

**Röntgenographische Analyse oberflächennaher Verteilungen
von Eigenspannungen, Phasenzusammensetzungen und
spannungsfreien Gitterkonstanten in vielkristallinen Werkstoffen**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau der
Universität Karlsruhe (TH)
genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Phys. Tilmann Leverenz
aus Stuttgart

Tag der mündlichen Prüfung: 19. Dezember 1997

Hauptreferent: em. Univ.-Prof. Dr.rer.nat. Dr.-Ing. E.h. mult. E. Macherauch

Korreferent: Univ.-Prof. Dr.-Ing. D. Löhe

1. Einleitung	1
2. Grundlagen und Kenntnisstand	3
2.1 Eigenspannungen in homogenen kristallinen Werkstoffen	3
2.2 Beugung von Röntgenstrahlung an vielkristallinen Werkstoffen	4
2.3 Messung und Analyse von Interferenzlinien	7
2.4 Röntgenographische Analyse homogener Spannungszustände	12
2.4.1 Röntgenographische Grundlagen	12
2.4.2 Elastizitätstheoretische Grundlagen	13
2.4.3 Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse	15
2.4.4 Das $\sin^2 \psi$ -Verfahren	16
2.5 Röntgenographische Analyse gradientenbehafteter Spannungszustände	16
2.5.1 Problemstellung	16
2.5.2 Meßverfahren zur Analyse gradientenbehafteter Spannungszustände	18
2.5.3 Auswerteverfahren zur Analyse gradientenbehafteter Spannungszustände ..	19
2.6 Röntgenographische Analyse spannungsfreier Gitterkonstanten	21
2.7 Röntgenographische Phasenanalyse	23
2.7.1 Prinzip der röntgenographischen Phasenanalyse	23
2.7.2 Röntgenographische Analyse gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen	24
3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen	26
3.1 Problemstellung	26
3.2 Numerische Grundlagen der nichtlinearen Anpassung	26
3.3 Berechnung von Startwerten aus den Momenten der Intensitätsverteilung	29
3.4 Beschreibung und Test des entwickelten Programms zur Profilanpassung	33
3.5 Bestimmung von Vertrauensbereichen mit Hilfe von Monte - Carlo - Simulationen	36
3.6 Vergleich der statistischen Fehler bei der Profilanpassung und beim Flächenschwerpunkt- verfahren	37
3.7 Analytische Abschätzung der statistischen Fehler von Profilanpassung und Flächenschwer- punktverfahren	47
3.7.1 Fehlerabschätzung bei der Profilanpassung	47
3.7.2 Fehlerabschätzung beim Flächenschwerpunktverfahren	54
3.8 Zusammenfassung	64

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände	66
4.1 Problemstellung	66
4.2 Berücksichtigung von Brechungseinflüssen bei der röntgenographischen Spannungsanalyse	69
4.3 Verallgemeinerte Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse	74
4.4 Das Abschnitt - Polynom - Verfahren	76
4.5 Statistische Fehlerintervalle berechneter Eigenspannungstiefenverteilungen	80
4.6 Vergleichende Auswertung oberflächennaher gradientenbehafteter Eigenspannungszustände mit dem Polynom- und dem Abschnitt-Polynom-Verfahren	81
4.7 Der Einfluß statistischer Meßwertschwankungen und meßtechnisch nicht erfaßbarer Eindringtiefenbereiche auf die Stabilität des Abschnitt-Polynom-Verfahrens	85
4.8 Zusammenfassung	97
5. Bestimmung gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen	98
5.1 Problemstellung	98
5.2 Tiefenaufgelöste röntgenographische Phasenanalyse bei Zirkonoxid-Keramiken	98
5.3 Modellrechnungen zur Auswertung oberflächennaher gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen	101
5.4 Zusammenfassung	106
6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen	107
6.1 Analyse der oberflächennahen Verteilungen der Eigenspannungen und der Phasenanteile an einer Y_2O_3 -stabilisierten ZrO_2 -Keramik nach unterschiedlichen Schleifbehandlungen	107
6.1.1 Problemstellung	107
6.1.2 Probenmaterial und experimentelle Vorgehensweise	107
6.1.3 Ergebnisse der Eigenspannungsanalysen	110
6.1.4 Ergebnisse der Phasenanalysen	116
6.1.5 Diskussion	121
6.2 Analyse der Verteilungen der Eigenspannungen und der spannungsfreien Gitterkonstanten bei Ti (C-N) - Gradientenschichten auf WC-Co-Hartmetallen	122
6.2.1 Problemstellung	122
6.2.2 Probenmaterial und experimentelle Vorgehensweise	122
6.2.3 Ergebnisse	123
6.2.4 Diskussion	123

6.3. Analyse der Tiefenverteilungen der Eigenspannungen von kugelgestrahlten Proben aus unterschiedlich wärmebehandeltem 42CrMo4	127
6.3.1 Problemstellung	127
6.3.2 Probenmaterial und experimentelle Vorgehensweise	127
6.3.3 Ergebnisse	128
6.3.4 Diskussion	131
7. Zusammenfassung	133
Literatur	135

1. Einleitung

In der Technik sind zahlreiche Oberflächenbehandlungsverfahren wie z.B. Einsatzhärten, Nitrieren, Beschichten, Festwalzen und Kugelstrahlen etabliert, mit denen versucht wird, das Ermüdungs-, Verschleiß- und/oder Korrosionsverhalten von metallischen Bauteilen hinsichtlich der zu erwartenden Beanspruchungen zu optimieren. Diese Prozesse und andere Bearbeitungsverfahren wie Schleifen, Läppen oder Polieren verändern die oberflächennahen Werkstoffbereiche in komplexer Weise. Dabei nimmt die Dicke der beeinflussten Randschicht i.a. mit zunehmender Härte und mit abnehmender Wärmeleitfähigkeit der Bauteile ab. Die durch Bearbeitungen beeinflussten Randschichten von keramischen Bauteilen beispielsweise sind meist nur wenige μm dick. Aufgrund der vielparametrischen Einflüsse, die bei den meisten Oberflächenbehandlungs- und Bearbeitungsverfahren für die Werkstoffeigenschaften bestehen, kommt der Charakterisierung der erzeugten Randschichten eine erhebliche Bedeutung zu. Bei Eigenspannungs-, Phasen- und Texturanalysen in oberflächennahen Bauteilbereichen sind röntgenographische Meßverfahren die Methoden der Wahl. Mit zunehmendem Einsatz harter und insbesondere keramischer Werkstoffe kommt den zerstörungsfreien röntgenographischen Untersuchungen der Tiefenverteilungen von Eigenspannungen und Phasenzusammensetzungen eine wachsende Bedeutung zu. Sie sind jedoch hinsichtlich der Meßtechnik und auch der Auswertetechnik gleichermaßen schwierig.

Röntgenographisch lassen sich unter Variation der Eindringtiefe der Strahlung zerstörungsfrei Aussagen über die Tiefenverteilungen der jeweiligen Meßgröße gewinnen, falls die Dicke der beeinflussten Randzone kleiner als die Eindringtiefe der verwendeten Röntgenstrahlungen ist. Bereits Anfang der 80er Jahre wurden erste methodische Ansätze zur Berücksichtigung von Gradienten bei der röntgenographischen Analyse oberflächennaher Eigenspannungszustände veröffentlicht [1]. Als zentrales Problem ergab sich dabei sehr rasch die Notwendigkeit der Inversion eines Faltungintegrals, die sich physikalisch bedingt als schlecht konditioniert erwies. Daraus leitete sich für derartige Untersuchungen die Forderung nach Variation der Eindringtiefe der benutzten Röntgenstrahlung und der Gitterdehnungsmessungen in möglichst vielen Richtungen ab. Diese Notwendigkeit wurde durch zahlreiche Eigenspannungsanalysen mit Synchrotronstrahlung bestätigt [2-12].

Neben den genannten meßtechnischen Faktoren haben aber auch die gewählten Auswertemethoden einen sehr großen Einfluß auf die Güte der erzielten Ergebnisse. Zunächst ist eine optimierte Bestimmung der Lagen und Integralintensitäten der Interferenzlinien erforderlich. Bei mehrphasigen Werkstoffen und bei niedrig symmetrischen Kristallstrukturen der vorliegenden Phasen der untersuchten Werkstoffe treten häufig überlagerte Interferenzlinien auf, deren Separation nur durch Profilanpassungen möglich ist [13-27]. In keiner der zitierten Arbeiten erfolgte jedoch eine Prüfung der Fehlerschranken der Anpassung. Die Signifikanz der Separation schwacher sowie sehr nahe beieinander liegender Profile ist Gegenstand aktueller Diskussionen. Bei röntgenographischen Analysen müssen für die Tiefenverteilungen der Eigenspannungen bzw. der Phasenzusammensetzungen geeignete Ansätze gewählt werden, da für die notwendige Inversion eines Faltungintegrals keine analytische Lösung existiert. Einfache

1. Einleitung

lineare Ansätze [1, 28] führten zwar meist auf numerisch stabile Lösungen, konnten jedoch die real im erfaßten Eindringtiefenbereich vorliegenden Verteilungen nur in Ausnahmefällen befriedigend beschreiben. In [1, 29] ergab sich auch, daß allgemeine nichtlineare Ansätze zur Bestimmung der Tiefenverteilungen von zwei- und dreiachsigen Spannungszuständen sowie zur Ermittlung der spannungsfreien Gitterkonstanten sehr schnell auf instabile Lösungen führen. Zur Stabilitätsverbesserung wurden daher von [5, 30-32] vernünftig erscheinende Funktionstypen für die Tiefenverteilungen angenommen, allerdings mit der Konsequenz, daß die resultierenden Ergebnisse stark von deren Auswahl beeinflusst wurden. Zudem konnten die gemessenen Linienlageverteilungen zum Teil nur unbefriedigend angenähert werden. Das Polynom-Verfahren [33] beschreibt Eigenspannungstiefenverteilungen mit Hilfe von Polynomen wählbaren Grades, so daß im Prinzip einschränkende Annahmen hinsichtlich deren Verläufe entfallen und außerdem eine Bewertung der Stabilität der Ergebnisse durch Variation des Polynomgrades möglich wird. Allerdings sind oft Polynome hohen Grades erforderlich, die bereits in relativ geringen Oberflächenentfernungen instabil aufschwingende Lösungen ergeben. Das Polynom-Verfahren erfüllt somit ebenfalls nur eingeschränkt die Forderungen nach Allgemeingültigkeit und Stabilität der Lösungen.

Deshalb wurde das Abschnitt-Polynom-Verfahren (AP-Verfahren) [34] entwickelt, das durch eine stetig differenzierbare abschnittsweise Beschreibung vorliegender Eigenspannungstiefenverteilungen mit Hilfe von Polynomstücken eine größeren Flexibilität hinsichtlich der Lösungsfunktionen und eine deutlich verbesserte Lösungsstabilität gewährleistet. Es ermöglicht auch die kombinierte Auswertung von Linienlageverteilungen, die mit unterschiedlichen Verfahren zur Variation der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung ermittelt werden. Außerdem können zur statistischen Absicherung der ermittelten Tiefenverteilungen Vertrauensintervalle angegeben werden.

In der vorliegenden Arbeit werden zunächst die Grundlagen und der aktuelle Kenntnisstand der röntgenographischen Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände und Phasenzusammensetzungen vorgestellt. Danach wird auf die Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen durch geeignet gewählte Funktionen eingegangen. Dabei werden die statistischen Fehler bei der Bestimmung von Linienlagen und Integralintensitäten bei der Profilanpassung sowie bei dem eingeführten Flächenschwerpunktverfahren ermittelt und miteinander verglichen. Anschließend wird das Abschnitt-Polynom-Verfahren vorgestellt und seine Möglichkeiten und Grenzen bei der Analyse gradientenbehafteter Eigenspannungszustände und Phasenzusammensetzungen anhand von Modellrechnungen aufgezeigt. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen an hartbearbeiteten ZrO_2 -Keramiken, an Ti(C-N)-Gradientenschichten sowie an einem kugelgestrahlten Vergütungsstahl schließen die Arbeit ab.

2. Grundlagen und Kenntnisstand

2.1 Eigenspannungen in homogenen kristallinen Werkstoffen

Eigenspannungen sind Spannungen, die in Abwesenheit äußerer Kräfte oder Momente in einem Werkstoff oder Bauteil vorliegen und sich im mechanischen Gleichgewicht befinden. Eigenspannungen sind stets die Folge inhomogener plastischer Formänderungen, die bei der Herstellung und Bearbeitung von Werkstoffen und Bauteilen entstehen. Je nach Vorgeschichte kommt es dabei zur Ausbildung von charakteristischen Eigenspannungszuständen. Man unterscheidet Eigenspannungen I., II. und III. Art [35], deren Summe die lokal vorliegenden Eigenspannungen

$$\sigma^{ES} = \sigma^{ES,I} + \sigma^{ES,II} + \sigma^{ES,III} \quad (1)$$

ergeben. Dies ist in Bild 1 schematisch für den Verlauf der Eigenspannungskomponente σ_y^{ES} längs einer x-Achse in einem homogenen Werkstoff dargestellt.

Eigenspannungen I. Art sind über größere Werkstoffbereiche hinweg hinreichend konstant und durch

$$\sigma^{ES,I} = \left[\frac{\int \sigma^{ES} dV}{\int dV} \right]_{\text{viele Körner}} \quad (2)$$

beschreibbar. Sie sind in ihrer Wirkung äquivalent zu von außen auf Werkstoffe oder Bauteile aufgeprägte Lastspannungen. Die mit den Eigenspannungen I. Art verknüpften Gitterdehnungen führen zu Lageverschiebungen von Röntgeninterferenzlinien und können daraus auf röntgenographischem Wege bestimmt werden.

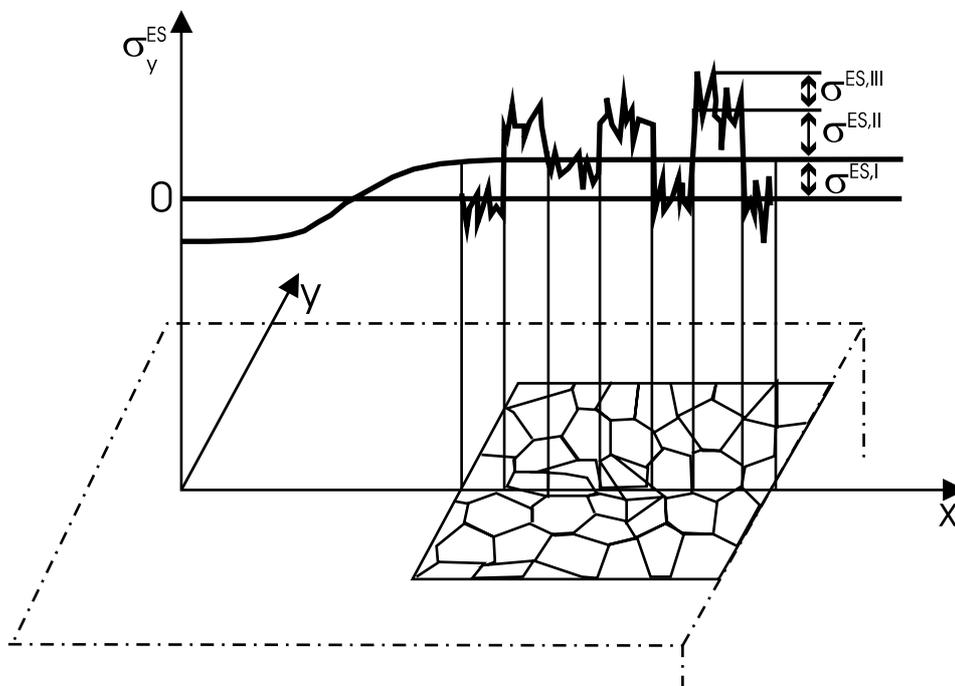


Bild 1: Eigenspannungen I., II. und III. Art in einem homogenen Werkstoff (schematisch).

