

DIN EN 15305



ICS 19.100

**Zerstörungsfreie Prüfung –
Röntgendiffraktometrisches Prüfverfahren zur Ermittlung der
Eigenspannungen;
Deutsche Fassung EN 15305:2008**

Non-destructive testing –
Test method for residual stress analysis by X-ray diffraction;
German version EN 15305:2008

Essais non-destructifs –
Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X;
Version allemande EN 15305:2008

Gesamtumfang 88 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15305:2008) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 138 „Zerstörungsfreie Prüfung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird. Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-22 AA „Durchstrahlungsprüfung und Strahlenschutz“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Meßverfahrens*

Deutsche Fassung

**Zerstörungsfreie Prüfung —
Röntgendiffraktometrisches Prüfverfahren zur Ermittlung der
Eigenspannungen**

Non-destructive Testing —
Test Method for Residual Stress analysis by X-ray
Diffraction

Essais non-destructifs —
Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles
par diffraction des rayons X

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 4. Juli 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	5
Einleitung.....	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen.....	7
3 Begriffe, Definitionen und Symbole.....	8
3.1 Begriffe und Definitionen	8
3.2 Symbole und Abkürzungen	8
4 Grundlagen.....	10
4.1 Allgemeine Messgrundlagen	10
4.2 Biaxiale Spannungsanalyse	12
4.3 Triaxiale Spannungsanalyse	14
5 Proben.....	15
5.1 Materialkenngrößen.....	15
5.1.1 Allgemeines	15
5.1.2 Form, Maße und Masse	15
5.1.3 Zusammensetzung/Homogenität der Probe	15
5.1.4 Korngröße und beugende Domänen	16
5.1.5 Transparenz der Probe für Röntgenstrahlung.....	16
5.1.6 Beschichtungen und dünne Schichten	16
5.2 Vorbereitung der Proben	16
5.2.1 Vorbereitung der Oberfläche	16
5.2.2 Erfassung des Tiefenprofils der Spannung	17
5.2.3 Große oder kompliziert gestaltete Proben	17
6 Prüfeinrichtung	17
6.1 Allgemeines	17
6.2 Auswahl der Prüfeinrichtung.....	18
6.2.1 Allgemeines.....	18
6.2.2 Das ω -Verfahren.....	19
6.2.3 Das χ -Verfahren	21
6.2.4 Das modifizierte χ -Verfahren	21
6.2.5 Sonstige Geometrien.....	22
6.3 Auswahl der Strahlung.....	22
6.4 Auswahl des Detektors	24
6.5 Leistung der Prüfeinrichtung	24
6.5.1 Justage	24
6.5.2 Leistung des Goniometers	25
6.6 Qualifizierung (Prüfung der Eignung) und Verifizierung der Prüfeinrichtung	25
6.6.1 Allgemeines.....	25
6.6.2 Qualifizierung.....	25
6.6.3 Verifizierung der Leistung der qualifizierten Prüfeinrichtung	27
7 Experimentelles Verfahren	28
7.1 Allgemeines	28
7.2 Positionierung der Probe	28
7.3 Beugungsbedingungen.....	28
7.4 Datenerfassung.....	29
8 Datenverarbeitung	31
8.1 Allgemeines.....	31
8.2 Verarbeitung der Beugungsdaten.....	31
8.2.1 Allgemeines.....	31
8.2.2 Korrekturen der Intensitäten	31

8.2.3	Bestimmung der Beugungslinienposition	31
8.2.4	Korrektur der Beugungslinienposition	32
8.3	Spannungsberechnung	32
8.3.1	Berechnung von Dehnungen und Spannungen	32
8.3.2	Fehler und Unsicherheiten [16], [17]	33
8.4	Kritische Bewertung der Ergebnisse	34
8.4.1	Allgemeines	34
8.4.2	Visuelle Prüfung	34
8.4.3	Quantitative Prüfung	35
9	Prüfbericht	36
10	Experimentelle Bestimmung der XECs	37
10.1	Einleitung	37
10.2	Belastungseinrichtung	37
10.3	Probe	38
10.4	Kalibrierung der Belastungseinrichtung und der Aufnahme für die Probe	38
10.5	Diffraktometermessungen	39
10.6	Berechnung der XECs	39
11	Referenzproben	40
11.1	Einleitung	40
11.2	Spannungsfreie Referenzprobe	40
11.2.1	Allgemeines	40
11.2.2	Vorbereitung der spannungsfreien Probe	40
11.2.3	Messverfahren	41
11.3	Spannungsbeaufschlagte Referenzprobe	41
11.3.1	Spannungsbeaufschlagte, durch ein Laboratorium qualifizierte (LQ)-Referenzprobe	41
11.3.2	Spannungsbehaftete, durch mehrere Laboratorien qualifizierte (ILQ)-Referenzprobe	42
12	Grenzfälle	42
12.1	Einleitung	42
12.2	Vorhandensein eines Spannungsgradienten unterhalb der Oberfläche	43
12.3	Spannungsgradient in der Oberfläche	43
12.4	Oberflächenrauheit	43
12.5	Nicht ebene Oberflächen	43
12.6	Einflüsse der Mikrostruktur der Probe	44
12.6.1	Texturierte Materialien	44
12.6.2	Mehrphasige Materialien	44
12.7	Breite Beugungslinien	45
Anhang A (informativ) Schematische Darstellung des Europäischen XRPD-Normungsprojektes		47
Anhang B (informativ) Ursachen für Eigenspannungen		48
B.1	Allgemeines	48
B.2	Mechanische Prozesse	48
B.3	Thermische Prozesse	48
B.4	Chemische Prozesse	48
Anhang C (normativ) Bestimmung des Spannungszustands — Allgemeines Verfahren		49
C.1	Allgemeines	49
C.2	Anwendung der exakten Verformungsdefinition	50
C.2.1	Allgemeines	50
C.2.2	Bestimmung der Komponenten des Spannungstensors	50
C.2.3	Bestimmung von θ und d_0	51
C.3	Anwendung einer Näherung für die Verformungsdefinition	51
C.3.1	Allgemeines	51
C.3.2	Bestimmung der Komponenten des Spannungstensors	52
C.3.3	Bestimmung von θ_0 und von d_0	52

Anhang D (informativ) Neueste Entwicklungen	53
D.1 Spannungsmessung unter Anwendung zweidimensionaler Beugungsdaten	53
D.2 Bewertung der Eigenspannung im Oberflächenbereich mit Tiefenauflösung — Das Vektor-Streuverfahren	56
D.3 Genauigkeitsverbesserung durch Anwendung von Gleichgewichtsbedingungen zur Bestimmung des Spannungsprofils	56
Anhang E (informativ) Einzelheiten zur Behandlung der Messdaten	57
E.1 Korrektur der gemessenen Intensität	57
E.1.1 Allgemeines	57
E.1.2 Divergenzblenden-Konversion	57
E.1.3 Absorptionskorrektur	58
E.1.4 Untergrundkorrektur	59
E.1.5 Lorentz-Polarisationskorrektur	59
E.1.6 $K_{\alpha 2}$ -Abzug	60
E.2 Bestimmung der Beugungslinienposition	61
E.2.1 Schwerpunkt-Verfahren	61
E.2.2 Anpassung der Parabelfunktion	62
E.2.3 Anpassung der Profelfunktion	62
E.2.4 Verfahren unter Anwendung der mittleren Breite in einer Höhe von x %	62
E.2.5 Kreuzkorrelationsverfahren	62
E.3 Korrektur für die Beugungslinienposition	63
E.3.1 Allgemeines	63
E.3.2 Verbleibende Dejustagen	63
E.3.3 Transparenz-Korrektur	64
Anhang F (informativ) Allgemeine Beschreibung der Messverfahren	66
F.1 Einleitung	66
F.2 Festlegungen	66
F.3 Beschreibung der verschiedenen Messverfahren	69
F.3.1 Allgemeines Verfahren	69
F.3.2 Omega (ω)-Verfahren	70
F.3.3 Chi (χ)-Verfahren	71
F.3.4 Verfahren mit kombinierter Kippung (auch als Streuvektor-Verfahren bezeichnet)	73
F.3.5 Modifiziertes Chi-Verfahren	74
F.3.6 Verfahren mit kleinem Einstrahlwinkel	77
F.3.7 Modifiziertes Omega-Verfahren	79
F.3.8 Anwendung eines 2D-Detektors (Flächendetektors)	79
F.4 Auswahl der Winkel Φ und Ψ	80
F.5 Stereographische Projektion	81
Anhang G (informativ) „Normales Spannungsmessverfahren“ und „dediziertes Spannungsmessverfahren“	83
G.1 Einleitung	83
G.2 Allgemeines	83
G.2.1 Einleitung	83
G.2.2 Normales Verfahren zur Messung der Spannung für eine einzelne Probe	83
G.2.3 Dediziertes Spannungsmessverfahren für einander sehr ähnliche Proben	83
Literaturhinweise	85

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15305:2008) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 138 „Zerstörungsfreie Prüfung“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2009 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Diese Europäische Norm *Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie an polykristallinen und amorphen Materialien* basiert auf:

- EN 13925-1: *Allgemeine Grundlagen*;
- EN 13925-2: *Verfahrensabläufe*;
- EN 13925-3: *Geräte*;
- EN 1330-11, *Zerstörungsfreie Prüfung — Terminologie — Teil 11: Begriffe der Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien*.

