

DIN EN ISO 21432

ICS 19.100

Ersatz für
DIN SPEC 1095
(DIN ISO/TS 21432):2009-10

**Zerstörungsfreie Prüfung –
Standardprüfverfahren zur Bestimmung von Eigenspannungen durch
Neutronenbeugung (ISO 21432:2019);
Deutsche Fassung EN ISO 21432:2020**

Non-destructive testing –
Standard test method for determining residual stresses by neutron diffraction
(ISO 21432:2019);
German version EN ISO 21432:2020

Essais non destructifs –
Méthode normalisée de détermination des contraintes résiduelles par diffraction de neutrons
(ISO 21432:2019);
Version allemande EN ISO 21432:2020

Gesamtumfang 60 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 21432:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 135 „Non-destructive testing“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21432:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 138 „Zerstörungsfreie Prüfung“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-22 AA „Industrielle Durchstrahlungsprüfung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN SPEC 1095 (DIN ISO/TS 21432):2009-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Bild 1 und Bild 5 wurden durch aktualisierte geeignetere Versionen ersetzt. Die Legenden mehrerer Bilder wurden aktualisiert, um den Inhalt der Bilder besser wiederzugeben und zu erläutern;
- b) 5.4 wurde umgestaltet, um den Unterschied zwischen monochromatischen Geräten und Flugzeit-Geräten hervorzuheben;
- c) der frühere Abschnitt 7 wurde zu Abschnitt 6 und umgekehrt. Die neue Reihenfolge spiegelt besser die tatsächliche Reihenfolge der Schritte wider, die bei der Vorbereitung einer Messung ergriffen werden;
- d) 7.6 wurde aktualisiert, um zusätzliche Einzelheiten hinsichtlich der Bestimmung des spannungsfreien Referenzwertes bereitzustellen;
- e) Abschnitt 10 wurde leicht abgeändert und die Verweisungen auf die zur Bestimmung von Unsicherheiten maßgeblichen ISO/IEC-Guides aktualisiert;
- f) 11.7 wurde hinzugefügt, um Unsicherheiten und Fehler in den Prüfbericht einzubeziehen;
- g) A.5.4 wurde überarbeitet und geändert, um mehr Informationen über Auswirkungen der Korngröße und die Möglichkeiten, diese abzuschwächen, bereitzustellen;
- h) A.9 wurde hinzugefügt, um die Berechnung von Spannungen im Falle makroskopisch anisotroper Werkstoffe zu erläutern;
- i) die Literaturhinweise wurden durch Aufnahme einiger neuer Verweisungen aktualisiert;
- j) im gesamten Dokument wurden geringfügige Überarbeitungen des Textes vorgenommen, um kleine Fehler zu berichtigen und die Klarheit zu verbessern.

Frühere Ausgaben

DIN ISO/TS 21432: 2005-11

DIN SPEC 1095 (DIN ISO/TS 21432): 2009-10

Deutsche Fassung

**Zerstörungsfreie Prüfung —
Standardprüfverfahren zur Bestimmung von
Eigenspannungen durch Neutronenbeugung
(ISO 21432:2019)**

Non-destructive testing —
Standard test method for determining
residual stresses by neutron diffraction
(ISO 21432:2019)

Essais non destructifs —
Méthode normalisée de détermination des contraintes
résiduelles par diffraction de neutrons
(ISO 21432:2019)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 31. August 2020 angenommen.

Diese Europäische Norm wurde vom CEN-CENELEC Management-Zentrum am 21. Oktober 2020 korrigiert und neu herausgegeben.

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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	9
4 Symbole und Abkürzungen	13
4.1 Symbole und Einheiten	13
4.2 Indizes	14
4.3 Abkürzungen	14
5 Zusammenfassung des Verfahrens	14
5.1 Allgemeines	14
5.2 Überblick über das Prinzip — Bragg'sche Gleichung	15
5.3 Neutronenquellen	15
5.4 Bestimmung der Dehnung	15
5.4.1 Allgemeines	15
5.4.2 Monochromatisches Instrument	16
5.4.3 Flugzeit-Instrument	16
5.5 Neutronendiffraktometer	16
5.6 Bestimmung der Spannung	17
6 Zweck, Geometrie und Werkstoff	21
6.1 Allgemeines	21
6.2 Zweck der Messung	21
6.3 Geometrie	21
6.4 Zusammensetzung	21
6.5 Thermische/mechanische Vorgeschichte	22
6.6 Phasen und Kristallstrukturen	22
6.7 Homogenität	22
6.8 Mikrostruktur	22
6.9 Textur	22
7 Messvorbereitungen	22
7.1 Allgemeines	22
7.2 Justierung und Kalibrierung des Instruments	22
7.3 Wahl der Beugungsbedingungen	23
7.3.1 Monochromatische Instrumente	23
7.3.2 Flugzeit-Instrumente	26
7.4 Vorgehensweisen zur Einrichtung	27
7.5 Messvolumen	27
7.6 Verfahren zur Bestimmung des makroskopisch spannungsfreien oder Referenz-Gitterebenenabstandes	28
8 Anforderungen an Messung und Aufzeichnung	31
8.1 Allgemeines	31
8.2 Anforderungen an die Aufzeichnung	31

