



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 301 127 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2

Patentgesetz der DDR

vom 27. 10. 1983

5(51) G 01 N 23/20

in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD G 01 N / 329 576 1	(22)	14. 06. 89	(45)	08. 10. 92
(72)	Kämpfe, Bernd, Doz. Dr. sc. techn., DE; Auerswald, Ellen, Dipl.-Ing., DE; Efanow, Valeri, Dr.-Ing., SU; Körte, Günther, Dr.-Ing., DE; Michel, Bernd, Prof. Dr. sc. nat., DE; Rotsch Helmut, Dr.-Ing., DE; Semjonow, Alexej, Dipl.-Ing., SU; Zenker, Rolf, Dr.-Ing., DE				
(73)	Institut für Mechanik, O - 9010 Chemnitz, DE; Akademie der Wissenschaften, Institut für Maschinenwesen A. A. Blagonrawowa, 101830 Moskau, SU; Technische Universität Chemnitz, O - 9010 Chemnitz, DE				
(54)	Verfahren zur röntgendiffraktometrischen Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand				
(55)	röntgendiffraktometrisches Verfahren; Reflexionswinkel; dehnungsfreier Kristallgitterabstand; kristalline Struktur; Oberfläche; ebener Spannungszustand; Kippwinkel; elastische Kristallgitterdehnung; Dehnungswinkel; Mittelwert				
(57)	Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur röntgendiffraktometrischen Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand an Prüflingen aus Werkstoffen mit kristalliner oder teilkristalliner Struktur, bezüglich deren Oberfläche ein ebener Spannungszustand angenommen werden kann, wobei der einer Art von Kristallgitterebenen zugeordnete Reflexionswinkel unter einem Kippwinkel, der eine dehnungsfreie Richtung bestimmt, vermessen wird. Die Erfindung ist anwendbar als Hilfsmittel bei der röntgenographischen Spannungsmessung sowie zur Prüfung von Werkstoffzuständen und deren Veränderungen durch Prozesse. Gemäß der Erfindung wird als Kippwinkel der dehnungsfreien Richtung ein mittlerer Kippwinkel über alle Drehwinkel einer vollständigen Umdrehung bestimmt, anschließend wird der Reflexionswinkel bei diesem Kippwinkel über die Drehwinkel einer vollständigen Umdrehung vermessen, weiterhin wird der Mittelwert über alle Reflexionswinkel gebildet, welcher dem Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand entspricht.				

Patentansprüche:

1. Verfahren zur röntgendiffraktometrischen Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand an Prüflingen aus Werkstoffen mit kristalliner oder teilkristalliner Struktur, bezüglich deren Oberfläche ein ebener Spannungszustand angenommen werden kann, wobei der einer Art von Kristallgitterebenen zugeordnete Reflexionswinkel unter einem Kippwinkel, der eine dehnungsfreie Richtung bestimmt, vermessen wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Kippwinkel der dehnungsfreie Richtung ein mittlerer Kippwinkel (ψ_0) durch Mittelwertbildung der elastischen Kristallgitterdehnungen ($\varepsilon_{\varphi,\psi}$) über alle Drehwinkel (φ) einer vollständigen Umdrehung bestimmt wird, anschließend der Reflexionswinkel (ϑ) bei diesem konstanten Kippwinkel (ψ_0) über alle oder bestimmte Drehwinkel (φ) einer vollständigen Umdrehung vermessen wird und weiterhin der Mittelwert über alle gemessenen Reflexionswinkel (ϑ) gebildet wird, welcher dem Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand (ϑ_0) entspricht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet durch** eine integrale Messung des Reflexionswinkels (ϑ) über alle Drehwinkel (φ), indem der Mittelwert der Reflexionswinkel (ϑ) während einer stetigen vollständigen Umdrehung des Prüflings um eine Drehachse, welche eine Oberflächennormale des Prüflings in dem Auftreffpunkt des Röntgenprimärstrahls ist, bestimmt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Reflexionswinkel (ϑ) unter Drehwinkel (φ), welche sich aus einer gleichen Teilung des Vollkreises des Drehwinkels (φ) in drei oder vier Teile bestimmen, vermessen werden und der Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand (ϑ_0) durch Bildung des arithmetischen Mittels der gemessenen Reflexionswinkel (ϑ) ermittelt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß mehrere Meßreihen mit unterschiedlichen Ausgangs-Drehwinkeln (φ_0) durchgeführt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur röntgendiffraktometrischen Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand an Prüflingen aus Werkstoffen mit kristalliner oder teilkristalliner Struktur, bezüglich deren Oberfläche ein ebener Spannungszustand angenommen werden kann, wobei der einer Art von Kristallgitterebenen zugeordnete Reflexionswinkel unter einem Kippwinkel, der eine dehnungsfreie Richtung bestimmt, vermessen wird.