Um die Beziehungen der Inhalte der einzelnen Normen untereinander zu erläutern, werden in Anhang A in einem Diagramm die typischen Arbeitsgänge in Bezug auf die XRPD dargestellt.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Dehnungen innerhalb kristalliner Materialien können mittels Röntgendiffraktometrie bestimmt werden. Die zugehörigen Eigenspannungen werden unter der Voraussetzung errechnet, dass lineare elastische Verformungen vorliegen.

In diesem Dokument werden die Grundlagen für die Mess- und Auswerteverfahren beschrieben.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt ein zerstörungsfreies Verfahren, bei dem die Beugung von Röntgenstrahlen (Röntgendiffraktometrie) zur Bestimmung der makroskopischen Eigenspannungen oder der aufgetragten Spannungen im Oberflächenbereich vielkristalliner Präparate oder Bauteile angewendet wird.

Alle Materialien, die einen ausreichenden Grad an Kristallinität haben, können analysiert werden, wobei es jedoch Einschränkungen geben kann (einige Hinweise dazu siehe Abschnitt 12), wenn folgende Merkmale für das Material zutreffen:

- Spannungsgradienten;
- Gradient eines Gitterparameters;
- Oberflächenrauheit;
- nicht ebene Oberflächen (siehe 5.1.2);
- stark texturierte Materialien;
- grobkörniges Material (siehe 5.1.4);
- Materialien, die aus mehreren Phasen bestehen;
- Überlappung von Beugungslinien;
- breite Beugungslinien.

Die für die Bestimmung der Eigenspannungen in den oben aufgeführten Fällen entwickelten spezifischen Verfahren werden in diesem Dokument nicht erfasst.

Das beschriebene Verfahren basiert auf der winkeldispersiven Röntgenbeugung unter Anwendung der Reflexionsgeometrie nach der Definition in EN 13925-1.

Die Empfehlungen in diesem Dokument gelten für Spannungsanalysen, bei denen lediglich die Verschiebung der Beugungslinien bestimmt wird.

Diese Europäische Norm erfasst keine Verfahren zur Analyse der Eigenspannungen, die auf Synchrotronstrahlung basieren; es wird auch keine eingehende Darstellung für alle potentiellen Anwendungsbereiche des Verfahrens gegeben.

Strahlenschutz: Das Aussetzen eines jeglichen Teils des menschlichen Körpers durch Röntgenstrahlen kann gesundheitsschädigend sein. Es ist daher wichtig, immer dann wenn Geräte mit Röntgenstrahlung verwendet werden, entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zum Schutz des Bedieners und jeder anderen Person in der Umgebung zu schützen. Die empfohlenen Strahlenschutzmaßnahmen ebenso wie die einzuhaltenden Grenzwerte für die Strahlenbelastung sind die per Gesetz in jedem Land vorgegebenen. Wenn es in einem Land keine offiziellen Regelungen oder Empfehlungen gibt, sollten die neuesten Empfehlungen der Internationalen Kommission für Strahlenschutz angewendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 13925-1:2003, *Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 1: Allgemeine Grundlagen*

EN 13925-2:2003, *Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 2: Verfahrensabläufe*

EN 13925-3:2005, *Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 3: Geräte*

ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

3 Begriffe, Definitionen und Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten folgende Begriffe, Definitionen und Symbole.

3.1 Begriffe und Definitionen

3.1.1

Eigenspannungen Restspannungen

in einem freien Körper vorhandene innere Spannungen, die sich selbst kompensieren, wenn auf die Grenzflächen des Körpers keine äußeren Kräfte oder Dehnungsbehinderungen wirken

3.2 Symbole und Abkürzungen

- 2θ Beugungswinkel, d. h. der Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl;
- θ Bragg'sche Winkel (Braggwinkel), d. h. der Winkel zwischen den beugenden Netzebenen und dem einfallenden Strahl;
- ω Winkel zwischen dem einfallenden Röntgenstrahl und der Oberfläche der Probe bei $\chi = 0$;
- ϕ Winkel zwischen einer festen Richtung in der Ebene der Probe und der Projektion der Normalen zu den Beugungsebenen in dieser Netzebene;
- ψ Winkel zwischen der Normalen der Probenoberfläche und der Normalen der beugenden Netzebenen;
- χ Winkel χ überstreicht die Ebene rechtwinklig zu der Ebene die ω und 2θ enthält. Die Drehachse von χ ist rechtwinklig sowohl zur ω -Achse als auch zur ϕ -Achse ausgerichtet;
- $\{hkl\}$ Netzebenenschar von Kristallen, die durch die Indizes h, k und l definiert werden;
- $\varepsilon_{\phi\psi}$ Dehnung in der durch die Winkel ϕ und ψ definierten Richtung gemessen wird;
- d_0 Netzebenenabstand (d -Wert) in einer dehnungsfreien Probe;
- $d_{\phi\psi}$ Netzebenenabstand (d -Wert) in einem dehnungsbehafteten Material in die Messrichtung, die durch die Winkel ϕ und ψ festgelegt ist;
- (S_1, S_2, S_3) Koordinatensystem für die Probe;
- (L_1, L_2, L_3) Laborkoordinatensystem;
- $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}, S_1^{\{hkl\}}$ Elastizitätskonstanten für die Netzebenenschar $\{hkl\}$;
- σ_{ii} Normalspannungskomponenten ($i = 1, 2, 3$);

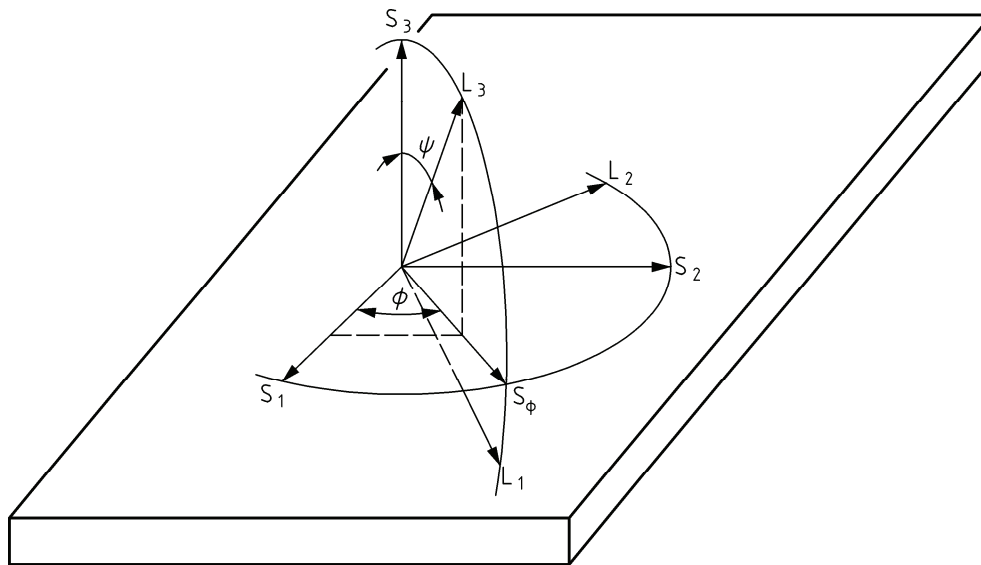
— τ_{ij}	Scherspannungskomponenten ($i \neq j$; $i, j = 1, 2, 3$);
— Z	Abstand zur Oberfläche der Probe;
— z	Eindringtiefe der Röntgenstrahlen;
— LP	Lorentz-Polarisationsfaktor;
— A	Absorptionsfaktor;
— ILQ	durch mehrere Laboratorien in einem Ringversuch qualifiziert (verwendet im Zusammenhang mit einer spannungsbehafteten Referenzprobe);
— LQ	durch ein Laboratorium qualifiziert (verwendet im Zusammenhang mit einer spannungsbehafteten Referenzprobe);
— σ_{zert}	zertifizierter Wert für die Normalspannung in einer spannungsbehafteten ILQ-Referenzprobe;
— τ_{zert}	zertifizierter Wert für die Scherspannung in einer spannungsbehafteten ILQ-Referenzprobe;
— σ_{ref}	Normalspannung in einer LQ-Probe;
— τ_{ref}	Scherspannung in einer LQ-Probe;
— L_{ref}	mittlere Breite der Beugungslinien in einer LQ-Probe;
— σ_{bestimmt}	ermittelte Normalspannung in einer spannungsbehafteten Referenzprobe;
— τ_{bestimmt}	ermittelte Scherspannung in einer spannungsbehafteten Referenzprobe;
— L_{bestimmt}	ermittelte mittlere Breite der Beugungslinie in einer spannungsbehafteten Referenzprobe;
— $u(\sigma)$	Standardabweichung für die Normalspannung;
— $u(\tau)$	Standardabweichung für die Scherspannung;
— $r_{\sigma \text{ zert}}, r_{\tau \text{ zert}}$	Wiederholpräzision für Normalspannung, Scherspannung bzw. Linienbreite in einer $r_{L \text{ zert}}$ zertifizierten, spannungsbehafteten ILQ-Referenzprobe;
— $r_{\sigma \text{ ref}}, r_{\tau \text{ ref}}$	Wiederholpräzision für Normalspannung, Scherspannung bzw. Linienbreite in einer $r_{L \text{ ref}}$ spannungsbehafteten LQ-Referenzprobe;
— $R_{\sigma \text{ zert}}, R_{\tau \text{ zert}}$	Reproduzierbarkeit für Normalspannung und Scherspannung;
— λ	Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlen;
— $\text{Tr}(\sigma)$	Spur des Spannungstensors: $\text{Tr}(\sigma) = \sum \sigma_{ii}$;
— I_{hkl}	Netto-Integralintensität (nach Subtraktion des Untergrunds) der Beugungslinie $\{hkl\}$;
— XECs	röntgenographische Elastizitätskonstanten;
— s_I und s_R	Standardabweichungen für Wiederholpräzision und Reproduzierbarkeit;

- β integrale (Linien-)Breite;
- σ_ϕ Normalspannung in der durch den Winkel ϕ festgelegten Richtung;
- τ_ϕ Scherspannung in der durch den Winkel ϕ festgelegten Richtung;

ANMERKUNG Elastizitätskonstanten werden auch als elastische Konstante bezeichnet.

