTINS, R. V. ; KVICK, Å.: A High Energy Microscope for Local Strain Measurements within Bulk Materials. In: *Materials Science Forum* 347 - 349 (2000), S. 95 – 100

- [82] LAINE, E. ; LÄHTEENMÄKI, I.: Bibliography - The energy dispersive X-ray diffraction method: annotated bibliography 1968-78. In: *Journal of Materials Science* 15 (1980), S. 269–278
- [83] BURAS, B. ; OLSEN, J. S. ; GERWARD, L. ; WILL, G. ; HINZE, E.: X-ray Energy-Dispersive Diffractometry Using Synchrotron Radiation. In: *J. Appl. Cryst.* 10 (1977), S. 431 – 438
- [84] BECHTOLDT, C. J. ; PLACIOUS, R. C. ; BOETTINGER, W. J. ; KURIYAMA, M.: X-ray residual stress mapping in industrial materials by energy dispersive diffractometry. In: *Adv. X-Ray Anal.* 25 (1982), S. 329 – 338
- [85] BLACK, D. R. ; BECHTOLDT, C. J. ; PLACIOUS, R. C. ; KURIYAMA, M.: Three Dimensional Strain Measurements with X-Ray Energy Dispersive Spectroscopy. In: *Journal of Nondestructive Evaluation* 5 (1985), Nr. 1, S. 21 – 25
- [86] PYZALLA, A.: Methods and Feasibility of Residual Stress Analysis by High-Energy Synchrotron Radiation in Transmission Geometry Using a white Beam. In: *Journal of Nondestructive Evaluation* 19 (2000), Nr. 1, S. 21–31
- [87] CROFT, M. ; ZAKHARCHENKO, I. ; ZHONG, Z. ; GURLAK, Y. ; HASTINGS, J. ; HU, J. ; HOLTZ, R. ; DASILVA, M. ; TSAKALAKOS, T.: Strain field and scattered intensity profiling with energy dispersive x-ray scattering. In: *J. Appl. Phys.* 92 (2002), Nr. 1, S. 578 – 586
- [88] JUPE, A. C. ; STOCK, S. R. ; LEE, P. L. ; NAIK, N. N. ; KURTIS, K. E. ; WILKINSON, A. P.: Phase composition depth profiles using spatially resolved energy dispersive X-ray diffraction. In: *J. Appl. Cryst.* 37 (2004), S. 967 – 976
- [89] ELLMER, K. ; MIENTUS, R. ; WEISS, V. ; ROSSNER, H.: In situ energy-dispersive x-ray diffraction system for time-resolved thin-film growth studies. In: *Meas. Sci. Technol.* 14 (2003), S. 336 – 345

- [90] STEUWER, A. ; SANTISTEBAN, J. R. ; TURSKI, M. ; WITHERS, P. J. ; BUSLAPS, T.: High-resolution strain mapping in bulk samples using full-profile analysis of energy-dispersive synchrotron X-ray diffraction data. In: *J. Appl. Cryst.* 37 (2004), S. 883 – 889
- [91] DENKS, I.A. ; GENZEL, Ch.: Enhancement of energy dispersive residual stress analysis by consideration of detector electronic effects. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 262 (2007), S. 87–94
- [92] DENKS, I.A. ; GENZEL, Ch.: Improvements in Energy Dispersive Diffraction in Respect of Residual Stress Analysis. In: *Materials Science Forum* (to be published in 2007/08)
- [93] KLEINKNECHT, K.: *Detektoren für Teilchenstrahlung*. B.G. Teubner - Stuttgart
- [94] ALLKOFER, O.C.: *Teilchendetektoren*. Verlag Karl Thieme KG - München, 1971
- [95] KNOLL, Glenn F.: *Radiation Detection and Measurement*. 2. John Wiley and Sons
- [96] RUSS, J.C.: *Fundamentals of Energy Dispersive X-ray Analysis*. 1. Butterworths Co Ltd.
- [97] BERTOLINI, G. ; A., Coche: *Semiconductor Detectors*. North-Holland Publishing Company - Amsterdam, 1968
- [98] SIEGBAHN, Kai: *$\alpha\beta\gamma$ Ray Spectroscopy*. Elsevier Science Ltd., 1965
- [99] KLEIN, O ; NISHINA, Y: Über die Streuung von Strahlung durch freie Elektronen nach der neuen relativistischen Quantendynamik von Dirac. In: *Z. Phys.* 52 (1929), S. 853–868
- [100] FANO, U.: Ionization Yield of Radiations. II. The Fluctuations of the Number of Ions. In: *Phys. Rev.* 72 (1947), S. 26–29