Die Erfindung ist insbesondere anwendbar als Hilfsmittel bei der röntgenographischen Spannungsmessung, da es die sichere Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand auch in den Fällen ermöglicht, in denen kein spannungsfreier Vergleichszustand vorliegt.

Darüber hinaus ist das Verfahren vorteilhaft anwendbar zur Prüfung von Werkstoffzuständen mit grobkristalliner bzw. stark gestörter kristalliner Struktur und/oder deren Veränderungen durch technologische Prozesse mit hohem Energieeintrag, wie Elektronenstrahl-, Laserstrahl- oder Plasmastrahlbehandlung oder nach Aufschweiß-, Aufschmelz- und Anschmelzvorgängen von Oberflächen.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Bekanntlich ist die weitgehend fehlerfreie röntgendiffraktometrische Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand bzw., daraus abgeleitet, der dehnungsfreie Abstand der Kristallgitterebenen für röntgendiffraktometrische Messungen bzw. entsprechende Auswertungen von großer Bedeutung.

Die üblichen Verfahren unter Verwendung von spannungsfreien Vergleichsprüflingen bzw. von pulverisierten und spannungsfrei geglähten Probenwerkstoffen besitzen allerdings den Nachteil der Ungenauigkeit bzw. der Verfälschung der realen Verhältnisse an den Kristalliten des Prüflings durch den Pulverisierungs- und auch Glühprozeß.

Im Zusammenhang mit der Ermittlung röntgenographischer Elastizitätskonstanten von Werkstoffen existiert ein bekanntes Verfahren zur Bestimmung der Gitterkonstante des spannungsfreien Zustandes (V. Hauk „Röntgenographische Elastizitätskonstanten [REK]“, HTM-Beiheft 1982, S. 49–57, insb. S. 50/51). Dabei wird mittels einer Belastungseinrichtung in der Oberflächenschicht des Prüflings eine definierte einachsige Beanspruchung erzeugt, welche variiert wird. Die nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren aufgenommenen Meßwertgeraden, deren Anstiege den gewählten Belastungsstufen entsprechen, besitzen einen gemeinsamen Schnittpunkt, welcher den Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand bzw. diesen selbst markiert.

Bei diesem Verfahren ist es nachteilig, daß im allgemeinen von einem weitgehend eigenspannungsfreien Prüflingszustand bzw. einer linearen Superposition der aufgetragenen Lastspannungen zu den vorliegenden Eigenspannungen ausgegangen wird. Darüber hinaus ist die Bestimmung mehrerer Meßgeraden aufwendig und das verwendete Röntgendiffraktometer muß über eine angepaßte Belastungseinrichtung verfügen.

Es ist weiterhin bekannt (E. Paulat, P. Lenk, G. Wieghardt „Röntgenographische Bestimmung von Gitterparameter und Querkontraktionszahl an spannungsbehafteten Karbidschichten auf Werkzeugstahl mit Hilfe der dehnungsfreien Richtungen“, Neue Hütte 28 [1983] 3, S. 113–115), den Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand in der dehnungsfreien