2. Grundlagen und Kenntnisstand

Eigenspannungen II. Art sind über einzelne Körner bzw. Kornbereiche hinreichend konstant und durch

$$\sigma^{\text{ES,II}} = \left[\frac{\int \sigma^{\text{ES}} dV}{\int dV} \right]_{\text{ein Korn}} - \sigma^{\text{ES,I}} \quad (3)$$

gegeben. Sie bewirken bei homogenen makroskopisch isotropen Werkstoffen keine Verschiebungen der Lage sondern lediglich eine Verbreiterung der Röntgeninterferenzlinien.

Eigenspannungen III. Art schließlich sind bereits über kleinste Gitterbereiche hinweg inhomogen und lokal durch

$$\sigma^{\text{ES,III}} = [\sigma^{\text{ES}} - \sigma^{\text{ES,I}} - \sigma^{\text{ES,II}}]_{\text{an einer Stelle}} \quad (4)$$

bestimmt. Sie sind eine Folge der Eigenspannungsfelder von Gitterbaufehlern und beeinflussen deshalb ebenfalls die Breite und Form, nicht aber die Lage der Röntgeninterferenzlinien.

2.2 Beugung von Röntgenstrahlung an vielkristallinen Werkstoffen

Monochromatische Röntgenstrahlung wird an Gitterebenen $\{hkl\}$ eines Kristalls gebeugt, wenn ihre Wellenlänge λ die Größenordnung der Gitterebenenabstände $D_0^{\{hkl\}}$ des spannungsfreien Kristallgitters erreicht. Konstruktive Interferenz tritt auf, wenn der Gangunterschied zweier Strahlen gerade ein Vielfaches der Wellenlänge λ beträgt. Wie Bild 2 links zeigt, ist dies gerade dann der Fall, wenn der Winkel $2\theta_0^{\{hkl\}}$ zwischen dem einfallenden Strahl der Intensität I_0 und dem reflektierten Strahl der Intensität I die Bragg'sche Gleichung

$$2D_0^{\{hkl\}} \sin \theta_0^{\{hkl\}} = \lambda \quad (5)$$

erfüllt.

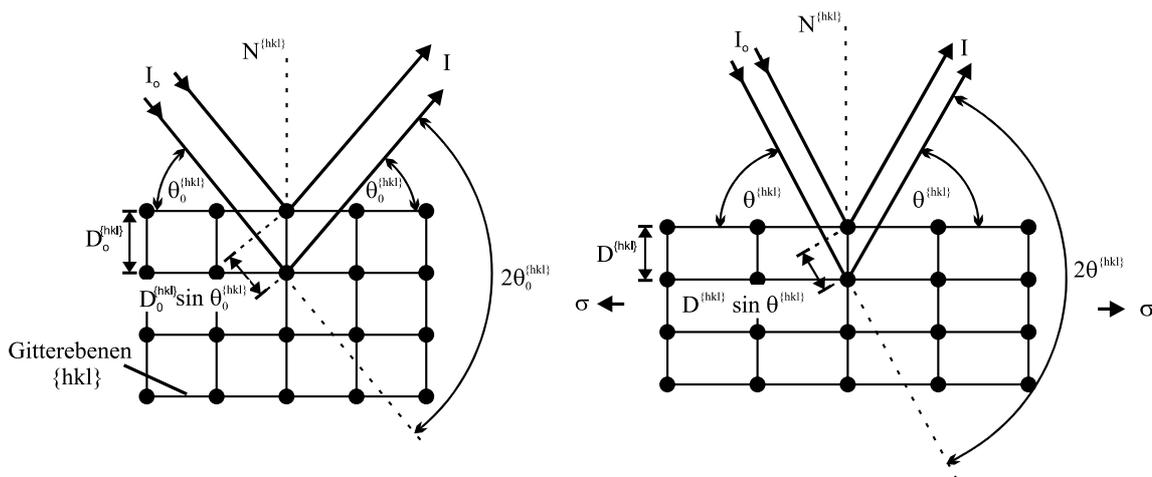


Bild 2: Beugung monochromatischer Röntgenstrahlen an einem unbelasteten (links) und einem mechanisch belasteten Kristallgitter (rechts) nach dem Bragg'schen Reflexionsmodell.

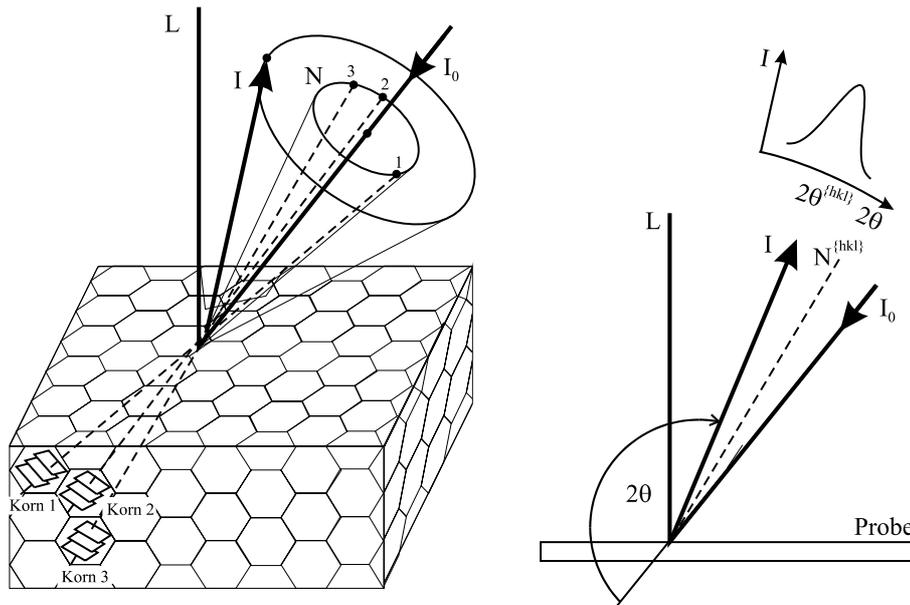


Bild 3: Schematische Darstellung des Normalenkegels (N) und des Interferenzkegels (I) (links) sowie die durch Oberflächenlot (L) und Primärstrahl I_0 aufgespannte Schnittebene durch Normalen- und Interferenzkegel, die bei der Registrierung eines Interferenzprofils durchlaufen wird (rechts).

Bei einem vielkristallinen Werkstoff sind immer genügend Körner im Kristallverbund so orientiert, daß ihrer Gitterebenen vom Typ $\{hkl\}$ die Interferenzbedingung erfüllen. Die Normalen N dieser Ebenen bzw. die zugehörigen abgebeugten Intensitäten I bilden jeweils einen Kegelmantel mit dem Öffnungswinkel $180^\circ - 2\theta^{\{hkl\}}$ bzw. $2(180^\circ - 2\theta^{\{hkl\}})$ um den einfallenden Strahl I_0 (vgl. Bild 3 links). Der in Bild 3 rechts angedeutete Schnitt durch Oberflächenlot L , Primärstrahl I_0 sowie Normalen- und Interferenzkegel bestimmt das Interferenzprofil $I(2\theta^{\{hkl\}})$, wie es mit üblichen Röntgendiffraktometern gemessen wird. Die unter $2\theta^{\{hkl\}}$ abgebeugte Intensität eines Interferenzprofils wird gemäß

$$I = I_0 K_0 |F_{\{hkl\}}|^2 H^{\{hkl\}} LP A M \quad (6)$$

durch mehrere Intensitätsfaktoren bestimmt [36]. Darin ist K_0 eine apparativ bestimmte Konstante. Der Strukturfaktor $F_{\{hkl\}}$ beschreibt das Streuvermögen der Netzebenenschar $\{hkl\}$ in Abhängigkeit der vorliegenden Gitterstruktur sowie der darin enthaltenen Atome und der Flächenhäufigkeitsfaktor $H^{\{hkl\}}$ gibt die Zahl der symmetrieäquivalenten Netzebenenscharen an. Der Lorentz-Polarisationsfaktor LP enthält den Lorentzfaktor L , der berücksichtigt, daß sich die Kristallite abhängig vom Beugungswinkel unterschiedlich schnell durch die Reflexionsstellung drehen, sowie den Polarisationsfaktor P , der die Richtungsabhängigkeit der Intensität der an den Elektronen der Atomhülle abgebeugten Dipolstrahlung beschreibt. Mit dem Absorptionsfaktor A wird die Intensitätsabnahme aufgrund von Absorptionsvorgängen im Werkstoff beschrieben, die vom Laufweg der Strahlung im Werkstoff und damit je nach verwendeter Meßanordnung auch vom Beugungswinkel θ abhängt [37]. Der Temperaturfaktor M schließlich berücksichtigt den Einfluß thermischer Bewegung der Gitterbausteine auf die abgebeugte Intensität. Er weist einen Abfall mit steigendem Winkel θ auf, kann aber über kleinere θ -Bereiche als

2. Grundlagen und Kenntnisstand

konstant angenommen werden [36].

Die Form der mit Röntgendiffraktometern registrierten Interferenzlinien wird sowohl von apparativen als auch von werkstoffspezifischen Faktoren beeinflusst. Strahldivergenzen und endliche Wellenlängenbereiche der verwendeten Röntgenstrahlung führen zu apparativ bedingten Verbreiterungen der Interferenzlinien [38, 39]. Inhomogene Gitterkonstanten sowie inhomogene Makro- und Mikroeigenstressungen in dem röntgenographisch erfassten Werkstoffvolumen bewirken lokale Änderungen der Netzebenenabstände $D^{\{hkl\}}$ und damit werkstoffmikrostrukturbedingte Verbreiterungen der Interferenzlinien, die als physikalische Verbreiterungen bezeichnet werden [40]. Durch destruktive, d.h. unvollständig auslöschende Interferenz, durch Fluoreszenzstrahlung, sowie durch inelastische Compton- und Luftstreuung entsteht eine zusätzliche, meist ebenfalls vom Beugungswinkel 2θ abhängige Untergrundintensität U [41].

Die charakteristischen Kenngrößen einer gemessenen Interferenzlinie sind die Linienlage $2\theta^{\{hkl\}}$, die maximale Intensität I_{\max} und die integrale Intensität I_{int} sowie die Halbwertsbreite HWB und die integrale Breite IB. Diese Größen sind in Bild 4 veranschaulicht. Die Maximalintensität ist die um U reduzierte maximal registrierte Intensität. Jeweils nach Abzug des Untergrunds ist die integrale Intensität gleich der Fläche unter der Interferenzlinie, die Halbwertsbreite die Breite in halber Höhe der Interferenzlinie und die integrale Breite IB die Breite des Rechtecks der Höhe I_{\max} und der Fläche I_{int} . Die Linienlagen $2\theta^{\{hkl\}}$ werden zur röntgenographischen Spannungsanalyse, die Integralintensitäten I_{int} zur röntgenographischen Phasen- und Texturanalyse benutzt. Wegen der apparativen Einflüsse liefern die Halbwertsbreite HWB sowie die integralen Breiten IB lediglich qualitative Informationen über die vorliegende Werkstoff-

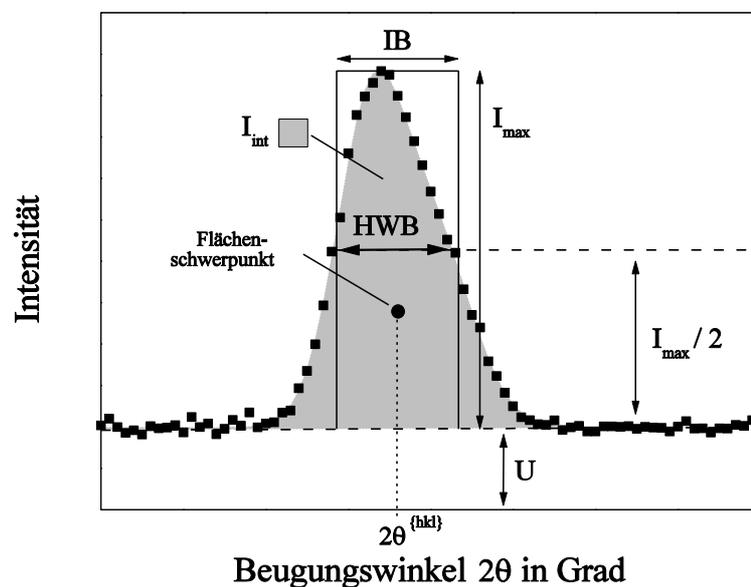


Bild 4: Interferenzlinie mit den Kenngrößen Linienlage $2\theta^{\{hkl\}}$, Maximalintensität I_{\max} , Integralintensität I_{int} , Halbwertsbreite HWB, Integralbreite IB und Untergrund U (schematisch).

mikrostruktur. Genauere Aussagen darüber erlaubt die meß- und auswertetechnisch sehr aufwendige Röntgeninterferenzprofilanalyse (vgl. [42]).

2.3 Messung und Analyse von Interferenzlinien

Bei der Messung von Interferenzlinien werden mit Hilfe geeigneter Detektoren die Intensitätsverteilungen entlang radialer Schnitte durch Interferenzkegel bestimmt. Ein so ermitteltes Interferenzprofil ist in Bild 3 (rechts) schematisch mit eingezeichnet. Zur Registrierung von Interferenzlinien werden, wie in Bild 5 (oben) dargestellt, die zu untersuchenden Probenoberflächen im Zentrum eines Diffraktometers angeordnet. Im gezeigten symmetrischen Fall ist der Einfallswinkel $90^\circ - \theta$ des Primärstrahls gleich dem Ausfallswinkel des abgebeugten Strahls, und die Normalen $N^{\{hkl\}}$ der reflektierenden Gitterebenen fallen mit dem Oberflächenlot L zusammen. Da die Strahlungsquelle aus apparativen Gründen meist feststeht, wird zur Messung der Interferenzlinie $\{hkl\}$ die unter 2θ abgebeugte Intensität I durch Drehung eines Detektors um die $2\theta/\theta$ -Achse in Schritten von δ_{sw} registriert. Die Meßrichtung, die durch die Normalen $N^{\{hkl\}}$ der reflektierenden Gitterebenen als Winkelhalbierende zwischen dem einfallenden Strahl I_0 und dem abgebeugten Strahl I gegeben ist, wird dabei konstant gehalten, indem die Probe synchron in

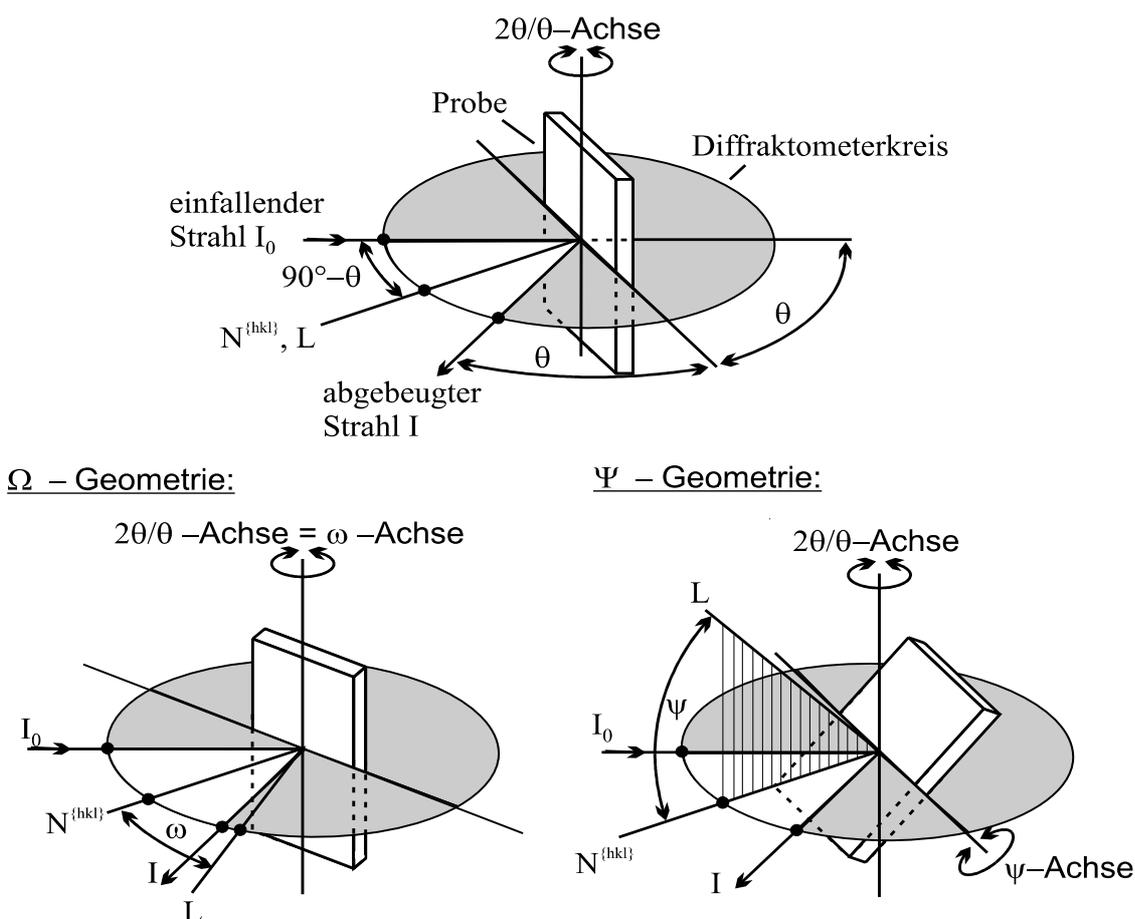


Bild 5: Achsen und Winkel eines Diffraktometers in Ω - und Ψ -Geometrie.