8.2.1	Allgemeines	31
8.2.2	Allgemeine Angaben — Instrument.....	31
8.2.3	Allgemeine Angaben — Probe	32
8.2.4	Bestimmte Angaben, die für jede Beugungsmessung erforderlich sind	32
8.3	Proben-Koordinaten	33
8.4	Positionierung der Probe	33
8.5	Messrichtungen.....	33
8.6	Anzahl und Lage von Messorten	33
8.7	Messvolumen	34
8.8	Überlegungen zum Schwerpunkt des Messvolumens.....	34
8.9	Temperatur	34
9	Berechnung der Spannung.....	34
9.1	Allgemeines	34
9.2	Bestimmung von Normalspannungen	34
9.3	Bestimmungen des Spannungszustandes	35
9.3.1	Allgemeines	35
9.3.2	Das $\sin^2 \psi$ -Verfahren.....	36
9.4	Wahl von elastischen Konstanten	36
9.5	Beugungsdatenanalyse.....	37
9.5.1	Allgemeines	37
9.5.2	Peak-Fitfunktion.....	37
9.5.3	Untergrundfunktion.....	37
9.5.4	Peak-Untergrund-Verhältnis	37
9.5.5	Peak-Profil-Verzerrungen.....	37
10	Zuverlässigkeit.....	38
11	Prüfbericht.....	39
11.1	Allgemeines	39
11.2	Dehnungs- oder Spannungswerte	39
11.2.1	Allgemeines	39
11.2.2	Spannungsfreier Gitterebenenabstand oder Referenz-Gitterebenenabstand	39
11.2.3	Umrechnung von Dehnung in Spannung	39
11.2.4	Elastische Konstanten.....	39
11.2.5	Positionierung und Justierung	39
11.3	Neutronenquelle und Instrument	39
11.4	Allgemeine Messverfahren	40
11.5	Eigenschaften der Probe/Werkstoffe	40
11.6	Rohdaten.....	40
11.7	Unsicherheiten und Fehler	40
Anhang A (informativ) Mess- und Analysemethodik		41
Anhang B (informativ) Bestimmung von Unsicherheiten in einer Messgröße.....		52
Literaturhinweise.....		56

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 21432:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 135 „Non-destructive testing“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21432:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 138 „Zerstörungsfreie Prüfung“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2021 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt CEN ISO/TS 21432:2005.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21432:2019 wurde von CEN als EN ISO 21432:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 135, *Non-destructive testing*, Unterkomitee SC 5, *Radiographic Testing* erarbeitet.

Diese erste Ausgabe ersetzt ISO/TS 21432:2005, die technisch überarbeitet wurde. Es enthält auch die Technische Berichtigung ISO/TS 21432:2005/Cor. 1:2008. Des Weiteren ersetzt dieses Dokument ISO/TTA3:2001.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zu ISO/TS 21432 sind folgende:

- Bild 1 und Bild 5 wurden durch aktualisierte geeignetere Versionen ersetzt. Die Legenden mehrerer Bilder wurden aktualisiert, um den Inhalt der Bilder besser wiederzugeben und zu erläutern;
- 5.4 wurde umgestaltet, um den Unterschied zwischen monochromatischen Instrumenten und Flugzeit-Instrumenten hervorzuheben;
- der frühere Abschnitt 7 wurde zu Abschnitt 6 und umgekehrt. Die neue Reihenfolge spiegelt besser die tatsächliche Reihenfolge der Schritte wider, die bei der Vorbereitung einer Messung ergriffen werden;
- 7.6 wurde aktualisiert, um zusätzliche Einzelheiten hinsichtlich der Bestimmung des spannungsfreien Referenzwertes bereitzustellen;
- Abschnitt 10 wurde leicht abgeändert und die Verweisungen auf die zur Bestimmung von Unsicherheiten maßgeblichen ISO/IEC-Guides wurden aktualisiert;