Richtung zu bestimmen. Dabei wird in Richtung der Winkelhalbierenden zwischen den Hauptspannungsrichtungen bei einem Kippwinkel, der nur noch von der Querkontraktionszahl bestimmt wird, der Reflexionswinkel bei unterschiedlichen zusätzlichen Belastungen gemessen. Der gemeinsame Schnittpunkt der aufgenommenen ϑ - $\sin^2\psi$ -Funktionen bestimmt den dehnungsfreien Kristallgitterabstand. Nachteilig bei diesem bekannten Verfahren ist es, daß ein einfacher Eigenspannungszustand mit zwei Hauptspannungsachsen in der Prüflingsoberfläche vorausgesetzt wird, der durchaus nicht dem auf röntgendiffraktometrischen Wege erfaßten oberflächennahen Eigenspannungszustand entsprechen muß. Außerdem muß die Lage der Hauptachsen dieses Eigenspannungszustandes bekannt sein. Der Meß- und Auswerteaufwand ist hoch; die Aufnahme der Meßwertgeraden bei variablem Kippwinkel verursacht weitere Fehler infolge der unterschiedlich angeregten Prüflingstiefen.

Ziel der Erfindung

Es ist Ziel der Erfindung, ein Verfahren zur Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand mittels Röntgendiffraktion anzugeben, wobei in einem einfachen, leicht zu automatisierenden und auszuwertenden Meßzyklus bei Vermeidung von Ungenauigkeiten und Meßfehlern auf zusätzliche Belastungen des Prüflings verzichtet werden kann.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur röntgendiffraktometrischen Bestimmung des Reflexionswinkels für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand an Prüflingen aus Werkstoffen mit kristalliner oder teilkristalliner Struktur, bezüglich deren Oberfläche ein ebener Spannungszustand angenommen werden kann, wobei der einer Art von Kristallgitterebenen zugeordnete Reflexionswinkel unter einem Kippwinkel, der eine dehnungsfreie Richtung bestimmt, vermessen wird, zu schaffen, wobei ein in der Oberfläche des Prüflings vorhandener weitgehend beliebiger Spannungszustand sowohl hinsichtlich der Größe als auch der Richtung der Hauptspannungen nicht bekannt sein muß.

Erfindungsgemäß wird das dadurch erreicht, daß als Kippwinkel der dehnungsfreien Richtung ein mittlerer Kippwinkel durch Mittelwertbildung der elastischen Kristallgitterdehnungen über alle Drehwinkel einer vollständigen Umdrehung bestimmt wird, anschließend der Reflexionswinkel bei diesem konstanten Kippwinkel über alle oder bestimmte Drehwinkel einer vollständigen Umdrehung vermessen wird und weiterhin der Mittelwert über alle gemessenen Reflexionswinkel gebildet wird, welcher dem Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand entspricht.

In einer besonders vorteilhaften Variante erfolgt eine integrale Messung des Reflexionswinkels über alle Drehwinkel, indem der Mittelwert der Reflexionswinkel während einer stetigen vollständigen Umdrehung des Prüflings um eine Drehachse, welche eine Oberflächennormale des Prüflings in dem Auftreffpunkt des Röntgenprimärstrahls ist, bestimmt wird.

Eine andere zweckmäßige Variante ist dadurch gekennzeichnet, daß die Reflexionswinkel unter Drehwinkeln, welche sich aus einer gleichen Teilung des Vollkreises des Drehwinkels in drei oder vier Teile bestimmen, vermessen werden und der Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand durch Bildung des arithmetischen Mittels der gemessenen Reflexionswinkel ermittelt wird. Dabei ist es insbesondere an Prüflingen mit grobkristallinen Oberflächenschichten zur Bestimmung statistisch gesicherter Werte vorteilhaft, daß mehrere Meßreihen mit unterschiedlichen Ausgangs-Drehwinkeln durchgeführt werden.

Ausführungsbeispiele

Die Erfindung wird nachfolgend an zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert. Beiden Beispielen ist zunächst gemeinsam, daß die Untersuchung an einem Prüfling aus Stahl 50 Cr V 4 mit einem Zählrohrdiffraktometer unter Verwendung von $\text{Cr K}\alpha$ -Strahlung bei Beugung an den (211)-Kristallgitterebenen durchgeführt wird.