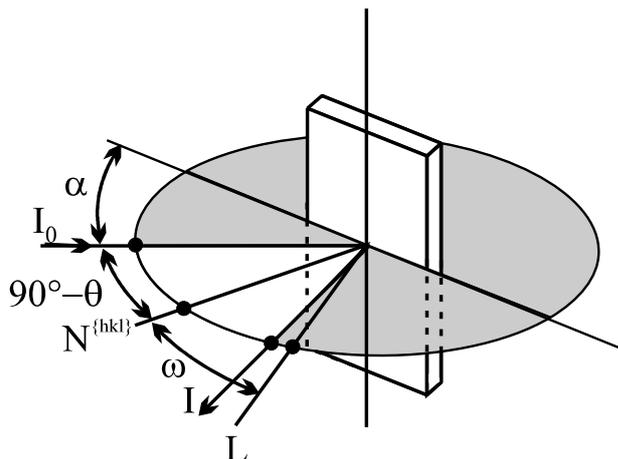


Bild 6: Zusammenhang zwischen den Winkeln θ , ω und α in der Diffraktometerebene.

Schritten von $\delta_{sw}/2$ nachgeführt wird. Das gemessene Interferenzprofil liegt dann, wie in Bild 4 dargestellt, in Form von diskreten Intensitätswerten I_n an den gewählten Stützstellen $2\theta_n$ vor. Zur Variation der Meßrichtung wird die Probe, wie in Bild 5 unten links gezeigt, um den Winkel ω aus der symmetrischen Position heraus um die ω -Achse gedreht. Damit ist eine Verringerung der Eindringtiefe der Strahlung (vgl. Abschn. 2.5) verbunden. Aufgrund des nun mehr asymmetrischen Laufwegs der Röntgenstrahlung in der Probe ($N^{\{hkl\}} \parallel L$) muß ein vom Beugungswinkel θ abhängiger Absorptionsfaktor

$$A(2\theta) = 1 - \tan \omega \cot \theta \quad (7)$$

berücksichtigt werden [37]. Die Absorptionskorrektur der gemessenen Intensität erfolgt nach [41] gemäß

$$I_n^{\text{kor}}(2\theta) = \frac{I_n(2\theta)}{A(2\theta)} \quad (8)$$

Statt des Winkels ω wird in der Literatur vielfach der Winkel

$$\alpha = \theta - \omega \quad (9)$$

verwendet, der wie in Bild 6 veranschaulicht, den Winkel zwischen Primärstrahl und Probenoberfläche in der Diffraktometerebene angibt. Bei Benutzung des Winkels ω wird die 2θ -unabhängige mathematische Beschreibung der betrachteten Richtungen von Gitterdehnungen möglich. Die Benutzung des Winkels α ist immer dann von Vorteil, wenn bei der geometrischen Betrachtung von Eindringtiefen die Richtung des Primärstrahls I_0 relativ zur Probenoberfläche von Bedeutung ist. Darum werden in dieser Arbeit, abhängig von der jeweiligen Problemstellung, beide Winkel verwendet, die gemäß Gl. 9 voneinander abhängig sind.

Neben der Ω -Geometrie ermöglicht auch die in Bild 5 unten rechts dargestellte Ψ -Geometrie eine Variation der Meßrichtung sowie der Eindringtiefe der Strahlung. Dabei wird die Probe um den Winkel ψ aus der symmetrischen Position heraus um die ψ -Achse gedreht. Die Meßrichtung $N^{\{hkl\}}$ ist dann um den Winkel ψ gegenüber dem Oberflächenlot L der Probe geneigt. Aufgrund des dabei symmetrisch

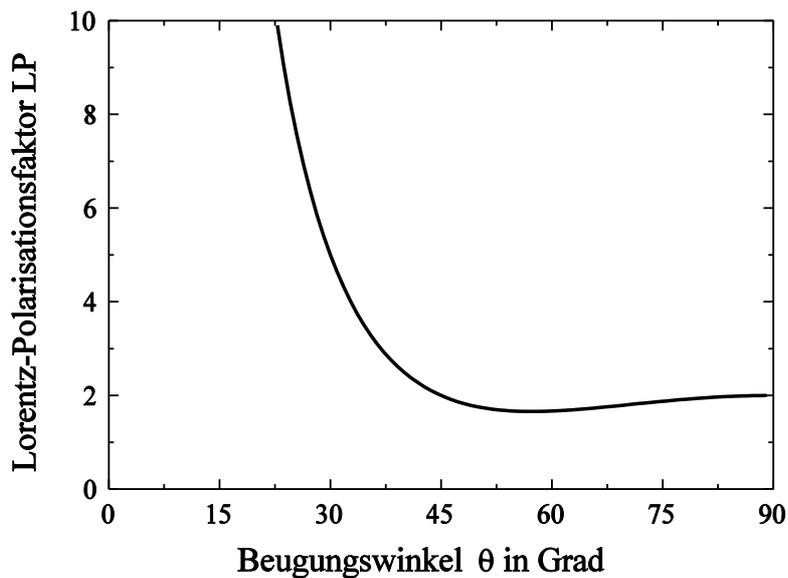


Bild 7: Lorentz-Polarisationsfaktor LP in Abhängigkeit vom Beugungswinkel θ .

bleibenden Laufwegs der Röntgenstrahlung in der Probe ist der Absorptionsfaktor unabhängig vom Beugungswinkel θ , so daß eine Absorptionskorrektur entfallen kann.

Aus röntgenphysikalischen Gründen immer erforderlich ist die Korrektur der registrierten Interferenzen durch Abzug des Strahlungsuntergrunds, der üblicherweise als zwischen den beiden Profilausläufern linear verteilt angenommen wird. Nach dem Untergrundabzug kann eine Lorentz-Polarisations-Korrektur gemäß

$$I_n^{\text{kor}}(2\theta) = \frac{I_n(2\theta)}{LP(2\theta)} \quad (10)$$

erforderlich werden, mit

$$LP(2\theta) = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta} \quad (\text{nach [37]}). \quad (11)$$

In Bild 7 ist der Verlauf des LP-Faktors über dem Beugungswinkel θ gezeigt. Der LP-Faktor ist für Beugungswinkel $\theta \geq 50^\circ$ näherungsweise konstant, so daß LP-Korrekturen nur im Falle relativ breiter Interferenzlinien bei kleinen Beugungswinkeln erforderlich sind.

Wird als Strahlungsquelle die $K\alpha$ -Strahlung von Feinstruktur-Röntgenröhren mit den Wellenlängen $K\alpha_1$ und $K\alpha_2$ verwendet, so tritt eine Überlagerung der den beiden Wellenlängen zukommenden Interferenzlinien auf. Diese sind entweder durch geeignete Korrekturverfahren [43-45] oder durch Profilanpassung trennbar. Liegen überlagerungsfreie Linien vor, so wird als Lage $2\theta^{\{\text{hkl}\}}$ der korrigierten Interferenzlinie

2. Grundlagen und Kenntnisstand

üblicherweise die 2θ -Koordinate des Flächenschwerpunktes des Profils oberhalb eines Schwellwertes von meist 20..30 % der Maximalintensität bestimmt. Dadurch werden die überproportional starken Einflüsse der statistischen Schwankungen in den Profilausläufern auf die Lage des Flächenschwerpunktes unterdrückt (s. z.B. [25, 46]). Erfolgt eine zusätzliche Glättung der Interferenzlinien, so liefert der Flächenschwerpunkt insbesondere bei geringen Maximalintensitäten und hohem Untergrund stabilere Linienlagen als die früher häufiger verwendete Parabelmethode [22, 26], bei der die Scheitelpositionen von in die Profilmaxima gelegten Parabeln bestimmt werden. Die Parabelmethode führt besonders bei sehr breiten Profilen zu großen statistischen Fehlern [46]. Bei asymmetrischen Profilen liefert sie systematische Fehler bei der Linienlagebestimmung [15]. Sind lediglich relative Linienlageverschiebungen geometrisch ähnlicher Profile interessant, so kann auch die Kreuzkorrelationsmethode [47-49] benutzt werden. Die Lage des Maximums der Kreuzkorrelationsfunktion, die aus der Faltung des Interferenzprofils mit einem Referenzprofil entsteht, liefert die Linienlage relativ zur der des Referenzprofils. Dabei werden bei verschlechterter Winkelauflösung statistische Schwankungen kompensiert. Liegen aber überlagerte Profile vor, so ist keines der genannten Auswerteverfahren in der Lage, die Interferenzlinienlagen $2\theta^{\{hkl\}}$ zuverlässig zu bestimmen. Die zugenommene Leistungsfähigkeit von PC's erlaubt heute die rasche rechnerische Trennung von überlagerten Interferenzlinien. Dazu werden geeignete, meist symmetrische glockenförmige Funktionen [13, 14] wie z.B. die Gaussfunktion

$$I_{\text{Gauss}} = I_{\text{max}} e^{-\left(\frac{2\theta - 2\theta^{\{hkl\}}}{0.5b_G}\right)^2} \quad \text{mit } b_G = \frac{\text{HWB}}{\sqrt{\ln 2}} = \frac{2IB}{\sqrt{\pi}}, \quad (12 \text{ a})$$

die Lorentzfunktion

$$I_{\text{Lorentz}} = \frac{I_{\text{max}}}{\left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta^{\{hkl\}}}{0.5\sqrt{2} b_L}\right)^2\right)^2} \quad \text{mit } b_L = \frac{\text{HWB}}{\sqrt{2}\sqrt{\sqrt{2}-1}} = \frac{4IB}{\sqrt{2}\pi} \quad (12 \text{ b})$$

oder die Cauchyfunktion

$$I_{\text{Cauchy}} = \frac{I_{\text{max}}}{1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta^{\{hkl\}}}{0.5b_C}\right)^2} \quad \text{mit } b_C = \text{HWB} = \frac{2IB}{\pi} \quad (12 \text{ c})$$

unter Minimierung der Fehlerquadrate an die gemessenen Intensitätsverläufe angepaßt [15-18]. Bei gleicher Maximal- und Integralintensität sowie demzufolge gleicher integraler Breite zeigt, wie Bild 8 erkennen läßt, die Gauss-Funktion die größte Halbwertsbreite und die geringste Intensität in den Ausläufern, die Cauchy-Funktion dagegen das umgekehrte Verhalten. Die Eigenschaften der Lorentz-Funktion liegen dazwischen. Keine dieser drei Funktionen erlaubt jedoch eine fehlerfreie Beschreibung

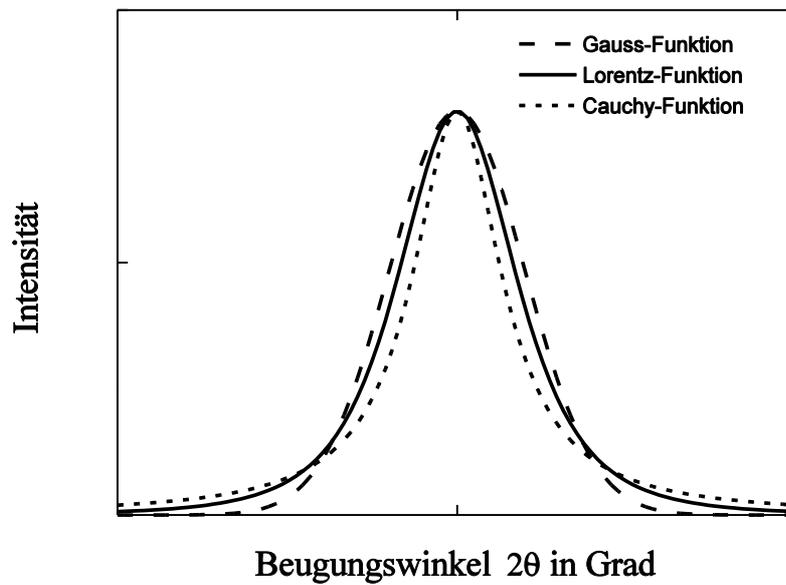


Bild 8: Typische Profilformen der Gauss-, Lorentz- und Cauchy-Funktionen bei gleichen Integralintensitäten und Integralbreiten.

gemessener Interferenzprofile, weil diese jeweils durch unterschiedliche apparative und physikalische Gegebenheiten verändert werden. Besser bewährt haben sich die ebenfalls symmetrischen Voigt-Funktionen [19]

$$I_{\text{Voigt}} = I_{\text{max}} \left[\frac{1 - \eta}{1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta^{\{hkl\}}}{0.5b_v} \right)^2} + \eta e^{-\left(\frac{2\theta - 2\theta^{\{hkl\}}}{0.5b_v} \right)^2} \right] \text{ mit } b_v = \frac{2IB}{(1 - \eta)\pi + \eta\sqrt{\pi}} \quad (13 \text{ a})$$

und Pearson VII (PVII)-Funktionen [16]

$$I_{\text{Pearson-VII}} = \frac{I_{\text{max}}}{\left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta^{\{hkl\}}}{0.5\sqrt{m} b_p} \right)^2 \right)^m} \text{ mit } b_p = \frac{\text{HWB}}{\sqrt{m}\sqrt{2^{1/m} - 1}} = \frac{2IB}{\sqrt{\pi m}} \frac{\Gamma(m)}{\Gamma(m - 1/2)} \quad (13 \text{ b})$$

die kontinuierlich den Bereich zwischen Cauchy- und Gauss-Funktionen durch Variation eines Formparameters η bzw. m überstreichen. Die HWB der Voigt-Funktionen läßt sich nicht geschlossen darstellen.