- 11.7 wurde hinzugefügt, um Unsicherheiten und Fehler in den Prüfbericht einzubeziehen;
- A.5.4 wurde überarbeitet und geändert, um mehr Informationen über Auswirkungen der Korngröße und die Möglichkeiten, diese abzuschwächen, bereitzustellen;
- A.9 wurde hinzugefügt, um die Berechnung von Spannungen im Falle makroskopisch anisotroper Werkstoffe zu erläutern;
- die Literaturhinweise wurden durch Aufnahme einiger neuer Verweisungen aktualisiert;
- im gesamten Dokument wurden geringfügige Überarbeitungen des Textes vorgenommen, um kleine Fehler zu berichtigen und die Klarheit zu verbessern.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Neutronenbeugung ist ein Verfahren für zerstörungsfreie Messungen, das bei der Bestimmung von Eigenspannungen von kristallinen Werkstoffen angewendet werden kann. Es kann auch zur Bestimmung von inneren Spannungen in Proben genutzt werden, die aufgebrachten Spannungen ausgesetzt sind. Mit dem Verfahren können Spannungen bestimmt werden, die im Innern von Werkstoffen sowie auch in der Nähe von Oberflächen auftreten. Bei der Durchführung dieses Messverfahrens ist es erforderlich, Proben oder technische Bauteile zu einer Neutronenquelle zu transportieren. Aus den Messungen werden elastische Dehnungen abgeleitet, die wiederum in Spannungen umgerechnet werden. Der Zweck dieses Dokuments ist es, eine Internationale Norm zur zuverlässigen Bestimmung von Spannungen, die für technische Anwendungen maßgebend sind, zur Verfügung zu stellen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt das Messverfahren zur Bestimmung von Eigenspannungen in polykristallinen Werkstoffen durch Neutronenbeugung. Es ist sowohl bei homogenen als auch bei inhomogenen Werkstoffen anwendbar, einschließlich derjenigen Werkstoffe, die verschiedene Phasen enthalten.

Die Grundlagen des Verfahrens der Neutronenbeugung werden kurz dargestellt. Es werden Vorschläge bezüglich folgender Punkte bereitgestellt:

- die Auswahl geeigneter Beugungsgitterebenen, an denen Messungen für jeweils unterschiedliche Werkstoffkategorien erfolgen sollten;
- die Richtungen der Probe, in denen die Messungen durchgeführt werden sollten; und
- das untersuchte Werkstoffvolumen im Verhältnis zur Korngröße des Werkstoffs und den erwarteten Spannungszustand.

Es werden Verfahren zur genauen Positionierung und Ausrichtung von Proben in einem Neutronenstrahl sowie zur genauen Festlegung des für die einzelnen Messungen genutzten Werkstoffvolumens beschrieben.

Es erfolgt eine Beschreibung der für die Kalibrierung der zur Neutronenbeugung verwendeten Instrumente erforderlichen Vorkehrungen. Es werden Verfahren vorgestellt, mit denen eine spannungsfreie Referenzprobe hergestellt werden kann.

Die Verfahren zur Durchführung von Einzelmessungen mittels Neutronenbeugung werden ausführlich beschrieben. Es werden Vorgehensweisen zur Analyse der Ergebnisse und zur Bestimmung ihrer statistischen Relevanz vorgestellt. Es werden Hinweise gegeben, wie zuverlässige Schätzwerte von Eigenspannungen aus den Dehnungswerten bestimmt und wie die Unsicherheit der Ergebnisse bestimmt werden kann.

WARNUNG — Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, dass die möglicherweise mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokumentes, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften vor der Anwendung zu bestimmen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 13925-3:2015^{N1}, *Zerstörungsfreie Prüfung — Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien — Teil 3: Geräte*

^{N1} Nationale Fußnote: Das Ausgabejahr ist nicht korrekt. Das korrekte Ausgabejahr lautet EN 13925-3:2005.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Neutronenabsorption

Neutroneneinfang durch einen Atomkern

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Tabelle mit Wirkungsquerschnitten für den Kerneinfang kann dem Literaturhinweis [1] entnommen werden.

3.2

Positionierung

Justierung

Einstellung der Lage und Orientierung der Probe und auch aller Instrumentbestandteile, so dass Messungen genau an dem gewünschten Messort in der Probe durchgeführt werden können

3.3

Anisotropie

Abhängigkeit der Werkstoffeigenschaften von der Richtung in Bezug auf die Probe

3.4

Schwächung

Verringerung der Intensität des Neutronenstrahls

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Schwächung kann durch Anwendung des so genannten „Gesamt-Neutronen-Wirkungsquerschnitts“ berechnet werden, der *Neutronenabsorption* (3.1) und unterschiedliche Kernstreuprozesse umfasst. Die Schwächungslänge ist der Weg innerhalb des Werkstoffes, für den sich die ursprüngliche Neutronenstrahlintensität um $1/e$ verringert.