4 Grundlagen

4.1 Allgemeine Messgrundlagen



Legende

- S_1, S_2 Achsen in der Ebene der Probe; S_1 wird vom Prüfer festgelegt
- S_3 Achse senkrecht zur Oberfläche der Probe
- L_1, L_2, L_3 Labor-Koordinatensystem; L_3 ist die Normale auf den beugenden Netzebenen $\{hkl\}$ und stellt die Winkelhalbierende zwischen einfallendem und dem gebeugten Strahl dar
- ϕ Winkel zwischen einer festen Richtung in der Oberfläche der Probe und der Projektion der Normalen der Beugungsebenen in diese Ebene
- ψ Winkel zwischen der Normalen der Probenoberfläche und der Normalen zu den Beugungsebenen
- S_ϕ Richtung, in der die Spannungen σ_ϕ und τ_ϕ gemessen werden

Bild 1 — Orthogonale Koordinatensysteme bezogen auf röntgendiffraktometrische Eigenspannungsvermittlung

Basierend auf der Elastizitätstheorie gilt für makroskopisch isotropes kristallines Material für die Dehnung in der durch die Winkel ϕ und ψ festgelegten Richtung (siehe Bild 1) die folgende Gleichung:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = & S_1^{\{hkl\}} [\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}] + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \sigma_{33} \cos^2 \psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} [\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi] \sin^2 \psi \\ & + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} [\tau_{13} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi] \sin 2\psi \end{aligned} \quad (1a)$$

Die Spannungskomponenten σ_ϕ und τ_ϕ werden als Normalspannung bzw. Scherspannung in der Richtung S_ϕ definiert (siehe Bild 1):

$$\sigma_\phi = \left[\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi \right] \quad (1b)$$

$$\tau_\phi = \left[\tau_{13} \cos^2 \phi + \tau_{23} \sin \phi \right] \quad (1c)$$

Dabei bedeuten die Symbole in den Gleichungen (1a), (1b) und (1c)

$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$	die Dehnung in der für die durch die Winkel ϕ und ψ festgelegten Richtung für die Netzebenenschar $\{hkl\}$;
$S_1^{\{hkl\}}$ und $\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$	die Elastizitätskonstanten für die Netzebenenschar $\{hkl\}$ bei Röntgenstrahlung;
$\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$	die Komponenten der Normalspannung in den Richtungen S_1, S_2 und S_3 (siehe dazu Bild 1);
τ_{12}	die Scherspannung in der durch S_1 und S_2 festgelegten Ebene;
τ_{13}	die Scherspannung in der durch S_1 und S_3 festgelegten Ebene;
τ_{23}	die Scherspannung in der durch S_2 und S_3 festgelegten Ebene;
ϕ	der Winkel zwischen einer festen Richtung in der Oberfläche der Probe und der Projektion der Normalen der beugenden Netzebenen in diese Ebene;
ψ	der Winkel zwischen der Normalen der Probenoberfläche und der Normalen zu den beugenden Netzebenen;
σ_ϕ	die Normalspannung in der durch den Winkel ϕ definierten Richtung;
σ_{11}, σ_{22}	die Komponenten der Normalspannung in Richtungen S_1 und S_2 ;
τ_ϕ	die Scherspannung in der durch den Winkel ϕ definierten Richtung.

Die Dehnung $\varepsilon_{\phi\psi}$ kann mit Hilfe der Netzebenenabstände nach der folgenden Gleichung ausgedrückt werden:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = \ln \left(\frac{d_{\phi\psi}}{d_0} \right) = \ln \left(\frac{\sin \theta_0}{\sin \theta_{\phi\psi}} \right) \quad (2a)$$

oder alternativ näherungsweise:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} \cong \left(\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \right) \quad (2b)$$

oder

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} \cong -\cot(\theta_0) \Delta\theta_{\phi\psi} \quad (2c)$$

Dabei ist

- $d_{\phi\psi}$ der Abstand für die Netzebenenschar $\{hkl\}$ mit der Normalen in der durch die Winkel ϕ und ψ festgelegten Richtung;
- d_0 der Abstand (d -Wert) für dieselbe Netzebenenschar $\{hkl\}$ einer dehnungsfreien Probe;
- θ_0 der Bragg'sche Winkel, der d_0 zuzuordnen ist;
- $\theta_{\phi\psi}$ der zu $d_{\phi\psi}$ gehörige Bragg'sche Winkel.

Die Gleichung (2c) ist eine ungenaue Näherung und sollte folglich nicht angewendet werden. Für die Berechnung nach (2b) kann der Wert für d_0 durch Interpolation aus der angepassten Kurve d über $\sin^2 \psi$ abgeschätzt werden (Einzelheiten siehe Anhang C). Bei Anwendung der Gleichung (2a) brauchen die Werte für d_0 und θ_0 nicht exakt bekannt zu sein.

Weil die Eindringtiefe der Röntgenstrahlen in den meisten Materialien in einer Größenordnung von einigen zehn Mikrometern liegt, kann oft davon ausgegangen werden, dass $\sigma_{33} = 0$ ist. Bei großen Eindringtiefen oder mehrphasigen Materialien (siehe Abschnitt 12) sollte sorgfältiger vorgegangen werden.

Gleichung (1) kann damit vereinfacht werden:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = & S_1^{\{hkl\}} [\sigma_{11} + \sigma_{22}] + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} [\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi] \sin^2 \psi \\ & + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} [\tau_{13} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi] \sin 2\psi \end{aligned} \quad (3)$$

Erläuterungen der Symbole, siehe Gleichungen (1a), (1b), (1c).

Bei den üblichen Verfahren (ω - und χ -Verfahren, siehe 6.2) stellt der Winkel ϕ die Drehung dar, die auf die Probe um die Normale zu seiner Oberfläche angewendet wird. Es gibt weitere Verfahren, bei denen kompliziertere Beziehungen zwischen den Winkeln ϕ und ψ und den Drehungen der Probe bestehen (siehe Anhang F).

Es ist anzumerken, dass sich die Elastizitätskonstanten der $\{hkl\}$ -Netzebenen beträchtlich von den Elastizitätskonstanten für makroskopische Volumenwerte unterscheiden können (siehe Abschnitt 10).

4.2 Biaxiale Spannungsanalyse

Bei röntgendiffraktometrischen Messungen an vielkristallinen Werkstoffen werden Werte für $\varepsilon_{\phi\psi}$ bei unterschiedlichen Winkeln ψ und ϕ ermittelt. Falls ein biaxialer Spannungszustand vorliegt ($\tau_{13} = \tau_{23} = \sigma_{33} = 0$), folgt aus Gleichung (3), dass eine lineare Abhängigkeit zwischen $\varepsilon_{\phi\psi}$ und $\sin^2 \psi$ vorliegt:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \sigma_{\phi} \sin^2 \psi + S_1^{\{hkl\}} \cdot \text{Tr}(\sigma) \quad (4a)$$

Dabei ist

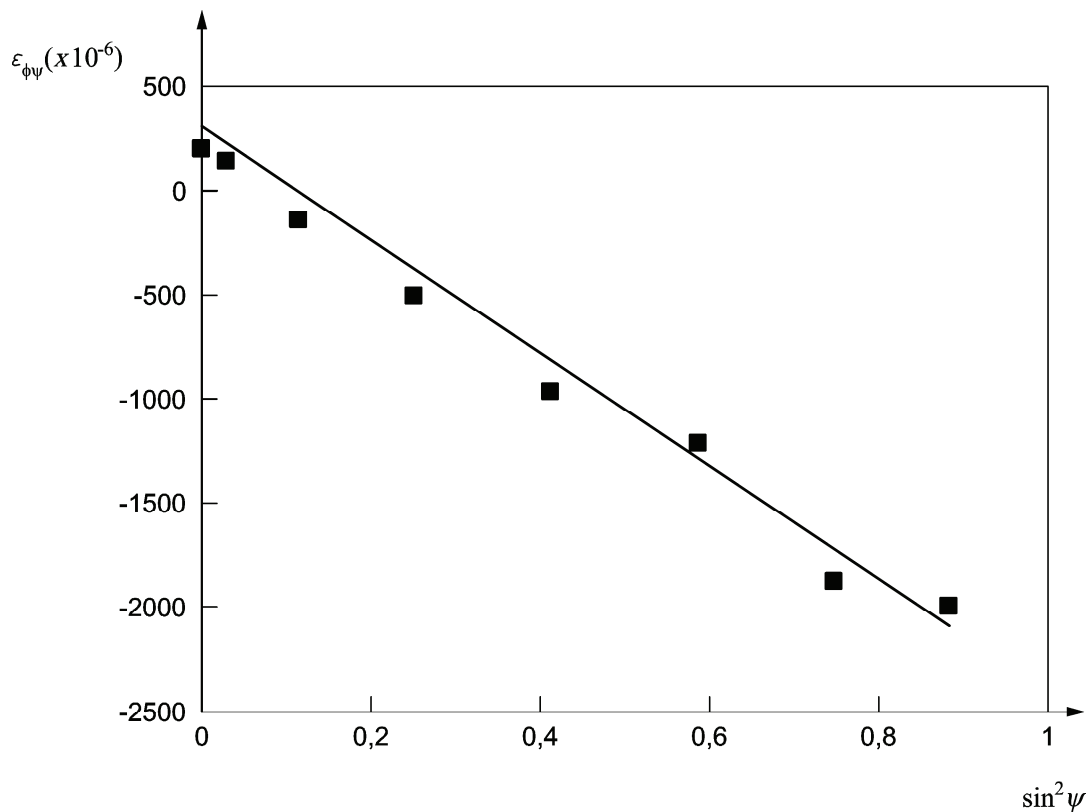
$$\text{Tr}(\sigma) = (\sigma_{11} + \sigma_{22})$$

In Gleichung (4a) gelten die gleichen Symbole wie in Gleichung (3).