Die bei der Fehlerquadratminimierung entstehenden Gleichungssysteme sind bei Anwendung aller angeführten Funktionen nichtlinear und können nur iterativ gelöst werden. Dazu sind Startwerte der zu bestimmenden Parameter erforderlich, von deren Qualität die Konvergenz der jeweiligen Iteration

2. Grundlagen und Kenntnisstand

abhängt. Da diese Startwerte stets überprüft werden mußten, war bisher kein vollautomatischer routinemäßiger Einsatz der Profilanpassung bei der Auswertung von intensitätsschwachen oder überlagerten Interferenzprofilen möglich [23]. Außerdem ist bei nichtlinearen Anpassungen eine Angabe von Vertrauensintervallen für die zu bestimmenden Parameter problematisch [24]. Für die zuerst genannten Verfahren zur Linienlagebestimmung existieren hingegen relativ einfache Methoden zur Fehlerabschätzung [25-27]. Als Vorteil bietet die Profilanpassung die automatische Mitbestimmung der Integralintensitäten und Integralbreiten, die bei den anderen Verfahren zur Linienlageermittlung zusätzliche Rechnungen erfordern [25].

2.4 Röntgenographische Analyse homogener Spannungszustände

2.4.1 Röntgenographische Grundlagen

Die homogene einachsige elastische Beanspruchung eines Vielkristalls führt, wie in Bild 9 links dargestellt, zu einer Änderung der Abmessungen und damit in dem durch feinere Schraffur hervorgehobenen Werkstoffvolumen zu einer makroskopischen Längsdehnung

$$\epsilon_x = \frac{X - X_0}{X_0} = \frac{\sigma_x}{E} = \epsilon_{\psi=90^\circ} \quad (14 a)$$

in x-Richtung parallel zu σ_x . Senkrecht dazu tritt die Querdehnung

$$\epsilon_z = \frac{Z - Z_0}{Z_0} = -\frac{\nu}{E} \sigma_x = \epsilon_{\psi=0^\circ} \quad (14 b)$$

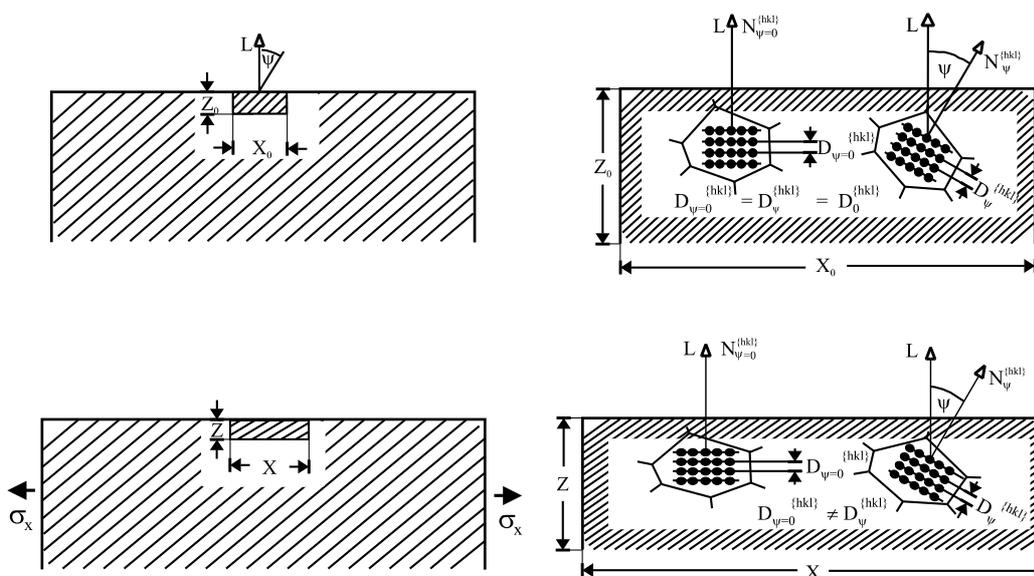


Bild 9: Definition von Makro- und Gitterdehnungen.

2.4 Röntgenographische Analyse homogener Spannungszustände

und unter dem Winkel ψ gegenüber dem Oberflächenlot L die Dehnung

$$\varepsilon_{\psi} = \left[\frac{\nu + 1}{E} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} \right] \sigma_x \quad (15)$$

auf. Dabei ist E der Elastizitätsmodul und ν die Querkontraktionszahl. Die aus den makroskopischen Dehnungen resultierenden Abstandsänderungen der Gitterebenen $\{hkl\}$ von zwei unterschiedlich zum Oberflächenlot orientierten Kristalliten sind in Bild 9 rechts schematisch dargestellt. Werden mit $D_0^{\{hkl\}}$ die Netzebenenabstände im spannungsfreien Zustand und mit $D^{\{hkl\}}$ diejenigen unter Einwirkung der Spannung σ_x bezeichnet, so lassen sich analog zu Gl. 14 Gitterdehnungen durch

$$\varepsilon^G = \frac{D^{\{hkl\}} - D_0^{\{hkl\}}}{D_0^{\{hkl\}}} \quad (16)$$

definieren. Diese führen wegen der Gitterebenenabstandsänderungen $D^{\{hkl\}} - D_0^{\{hkl\}}$ zu einer Verschiebung der Lagen der zugehörigen Interferenzlinien (vgl. Bild 2 rechts) um $2\theta^{\{hkl\}} - 2\theta_0^{\{hkl\}}$. Die totale Differentiation der Bragg-Gleichung ergibt als Zusammenhang zwischen den mit Diffraktometern meßbaren Linienlageverschiebungen und den interessierende Gitterdehnungen [35]

$$\varepsilon^G = -\frac{1}{2} (2\theta^{\{hkl\}} - 2\theta_0^{\{hkl\}}) \cot \theta_0^{\{hkl\}} \quad (17)$$

2.4.2 Elastizitätstheoretische Grundlagen

Liegt mit Bezug auf das in Bild 10 gezeigte probenfeste Koordinatensystem ein oberflächenparalleler zweiachsiger Hauptnormaleigenspannungszustand

$$\begin{pmatrix} \sigma_{ij}^{ES} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_1^{ES} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2^{ES} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (18)$$

mit den Hauptnormaleigenspannungen σ_1^{ES} in x_1 -Richtung im Azimut $\varphi=0^\circ$ sowie σ_2^{ES} in x_2 -Richtung im Azimut $\varphi=90^\circ$ vor, so ist dieser über das verallgemeinerte Hooke'sche Gesetz

$$\varepsilon_{ij} = \frac{\nu + 1}{E} \sigma_{ij} - \delta_{ij} \frac{\nu}{E} \sigma_{kk} \quad (19)$$

mit einem dreiachsigen Dehnungszustand

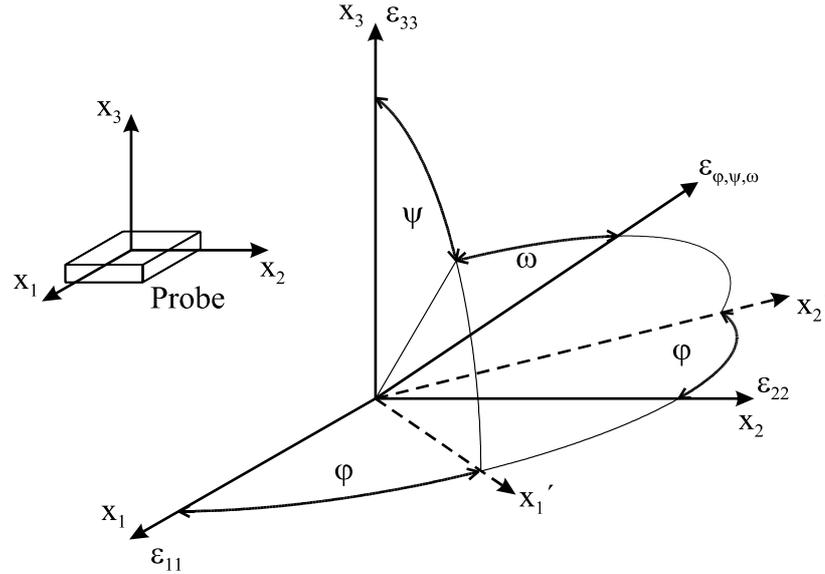


Bild 10: Festlegung des probenfesten Koordinatensystems und der Winkelbezeichnungen.

$$(\epsilon_{ij}) = \frac{1}{E} \begin{pmatrix} \sigma_1^{ES} - \nu \sigma_2^{ES} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2^{ES} - \nu \sigma_1^{ES} & 0 \\ 0 & 0 & -\nu (\sigma_1^{ES} + \sigma_2^{ES}) \end{pmatrix} \quad (20)$$

verknüpft. Dabei ist wieder E der Elastizitätsmodul und ν die Querkontraktionszahl sowie δ_{ij} das Kronecker-Symbol. Die Dehnung $\epsilon_{\varphi,\psi,\omega}$ in einer beliebigen Richtung φ, ψ, ω , die durch entsprechende Drehungen der Probe im Diffraktometerzentrum ermittelt werden kann, ist identisch mit der Dehnung ϵ_{33}^L in Richtung der x_3^L -Achse des sogenannten Laborkoordinatensystems $\mathbf{X}^L = (x_1^L, x_2^L, x_3^L)^T$. Dieses ergibt sich durch Drehungen des Probensystems zunächst um den Winkel φ um die x_3 -Achse, dann um den Winkel ψ um die neue x_2 -Achse (x_2') sowie abschließend um den Winkel ω um die neue x_1 -Achse. Für den Dehnungstensor gilt dann die Transformationsvorschrift

$$\epsilon_{\varphi,\psi,\omega} = \epsilon_{33}^L = t_{3k} t_{31} \epsilon_{k1} \quad (21)$$

mit den dabei benötigten Komponenten der Drehmatrix $T_{\varphi,\psi,\omega}$ (siehe z.B. [50])

$$\begin{aligned} t_{31} &= \cos \varphi \sin \psi \cos \omega + \sin \varphi \sin \omega, \\ t_{32} &= \sin \varphi \sin \psi \cos \omega - \cos \varphi \sin \omega \\ \text{sowie } t_{33}^2 &= \cos^2 \psi \cos^2 \omega = 1 - t_{31}^2 - t_{32}^2. \end{aligned} \quad (22)$$

Damit und mit Gl. 20 liefert Gl. 21 als Beziehung zwischen Eigenspannungen und Dehnungen

$$\epsilon_{\varphi,\psi,\omega} = \frac{1}{E} \left[\left\{ (\nu + 1) t_{31}^2 - \nu \right\} \sigma_1^{ES} + \left\{ (\nu + 1) t_{32}^2 - \nu \right\} \sigma_2^{ES} \right], \quad (23)$$

aus der sich alle Verfahren zur röntgenographischen Analyse oberflächenparalleler zweiachsiger

Hauptnormalspannungszustände ableiten.

2.4.3 Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse

Die Identifizierung der nach Gl. 17 in den Richtungen φ, ψ, ω ermittelten Gitterdehnungen ε^G mit den in diesen Richtungen elastizitätstheoretisch nach Gl. 23 zu erwartenden Dehnungen $\varepsilon_{\varphi, \psi, \omega}$ liefert als Grundgleichung für röntgenographische Spannungsanalysen [51] bei zweiachsigen oberflächenparallelen Hauptnormalspannungszuständen

$$2\theta_{\varphi, \psi, \omega} = 2\theta_0^{\{hkl\}} - \frac{2 \tan \theta_0^{\{hkl\}}}{E^{\{hkl\}}} \left[\left\{ (v^{\{hkl\}} + 1) t_{31}^2 - v^{\{hkl\}} \right\} \sigma_1^{ES} + \left\{ (v^{\{hkl\}} + 1) t_{32}^2 - v^{\{hkl\}} \right\} \sigma_2^{ES} \right]. \quad (24)$$

Dabei werden allerdings zur Berücksichtigung der Einflüsse der elastischen Anisotropie der Kristallite in Gl. 23 die makroskopischen Werte für E und v durch von den betrachteten Gitterebenen $\{hkl\}$ abhängigen röntgenographischen Werten des Elastizitätsmoduls $E^{\{hkl\}}$ und der Querkontraktionszahl $v^{\{hkl\}}$ ersetzt, die entweder aus Einkristalldaten berechnet [52-56] oder experimentell bestimmt werden können [57-59]. Für zahlreiche Werkstoffe liegen diese Konstanten in [60] tabelliert vor. Aus hinreichend vielen unter verschiedenen Probenorientierungen φ, ψ, ω gemessenen Linienlagen $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}$ lassen sich dann mit Hilfe von Gl. 24 die Hauptnormaleigenspannungen σ_1^{ES} und σ_2^{ES} bestimmen.

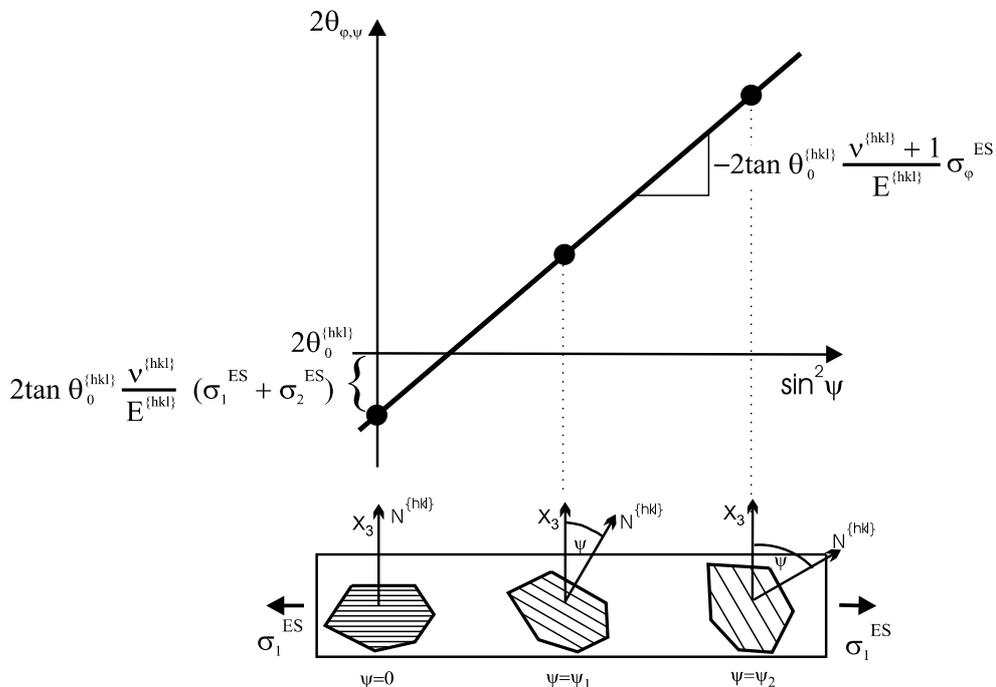


Bild 11: Spannungsermittlung nach dem $\sin^2 \psi$ -Verfahren (schematisch).

2. Grundlagen und Kenntnisstand

2.4.4 Das $\sin^2 \psi$ -Verfahren

Das $\sin^2 \psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsanalyse [61] erlaubt unter Voraussetzung eines zweiachsigen oberflächenparallelen Spannungszustandes relativ einfach die Ermittlung einzelner Normalspannungskomponenten σ_φ in jedem beliebigen Azimut φ . Dabei werden mit $\omega=0^\circ$, also bei $\alpha = \theta$ (vgl. Bild 6), in einem ausgewählten Azimut φ unter verschiedenen Distanzwinkeln ψ heute meist mit Hilfe eines ψ -Diffraktometers [62] Interferenzlinien registriert und deren Lagen bestimmt. Für diesen Fall folgt aus Gl. 24 mit

$$\sigma_\varphi^{\text{ES}} = \cos^2 \varphi \sigma_1^{\text{ES}} + \sin^2 \varphi \sigma_2^{\text{ES}} \quad (25)$$

die Grundgleichung des $\sin^2 \psi$ -Verfahrens

$$2\theta_{\varphi,\psi} = 2\theta_0^{\{hkl\}} + 2 \tan \theta_0^{\{hkl\}} \frac{v^{\{hkl\}}}{E^{\{hkl\}}} (\sigma_1^{\text{ES}} + \sigma_2^{\text{ES}}) - 2 \tan \theta_0^{\{hkl\}} \frac{v^{\{hkl\}} + 1}{E^{\{hkl\}}} \sigma_\varphi^{\text{ES}} \sin^2 \psi. \quad (26)$$

Trägt man danach die gemessenen Linienlagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ über $\sin^2 \psi$ auf, so ergibt sich nach Gl. 26 ein linearer Zusammenhang. Dies ist in Bild 11 schematisch veranschaulicht. Da die Steigung der Ausgleichsgeraden durch die Meßpunkte abgesehen von einem schwachen $\tan \theta_0^{\{hkl\}}$ -Einfluß von der spannungsfreien Linienlage $2\theta_0^{\{hkl\}}$ unabhängig ist, ist offensichtlich die Bestimmung der interessierenden Normalspannungen σ_φ ohne exakte Kenntnis der absoluten Linienlagen $2\theta_0^{\{hkl\}}$ möglich.