3.5

Untergrund

Intensität, die als nicht zum *Beugungssignal* (3.13) gehörig betrachtet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Abhängigkeit des Untergrundes vom Streuwinkel oder der *Flugzeit* (3.34) ist nicht ungewöhnlich und kann sich auf die *Peak-Position* (3.11) auswirken, die sich aus der Datenanalyse ergibt.

3.6

strahlbestimmende Optik

Anordnung von Vorrichtungen, die zur Festlegung der Eigenschaften eines Neutronenstrahls, wie beispielsweise Wellenlänge und Intensitätsverteilungen, Divergenz und Form, genutzt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Dazu gehören Vorrichtungen wie z. B. Aperturblenden, Schlitzblenden, Kollimatoren, Monochromatoren und Spiegel.

3.7

Bragg-Kante

drastische Veränderung der Neutronenintensität als Funktion der Wellenlänge oder des Monochromator-Abstrahlwinkels, die der Bedingung $\lambda = 2d_{hkl}$ entspricht, wobei *hkl* eine (*hkl*)-Beugungsgitterebene des untersuchten Werkstoffs angibt

3.8

Bragg-Peak

Intensitätsverteilung des durch eine bestimmte (*hkl*)-Gitterebene gebeugten Neutronenstrahls

3.9

Peak-Höhe

Höchstzahl gezählter Neutronenimpulse des *Bragg-Peaks* (3.8) oberhalb des *Untergrundes* (3.5)

3.10

Peak-Funktion

analytische Formel zur Beschreibung der Form des *Bragg-Peaks* (3.8)

3.11

Peak-Position

Einzelwert, der die Lage eines *Bragg-Peaks* (3.8) beschreibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Peak-Position ist die bestimmende Größe für die Dehnungsberechnung.

3.12

Peak-Intensität

integrierte Intensität

Fläche unterhalb des *Beugungs-Peaks* (3.13) oberhalb des *Untergrundes* (3.5), die üblicherweise aus den entsprechenden Fitparametern einer ausgewählten *Peak-Funktion* (3.10) und einer Untergrundfunktion berechnet wird

3.13

Beugung

Streuung, die durch kohärente Interferenzerscheinungen entsteht

3.14

beugungsbezogene elastische Konstanten

E_{hkl}

ν_{hkl}

elastische Konstanten, die mit der *Beugung* (3.13) aus einzelnen (*hkl*)-Gitterebenen eines polykristallinen Werkstoffs zusammenhängen

3.15

Diffraktogramm

Intensitätsverteilung gebeugter Neutronen von einem kristallinen Werkstoff über die verfügbaren Bereiche von Wellenlänge, *Flugzeit* (3.34) und/oder *Beugungswinkeln* (3.13)

3.16

Halbwertsbreite

HWB

Breite des *Bragg-Peaks* (3.8) bei halber *Peak-Höhe* (3.9) oberhalb des *Untergrundes* (3.5)

3.17

Gesamtspektrumanalyse

Bestimmung der kristallografischen Struktur und/oder Dehnung aus einem gemessenen (Mehr-fach-Peak)-*Diffraktogramm* (3.15) eines polykristallinen Werkstoffes

Anmerkung 1 zum Begriff: Im Allgemeinen wird die Gesamtspektrumanalyse nach dem angewendeten Verfahren bezeichnet (z. B. Rietveld-Verfeinerung). Siehe auch *Einzelpeak-Analyse* (3.31).

3.18

Messvolumen

Volumen, aus dem Informationen erhalten werden

3.19

Gitterkonstanten

Längen- und Winkelmaße der kristallografischen Elementarzelle

3.20

Gitterebenenabstand

***d*-Wert**

Abstand zwischen benachbarten parallelen kristallografischen Gitterebenen

3.21

Spannungen Typ I

Makrospannungen

Spannungen, die sich über eine mit der Struktur oder dem Bauteil vergleichbare Längenskala selbst im Gleichgewicht halten, wodurch sie sich über mehrere Körner und/oder Phasen erstrecken

3.22

Spannungen Typ II

Spannungen, die sich über eine mit der Korngröße vergleichbare Längenskala selbst im Gleichgewicht halten

Anmerkung 1 zum Begriff: Spannungen vom Typ II und Typ III sind zusammen als Mikrospannungen bekannt.