Der Prüfling unterliegt einem unbekannten Spannungszustand, welcher bezüglich seiner Oberfläche als eben angenommen werden kann. Demgemäß kann die elastische Kristallgitterdehnung $\varepsilon_{\varphi,\psi}$ in der Richtung, die durch einen bestimmten Drehwinkel φ und durch einen Kippwinkel ψ bestimmt ist, wie folgt geschrieben werden:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi,\psi} = & \frac{1}{2} s_2 (\sigma_{11} \sin^2 \psi \cdot \cos^2 \varphi + \sigma_{22} \sin^2 \psi \cdot \sin^2 \varphi \\ & + \sigma_{12} \sin^2 \psi \cdot \sin 2\varphi + \sigma_{13} \sin 2\psi \cdot \cos \varphi \\ & + \sigma_{23} \sin 2\psi \cdot \sin \varphi) + s_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \end{aligned} \quad (1)$$

Dabei sind:

$$\begin{aligned} \sigma_{11}, \sigma_{22} &= \text{Normalspannungen} \\ \sigma_{12}, \dots &= \text{Schubspannungen} \\ \frac{1}{2} s_2, s_1 &= \text{röntgenographische Elastizitätskonstanten} \end{aligned}$$

Bildet man von dieser Funktion den Mittelwert über alle Drehwinkel φ einer vollständigen Umdrehung und setzt den erhaltenen Ausdruck = 0, so erhält man einen mittleren Kippwinkel ψ_0 für den Kippwinkel ψ der dehnungsfreien Richtung

$$\psi_0 = \arcsin \left(+ \sqrt{\frac{-2 \cdot s_1}{\frac{1}{2} s_2}} \right) \quad (2)$$

wofür bei genauer Kenntnis der Querkontraktionszahl ν auch geschrieben werden kann:

$$\psi_0 = \arcsin \left(+ \sqrt{\frac{2\nu}{1+\nu}} \right) \quad (3)$$

Mit den Werten

$$\begin{aligned} s_1 &= -1,25 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N} \\ \frac{1}{2} s_2 &= 5,76 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N} \end{aligned}$$

kann der Kippwinkel $\psi_0 = 41,21^\circ$ berechnet werden.

Nun werden die Reflexionswinkel ϑ auf dem Diffraktometer bestimmt. Dabei wird der Prüfling aus der üblichen symmetrischen Reflexionsstellung um den Kippwinkel $\psi_0 = 41,21^\circ$ verkippt.

Im 1. Beispiel erfolgt diese Bestimmung als integrale Messung des Reflexionswinkel ϑ einer vollständigen Umdrehung, d. h., es wird gemäß

$$\vartheta_0 = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \vartheta(\psi_0) d\varphi \quad (4)$$

der Mittelwert des Reflexionswinkels ϑ während einer stetigen vollständigen Umdrehung des Prüflings um eine Drehachse, welche eine Oberflächennormale des Prüflings in dem Auftreffpunkt des Röntgenprimärstrahls ist, bestimmt. Dieser Mittelwert entspricht dem Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand ϑ_0 . Er wurde im 1. Beispiel mit

$$\vartheta_0 = 78,205^\circ$$

bestimmt.

Im 2. Beispiel werden Reflexionswinkel ϑ bei bestimmten Drehwinkeln φ einer vollständigen Umdrehung des Prüflings vermessen. Diese bestimmten Drehwinkel φ ergeben sich im Beispiel aus einer gleichen Teilung des Vollkreises des Drehwinkels φ in drei Teile. Bei einem Ausgangs-Drehwinkel $\varphi_0 = 0$ wird in den Drehwinkelstellungen $\varphi_0 = 0^\circ$, $\varphi_0 + 120^\circ$, $\varphi_0 + 240^\circ$ gemessen:

$$\begin{aligned} \vartheta_{\varphi_0} &= 78,276^\circ \\ \vartheta_{\varphi_0 + 120^\circ} &= 78,234^\circ \\ \vartheta_{\varphi_0 + 240^\circ} &= 78,102^\circ \end{aligned}$$

Aus diesen gemessenen Werten wird das arithmetische Mittel gebildet, welches dem Reflexionswinkel für den dehnungsfreien Kristallgitterabstand ϑ_0 entspricht.

Dieser Wert wird mit $\vartheta_0 = 78,204^\circ$ bestimmt.

An Prüflingen mit grobkristallinen Oberflächenansichten kann zur Bestimmung statistisch gesicherter Werte dieser Meßvorgang zwecks Mittelwertbildung unter veränderten Ausgangs-Drehwinkeln φ_0 wiederholt werden.