2.5 Röntgenographische Analyse gradientenbehafteter Spannungszustände

2.5.1 Problemstellung

Schon 1939 wurde von [63] vorgeschlagen, Abweichungen der Ergebnisse von röntgenographischen Spannungsanalysen bei verschiedenen Eindringtiefen mit tiefenabhängigen Änderungen des Eigen-

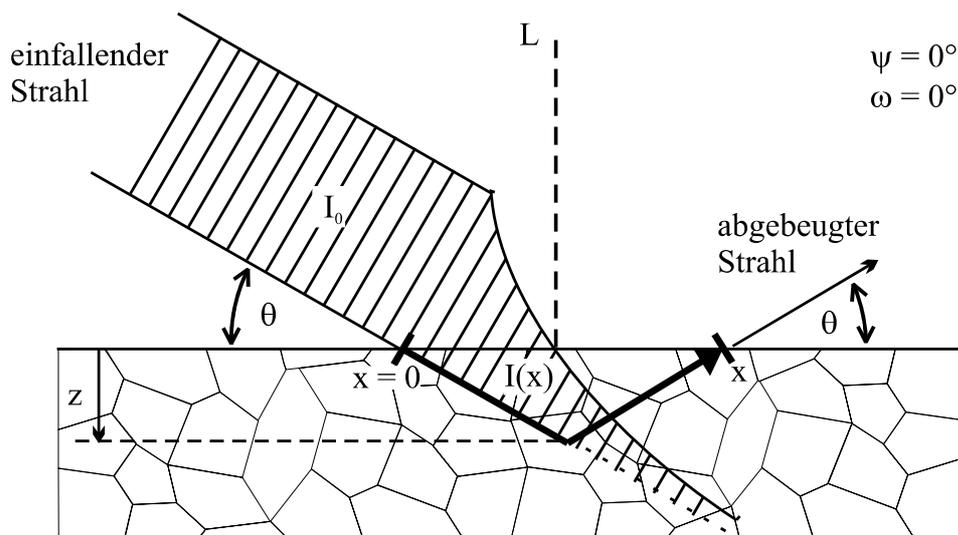


Bild 12: Exponentielle Schwächung eines in der Tiefe z abgelenkten Röntgenstrahls in einem Vielkristall längs eines Laufwegs x (schematisch).

2.5 Röntgenographische Analyse gradientenbehafteter Spannungszustände

spannungszustandes und/oder der spannungsfreien Gitterkonstanten zu erklären. Der erste Ansatz zur Berücksichtigung von oberflächennahen Eigenspannungsgradienten bei röntgenographischen Eigenspannungsanalysen wurde 1948 von [64] veröffentlicht, der die ermittelten Eigenspannungswerte als die von den in der jeweiligen Tiefe abgebeugten Intensitäten gewichteten Mittelwerte der vorliegenden Eigenspannungstiefenverteilungen interpretierte. Diese gewichtete Mittelung ergibt sich daraus, daß Röntgenstrahlung wie in Bild 12 schematisch gezeigt, entlang eines Wegelements dx eine Schwächung ihrer Intensität $I(x)$ von

$$dI = -\mu I(x) dx \quad (27)$$

erfährt. Dabei ist μ der lineare Schwächungskoeffizient des untersuchten Materials für die verwendete Röntgenstrahlung. In [65] sind die linearen Schwächungskoeffizienten der natürlichen Elemente für Wellenlängen $0.04 \text{ nm} \leq \lambda \leq 121.5 \text{ nm}$ tabelliert. Zwischen dem Laufweg x und dem Oberflächenabstand $z = -x_3$ besteht bei gegebenen ψ , θ und ω der einfache geometrische Zusammenhang

$$x = \frac{z}{\cos \psi} \left(\frac{1}{\sin(\theta - \omega)} + \frac{1}{\sin(\theta + \omega)} \right). \quad (28)$$

Integration von Gl. 27 liefert mit Gl. 28 das Schwächungsgesetz

$$I = I_0 e^{-z/z^*}, \quad (29)$$

wobei die Eindringtiefe

$$z^* = \frac{\cos \psi}{\mu} \left(\frac{1}{\sin(\theta - \omega)} + \frac{1}{\sin(\theta + \omega)} \right)^{-1} = z_0 \cos \psi \quad (30)$$

als die Dicke der Randschicht festgelegt ist, aus der 63 % der abgebeugten Intensität stammt. z_0 ist die maximale Eindringtiefe bei $\psi=0^\circ$. Als Konsequenz der exponentiellen Schwächung der Röntgenstrahlung entlang ihres Laufwegs im Meßobjekt ergeben sich alle röntgenographisch ermittelten Größen als die mit den in der jeweiligen Tiefe abgebeugten Strahlungsanteilen gewichtete Mittelwerte der als Funktion des Oberflächenabstandes real vorliegenden Größen. Damit werden die gemessenen Linienla-

$$2\theta_{\varphi, \psi, \omega}(z^*) = \frac{\int_0^s 2\theta_{\varphi, \psi, \omega}(z) e^{-z/z^*} dz}{\int_0^s e^{-z/z^*} dz} \quad (31)$$

2. Grundlagen und Kenntnisstand

und die daraus nach Gl. 24 ermittelten Eigenspannungswerte

$$\sigma_i^{\text{ES}}(z^*) = \frac{\int_0^S \sigma_i^{\text{ES}}(z) e^{-z/z^*} dz}{\int_0^S e^{-z/z^*} dz} \quad i = 1, 2 \quad (32)$$

von der Eindringtiefe z^* und von der Probendicke S abhängige Funktionen der oberflächennah vorliegenden Verteilungen der Linienlage $2\theta_{\varphi,\psi,\omega}(z)$ und der Eigenspannungen $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$. Zur Bestimmung von interessierenden Eigenspannungstiefenverläufen $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$ muß das Integral in Gl. 32 in geeigneter Weise invertiert werden. Da für Integraltransformationen dieses Typs keine analytischen Rücktransformationen existieren, können die Berechnungen nur numerisch erfolgen [66]. Als zentrales Problem erwies sich dabei rasch die mangelhafte Stabilität der erhaltenen Resultate wegen der schlechten Konditionierung der zu lösenden Gleichungssysteme. Bereits bei geringen Streuungen der gemessenen Linienlagen sowie bei experimentellen Einschränkungen hinsichtlich der Variation der Meßrichtung und der Eindringtiefe treten numerisch instabile Lösungen für die Eigenspannungstiefenverläufe auf. Daraus resultierte die Forderung nach Variation der Eindringtiefe der benutzten Röntgenstrahlung in möglichst weiten Bereichen und Gitterdehnungsmessungen in möglichst vielen Richtungen gegenüber dem Oberflächenlot der Meßobjekte [3].

2.5.2 Meßverfahren zur Analyse gradientenbehafteter Spannungszustände

Aus den zuletzt genannten Gründen wurden von verschiedenen Autoren unterschiedliche Meßstrategien entwickelt. Von [3, 34, 67, 68] wurde eine Variation der Eindringtiefe über Gitterdehnungsmessungen an verschiedenen Gitterebenen $\{hkl\}$ mit derselben Röntgenstrahlung realisiert. Dazu mußten die röntgenographischen Elastizitätskonstanten (REK) [58] sehr genau bekannt und Eigenspannungen II. Art vernachlässigbar klein sein. Außerdem war die Messung absoluter Linienlagen im gesamten 2θ -Bereich erforderlich. Auch bei der Variation der Eindringtiefe durch Messungen mit Röntgenstrahlen unterschiedlicher Wellenlänge [9, 31, 69-71] müssen zunächst die absoluten Lagen der Interferenzlinien bestimmt werden. Zusätzlich ist die genaue Kenntnis der Wellenlängenabhängigkeit des linearen Schwächungskoeffizient $\mu(\lambda)$ erforderlich [71]. Beim Arbeiten mit ψ -Diffraktometern lassen sich die Forderungen nach möglichst weiter Variation der Eindringtiefe und der Meßrichtungen gleichzeitig durch Gitterdehnungsmessungen in einem möglichst großen Distanzwinkelbereich $-90^\circ < \psi < 90^\circ$ gegenüber der Oberflächennormalen unter einem oder unter mehreren Azimutwinkeln φ erfüllen. Die wirksamsten Verbesserungen der Lösungen ergaben sich durch Einbezug nahezu oberflächenparalleler Gitterdehnungsbestimmungen an einer Interferenz $\{hkl\}$, die für $|\psi| \geq 80^\circ$ mit gleichzeitig sehr kleinen Eindringtiefen der Strahlung erfolgten [7, 9-12]. Von [2, 12, 72] wurden Messungen an dünnen Schichten zur Vermeidung von Substrateinflüssen mit nahezu streifendem Einfall des Primärstrahls unter Reduzierung des Einfallswinkels α durchgeführt. Dabei erfolgte nach Bild 6 die Beugung an

Gitterebenen, deren Normalen um den Winkel $\omega = \theta^{\{hkl\}} - \alpha$ gegen das Oberflächenlot der Meßobjekte geneigt waren. Der asymmetrische Strahlengang erfordert sowohl eine Absorptionskorrektur [41], wie in Abschn. 2.3 beschrieben, als auch eine Brechungskorrektur [2, 73], wegen der Annäherung des Winkels zwischen Röntgenstrahl und Probenoberfläche an den Winkel der Totalreflexion. Eine Variation der Eindringtiefe kann dabei sowohl durch Messungen an mehreren Gitterebenen [72] als auch durch eine ψ -Änderung in einem eingeschränkten ψ -Bereich [12] erfolgen.

Bei der sogenannten Streuvektor-Methode [74] wird die Probe um den Streuvektor gedreht, der parallel zur Normalen $N^{\{hkl\}}$ der beugenden Netzebenen liegt. Dabei erreicht man eine Eindringtiefevariation bei konstantem Winkel ψ , was die spätere Auswertung deutlich vereinfacht. Dieser bei Einkristallen oder auch bei texturbehafteten Vielkristallen durchaus interessante Ansatz erfüllt aber nicht die Forderung nach Gitterdehnungsmessungen in möglichst vielen Richtungen zum Oberflächenlot der Meßobjekte. Bei den drei letztgenannten Vorgehensweisen führen aufgrund der Strahldivergenz sowie der geometrischen Gegebenheiten bei flachen Einfallswinkeln bereits sehr kleine Dejustierungen der Probe und des Primärstrahls zu großen Fehlern in den gemessenen Linienlagen. Darum müssen die Messungen grundsätzlich unter Verwendung quasi-paralleler Strahlführungen mit Strahldivergenzen $\leq 0.1^\circ$ durchgeführt werden, was mit Soller-Kollimationen und/oder Sekundärmonochromatoren möglich ist. Diese bewirken zwar verbesserte Winkelauflösungen und daraus resultierend schmalere Interferenzprofile, aber auch deutliche Intensitätsabminderungen [75]. Deshalb ist die Nutzung von Synchrotron-Röntgenstrahlungen, die sich durch hohe Intensität und gute Parallelität der nutzbaren Strahlenbündel auszeichnen, sehr vorteilhaft [2-5, 7-12].

Schließlich sei auch noch erwähnt, daß sich durch die Koppelung von Gitterdehnungsmessungen mit gezieltem Schichtabtrag Eigenspannungstiefenverteilungen auch zerstörend bestimmen lassen. Auch dabei muß der Einfluß von Gradienten innerhalb der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung durch entsprechende Korrekturverfahren berücksichtigt werden, wenn die vorliegenden Gradienten entsprechend steil sind und/oder die Dicke der abgetragenen Schichten kleiner oder in der Größenordnung der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung ist. Ein solches Korrekturverfahren wurden bereits von [29] vorgeschlagen.

2.5.3 Auswerteverfahren zur Analyse gradientenbehafteter Spannungszustände

Nach Abschn. 2.5.1 erfolgt die Ermittlung gradientenbehafteter Spannungszustände stets durch geeignete Wahl von Funktionen für $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$, die in Gl. 32 eingesetzt werden. Da Ansätze für allgemeine dreiaxige Spannungszustände aufgrund der großen Zahl der anzupassenden Parameter sehr schnell auf instabile Lösungen führten [1, 29], mußten i.a. Zusatzannahmen getroffen werden. Dabei wurde meist auf Spannungszustände zurückgegriffen, die mit der Vorgeschichte der untersuchten Proben kompatibel waren. In vielen Fällen wurde beispielsweise im Bereich der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung von einem zweiachsigen oberflächenparallelen Hauptnormalspannungszustand (vgl. Gl. 18) ausgegangen, dessen Komponenten $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$ Funktionen des Oberflächenabstandes z sind [4, 33]. Dabei führten zwar lineare Ansätze für $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$ meist auf numerisch stabile Lösungen [1, 28, 76-79], konnten jedoch die real

2. Grundlagen und Kenntnisstand

im erfaßten Eindringtiefenbereich vorliegenden Spannungsverteilungen nur in Ausnahmefällen befriedigend beschreiben. Von [3, 4, 30-32, 80] wurden für die vorliegenden Eigenspannungstiefenverläufe exponentiell gedämpfte Polynome, gebrochen rationale Funktionen und andere vernünftig erscheinende Funktionstypen angenommen. Auch auf diese Weise konnten die gemessenen Gitterdehnungsverteilungen nur unbefriedigend interpretiert werden. Es mußte also ein Ansatz gefunden werden, der stabil und trotzdem flexibel genug ist, um alle möglichen gemessenen Gitterdehnungsverteilungen befriedigend annähern zu können. In [3, 81, 82] wurden Polynome zur Beschreibung der Eigenspannungstiefenverläufe herangezogen. In [33] wurde diese Vorgehensweise zum Polynom-Verfahren ausgearbeitet. Dabei wird zur Bestimmung der Eigenspannungstiefenverteilungen $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$ ein Polynom

$$\sigma_i^{\text{ES}}(z) = \sum_{k=0}^g z^k \sigma_i^{(k)} \quad (33)$$

mit variablem Grad g gewählt und gemäß Gl. 32 für $z^*/S \ll 1$ Laplace-transformiert. Man erhält

$$\sigma_i^{\text{ES}}(z^*) = \sum_{k=0}^g k! (z^*)^k \sigma_i^{(k)}. \quad (34)$$

Durch Einsetzen in Gl. 24 ergibt sich ein Gleichungssystem, das die Berechnung der Koeffizienten $\sigma_i^{(k)}$ aus den gemessenen Linienlagen $2\theta_{\phi, \psi, \omega}^{\text{(hkl)}}$ durch Fehlerquadratminimierung erlaubt. Das Polynom-Verfahren ist, weil es den Polynomgrad g als einzigen wählbaren Parameter enthält, ein relativ einfach anwendbares Verfahren, das durch Variation von g die Prüfung der Stabilität der Ergebnisse erlaubt. Durch die Wählbarkeit des Polynomgrades wird im Prinzip auf einschränkende Annahmen hinsichtlich der vorliegenden Verläufe verzichtet und die Bewertung der Stabilität der Ergebnisse ermöglicht. Da die vorliegenden Eigenspannungstiefenverläufe oft aber stark gekrümmt sind, erfordert ihre Beschreibung vielfach Polynome hohen Grades, die bereits in relativ geringen Oberflächenentfernungen zu instabil aufschwingende Lösungen führen. Das Polynom-Verfahren erfüllt somit ebenfalls nur eingeschränkt die Forderungen nach Allgemeingültigkeit und Stabilität der Lösungen. Durch eine abschnittsweise Beschreibung der vorliegenden Eigenspannungstiefenverteilungen mit Hilfe von sogenannten "tent-functions" wurde in [83] versucht, eine größere Flexibilität hinsichtlich der Lösungsansätze zu erreichen. Allerdings erforderten diese "tent-functions" eine sehr enge Unterteilung der z -Achse, was einen Verlust an Stabilität und oszillatorische Lösungen ergab. Mit Hilfe der "constrained linear inversion"-Methode [24] konnte das Problem der oszillatorischen Lösungen aber inzwischen zum Teil gelöst werden [84]. Dabei wird das resultierende Gleichungssystem unter der Randbedingung möglichst geringer Änderungen im Eigenspannungstiefenverlauf gelöst.