3.23

Spannungen Typ III

Spannungen, die sich über eine Längenskala selbst im Gleichgewicht halten, welche kleiner als die Korngröße sind

Anmerkung 1 zum Begriff: Spannungen vom Typ II und Typ III sind zusammen als Mikrospannungen bekannt.

3.24

monochromatisches Instrument

Neutroneninstrument, bei dem ein schmales Band von Neutronenenergien (Wellenlängen) angewendet wird

3.25

monochromatischer Neutronenstrahl

monochromatischer Strahl

Neutronenstrahl mit einem schmalen Band von Neutronenenergien (Wellenlängen)

3.26

Orientierungsbezogene Verteilungsfunktion

OVF

quantitative Beschreibung der kristallografischen *Textur* (3.32)

Anmerkung 1 zum Begriff: Die orientierungsbezogene Verteilungsfunktion ist zur Berechnung der elastischen Konstanten von texturierten Werkstoffen erforderlich.

3.27

polychromatischer Neutronenstrahl

Neutronenstrahl, der ein breites Band von Neutronenenergien (Wellenlängen) enthält

3.28

Bezugspunkt

Schwerpunkt des instrumentellen *Messvolumens* (3.18)

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe 7.5.

3.29

Reproduzierbarkeit

Grad der Übereinstimmung zwischen Anzeigen oder Messgrößenwerten, die unter Messbedingungen aus einer Reihe von Bedingungen erhalten wurden, welche unterschiedliche Messorte, ausführende Personen, Messsysteme und wiederholte Messungen an demselben Objekt oder an ähnlichen Objekten umfasst

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine gültige Aussage zur Reproduzierbarkeit erfordert eine Festlegung der jeweils veränderten Bedingungen. Diese können das Messprinzip, das Messverfahren, den Beobachter, das Messgerät, die Referenznorm, den Messort, die Nutzungsbedingungen und die Zeit einschließen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Reproduzierbarkeit kann quantitativ in Form der Dispersionseigenschaften der Ergebnisse angegeben werden.

Anmerkung 3 zum Begriff: Ergebnisse verstehen sich hier in der Regel als korrigierte Ergebnisse.

Anmerkung 4 zum Begriff: Diese Definition kombiniert ISO/IEC Guide 99:2007, 2.25, 2.15, und 2.24.

3.30

inkohärenter Streuer

Werkstoff, der auf unkorrelierte Weise Neutronen streut, was zu einem starken *Untergrundsignal* (3.5) und keinen *Bragg-Peaks* (3.8) oder lediglich einigen wenigen Peaks mit niedriger Amplitude führt

3.31

Einzelpeak-Analyse

statistisches Verfahren zur Bestimmung der Kenngrößen eines Peaks und des *Untergrundes* (3.5) aus den gemessenen *Beugungsdaten* (3.13)

3.32

Textur

Vorzugsorientierung von Kristalliten, bezeichnet als kristallografische Textur, oder von anderen mikrostrukturellen Merkmalen, bezeichnet als morphologische Textur, innerhalb einer Probe

3.33

Oberflächen-Scan

Intensitäts-Scan

Verfahren zur Bestimmung der Lage einer Oberfläche oder Grenzfläche einer Probe in Bezug auf den *Bezugspunkt* (3.28)

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Ergebnis wird oftmals als Eintrittskurve bezeichnet.

3.34

Flugzeit

Zeit, die ein Neutron mit einer bestimmten Geschwindigkeit benötigt, um den Weg von einem definierten Ausgangspunkt bis zum Detektor zurückzulegen

3.35

Unsicherheit bei einer Messung

nicht-negativer Parameter, der die Streuung der Werte charakterisiert, die dem Messobjekt zugeordnet werden, auf der Grundlage der benutzten Information

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Messunsicherheit schließt Beiträge ein, die sich aus systematischen Effekten ergeben wie Beiträge, die mit Korrekturen und den zugewiesenen Größenwerten von Mess-Normalen zusammenhängen, sowie die Eigenunsicherheit. Manchmal werden geschätzte systematische Effekte nicht korrigiert, sondern es werden stattdessen zugeordnete Messunsicherheitsbeiträge berücksichtigt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Parameter kann beispielsweise sein: eine Standardabweichung, genannt Standardmessunsicherheit (oder ein vorgegebenes Vielfaches davon), oder die halbe Spannweite eines Intervalls mit einer angegebenen Überdeckungswahrscheinlichkeit.