-
- [101] WARBURTON, W.K. ; GRUDBER, P.M.: Current trends in developing digital signal processing electronics for semiconductor detectors. In: *Nucl. Instr. Meth. A* 568 (2006), S. 350–358
- [102] JORCH, H.H. ; CAMPBELL, J.L.: On the analytic fitting of full energy peaks from Ge(Li) and Si(Li) photon detectors. In: *Nuclear Instruments and Methods* 143 (1976), S. 551–559
- [103] CAMPBELL, J.L. ; JORCH, H.H.: On the analytic fitting of full energy peaks from Ge(Li) and Si(Li) photon detectors. II. In: *Nuclear Instruments and Methods* 159 (1979), S. 163–170
- [104] JACKMAN, J.A. ; MACKENZIE, I.K. ; CAMPBELL, J.L. ; JORCH, H.H.: Analytical fitting of full-energy peaks in Ge(Li) spectra at high count rates. In: *Nuclear Instruments and Methods* 172 (1980), S. 583–586
- [105] LONGORIA, L.C. ; NABOULSI, A.H. ; GRAY, P.W. ; MACMAHON, T.D.: Analytical peak fitting for gamma-ray spectrum analysis wit Ge detectors. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 299 (1990), S. 308–312
- [106] BRITTON, C.L. ; BECKER, T.H. ; PAULUS, T.J. ; TRAMMEL, R.C.: Characteristics of High-Rate Energy Spectroscopy Systems Using HP-Ge Coaxial Detectors and Time-Variant Filters. In: *IEEE Trans. Nucl. Sci.* NS-29 (1981), Nr. 1, S. 598–602
- [107] TWOMEY, T. ; KEYSER, R.M. ; SIMPSON, M.L. ; WAGNER, S.E.: High-Count-Rate Spectroscopy with Ge Detectors: Quantitative Evaluation of the Performance of High-Rate Systems. In: *Radioact. Radiochem.* 2 (1991), Nr. 3
- [108] SCATES, D.M. ; J.K., Hartwell: A Comparison of the High Count Rate Performance of Several Commercially Available Digital Signal Processors. In: *2005 IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record* 1 (2005), S. 555–559

- [109] PAPP, T. ; MAXWELL, J.A. ; PAPP, A. ; NEJEDLY, Z. ; CAMPBELL, J.L.: On the role of the signal processing electronics in X-ray analytical measurements. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 219–220 (2004), S. 503–507
- [110] VO, Duc. T.: *Los Alamos National Laboratory Report LA-13671-MS*. 1999
- [111] SZENTMIKLÓSI, L. ; BELGYA, T. ; RÉVAY, Zs. ; MOLNÁR, G.L.: Digital signal processing in prompt-gamma activation analysis. In: *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 264 (2005), Nr. 1, S. 229–234
- [112] FUKAMACHI, T. ; TOGAWA, S. ; HOSOYA, S.: Escape peaks caused by a Ge(Li) detector in an energy-dispersive diffractometer. In: *Journal of Applied Crystallography* 6 (1973), Nr. 4, S. 297–298
- [113] HURTADO, S. ; GARCÍA-LEÓN, M. ; GARCÍA-TENORIO, R.: A revision of energy and resolution calibration method of Ge detectors. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 564 (2006), S. 295–299
- [114] DONG, Y.-H. ; LIU, J. ; LI, Y.-C. ; LI, X.-D.: A full-pattern fitting algorithm for energy-dispersive X-ray diffraction. In: *Journal of Applied Crystallography* 36 (2003), S. 1123–1127
- [115] WALKER, D. ; CLARK, S.M. ; JONES, R.L. ; CRANSWICK, L.M.D.: Rapid methods for the calibration of solid-state detectors. In: *J. Synchrotron Rad.* 7 (2000), S. 18–21
- [116] BEARDEN, J.A.: X-Ray Wavelengths. In: *Reviews of Modern Physics* 39 (1967), Nr. 1, S. 78–124
- [117] HELMER, R.G. ; LEUN, C. van d.: Recommended standards for γ -ray energy calibration (1999). In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 450 (2000), S. 35–70
- [118] KRAUSE, Oliver J. M.O.: Natural Widths of Atomic K and L Levels, $K\alpha$ X-ray Lines and Several KLL Auger Lines. In: *J. Phys. Chem. Ref. Data* 8 (1979), Nr. 2, S. 329–338