Trotz der vielen Arbeiten zur zerstörungsfreien röntgenographischen Ermittlung von Eigenspannungstiefenverteilungen sind in der Literatur nur wenige Hinweise zur Ermittlung von Vertrauensbereichen zu finden. Erste Abschätzungen des signifikanten Tiefenbereichs, in dem eine stabile Bestimmung der Eigenspannungstiefenverteilungen mit Hilfe zerstörungsfreier Verfahren möglich ist, führten auf etwa das 1.5-fache der maximalen Eindringtiefe z_0 [30], was später auch experimentell bestätigt wurde [31].

Auch zwei qualitative Stabilitätskriterien wurden vorgeschlagen. Nach [80] ist eine Rückrechnung stabil, wenn $\sigma_i^{\text{ES}}(z^*)$ und $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$ ähnliche Tiefenverteilungen mit der gleichen Anzahl an Nulldurchgängen, Maxima und Wendepunkten aufweisen, nach [85] soll dagegen bei der Anpassung der Meßdaten eine möglichst lineare Extrapolation in den nicht erfaßten Eindringtiefenbereich stabilitätsfördernd sein.

Von [82] wurden erstmals Tests mit Hilfe von Simulationsrechnungen durchgeführt. Unter Vorgabe parabelförmiger Eigenspannungstiefenverteilungen wurden dabei unter Annahme realistischer Meßparameter Linienlageverteilungen simuliert. Da die Rückrechnung der Eigenspannungstiefenverteilungen mit einem Ansatz von ebenfalls Polynomen 2. Grades für $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$ erfolgte, zeigten die Ergebnisse eine sehr gute Übereinstimmung mit den Vorgaben. In der selben Weise wurde von [85] und [86] beim Test ihrer Verfahren mit realitätsnäheren Tiefenverteilungen vorgegangen. Schließlich sei noch erwähnt, daß [87] und [88] unter Vorgabe von Eigenspannungstiefenverteilungen zunächst die den Linienlagen zugrundeliegenden Interferenzprofile simulierten und dann die Linienlagen durch Profilanpassung und/oder durch das Flächenschwerpunktverfahren bestimmten. Dabei ergab sich, daß die aufgrund der Eigenspannungsgradienten i.a. asymmetrischen Interferenzprofile mit Hilfe des Flächenschwerpunktverfahrens und mit möglichst niedrigen Schwellwerten ausgewertet werden sollten.

Die bei realen Messungen unvermeidlichen statistischen Streuungen der Meßdaten fanden bei den bisherigen Simulationsrechnungen noch keine Berücksichtigung.

2.6 Röntgenographische Analyse spannungsfreier Gitterkonstanten

Die Beugungswinkel der Meßobjekte im spannungsfreien Zustand $2\theta_0^{\{hkl\}}$ sind i.a. nicht mit hinreichender Genauigkeit bekannt. Deshalb ist es zumindest beim Vorliegen ebener Spannungszustände vorteilhaft, die $2\theta_0^{\{hkl\}}$ als Unbekannte bei der Fehlerquadratminimierung mit anzupassen. Trotzdem benötigt man zunächst gute Näherungswerte, um den $\tan \theta_0^{\{hkl\}}$ -Term in Gl. 24 zu berechnen. Diese Näherungswerte lassen sich unter Ausnutzung der Symmetrie der Grundgleichung entweder nach der Methode der dehnungsfreien Richtungen [89, 90] oder genauer mit Hilfe der im folgenden beschriebenen Methode bestimmen. Für $\omega = 0^\circ$ und

$$\sin^2 \psi = \frac{2 \nu^{\{hkl\}}}{\nu^{\{hkl\}} + 1} \quad (35)$$

vereinfacht sich Gl. 24 zu

$$2\theta_\varphi = 2\theta_0^{\{hkl\}} - 2 \tan \theta_0^{\{hkl\}} \frac{\nu^{\{hkl\}}}{E^{\{hkl\}}} (\sigma_1^{\text{ES}} - \sigma_2^{\text{ES}}) \cos 2\varphi . \quad (36)$$

Bestimmt man in mindestens zwei Azimuten φ die Linienlagen $2\theta_\varphi$ und trägt diese über $\cos 2\varphi$ auf, so ergibt sich $2\theta_0^{\{hkl\}}$ als Achsenabschnitt. Ist $2\theta_0^{\{hkl\}}$ und damit $D_0^{\{hkl\}}$ für hinreichend viele kristallogra-

2. Grundlagen und Kenntnisstand

phisch nicht gleichwertige Gitterebenen $\{hkl\}$ ermittelt, so lassen sich die Gitterkonstanten mit Hilfe der Beziehungen

$$\frac{1}{D_0^{\{hkl\}}} = \begin{cases} \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a_0^2} & \text{für kubische Strukturen} \\ \frac{h^2 + k^2}{a_0^2} + \frac{l^2}{c_0^2} & \text{für tetragonale Strukturen und} \\ \frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a_0^2} + \frac{l^2}{c_0^2} & \text{für hexagonale Strukturen} \end{cases} \quad (37)$$

unter Fehlerquadratminimierung bestimmen. Besteht eine Tiefenabhängigkeit der spannungsfreien Gitterkonstanten $D_0^{\{hkl\}}(z)$ und der zugehörigen Beugungswinkel $2\theta_0^{\{hkl\}}(z)$, so ergeben sich die experimentell bestimmten Beugungswinkel im spannungsfreien Zustand zu

$$2\theta_0^{\{hkl\}}(z^*) = \frac{\int_0^s 2\theta_0^{\{hkl\}}(z) e^{-z/z^*} dz}{\int_0^s e^{-z/z^*} dz} \quad (38)$$

und sind damit von der Eindringtiefe z^* der benutzten Röntgenstrahlung abhängig. In diesem Fall müssen auch für $2\theta_0^{\{hkl\}}(z)$ geeignete funktionale Ansätze gewählt werden. Werden diese in Gl. 38 eingesetzt, so lassen sich die Tiefenverläufe der Beugungswinkel im spannungsfreien Zustand $2\theta_0^{\{hkl\}}(z)$ zusammen mit den Eigenspannungstiefenverteilung durch eine Fehlerquadratminimierung bestimmen. Der hier beschriebene Fall einer Überlagerung von Eigenspannungsgradienten und chemischen Gradienten wurde erstmals von [91] untersucht. Dort wurde jedoch der chemischen Gradient elektronenmikroskopisch bestimmt. Erste Ansätze zu einer rein röntgenographischen Analyse überlagerter Eigenspannungsgradienten mit chemischen Gradienten sind in [92] zu finden. Unter der Annahme homogener Eigenspannungen wurde dagegen von [93] der Gallium-Gradient $x(z)$ in einer $\text{Cu}(\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x)\text{Se}_2$ -Photovoltaic-Gradientenschicht und von [94] durch Ermittlung der Wasserstoffgradienten nach unterschiedlichen Alterungszeiten der Diffusionskoeffizient von Wasserstoff in einem austenitischem Stahl bestimmt.

2.7 Röntgenographische Phasenanalyse

2.7.1 Prinzip der röntgenographischen Phasenanalyse

Enthält eine Probe mehrere Phasen p , so gilt Gl. 6 sinngemäß für die Integralintensitäten der einzelnen Phasen in der Form

$$I_{\text{int},p}^{\{\text{hkl}\}} = I_0 K_0 |F_{\{\text{hkl}\},p}|^2 H^{\{\text{hkl}\},p} LP A M v_p. \quad (39)$$

Dabei ist v_p der Volumenanteil der p -ten Phase in Vol.-%. Die Intensitätsfaktoren $F_{\{\text{hkl}\},p}$, $H^{\{\text{hkl}\},p}$, LP und A lassen sich bei Kenntnis der vorliegenden Kristallstrukturen unter vereinfachenden Annahmen berechnen [95-97]. Der für den Lorentz-Polarisationsfaktor nach [36] für Integralintensitäten gültige Zusammenhang

$$LP(2\theta) = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \quad (40)$$

ist in Bild 13 wiedergegeben. Die von der Meßanordnung sowie der Intensität und der Wellenlänge des Primärstrahls abhängigen Faktoren I_0 und K_0 sind dagegen i.a. unbekannt und müssen aus Gl. 39 durch Quotientenbildung eliminiert werden. Aus Gl. 39 lassen sich alle Methoden zur quantitativen röntgenographischen Phasenanalyse ableiten. Grundsätzlich unterscheidet man die Verfahren *mit äußerem Standard*, *mit innerem Standard* und *ohne Standard*. Während bei den beiden erstgenannten Verfahren die gemessenen Integralintensitäten mit den Integralintensitäten einer Standardsubstanz verglichen

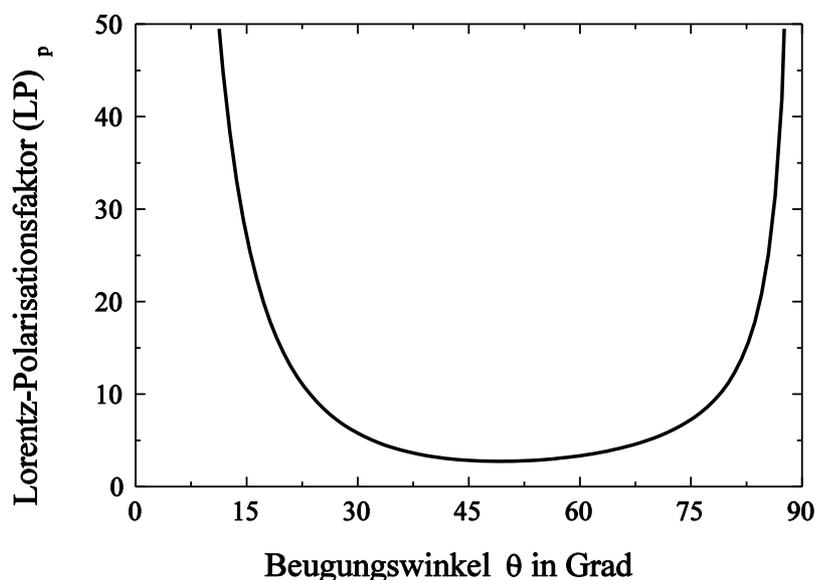


Bild 13: Lorentz-Polarisationsfaktor der Phasen bei Phasengemischen in Abhängigkeit vom Beugungswinkel θ .

2. Grundlagen und Kenntnisstand

werden, erfolgt bei dem Verfahren *ohne Standard* ein Vergleich der Integralintensitäten der einzelnen Phasen des untersuchten Werkstoffs untereinander. Dabei wird ausgenutzt, daß beim Vorliegen von N Phasen deren Volumenanteile insgesamt

$$\sum_{p=1}^N v_p = 100 \text{ Vol.-%} \quad (41)$$

ergeben müssen. Zusammen mit Gl. 39 erhält man nach Eliminierung der apparativen Konstanten K_0 durch Quotientenbildung ein für den jeweiligen Werkstoff typisches N-dimensionales lineares Gleichungssystem. Zur Ermittlung der N Phasenanteile v_p ist deshalb für jede einzelne Phase p mindestens eine Integralintensitätsmessung erforderlich.

2.7.2 Röntgenographische Analyse gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen

Analog zur röntgenographischen Spannungsanalyse erlaubt die röntgenographische Phasenanalyse die zerstörungsfreie Ermittlung gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen im Bereich der Eindringtiefe der benutzten Röntgenstrahlung, wenn die Integralintensitäten von Interferenzlinien der verschiedenen Phasen unter möglichst großer Variation der Eindringtiefe gemessen werden. Dazu bestehen prinzipiell dieselben Möglichkeiten wie in Abschn. 2.5.2. Bei Vorliegen eines texturfreien Werkstoffs bietet die ψ -Kippung die einfachste und effektivste Methode für Eindringtiefenänderungen. Analog zu Gl. 31 und Gl. 32 werden die gemessenen Integralintensitäten und damit auch die nach Gl. 39 zu bestimmenden Volumenanteile v_p zu über die Probendicke S gewichteten Mittelwerten

$$v_p(z^*) = \frac{\int_0^S v_p(z) e^{-z/z^*} dz}{\int_0^S e^{-z/z^*} dz} \quad (42)$$

der als Funktion des Oberflächenabstandes z real vorliegenden Phasenzusammensetzungen $v_p(z)$. Zur Inversion von Gl. 42 müssen auch hier für $v_p(z)$ geeignete funktionale Ansätze gewählt werden. Setzt man diese in Gl. 42 ein, so lassen sich die Tiefenverläufe der Phasenanteile wieder durch eine Fehlerquadratminimierung bestimmen.

In [98] wurde mit Hilfe der tiefenaufgelösten röntgenographischen Phasenanalyse die Dicke a der monoklinen Umwandlungszone in ZrO_2 verstärktem Al_2O_3 bestimmt. Unter Annahme einer vollständigen Phasenumwandlung mit 100 % monoklinem Anteil in einer Schicht der Dicke a sowie einem ebenfalls konstanten monoklinen Phasenanteil v_m^∞ in größeren Tiefen $z > a$ genügte dabei die Messung eines gewichteten Mittelwerts $v_m(z^*)$. Gl. 42 vereinfacht sich für diese angenommene Tiefenverteilung zu

$$v_m(z^*) = 100 \text{ Vol.-%} (1 - e^{-a/z^*}) + v_m^\infty e^{-a/z^*} \quad (43)$$

und man erhält durch einfache Umformung für die Dicke der Umwandlungszone

$$a = z^* \ln \left(\frac{100 \text{ Vol.-%} - v_m^\infty}{100 \text{ Vol.-%} - v_m(z^*)} \right). \quad (44)$$

In [93] wurde ebenfalls unter Annahme eines stufenförmigen Phasentiefenverlaufs die Schichtdicke der obersten Schicht einer $\text{CuIn}_2\text{Se}_3/\text{CuInSe}_2$ -Photovoltaic-Viellagenschicht bestimmt. Dabei wurde durch Variation des Einfallswinkels α die Eindringtiefe der Strahlung verändert. Erstmals ohne die Voraussetzung einer stufenförmigen Tiefenverteilung wurde in [99] Tiefenverteilungen von monoklinen Phasenanteilen in unterschiedlich bearbeiteten ZrO_2 -Keramiken bestimmt. Die Eindringtiefevariation erfolgte dabei durch ψ -Kippung.