Anmerkung 3 zum Begriff: Die Messunsicherheit umfasst im Allgemeinen viele Beiträge. Einige davon können mit Hilfe der Ermittlungsmethode A der Messunsicherheit aus der statistischen Verteilung der Größenwerte aus Messreihen ermittelt und durch Standardabweichungen charakterisiert werden. Die anderen Beiträge, die mit der Ermittlungsmethode B der Messunsicherheit ermittelt werden können, können ebenfalls durch Standardabweichungen charakterisiert werden, ermittelt aus Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen auf der Grundlage von Erfahrungen oder anderen Informationen.

Anmerkung 4 zum Begriff: Im Allgemeinen wird für eine Menge an Informationen davon ausgegangen, dass die Messunsicherheit einem gegebenen Größenwert zugeordnet ist, der der Messgröße zugewiesen ist. Eine Änderung dieses Größenwerts führt zu einer Änderung der beigeordneten Unsicherheit.

[QUELLE: ISO/IEC Guide 99:2007, 2.26, modifiziert – Die Benennung wurde von „Unsicherheit einer Messung“ (en: uncertainty of measurement) geändert; die alternativen Benennungen „Messunsicherheit“ (en: measurement uncertainty) und „Unsicherheit“ (en: uncertainty) wurden entfernt.]

4 Symbole und Abkürzungen

4.1 Symbole und Einheiten

a, b, c	Kantenlängen einer Elementarzelle, hier als Gitterkonstanten bezeichnet	nm
B	Untergrund an der Peak-Position	—
d	Gitterebenenabstand	nm
E	makroskopischer Elastizitätsmodul	GPa
E_{hkl}	auf die (hkl) -Beugungsgitterebenen bezogener Elastizitätsmodul	GPa
g	Dehnungsgradient	mm ⁻¹
h	Plancksche Konstante	Js
hkl	Indizes einer kristallografischen Gitterebene ANMERKUNG Im Rest des Dokuments wird bei der Verwendung von (hkl) berücksichtigt, dass in jeder Ebene der Familie $\{hkl\}$ die Beugung jeweils unter den gleichen Bedingungen erfolgt.	
$hkil$	alternative Miller-Index-Schreibweisen einer kristallografischen Gitterebene bei hexagonalen Strukturen	
H	Peak-Höhe oberhalb des Untergrunds	—
I	integrierte Neutronenintensität eines Bragg-Peaks oberhalb des Untergrundes	
$\vec{k}_i, \vec{k}_f$	Wellenvektoren der einfallenden und gebeugten Neutronen	nm ⁻¹
L	Weglänge von der Neutronenquelle zum Detektor	m
l	Länge der Neutronenschwächung	mm
m_n	Neutronenmasse ($1,67 \times 10^{-27}$ kg)	kg
N_n	Gesamtanzahl der gezählten Neutronen	
$\vec{Q}$	Streuvektor ($\vec{k}_f - \vec{k}_i$)	nm ⁻¹
t	Flugzeit der Neutronen von der Quelle zu den Detektoren	s
T	Temperatur	°C oder K
u	Standard-Messunsicherheit	—
x, y, z	Achsen des Proben-Koordinatensystems	

α	Wärmeausdehnungskoeffizient	K ⁻¹
Δ	Schwankung oder Änderung des folgenden Parameters	
ε	elastische Dehnung	—
ε_{ij}	Komponenten des Tensors der elastischen Dehnung	—
ε_{hkl}	auf die $\{hkl\}$ -Beugungsgitterebene bezogene normale elastische Dehnung	—
λ	Wellenlänge der Neutronen	nm
ν	Poissonzahl	
ν_{hkl}	elastische Konstante, die der auf die (hkl) -Beugungsgitterebene bezogenen Poissonzahl entspricht	
$\vec{\sigma}$	Spannung	MPa
σ_{ij}	Komponenten des Spannungstensors	MPa
σ_Y	Fließspannung	MPa
2θ	Beugungswinkel	Grad
ϕ, ψ	Orientierungswinkel	Grad

4.2 Indizes

$hkl, hkil$	geben den Bezug auf die kristallografischen (hkl) - oder $(hkil)$ -Gitterebenen an
x, y, z	geben Komponenten der betreffenden Größe entlang der x -, y - und z -Achsen an
ϕ, ψ	geben die normale Komponente in der (ϕ, ψ) -Richtung der betreffenden Größe an
0 (Null)	gibt den spannungsfreien Wert der betreffenden Größe an
ref	gibt den Referenzwert der betreffenden Größe an