Falls ein biaxialer Spannungszustand vorliegt, sollte bei der Messung eine Gerade erhalten werden (siehe Bild 2).

Die Spannung in ϕ -Richtung, σ_ϕ , wird aus der Steigung der Geraden errechnet:

$$\sigma_\phi = \frac{\left(\frac{\partial \varepsilon_{\phi\psi}}{\partial \sin^2 \psi} \right)}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}} \quad (4b)$$



Legende

$\varepsilon_{\phi\psi}$ Dehnung in der durch die Winkel ϕ und ψ definierten Richtung

ψ Winkel zwischen der Normalen zur Probenoberfläche und der Normalen zu den beugenden Netzebenen

Bild 2 — Beispiel für eine Kurve $\varepsilon_{\phi\psi}$ über $\sin^2 \psi$ für biaxiale Spannungszustände bei konstantem ϕ

Bild 2 gilt für Material, dessen Spannungszustand durch $\sigma_\phi = -400$ MPa, $\tau_\phi = 0$ gekennzeichnet ist. Die Elastizitätskonstante des Materials unter Einwirkung eines Röntgenstrahls ist

$$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} = 6,8 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} \quad (4c)$$

Die σ_ϕ -Werte für die negativen und positiven ψ -Werte werden überlagert und durch kleine Quadrate gekennzeichnet. Die Linien entsprechen der Anpassung nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate nach Gleichung (4a).

Wegen der nicht ausreichenden Genauigkeit von d_0 sollten die aus $T_\rho(\sigma)$ ermittelten Spannungen nicht für weitere Berechnungen angewendet werden.

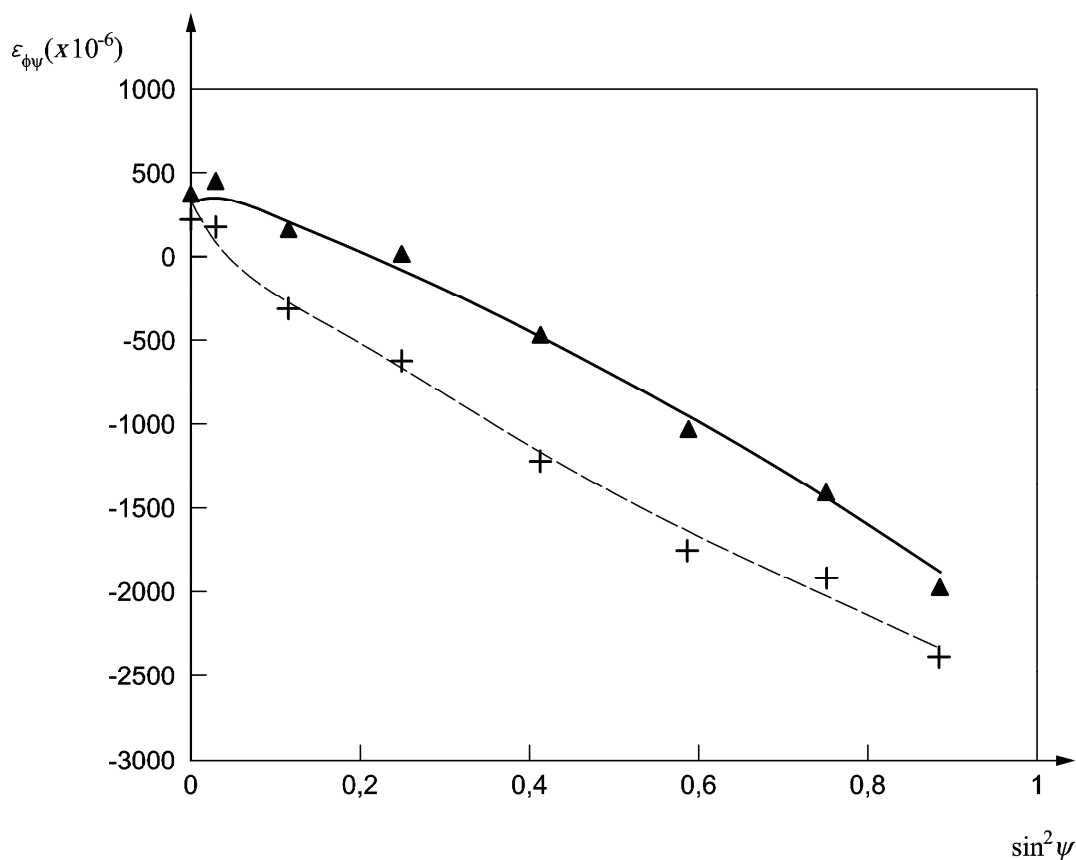
4.3 Triaxiale Spannungsanalyse

Falls Scherspannungen in den Ebenen rechtwinklig zur Probenoberfläche vorhanden sind ($\tau_{13} \neq 0$ und/oder $\tau_{23} \neq 0$), ergibt sich für die Kurve $\varepsilon_{\phi\psi}$ über $\sin^2\psi$ eine Ellipse, die für $\psi > 0$ und $\psi < 0$ (siehe Bild 3) die so genannte „ ψ -Aufspaltung“ zeigt. Bei σ_{33} ungleich null ist die Steigung von $\sin^2\psi$ proportional zu $\sigma_{\phi} - \sigma_{33}$. In diesen Fällen kann Gleichung (4a) folgendermaßen formuliert werden:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} (\sigma_{\phi} - \sigma_{33}) \sin^2\psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \tau_{\phi} \sin 2\psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \sigma_{33} + S_1^{\{hkl\}} \cdot \text{Tr}(\sigma) \quad (5)$$

Dabei ist

$$\text{Tr}(\sigma) = (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})$$



Legende

- $\varepsilon_{\phi\psi}$ Dehnung in der durch die Winkel ϕ und ψ definierten Richtung
- ψ Winkel zwischen der Normalen zur Probenoberfläche und der Normalen zu den beugenden Netzebenen
- + positive ψ -Werte
- ▲ negative ψ -Werte

Bild 3 — Beispiel für eine Kurve $\varepsilon_{\phi\psi}$ über $\sin^2\psi$ mit ψ -Aufspaltung für triaxiale Spannungszustände bei konstantem ϕ

Bild 3 gilt für Material, dessen Spannungszustand durch $\sigma_{\phi} = -400$ MPa, $\tau_{\phi} = -50$ MPa gekennzeichnet ist. Die röntgenographische Elastizitätskonstante des Materials ist $\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} = 6,8 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$. Die Linien entsprechen der Anpassung nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate nach Gleichung (5).

Für einen festen Winkel ϕ werden die Werte für σ_ϕ und τ_ϕ durch die Methode der kleinsten Fehlerquadrate angepasst an die Dehnungsdaten mit Gleichung (5) ermittelt. Durch Messung in mindestens drei unterschiedliche ϕ -Richtungen und mindestens drei ψ -Winkel kann der Spannungstensor (siehe 7.4) bestimmt werden.

5 Proben

5.1 Materialkenngrößen

5.1.1 Allgemeines

Zum Messen und Berechnen der Eigenspannung sind folgende Parameter erforderlich:

- die kristallographischen Daten des Materials;
- die röntgenographischen Elastizitätskonstanten des Materials.

Wenn die Werte für die röntgenographischen Elastizitätskonstanten nicht experimentell bestimmt wurden (siehe Abschnitt 10), wird die Verwendung von Elastizitätskonstanten empfohlen, die nach Modellen errechnet werden, bei denen die elastische Anisotropie des Einkristalls und die Kopplungsbedingungen zwischen den Kristalliten berücksichtigt werden (siehe 8.3.1.2). Falsche Werte für die röntgenographischen Elastizitätskonstanten ($\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ und $S_1^{\{hkl\}}$) können signifikante systematische Fehler bei den Spannungsberechnungen verursachen.

Wenn Vorbehandlung und Mikrostruktur der Probe bekannt sind, können sich Hinweise auf die im Abschnitt 1 aufgeführten möglichen Probleme ergeben (siehe Abschnitt 12).

5.1.2 Form, Maße und Masse

Zur Eigenspannungsmessung sollte für jede Probe ein entsprechend ebener Bereich ausgewählt werden. Form und Größe der Probe sind nicht kritisch; es ist jedoch zu beachten, dass die Probe auf den Probenhalter passt, wenn das gefordert ist.