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

3.1 Problemstellung

Die röntgenographische Analyse gradientenbehafteter Eigenspannungszustände erfordert die Ermittlung von Interferenzlinienlagen mit Genauigkeiten, die im Bereich von 1/1000 bis 1/100 ihrer Linienbreite liegen. Dies ist grundsätzlich mit der Schwerpunktmethodemöglich. Bei Vorliegen teilweise überlagerter benachbarter Interferenzlinien sind ausreichend genaue Linienlagebestimmungen jedoch nur durch Beschreibung der Profile durch geeignete Funktionen möglich. Derartige Profilanpassungen sind aber auch bei der Ermittlung der Lagen einzelner Interferenzen, wie noch gezeigt wird, mit kleineren statistischen Fehlern behaftet als Linienlagebestimmungen mit dem üblicherweise eingesetzte Flächenschwerpunktverfahren. Voraussetzung für den routinemäßigen Einsatz der Profilanpassung ist allerdings anstelle der manuellen eine automatische Bestimmung der Startwerte für die iterative Berechnung der Profilparameter. Dann kann die Auswertung von Z überlagerten Interferenzlinien durch Anpassung mit Hilfe der bereits in Abschn. 2.3 Gl. 13 b vorgestellten Pearson-VII-Funktionen der Form

$$I_k^{P-VII}(2\theta) = \frac{I_{\max,k}}{\left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{p,k}}\right)^2\right)^{m_k}} \quad \text{mit } k = 1, \dots, Z \quad (45)$$

erfolgen. Die P-VII-Funktionen werden zur Beschreibung der diffraktometrisch an den Stützstellen $2\theta_i$ erhaltenen Intensitäten I_i in einem bestimmten 2θ -Bereich zu einer Summenfunktion

$$I(2\theta) = \sum_{k=1}^Z I_k^{P-VII}(2\theta) + U(2\theta) \quad (46)$$

zusammengefaßt und dem sich linear mit 2θ von U_L an dem linken Profilausläufer auf U_R an dem rechten Profilausläufer ändernden Untergrund überlagert. Die zu bestimmenden $4Z + 2$ freien Parameter sind jeweils Z Maximalintensitäten $I_{\max,k}$, Z Linienlagen $2\theta_k^L$, Z Formfaktoren m_k sowie Z Linienbreiten $b_{p,k}$ sowie die zwei den linearen Untergrund beschreibenden Parameter U_L und U_R . Durch geeignete Wahl des Formfaktors m_k bietet die P-VII-Funktion die elegante Möglichkeit einer kontinuierlichen Anpassung der Intensitätsverteilungen durch eine Funktion, die zwischen der Cauchy-Funktion ($m_k = 1$), der Lorentz-Funktion ($m_k = 2$) und der Gauss-Funktion ($m_k = \infty$) liegen kann.

3.2 Numerische Grundlagen der nichtlinearen Anpassung

Ein gutes Maß für die Übereinstimmung der Modellfunktion $I(2\theta, \vec{a})$ mit den Meßdaten ist die gewichtete Fehlerquadratsumme

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^N \frac{1}{I_i} \left[I_i - I(2\theta_i, \vec{a}) \right]^2, \quad (47)$$

mit dem $4Z + 2$ -komponentigen Parametervektor

$$(\vec{a})^T = (I_{\max,1}, 2\theta_1^L, m_1, b_{p,1}, \dots, U_0, U_1) . \quad (48)$$

Diese Parameter lassen sich durch Minimierung der Fehlerquadratsumme (Gl. 47) bestimmen. Da die Modellfunktion (Gl. 46) aber nichtlineare Abhängigkeiten von den Parametern aufweist, müssen zunächst Startwerte $(\vec{a})_0$ gefunden werden, die dann iterativ verbessert werden. Diese Verbesserung erfolgt zu Beginn der Iteration zweckmäßigerweise entlang des Gradienten der Fehlerquadratsumme

$$(\vec{a})_{t+1} = (\vec{a})_t - \eta \frac{\partial \chi^2}{\partial (\vec{a})_t} , \quad (49)$$

und dann in der Nähe des Minimums nach dem Newton-Verfahren

$$(\vec{a})_{t+1} = (\vec{a})_t - \left[\frac{\partial^2 \chi^2}{\partial^2 (\vec{a})_t} \right]^{-1} \frac{\partial \chi^2}{\partial (\vec{a})_t} . \quad (50)$$

Beim Levenberg-Marquardt-Verfahren [100] werden beide Methoden kombiniert, und es ergibt sich die Beziehung

$$(\vec{a})_{t+1} = (\vec{a})_t - \left(\left[\frac{\partial^2 \chi^2}{\partial^2 (\vec{a})_t} \right]^{-1} + \eta \right) \frac{\partial \chi^2}{\partial (\vec{a})_t} . \quad (51)$$

Zunächst wird ausgehend von einem Startwert $(\vec{a})_0$ nach Gl. 51 ein Iterationsschritt $(\vec{a})_1$ mit einem kleinen Wert für η berechnet. Falls keine Verbesserung erzielt wird, wenn sich also $\chi^2(\vec{a}_1) > \chi^2(\vec{a}_0)$ ergibt, dann wird der Schritt nicht ausgeführt und mit vergrößertem η der nächste Schritt berechnet. Wird dagegen die Anpassung verbessert, also im Falle von $\chi^2(\vec{a}_1) < \chi^2(\vec{a}_0)$, so wird der Schritt ausgeführt und mit verkleinertem η der nächste Schritt berechnet. Diese Iteration erfolgt solange, bis eine signifikante Verkleinerung der Fehlerquadratsumme erreicht wird. Am Ende der Iteration sollte die Fehlerquadratsumme die Bedingung

$$\chi_{\min}^2 < N - (4Z + 2) \quad (52)$$

erfüllen, wobei N die Anzahl der Meßpunkte und $4Z + 2$ die Zahl der angepaßten Parameter ist.

Für die in Gl. 51 benötigten partiellen Ableitungen der Fehlerquadratsumme ergibt sich

$$\frac{\partial \chi^2}{\partial \vec{a}} = -2 \sum_{i=1}^N \frac{1}{I_i} [I_i - I(2\theta_i, \vec{a})] \frac{\partial I(x_i, \vec{a})}{\partial \vec{a}} \quad (53)$$

und

$$\frac{\partial^2 \chi^2}{\partial^2 \vec{a}} = 2 \sum_{i=1}^N \frac{1}{I_i} \left(\frac{\partial I(2\theta_i, \vec{a})}{\partial \vec{a}} \right)^2 - 2 \sum_{i=1}^N \frac{1}{I_i} [I_i - I(2\theta_i, \vec{a})] \frac{\partial^2 I(2\theta_i, \vec{a})}{\partial^2 \vec{a}} \quad (54)$$

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

Der i.a. kleine zweite Term in Gl. 54 kann gegenüber dem ersten vernachlässigt werden [24], so daß in guter Näherung

$$\frac{\partial^2 \chi^2}{\partial^2 \vec{a}} \approx 2 \sum_{i=1}^N \frac{1}{I_i} \left(\frac{\partial I(2\theta_i, \vec{a})}{\partial \vec{a}} \right)^2 \quad (55)$$

erfüllt ist und nur erste Ableitungen der Modellfunktion $I(2\theta, \vec{a})$ nach den Parametern \vec{a} berechnet werden müssen. Die partielle Ableitung der P-VII-Funktion nach der Maximalintensität ist durch

$$\frac{\partial I_k^{\text{P-VII}}}{\partial I_{\text{max},k}} = \frac{1}{\left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{p,k}} \right)^2 \right)^{m_k}}, \quad (56 \text{ a})$$

nach der Linienlage durch

$$\frac{\partial I_k^{\text{P-VII}}}{\partial 2\theta_k} = \frac{8 I_{\text{max},k} (2\theta - 2\theta_k^L)}{b_{p,k}^2 \left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{p,k}} \right)^2 \right)^{m_k+1}}, \quad (56 \text{ b})$$

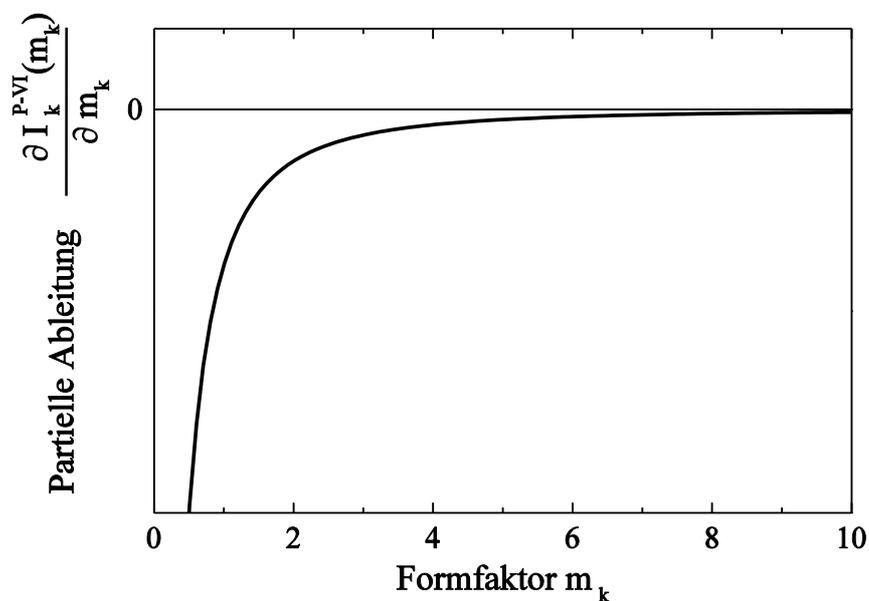


Bild 14: Abhängigkeit der partiellen Ableitung $\frac{\partial I_k^{\text{P-VII}}}{\partial m_k}$ vom Formfaktor m_k .

nach dem Formfaktor durch

$$\frac{\partial I_k^{P-VII}}{\partial m_k} = \frac{I_{\max,k}}{\left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{P,k}}\right)^2\right)^{m_k}} \left[\frac{\left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{P,k}}\right)^2}{1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{P,k}}\right)^2} - \ln\left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{P,k}}\right)^2\right)\right] \quad (56 c)$$

und nach der Linienbreite durch

$$\frac{\partial I_k^{P-VII}}{\partial b_{P,k}} = \frac{16 I_{\max,k} (2\theta - 2\theta_k^L)^2}{b_{P,k}^3 \left(1 + \left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5\sqrt{m_k} b_{P,k}}\right)^2\right)^{m_k+1}} \quad (56 d)$$

gegeben. Als problematisch erweist sich dabei die Anpassung des Formfaktors m_k . Bild 14 zeigt schematisch den durch Gl. 56 c gegebenen Zusammenhang zwischen der partiellen Ableitung der Pearson-VII-Funktion nach dem Formfaktor m_k und dem Formfaktor m_k . Von $-\infty$ bei $m_k = 0$ wächst $\partial I_k^{P-VII} / \partial m_k$ mit steigendem m_k rasch asymptotisch auf Null an. Schon oberhalb $m_k = 8..10$ werden dadurch die Iterationsschritte nach Gl. 51 so klein, daß übliche Anpassungsverfahren die Iteration vorzeitig abbrechen. Um zu Beginn der Iteration einen solchen Abbruch zu vermeiden, ist es deshalb empfehlenswert, für die Formfaktoren Startwerte $1 \leq m_k \leq 2$ zu wählen.

3.3 Berechnung von Startwerten aus den Momenten der Intensitätsverteilung

Die Konvergenz der vorangehend beschriebenen iterativen Anpassung von Pearson-VII-Funktionen an gemessene Interferenzprofile hängt entscheidend von der Vorgabe guter Startwerte ab. Die Lage einer Interferenzlinie k wird i.a. aus dem Flächenschwerpunkt

$$2\theta_k^L = \frac{\sum_{i=1}^N 2\theta_i (I_i - U_i)}{\sum_{i=1}^N (I_i - U_i)} \quad (57)$$

der durch $i = 1, \dots, N$ Intensitätswerte I_i an den Stützstellen $2\theta_i$ beschriebenen Intensitätsverteilung $I_i(2\theta_i)$ bestimmt. Dabei ist

$$U_i = \frac{(N-i)U_L + (i-1)U_R}{N-1} \quad (58)$$

die Untergrundintensität bei $2\theta_i$. Sie ergibt sich durch lineare Interpolation zwischen den Untergrundintensitäten am linken

$$U_L = \frac{1}{n_u} \sum_{i=1}^{n_u} I_i \quad (59)$$

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

sowie am rechten

$$U_R = \frac{1}{n_u} \sum_{i=1}^{n_u} I_{N+1-i} \quad (60)$$

Profilausläufer, die dort zweckmäßigerweise durch Mittelung über jeweils n_u Meßwerte bestimmt werden. Es bietet sich an, ausgehend von Gl. 57 ein Verfahren zu entwickeln, das aus den normierten n -ten Momenten

$$S_n = \frac{1}{(N-1)^{n+1}} \sum_{i=1}^N (i-1)^n (I_i - U_i) \quad (61)$$

der gemessenen Intensitätsverteilung für die in der Verteilung enthaltenen Interferenzlinien die Startwerte für die Linienlagen und die Integralintensitäten ermittelt. Liegt nur eine Linie in dem gewählten Meßbereich $B = 2\theta_{\max} - 2\theta_{\min}$, so ergibt sich an Stelle von Gl. 57 mit Hilfe der Momente S_n für die Linienlage

$$2\theta_k^L = 2\theta_{\min} + B \frac{S_1}{S_0} . \quad (62)$$

Sind dagegen Z Interferenzlinien im gemessenen Profil enthalten, so setzen sich die berechneten Momente

$$S_n = \sum_{k=1}^Z S_n^{(k)} \quad (63)$$

aus Z Teilmomenten $S_n^{(k)}$ zusammen. Geht man bei der Startwertbestimmung ohne Beschränkung der Allgemeinheit von gaussförmigen Interferenzlinien aus (vgl. Gl. 12), so gilt für die Teilmomente

$$S_n^{(k)} = \frac{I_{\max,k}}{B} \int_{2\theta_{\min}}^{2\theta_{\max}} \left(\frac{2\theta - 2\theta_{\min}}{B} \right)^n e^{-\left(\frac{2\theta - 2\theta_k^L}{0.5b_{G,k}} \right)^2} d2\theta . \quad (64)$$

Diese Integrale lassen sich, wenn auch mit erheblichem Aufwand, analytisch berechnen (siehe z.B. [101]). Unter der Voraussetzung $b_{G,k} \ll B$ vereinfacht sich Gl. 64 zu

$$S_n^{(k)} \approx \sqrt{\pi} \frac{I_{\max,k} b_{G,k}}{2B} \left(\frac{2\theta_k^L - 2\theta_{\min}}{B} \right)^n . \quad (65)$$

Nimmt man weiterhin Teilprofile gleicher Breite $b_{G,k} = b$ an und bestimmt die Breite näherungsweise, z.B. aus der Halbwertsbreite des gemessenen Intensitätsverlaufs, so können die verbleibenden Z

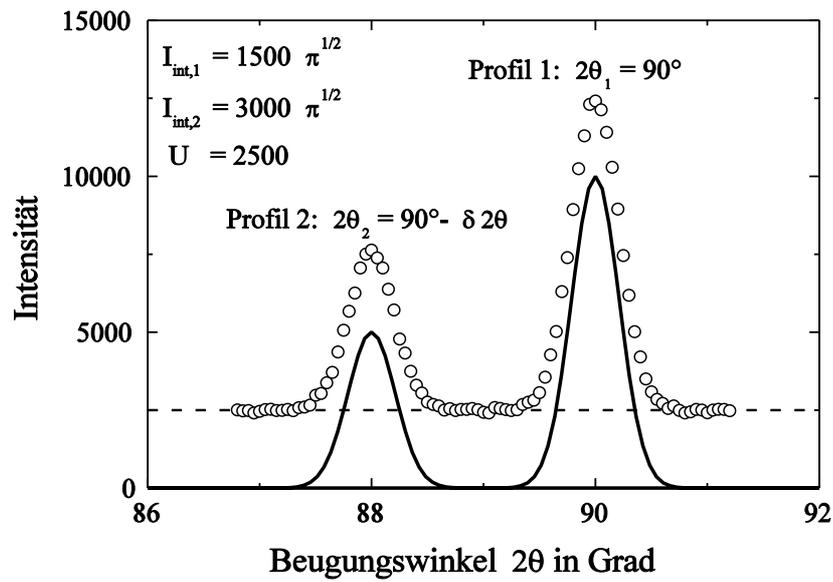


Bild 15: Ausgangslage zweier Interferenzprofile mit $\delta 2\theta = 2^\circ$ zum Test des Verfahrens zur Startwertbestimmung.