4.3 Abkürzungen

PSD	positionsempfindlicher Detektor (en: Position sensitive detector)
TOF	Flugzeit (en: time-of-flight)
IMV	instrumentelles Messvolumen (en: instrumental gauge volume, IGV)
NMV	Nenn-Messvolumen (en: nominal gauge volume, NGV)
PMV	Probenmessvolumen (en: sampled gauge volume, SGV)

5 Zusammenfassung des Verfahrens

5.1 Allgemeines

In diesem Dokument wird die Bestimmung von Eigenspannungen behandelt, die in technischen Analysen benötigt werden. Die Spannungen werden aus Messungen von Gitterebenenabständen mittels Neutronenbeugung ermittelt. Aus Änderungen dieser Abstände können Werte für die elastische Dehnung abgeleitet und aus diesen wiederum Spannungen berechnet werden. Durch schrittweise Verschiebung einer Probe oder eines Bauteils über den Bezugspunkt können Spannungen an unterschiedlichen Messorten innerhalb der Probe bestimmt werden. In diesem Abschnitt wird das Messverfahren zusammengefasst.

5.2 Überblick über das Prinzip — Bragg'sche Gleichung

Wenn das Gitter eines kristallinen Werkstoffs mit einer durchdringenden Neutronenstrahlung bestrahlt wird, die (eine) Wellenlänge(n) ähnlich den interplanären Abständen hat, wird diese Strahlung in Form deutlicher Bragg-Peaks gebeugt. Der Winkel, bei dem ein solcher Peak auftritt, ist durch die Bragg'sche Beugungsgleichung gegeben, siehe Gleichung (1).

$$2d_{hkl} \cdot \sin\theta_{hkl} = \lambda \quad (1)$$

Dabei ist

λ die Wellenlänge der Neutronen;

d_{hkl} der Abstand zwischen den für die Bragg-Peaks verantwortlichen (hkl)-Gitterebenen;

θ_{hkl} der Bragg'sche Winkel.

Der Peak wird bei einem Winkel $2\theta_{hkl}$ bezogen auf die Richtung des einfallenden Strahls beobachtet, wie in Bild 1 schematisch dargestellt.

5.3 Neutronenquellen

Bei Neutronenbeugung werden Neutronenstrahlen genutzt, die entweder durch Kernspaltung oder durch Kernzertrümmerung (Spallation) entstehen; Spaltung wird vorwiegend in kontinuierlichen Kernreaktoren angewendet und Zertrümmerung in gepulsten Spallationsquellen. In beiden Fällen werden die erzeugten Neutronen so moderiert, dass ihre Energien im thermischen Bereich, d. h. $\lambda \geq 0,09$ nm, liegen. Bei Reaktorquellen wird ein monochromatischer Neutronenstrahl üblicherweise dadurch extrahiert, dass mit einem Kristall-Monochromator aus dem ursprünglich polychromatischen Strahl ein bestimmtes schmales Neutronen-Wellenlängenband ausgewählt wird. Bei Spallationsquellen besteht der Neutronenstrahl üblicherweise aus einer Reihe von Kurzimpulsen, die jeweils ein Wellenlängenspektrum enthalten. Die Geschwindigkeit (und daher die Wellenlänge nach dem de Broglie-Prinzip) eines jeden Neutrons kann durch Messung des bis zum Detektor zurückgelegten Weges und der dafür benötigten Zeit, die als TOF bezeichnet wird, bestimmt werden. TOF-Messungen sind daher wellenlängendispersiv, wobei das gesamte Diffraktogramm bei allen verfügbaren Detektorpositionen aufgezeichnet wird.

5.4 Bestimmung der Dehnung

5.4.1 Allgemeines

Aus der Bragg'schen Gleichung geht hervor, dass der Gitterebenenabstand d ermittelt werden kann, wenn λ und θ durch experimentelle Bestimmung bekannt sind. Die Gitterdehnung wird als relative Änderung von d in Bezug auf den spannungsfreien Gitterebenenabstand d_0 festgelegt. Somit ist die Gitterdehnung für die mit den Miller'schen Indizes hkl gekennzeichneten Gitterebenen durch Gleichung (2) gegeben:

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{0,hkl}}{d_{0,hkl}} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{0,hkl}} \quad (2)$$

Aufgrund des Beugungsvorgangs erfolgt die Messung in Richtung des Streuvektors, $\vec{Q} = \vec{k}_f - \vec{k}_i$, der den Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Strahl halbiert und senkrecht zu den Beugungsebenen verläuft, wie in Bild 1 dargestellt.