Die Probe wird während der Messung den unterschiedlichsten Kippungen unterzogen und muss folglich sicher auf dem Probenhalter befestigt sein. Für das Goniometer ist eine Beschränkung für die maximal zulässige Masse der Probe zu beachten. Die Art der Anbringung und Befestigung der Probe im Goniometer ist ebenfalls zu beachten. Eine Einspannung der Probe auf dem Probenhalter darf nur dann vorgenommen werden, wenn dadurch keine zusätzlichen Spannungen in die Probe eingebracht werden.

Die notwendige Ebenheit der Probe hängt von der bestrahlten Fläche ab. Der lokale Krümmungsradius der Probe muss ausreichend groß sein (siehe Abschnitt 12) um eine ausreichende Bestrahlung sicherzustellen.

5.1.3 Zusammensetzung/Homogenität der Probe

Es muss ein bestrahltes Volumen mit – wenn möglich – homogener Zusammensetzung gewählt werden. Da die Eindringtiefe der Röntgenstrahlen und auch die bestrahlte Fläche von der ψ -Kippung abhängen, müssen Änderungen der Zusammensetzung berücksichtigt werden, die innerhalb der Oberfläche und über die Tiefe der Probe vorhanden sein können (siehe 6.3).

Für mehrphasige Materialien wird die Eigenspannung, d. h. die *gesamte* Eigenspannung, aus den Anteilen der vorhandenen Spannungen in allen bestimmten Phasen unter Verwendung der folgenden Gleichung bestimmt:

$$\sigma^{\text{insgesamt}} = \sum_{\text{Phasen}} x_i \sigma_i \quad (6)$$

Dabei ist

- $\sigma_{\text{insgesamt}}$ die Eigenspannung der Probe;
 x_i der Volumenanteil der i -ten Phase;
 σ_i die Spannung in der i -ten Phase, erhalten aus den $\{hkl\}$ -Netzebenen dieser Phase.

Folglich müssen die Phasen, von der die Beugungslinie stammt, bekannt sein.

5.1.4 Korngröße und beugende Domänen

Die Korngröße im Bereich des bestrahlten Volumens kann den für die Eigenspannung ermittelten Wert beeinflussen. Die Korngröße vieler kristalliner Materialien liegt in einem Bereich zwischen 10 µm und 100 µm. Da die Körner häufig aus vielen beugenden Domänen bestehen, sind diese Korngrößen im Allgemeinen für Spannungsmessungen mit Röntgenstrahlen geeignet. Bei größeren Körnern ist davon auszugehen, dass nur einige wenige beugende Domänen einen Beitrag zur Beugungslinie liefern. Dadurch können in den Richtungen ϕ und ψ große Änderungen hinsichtlich Form und Intensität der Linie auftreten. Die Ergebnisse können außerdem auch durch Beanspruchungen im Mikro-/Korngrenzenbereich beeinflusst werden. In einigen Fällen ist dieser Effekt durch Oszillieren der Probe zu reduzieren, da dieses die Anzahl der beugenden Körner erhöht (Einzelheiten siehe Abschnitt 7).

5.1.5 Transparenz der Probe für Röntgenstrahlung

In einigen Materialien treten Fehler bei der Spannungsmessung auf, wenn die Röntgenstrahlen so weit in das Material eindringen können, dass ein Versatz (Offset) des bestrahlten Volumens gegenüber der Oberfläche entsteht (siehe Anhang E). Außerdem verstärkt sich die Wirkung der Spannungsgradienten und einer signifikanten Spannung σ_{33} .

5.1.6 Beschichtungen und dünne Schichten

Eigenspannungen in Beschichtungen können unter der Voraussetzung bestimmt werden, dass eine Unterscheidung und Trennung der Beugungslinien von Beschichtung und Grundwerkstoff möglich ist.

Für dünne Schichten können bei der Messung folgende Probleme auftreten:

- geringe Beugungsintensitäten und/oder nicht ausreichende Kornstatistik;
- zusätzliche Beugungserscheinungen durch Mehrfachsichten;
- Überlappung mit einer Beugungslinie des Grundwerkstoffs;
- steiler Spannungsgradient;
- starke Textur.

(Siehe auch Abschnitt 12.)

Die Werte für die Elastizitätskonstanten der Beschichtung können sich signifikant von denen der Volumenwerte unterscheiden.

5.2 Vorbereitung der Proben

5.2.1 Vorbereitung der Oberfläche

Die Oberfläche sollte nicht verändert werden. Falls die Oberfläche jedoch oxidiert, angestrichen oder lackiert ist, kann sie durch elektrolytisches Polieren oder durch Anwendung von Chemikalien gereinigt werden, um den Spannungszustand möglichst nicht zu beeinflussen. Besondere Sorgfalt erfordert der Einsatz von Chemikalien, die bevorzugt die Korngrenzen oder nur eine der vorhandenen Phasen angreifen können, denn ein selektives Ätzen kann zu einer lokalen Spannungsrelaxation führen.

5.2.2 Erfassung des Tiefenprofils der Spannung

5.2.2.1 Allgemeines

Die Spannung kann als Funktion der Tiefe bestimmt werden, indem Zyklen von elektrolytischem Polieren und Spannungsanalyse aufeinander folgend durchgeführt werden. In einigen Fällen können Daten zum Tiefenprofil der Spannung auch dadurch gewonnen werden, dass die Eindringtiefe der Röntgenstrahlen geändert wird, indem z. B. andere Wellenlängen oder Kippungen der Probe angewendet werden.

5.2.2.2 Entfernung von Oberflächenschichten

Alle mechanischen oder funkenerosiven Abtragsverfahren (EDM) zur Beseitigung von Oberflächenschichten verursachen Eigenspannungen und beeinflussen den Spannungszustand im Bereich der Oberfläche. Daher müssen diese Verfahren vermieden werden. Zur Entfernung der Schichten werden chemische Behandlungen oder elektrolytische Polierverfahren vorgeschlagen, durch die keine neuen Spannungen in die Oberfläche eingebracht werden. Chemische und elektrolytische Verfahren können jedoch z. B. bedingt durch Änderung der Oberflächenrauheit, Entfernung der Spannungen in den Oberflächenschichten oder Korngrenzenangriff eine Verringerung der Eigenspannungen bewirken. Dicke Schichten können bei Bedarf durch eine Kombination von spannenden Bearbeitungs- oder Schleifverfahren mit nachfolgendem elektrolytischem Polieren entfernt werden. Falls bezogen auf das Gesamtvolumen der Probe ein großes Materialvolumen entfernt wird, müssen bei Berechnung des ursprünglichen Spannungszustands Spannungsumlagerungseffekte berücksichtigt werden. Einfache Fälle werden in Literaturhinweis [2] behandelt.

5.2.2.3 Bewertung der nach dem Materialabtrag erreichten Dicke

Die Dicke der entfernten Schicht muss bestimmt werden. Es wird vorgeschlagen, Form und Rauheit der Oberfläche zu verifizieren, weil durch eine nicht ebene und/oder raue Oberfläche Probleme entstehen können (siehe Abschnitt 12).

5.2.3 Große oder kompliziert gestaltete Proben

Im Allgemeinen wird empfohlen, ein Trennen/Schneiden der Proben zu vermeiden. Müssen Proben getrennt werden, sollten die Schnitte so ausgeführt werden, dass die vorhandenen Eigenspannungen nicht verändert werden. Der zu messende Bereich muss nach Möglichkeit weit genug vom Rand der Probe entfernt sein, um Einflüsse einer Entspannung von Spannungskomponenten rechtwinklig zum Rand zu vermeiden. Vom Rand sollte ein Abstand eingehalten werden, der mindestens der Probendicke entspricht.

Außerdem sollten Entspannungen insgesamt vermieden werden, die z. B. beim Trennen von Rohren in axialer Richtung auftreten können. Falls Entspannungen zu erwarten sind, sollten geeignete Überprüfungen, z. B. eine Dehnungsmessung [3], angewendet werden, um alle Änderungen während oder nach dem Schneiden zu erfassen.