- [119] BURAS, B.: Optimum Resolution in X-ray Energy-Dispersive Diffractometry. In: *J. Appl. Cryst.* 11 (1978), S. 137–140
- [120] DENKS, I.A. ; KLAUS, M. ; GENZEL, Ch.: Determination of real space residual stress distributions $\sigma_{ij}(z)$ of surface treated materials with diffraction methods. In: *Materials Science Forum* 524–525 (2006), S. 37–42
- [121] DENKS, I. A. ; GENZEL, C. ; DUDZIK, E. ; FEYERHERM, R. ; KLAUS, M. ; WAGENER, G.: New HMI hard X-ray Diffraction Beamlines at BESSY. In: CHOI, J.-Y. (Hrsg.) ; RAH, S. (Hrsg.): *Synchrotron Radiation Instrumentation* Bd. 879, 2007 (American Institute of Physics Conference Series), S. 1763–1766
- [122] BERGER, D. ; WEIHRETER, E. ; MEZENTSEV, N. ; SHKARUBA, V.: A Superconducting 7T Multipole Wiggler for BESSY II : Main Challenges and First Field Measurements. In: *Eighth European Particle Accelerator Conference (EPAC 2002)* (2002), S. 2595–2597
- [123] THOMPSON, A.C. (Hrsg.) ; VAUGHAN, D. (Hrsg.): *X-ray data booklet*. Lawrence Berkeley National Laboratory, University of California, January 2001
- [124] GENZEL, Ch. ; DENKS, I.A. ; KLAUS, M.: The Materials Science Beamline EDDI for Energy-Dispersive Analysis of Subsurface Residual Stress Gradients. In: *Materials Science Forum* 524–525 (2006), S. 193–198
- [125] SWISLOW, G.: *Spec. Certified Scientific Software*. USA, Cambridge, Diplomarbeit, 1996
- [126] MOORE, M.G. ; EVANS, W.P.: Mathematical correction for stress in removed layers in X-ray diffraction residual stress analysis. In: *Trans. SAE* 66 (1958)
- [127] GMBH, WIDIA ; WESTPHAL, H. ; SOTTKE, V.: *Verfahren zur Erhöhung der Druckspannung oder zur Erniedrigung Zugeigenspan-*

nung einer Schicht. 2002. – European Patent Office, Publication Number: WO/2002/077312, International Application No.: PCT/DE2001/004952, Publication Date: 03.10.2002

- [128] KLAUS, M. ; GENZEL, Ch.: X-Ray Residual Stress Analysis in CVD Multilayer Systems: Influence of Steep Gradients on the Line Profile Shape and -Symmetry. In: *Zeitschrift für Kristallographie* (submitted)
- [129] GEGNER, J. ; NIERLICH, W. ; WILBRANDT, P.-J. ; KIRCHHEIM, R. ; ÖCHSNER, A.: Charakterisierung von Randentkohlungs Vorgängen bei der Austenitisierung des Wälzlagerstahls 100Cr6 - Teil 1: Korrelation zwischen Randschichteigenschaften und Kohlenstofftiefenverlauf. In: *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 34 (2003)