5.4.2 Monochromatisches Instrument

Wenn eine Probe mit einem monochromatischen Neutronenstrahl einer festen Wellenlänge bestrahlt wird, kann deren Gitterebenenabstand anhand des beobachteten Bragg'schen Winkels θ bestimmt werden, indem die Bragg'sche Gleichung [siehe Gleichung (1)] in die Dehnungsgleichung [siehe Gleichung (2)] eingesetzt wird. Somit können elastische Gitterdehnungen direkt aus den entsprechenden Bragg'schen Winkeln θ_{hkl} und $\theta_{0,hkl}$ bestimmt und durch Gleichung (3) angegeben werden:

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{\sin\theta_{0,hkl}}{\sin\theta_{hkl}} - 1 \quad (3)$$

5.4.3 Flugzeit-Instrument

Bei einem Flugzeit-Instrument enthält der einfallende Strahl Neutronen, die ein Spektrum von Geschwindigkeiten (d. h. Wellenlängen) abdecken und in Pulsen auf der Probe ankommen. In diesem Fall beugen alle Gitterebenen, senkrecht zum Streuvektor, Neutronen zum Detektor. Die Beugung, die den verschiedenen hkl -Peaks entspricht, wird durch verschiedene Kornfamilien erzeugt. Durch Anwendung der de Broglie-Beziehung und der Bragg'schen Gleichung [siehe Gleichung (1)] nimmt die Flugzeit t_{hkl} für eine bestimmte Wellenlänge, Kristallebene und einen Detektor, der sich beim Winkel 2θ befindet, die in Gleichung (4) angegebene Form an:

$$t_{hkl} = 2 \frac{m_n}{h} \times L \times \sin\theta \times d_{hkl} \quad (4)$$

Durch Lösen von d_{hkl} und $d_{0,hkl}$ und Einsetzen in die Dehnungsgleichung [Gleichung (2)] kann die elastische Dehnung für einen festen Winkel 2θ aus der Flugzeitänderung unter Anwendung von Gleichung (5) berechnet werden:

$$\varepsilon_{hkl} \equiv \frac{t_{hkl} - t_{0,hkl}}{t_{0,hkl}} = \frac{\lambda_{hkl} - \lambda_{0,hkl}}{\lambda_{0,hkl}} \quad (5)$$

oder durch Bildung des Mittelwerts über alle Ebenen unter Anwendung einer Gesamtspektrumanalyse wie z. B. des Verfahrens der Rietveld-Verfeinerung [2] (siehe 7.3.2 und A.7.3).

5.5 Neutronendiffraktometer

Ein monochromatisches Instrument, das üblicherweise zur Bestimmung der Dehnung bei einer kontinuierlichen Quelle eingesetzt wird, ist schematisch in Bild 2 dargestellt. Der polychromatische Neutronenstrahl wird zunächst durch Beugung an einem geeigneten Monochromator auf eine festgelegte Wellenlänge in einen monochromatischen Strahl umgewandelt. Dieser monochromatische Strahl wird räumlich durch geeignete strahlbestimmende Blenden definiert, um einen Strahl mit kontrollierten Maßen zu erzeugen. Die Neutronen in diesem Strahl werden im bestrahlten Probenvolumen gebeugt und durch einen Neutronendetektor eingefangen. In Bild 3 ist ein Beispiel für einen mit einem monochromatischen Instrument erzeugten Beugungs-Peak dargestellt.

Bei den üblicherweise an gepulsten Quellen eingesetzten Flugzeit-Diffraktometern erzeugt jeder Puls ein Beugungsmuster, das sich über einen Bereich von Gitterebenenabständen erstreckt. Bild 4 zeigt ein Flugzeit-Diffraktometer, das üblicherweise für in zwei Richtungen gleichzeitig durchgeführte Bestimmungen der Dehnung an einer gepulsten Quelle eingesetzt wird. Da ein fester Streuwinkel angewendet wird, nutzen die meisten Instrumente an gepulsten Quellen radiale Kollimation. Dadurch können Neutronen über einen weiteren Raumwinkel nachgewiesen werden, als dies mit einer Schlitzblende möglich wäre, wobei jedoch gleichzeitig sichergestellt ist, dass die meisten nachgewiesenen Neutronen aus einem definierten Messvolumen stammen (siehe 7.5). Die Signale der einzelnen Elemente der Detektoranordnung werden kombiniert, wobei ihre jeweils unterschiedlichen Winkelstellungen berücksichtigt werden. Zwei oder mehr Detektoren mit radialen Kollimatoren können angewendet werden, um die gleichzeitige Messung von mehr