6 Prüfeinrichtung

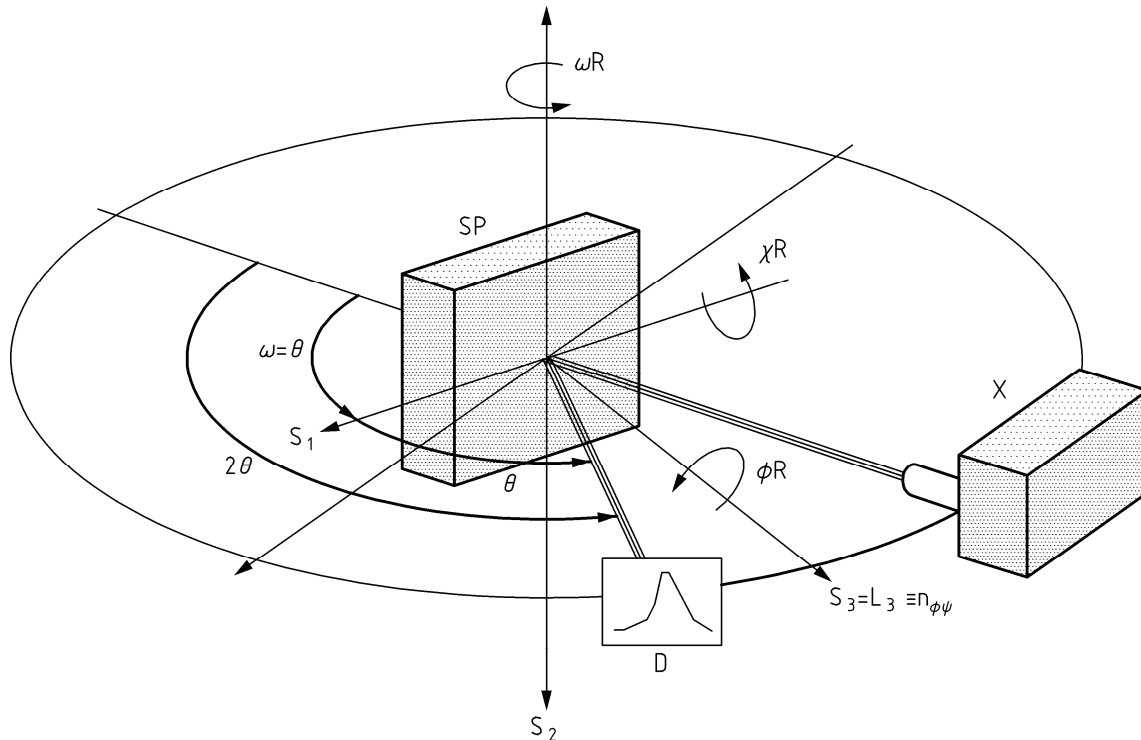
6.1 Allgemeines

Eine allgemeine Beschreibung der zur Eigenspannungsanalyse verwendeten Prüfeinrichtung kann aus EN 13925-3 entnommen werden. In diesem Abschnitt werden einige spezifische Aspekte erörtert, die für die Untersuchung der Eigenspannungen zutreffen.

6.2 Auswahl der Prüfeinrichtung

6.2.1 Allgemeines

Üblicherweise sind zwei Drehungen erforderlich (siehe Bild 1); die ψ -Drehung ist immer notwendig, während die ϕ -Drehung bei bestimmten Versuchen von Vorteil sein kann. Bild 4 zeigt die allgemeine Anordnung eines Laboratoriums-Goniometers, das zur Messung der Eigenspannungen bei großen 2θ -Winkeln dient.



Legende

S_1, S_2, S_3	Proben-Koordinatensystem
θ	der Bragg'sche Winkel, d. h. der Winkel zwischen den beugenden Netzebenen und dem einfallenden Strahl
2θ	der Beugungswinkel, d. h. der Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl
ωR	Drehung um die ω -Achse
ϕR	Drehung um die ϕ -Achse
χR	Drehung um die χ -Achse
SP	Probe
D	Detektor
X	Röntgenröhre

Bild 4 — Goniometer für das χ -Verfahren und das ω -Verfahren ($\omega = \theta, \chi = 0$) mit $\psi = 0$

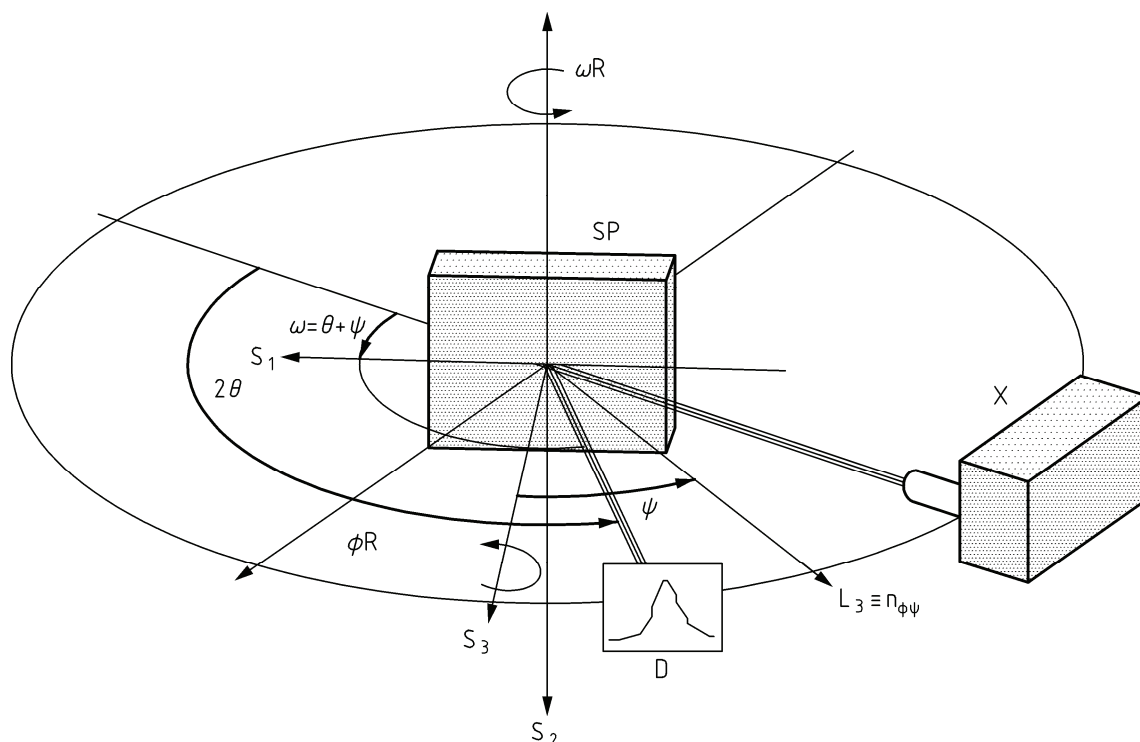
Die ψ -Kippung kann für verschiedene Geometrien (bezeichnet als ω - und χ -Verfahren) durchgeführt werden, die in den Bildern 5 und 6 dargestellt werden.

Laboratoriums-Goniometer erreichen bei den Messungen eine gute Präzision und ermöglichen im Allgemeinen eine extensive Auswahl von 2θ -Winkeln; sie werden häufig auch für andere Anwendungen der Röntgendiffraktometrie (Texturuntersuchung, Profilanalyse, Phasenanalyse [siehe EN 13925-1]) eingesetzt. Im Allgemeinen können jedoch nur nichtsperrige Proben analysiert werden.

6.2.2 Das ω -Verfahren

Bei diesem Verfahren (auch als ISO-Inklinationsverfahren bezeichnet) wird die Probe um die ω -Achse gedreht (gekippt). ω und 2θ liegen in derselben Ebene. Um die Werte für ω zu erhalten, werden ψ -Werte algebraisch zu θ addiert. Für positive ψ werden die Beträge von ψ zu θ addiert, negative ψ subtrahiert. Mit den meisten herkömmlichen Pulverdiffraktometern mit separatem ω -Antrieb (wobei die ω -Achse und die 2θ -Achse zu einer unabhängigen Bewegung in der Lage sind) können Messungen nach diesem Verfahren durchgeführt werden. Die schematische Darstellung der Geometrie erfolgt in Bild 5.

Es ist anzumerken, dass die Richtung σ_ψ in der Beugungsebene liegt (siehe auch Anhang E).



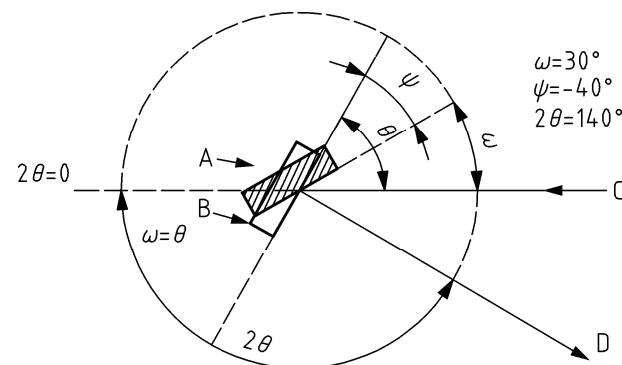
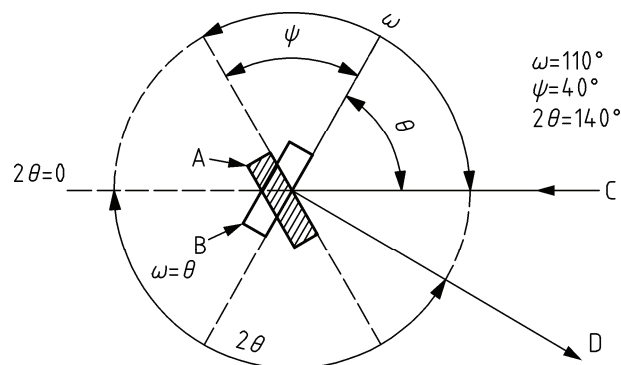
Legende

S_1, S_2, S_3	Proben-Koordinatensystem
θ	der Bragg'sche Winkel, d. h. der Winkel zwischen den beugenden Netzebenen und dem einfallenden Strahl
2θ	der Beugungswinkel, d. h. der Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl
ωR	Drehung entlang der ω -Achse
ϕR	Drehung entlang der ϕ -Achse
X	Röntgenröhre
SP	Probe
D	Detektor

Bild 5 — Das ω -Verfahren: Der Winkel ψ wird durch Drehung um die ω -Achse gebildet. Dabei sind $\phi = 0$ und $\psi = \omega - \theta = -45^\circ$ (χ bleibt gleich null)

Positiver und negativer Versatz

Bild 6a zeigt eine Probe mit einem positiven ψ -Versatz beim ω -Verfahren, wobei ψ zu θ addiert wurde. Bild 6b zeigt einen negativen ψ -Versatz, d. h. ψ wurde von θ subtrahiert.



Legende zu den Bildern (6a) und (6b)

- 2θ Beugungswinkel, d. h. der Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl
- θ Bragg'sche Winkel, d. h. der Winkel zwischen den beugenden Netzebenen und dem einfallenden Strahl
- ω Winkel zwischen einfallendem Röntgenstrahl und der Oberfläche der Probe bei $\chi = 0$
- ϕ Winkel zwischen einer festen Richtung in der Ebene der Probe und der Projektion der Normalen zu den Beugungsebenen in dieser Ebene
- ψ Winkel zwischen der Normalen zur Probe und der Normalen zu den beugenden Netzebenen
- A beugende Netzebenen
- B Probe
- C einfallender Strahl
- D gebeugter Strahl

Bild 6a — Positiver ψ -Versatz ($\omega = \theta + \psi$)

Bild 6b — Negativer ψ -Versatz ($\omega = \theta + \psi$, mit $\psi < 0$)

Wenn das ω -Verfahren mit negativem Versatz angewendet wird, werden bei demselben Wert für 2θ durch verkleinerte Einfallswinkel die „Defokussierungs“-Effekte verstärkt, was die Verbreiterung der Beugungslinien erhöht und die Intensitäten stärker verringert als bei einem gleichen aber positiven ψ bei 2θ . Für die Bewertung von Scherspannungen muss jedoch sowohl ein positiver als auch ein negativer ψ -Versatz angewendet werden. In diesem Fall können Messungen bei negativen ψ -Kippungen vermieden werden, indem die Probe (um die ϕ -Achse) um 180° gedreht und dann die Spannung bei positiven ψ -Kippungen gemessen wird. Durch dieses Vorgehen werden Probleme vermieden, die durch Defokussierung und/oder die höhere Empfindlichkeit gegenüber Ausrichtungsfehlern bei negativen ψ -Kippungen entstehen. Vom Standpunkt der Spannungsanalyse entspricht dieses Vorgehen einer Messung mit negativem ψ ohne Drehung um die ϕ -Achse (häufig als pseudo-negative Kippung bezeichnet).

Bei fokussierenden Optiken sind Messungen unter Anwendung negativer ψ empfindlicher gegen Ausrichtungsfehler als Messungen mit positiven ψ .

6.2.3 Das χ -Verfahren

Es ist anzumerken, dass die Richtung σ_ϕ rechtwinklig zur Beugungsebene verläuft (siehe auch Anhang E).

Das χ -Verfahren ist mechanisch komplizierter und erfordert für einige Diffraktometer die Anwendung einer Zusatzeinrichtung (z. B. einer Euler-Wiege). Negative ψ können ebenfalls durch eine Drehung von 180° um die ϕ -Achse und Anwendung positiver ψ ermöglicht werden.

Der Vorteil des χ -Verfahrens besteht darin, dass die Defokussierungseffekte für positive und negative ψ gleich sind. Für die Zentrierung der Probe treten beim χ -Verfahren im Allgemeinen geringere Fehler auf als beim ω -Verfahren.

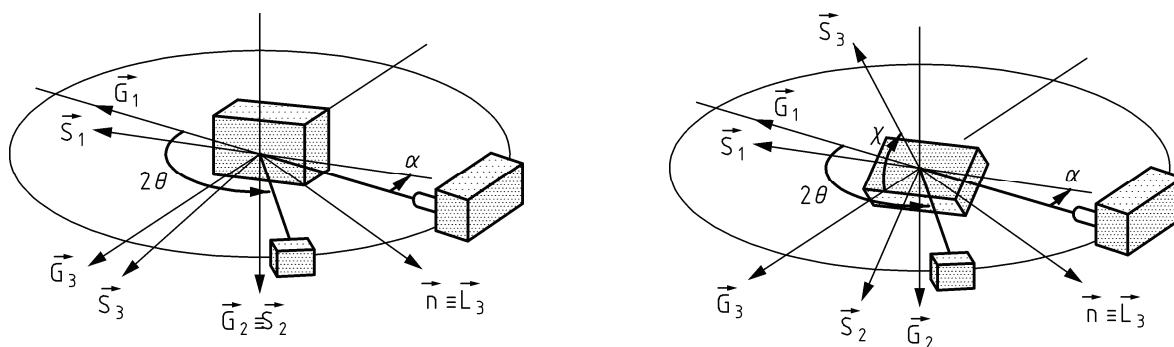
Das Verfahren wird mitunter verwirrenderweise als das ψ -Verfahren bezeichnet.

6.2.4 Das modifizierte χ -Verfahren

Das modifizierte χ -Verfahren wird hauptsächlich für tragbare Diffraktometer in Verbindung mit zwei positionsempfindlichen Detektoren angewendet. Die Probe wird um die χ -Achse gedreht, die in einer Ebene normal zu der Ebene liegt, in der ω und 2θ enthalten sind. Bei $\chi = 0$ ist der einfallende Strahl normal zur Oberfläche der Probe, d. h. $\omega = 90^\circ$. Es werden zwei Detektoren angewendet, die symmetrisch zum einfallenden Strahl angeordnet werden.

Bei einem System mit einem Detektor das die χ -Geometrie anwendet, verlaufen die Normale der beugenden Netzebenen und die Normale zur Probenoberfläche für die Position $\chi = 0$ parallel zueinander, während bei einem System mit zwei Detektoren der einfallende Strahl parallel zur Normalen der beugenden Netzebenen ist.

Der Winkel ψ wird durch eine χ -Drehung erreicht, während ω nicht θ entspricht, sondern weiterhin 90° beträgt, d. h. bei $\chi = 0$ ist der einfallende Strahl normal zur Oberfläche der Probe. Damit ist $\cos \psi = \cos \chi \sin \theta$. Die Messung wird in der Ausgangsposition (links) und der Position für $\chi = 50^\circ$ (rechts) bei $\phi = 90^\circ$ durchgeführt (für die durch die beiden Detektoren ermittelten Dehnungen muss der Mittelwert gebildet werden, und es sind die entsprechenden Korrekturen durchzuführen).



Legende

- S_1, S_2, S_3 Proben-Koordinatensystem
 L_3 die Normale zu den beugenden Netzebenen $\{hkl\}$
 2θ der Beugungswinkel, d. h. der Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl
 ψ der Winkel zwischen der Normalen zur Probe und der Normalen zu den beugenden Netzebenen
 χ der Winkel χ überstreicht die Ebene rechtwinklig zu der Ebene, die ω und 2θ enthält. Die Drehachse von χ ist rechtwinklig sowohl zur ω -Achse als auch zur φ -Achse ausgerichtet.

Bild 7 — Modifiziertes χ -Verfahren

6.2.5 Sonstige Geometrien

Die in den Bildern 5 und 6 dargestellten Geometrien sind die gebräuchlichsten. Sonstige Geometrien sind möglich, werden in diesem Dokument jedoch nicht ausführlich behandelt. Anhang F gibt eine allgemeine Beschreibung für einige Geometrien.

6.3 Auswahl der Strahlung

Die Auswahl der Anode für die Röntgenröhre und damit die Auswahl der Wellenlänge des einfallenden Röntgenstrahls ist kritisch für die Bestimmung der Eigenspannung.

Falls die $K\alpha_1$ -Strahlung eine Fluoreszenz der Probe im einfallenden Strahl verursacht, ist die Wellenlänge ungeeignet, weil durch Fluoreszenz eine sehr hohe Untergrundstrahlung und folglich ein ungünstiges Verhältnis Signal-Untergrund erzeugt wird. Eine merkliche Verbesserung kann erzielt werden durch Anwendung z. B. eines elektronischen Detektors mit Energieselektion oder eines Sekundär-Monochromators, der die fluoreszierende Strahlung entfernt, bevor sie den Detektor erreicht. Wenn der einfallende Röntgenstrahl durch Fluoreszenzeffekte absorbiert wird, kann sich die Eindringtiefe in die Probe so weit verringern, dass sie für einen Spannungswert, der für die Probe repräsentativ ist, nicht mehr ausreicht.

In diesem Fall kann im Allgemeinen eine größere Wellenlänge ausgewählt werden, deren Energie nicht ausreicht, um Fluoreszenz zu erzeugen.

Die mittlere Informationstiefe (Eindringtiefe) wird durch folgende Gleichungen festgelegt

$$z = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 (\omega - \theta)}{2 \mu \sin \theta \cdot \cos (\omega - \theta)} \quad (\text{für das } \omega\text{-Verfahren}) \quad (7a)$$

$$z = \frac{\sin \theta \cos \chi}{2 \mu} \quad (\text{für das } \chi\text{-Verfahren}) \quad (7b)$$

$$z = \frac{\cos \chi (1 - \cot^2 \theta)}{2 \mu} \quad (\text{für das modifizierte } \omega\text{-Verfahren}) \quad (7c)$$

Für die Gleichungen (7a), (7b), (7c) sind

- z die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung;
- θ der Bragg'sche Winkel;
- ω der Winkel zwischen dem einfallenden Strahl und der Oberfläche der Probe bei $\chi = 0$;
- χ der Winkel χ überstreicht die Ebene rechtwinklig zu der Ebene, die ω und 2θ enthält;
- μ der lineare Schwächungskoeffizient.

Für andere Geometrien müssen entsprechende Gleichungen angewendet werden (siehe Anhang F).

Beispiele für die Beugungsbedingungen (z. B. verwendete Strahlung, Filter, {hkl}-Netzebenen, Bragg'scher Winkel) für gebräuchliche Materialien werden in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1 — Beugungsbedingungen für gebräuchliche Materialien

Legierung	Kristallsystem	Anode	K β -Filter	{hkl}	2 θ (°) ^a	Multiplizität der Ebenen	Mittlere Informationstiefe der Röntgenstrahlen in μm bei $\psi = 0^\text{a b}$
Nickellegierungen	kubisch	Mn	Cr	{311}	von 152 bis 162	24	4,9
Ferritische Stähle	kubisch	Cr	V	{211}	156	24	5,8
Gusseisen (Matrix)							
Austenitische Stähle	kubisch	Mn	Cr	{311}	152	24	7,2
Aluminiumlegierungen	kubisch	Cr	V	{311}	140	24	11,5
Aluminiumlegierungen	kubisch	Cu	Ni	{422}	137	24	35,5
Cobaltlegierungen	kubisch	Mn	Cr	{311}	von 153 bis 159	24	5,6
Kupferlegierungen	kubisch	Mn	Cr	{311}	149	24	4,2
Titanlegierungen	hexagonal	Cu	Ni	{213}	142	24	5,0
Molybdänlegierungen	kubisch	Fe	Mn	{310}	153	24	1,6
Zirkoniumlegierungen	hexagonal	Fe	Mn	{213}	147	24	2,8
Wolframlegierungen	kubisch	Co	Fe	{222}	156	8	1,0
Aluminiumoxidalpha	rhomboedrisch	Cu	Ni	{146} {4.0.10}	136 145	12 6	37,4 38,5
		Fe	Mn	{2.1.10}	152	12	20,0
Aluminiumoxidgamma	kubisch	Cu	Ni	{844}	146	24	38,5
		V	Ti	{440}	128	12	8,8

^a Indikative Werte.

^b Die mittlere Informationstiefe wird als die Tiefe definiert, von der 67 % der Beugungsintensität absorbiert wurden. Es ist die Tiefe, bei der die Spannung bewertet wird, wenn der Spannungsgradient in Tiefenrichtung linear ist.

Die Röntgenstrahlung sollte so ausgewählt werden, dass sich eine Reflexion bei einem Bragg'schen Winkel ergibt, der größer als $130^\circ 2\theta$ ist. Die Anwendung von Reflexionen bei $120^\circ 2\theta$ ist zwar nicht ideal, jedoch möglich. Die Anwendung von Reflexionen bei 2θ -Winkeln unter 120° wird wegen der geringen Empfindlichkeit der Dehnungsmessung und im Fall einer fokussierenden Optik auch wegen der hohen Empfindlichkeit gegenüber Ausrichtungsfehlern nicht empfohlen.

Die Beugungslinie sollte nicht zu dicht an der oberen 2θ -Grenze des Geräts liegen: die gesamte Beugungslinie muss, wenn möglich, bis zum Untergrund auf beiden Seiten des Peaks aufgezeichnet werden.

In Abhängigkeit von der Einstellung des Diffraktometers und der Verarbeitung der Daten können große Fehler auftreten, wenn diese Bedingungen nicht eingehalten werden [4].

Die Berechnung der Eigenspannungen unter Anwendung anderer Wellenlängen kann wegen der unterschiedlichen Eindringtiefe der Röntgenstrahlen in die Probe andere Werte ergeben. Dieser Sachverhalt ist besonders dann problematisch, wenn steile Spannungsgradienten vorhanden sind (siehe Abschnitt 12).

6.4 Auswahl des Detektors

Detektoren unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Ausführung, Größe und Form (siehe 4.3 in EN 13925-3:2005).

Die Auswahl eines Punkt-, Linien- oder Flächendetektors ist wesentlich für die Verringerung der Messdauer; auch einige geometrische Aspekte bei der Einstellung können beeinflusst werden.

Die Winkelauflösung von einem linearen oder Flächendetektor ist im Allgemeinen bei der Spannungsanalyse nicht problematisch.

Eine gute Energieauflösung unterstützt die Reduzierung des Untergrundes und ermöglicht somit eine gute Wiederholpräzision für die Linienposition. Eine Sättigung des Detektors muss vermieden werden, weil sonst die Form der Beugungslinien beeinträchtigt wird.

6.5 Leistung der Prüfeinrichtung

6.5.1 Justage

Die Justage muss in erster Linie den Anforderungen von EN 13925-3 (7.1) entsprechen.

Weitere Anforderungen sind:

- Die Oberfläche der Probe muss mit der Drehachse der Probe zusammenfallen, wobei die Drehachse davon abhängt, ob das ω - oder das χ -Verfahren angewendet wird. Beim ω -Verfahren muss die Oberfläche der Probe innerhalb der ω -Achse des Goniometers liegen. Beim χ -Verfahren müssen Probe und χ -Achse der Euler-Wiege übereinstimmen.
- Falls mehrere Spannungskomponenten gemessen werden, muss die ϕ -Achse mit der Mitte der bestrahlten Fläche übereinstimmen.

Der einfallende Röntgenstrahl muss die Drehachsen ϕ und ψ schneiden. Eine Verschiebung des Röntgenstrahls während der Drehung und/oder Translation der Probe führt zu Positionsfehlern. Es ist von größter Bedeutung, beim χ -Verfahren die Verschiebung in axialer Richtung und beim ω -Verfahren in der Äquatorebene zu minimieren.

Die Strahlausrichtung kann beispielsweise mit Hilfe eines Leuchtschirms, einer schmalen Blende (Glasschlitz) oder mit einer kleinen Referenzprobe überprüft werden. Diese Verifizierung der Ausrichtung muss vor der Messung durchgeführt werden. Falls keine perfekte Ausrichtung zwischen der Höhe der Probe und dem Strahl erreicht wird, kann später eine Korrektur der Beugungslinienposition vorgenommen werden, indem Daten angewendet werden, die entweder von einer Referenzprobe (siehe 6.5 und E.3.1) stammen oder von einer dünnen Schicht aus gut kristallisiertem, feinem Pulver, das auf die Oberfläche der Probe aufgebracht wird. Eine Verschiebung des Nullpunkts von ψ kann nach diesem Verfahren nicht korrigiert werden.

Die Masse der Probe kann die Ausrichtung des Systems beeinflussen. Deswegen müssen zur Überprüfung der Ausrichtung vergleichbare Belastungsbedingungen für den Probenhalter angewendet werden.

6.5.2 Leistung des Goniometers

Zusätzlich zu den in diesem Dokument gestellten Anforderungen des vorliegenden Dokuments muss die Leistung des Goniometers auch den Anforderungen von EN 13925-3 (Abschnitt 5) entsprechen.

6.6 Qualifizierung (Prüfung der Eignung) und Verifizierung der Prüfeinrichtung

6.6.1 Allgemeines

Die Qualifizierung und Verifizierung der Prüfeinrichtung erfolgt nach EN 13925-3 (Abschnitt 8).

- Eine Qualifizierung muss für alle neuen Prüfeinrichtungen und für bereits vorhandene Prüfeinrichtungen, wenn Änderungen der Mechanik oder Elektronik vorgenommen wurden, durchgeführt werden. Zu diesem Zweck werden spannungsfreie Referenzproben und spannungsbehaftete ILQ-Referenzproben untersucht (siehe 11.3).
- Die Leistungsfähigkeit der Prüfeinrichtung muss in regelmäßigen Abständen einer Verifizierung unterzogen werden. Zu diesem Zweck werden spannungsfreie und spannungsbehaftete ILQ- oder LQ-Referenzproben untersucht (siehe 11.3).

Eine spannungsbeaufschlagte ILQ-Referenzprobe kann durch Round-Robin-Tests gewonnen werden, die von mindestens fünf Laboratorien nach ISO 5725-2 durchgeführt werden. Falls zertifizierte Proben verfügbar sind, sollten sie als spannungsbehaftete ILQ-Referenzproben angewendet werden [5].

6.6.2 Qualifizierung

6.6.2.1 Allgemeines

Die Qualifizierung muss sowohl an einer spannungsfreien Probe als auch an einer spannungsbehafteten ILQ-Referenzprobe durchgeführt werden.

6.6.2.2 Qualifizierung einer spannungsfreien Probe

Durch die Messung einer spannungsfreien Probe (siehe 11.2) ist eine Bewertung der Fehler bezüglich der Verschiebungen des Strahls und der Probe möglich.

Es ist zu erwarten, dass pulverförmige Materialien nicht unter Spannung stehen, d. h. dass 2θ für alle Winkel ψ und ϕ konstant ist. Wenn Spannungswerte ermittelt werden, die signifikant von null abweichen, muss das System überprüft, justiert und dann erneut einer Qualifizierung unterzogen werden.

Die Einrichtung ist qualifiziert, wenn die spannungsfreie Probe das folgende Ergebnis liefert:

$$|\sigma| \leq \frac{1}{10\,000} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}} \quad \text{mit} \quad |u(\sigma)| \leq \frac{1}{10\,000} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}} \quad (8a)$$

$$|\tau| \leq \frac{1}{20\,000} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}} \quad \text{mit} \quad |u(\tau)| \leq \frac{1}{20\,000} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}} \quad (8b)$$

Dabei ist

$$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \quad \text{die Elastizitätskonstanten der Netzebenenschar } \{hkl\};$$

$u(\sigma)$ und $u(\tau)$ die nach 8.3.2 errechneten Unsicherheiten.