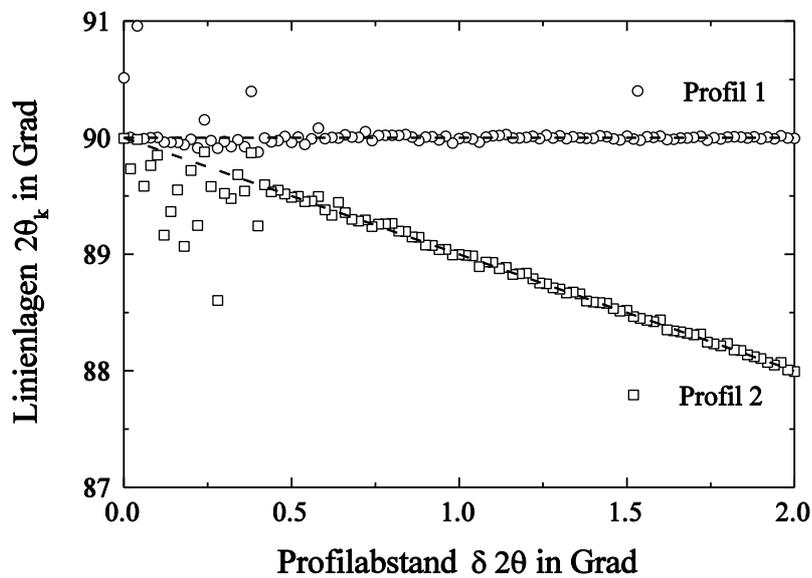


Bild 16: Von der Startwertroutine berechnete Linienlagen $2\theta_k$ in Abhängigkeit vom Profilabstand $\delta 2\theta$.

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

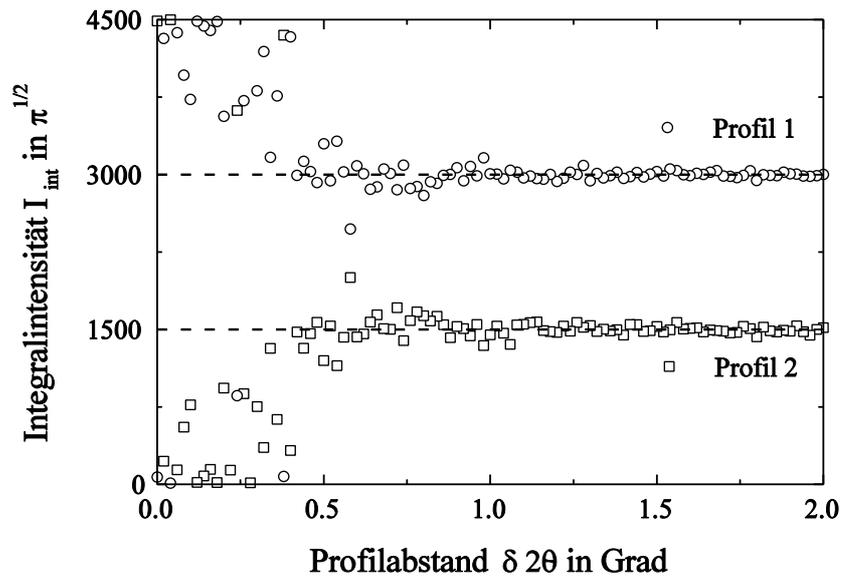


Bild 17: Von der Startwertroutine berechnete Integralintensitäten I_{int} in Abhängigkeit vom Profilabstand $\delta 2\theta$.

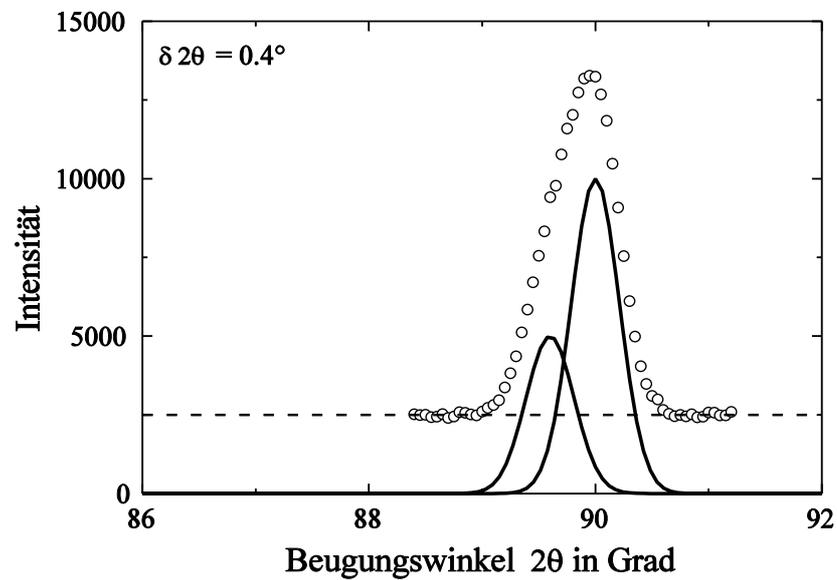


Bild 18: Die mit $\delta 2\theta = 0.4^\circ$ überlagerten Interferenzprofile zeigen die Grenze ihrer stabilen Trennbarkeit mit Hilfe des Verfahrens zur Startwertbestimmung.

3.4 Beschreibung und Test des entwickelten Programms zur Profilanpassung

Unbekannten $I_{\max,k}$ und $2\theta_k^L$ aus $2Z$ Momenten $S_n^{(k)}$ mit $n = 0, \dots, 2Z - 1$ bestimmt werden.

Zum Test des beschriebenen Verfahrens zur Startwertbestimmung wurden die in Bild 15 gezeigten Interferenzlinien mit dem Abstand $\delta 2\theta = 2^\circ$ unter systematischer Verkleinerung von $\delta 2\theta$ überlagert. Profil 1 mit $2\theta_1^L = 90^\circ$ besaß eine Integralintensität von $3000 \pi^{1/2}$ sowie eine integrale Breite von $\pi^{1/2} 0.3^\circ$. Die Linienlage von Profil 2 mit einer Integralintensität von $1500 \pi^{1/2}$ und einer integralen Breite von $\pi^{1/2} 0.3^\circ$ wurde entsprechend $2\theta_2^L = 90^\circ - \delta 2\theta$ variiert. Bei einer Untergrundintensität von konstant 2500 und einer Schrittweite in 2θ von 0.05° wurden die Intensitäten an den jeweiligen Stützstellen berechnet und entsprechend einer Poisson-Verteilung mit statistischer Streuung

$$(\Delta I_i)^2 = I_i \quad (66)$$

beaufschlagt. Dann wurden mit Hilfe des oben beschriebenen Verfahrens Startwerte für die Linienlagen und Integralintensitäten der beiden Interferenzlinien berechnet. Bild 16 zeigt die so ermittelten Startwerte für die Linienlagen $2\theta_k^L$, Bild 17 die der Integralintensitäten $I_{\text{int},k}$. Man erkennt, daß für Profilabstände $\delta 2\theta \geq 0.4^\circ$ sehr gute Startwerte sowohl für die Linienlagen als auch für die Integralintensitäten erhalten werden. Für kleinere Profilabstände werden die Startwerte jedoch sehr ungenau. Bild 18 belegt für $\delta 2\theta = 0.4^\circ$, daß keine Profilaufspaltung mehr erkennbar ist. Als kleinster Profilabstand $\delta 2\theta$, bei dem eine Trennung noch möglich ist, kann in guter Näherung die integrale Breite der Profile angesehen werden.

3.4 Beschreibung und Test des entwickelten Programms zur Profilanpassung

Das erstellte Programm zur Anpassung von P-VII-Funktionen an die in einem bestimmten 2θ -Bereich gemessene Intensitätsverteilung benötigt im Prinzip als einzige Vorgabe die Anzahl Z der dort überlagerten Interferenzprofile. Mit Hilfe der automatischen Startwertroutine kann dann die Intensitätsverteilung mit maximal $Z=8$ Pearson-VII-Verteilungen und einem linearen Untergrund unter Ausgabe der zugehörigen Parameter beschrieben werden. Zusätzlich bietet das Programm die Möglichkeit, die Summenkurven graphisch darzustellen und mit den gemessenen Intensitäten zu vergleichen. Auch die einzelnen Interferenzlinien können nach Untergrundabzug graphisch aufgezeichnet werden. Bei sehr schwachen Teilinterferenzen oder bei zu starker Profilüberlagerung hat der Anwender die Möglichkeit, das Programm bei der Startwertfindung zu unterstützen und/oder die iterative Anpassung durch Vorgaben zu steuern. Die vorgegebenen Startwerte können dabei entweder numerisch in das Programm eingegeben oder mit Hilfe einer graphischen Benutzeroberfläche manuell festgelegt werden. Außerdem können während der iterativen Anpassung einzelne Linienparameter entweder festgehalten oder über lineare Beziehungen mit anderen Parametern verknüpft werden. Beispielsweise können bei einem $K\alpha_{1/2}$ -Liniendoublett wegen der geometrischen Ähnlichkeit und dem Intensitätsverhältnis 2:1 der beiden Linien deren Breiten b_p sowie Formfaktoren m jeweils gleichgesetzt werden und der Abstand der Teilprofile aus dem bekannten Wellenlängenunterschied berechnet werden. Diese $K\alpha_{1/2}$ -Separation ist im Programm für alle anwendungsrelevanten $K\alpha$ -Strahlungen implementiert. Das Programm ist auch

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

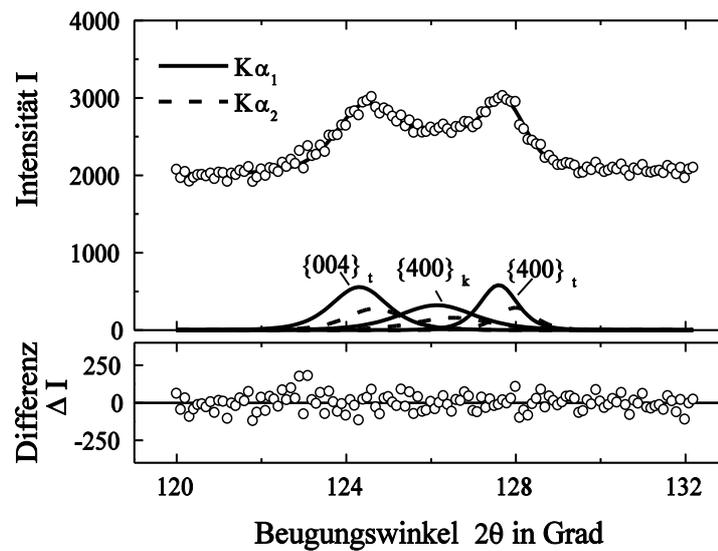


Bild 19: Mit Cr $K\alpha$ -Strahlung bei $\psi=0^\circ$ an einer geschliffenen Probe aus TZ-4Y gemessene Intensitätsverteilung $I(2\theta)$ im Bereich $120^\circ \leq 2\theta \leq 132.5^\circ$ mit angepaßten Profilen (oben) sowie die Differenz der gemessenen und angepaßten Intensitäten $\Delta I = I_{\text{gemessen}} - I_{\text{angepaßt}}$ (unten).

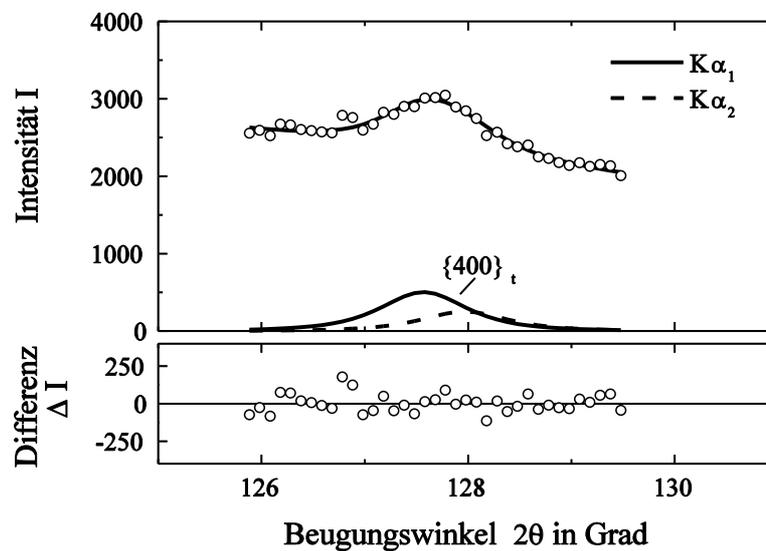


Bild 20: Mit Cr $K\alpha$ -Strahlung bei $\psi=0^\circ$ an einer geschliffenen Probe aus TZ-4Y gemessene Intensitätsverteilung $I(2\theta)$ im Bereich $125.85^\circ \leq 2\theta \leq 129.5^\circ$ mit angepaßten Profilen (oben) sowie die Differenz der gemessenen und angepaßten Intensitäten $\Delta I = I_{\text{gemessen}} - I_{\text{angepaßt}}$ (unten).

3.4 Beschreibung und Test des entwickelten Programms zur Profilanpassung

dahingehend erweiterbar, daß sich vor der Anpassung an den gemessenen Intensitätsverteilungen Absorptions- und LP-Korrekturen durchführen lassen.

Besteht wie beim $\sin^2\psi$ -Verfahren der RSA die Notwendigkeit, Interferenzprofile bei unterschiedlichen ψ -Winkeln zu registrieren, so werden diese automatisch nach aufsteigenden Werten von $\sin^2\psi$ sortiert der Reihe nach angepaßt. Die Ergebnisse der vorangegangenen Anpassungen werden dabei jeweils als Startwerte für die folgende Anpassung benutzt.

Bild 19 zeigt als typisches Beispiel die Profiltrennung der an einer tiefgeschliffenen Probe aus mit 4 Mol-% Y_2O_3 stabilisiertem ZrO_2 (TZ-4Y) mit Cr $K\alpha$ -Strahlung für $\psi = 0^\circ$ im Bereich $120^\circ \leq 2\theta \leq 132.5^\circ$ gemessenen Intensitätsverteilung. Von dem dreiphasigen Material (vgl. z.B. [102]) werden die $\{004\}_t$ - und $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen sowie die $\{400\}_k$ -Interferenz der kubischen Phase erfaßt. Interferenzlinien der nur mit geringem Anteil vorliegenden monoklinen Phase sind nicht erkennbar. Unter Berücksichtigung der $K\alpha_{12}$ -Aufspaltung der drei Profile wurden $Z = 6$ Profile angepaßt. Das Diagramm zeigt oben die an die gemessenen Intensitätsverläufe angepaßte Funktion sowie die einzelnen angepaßten Interferenzen nach Untergrundabzug. Die Differenzkurve $\Delta I(2\theta)$ zwischen dem gemessenen Intensitätsverlauf und dem angepaßten ist im unteren Bild wiedergegeben. Sie verdeutlicht die sehr gute Profilanpassung, die praktisch frei von systematischen Fehlern ist. Die statistischen Fehler liegen in der Größenordnung von 5 %.

Wird bei derselben Messung nur die Intensitätsverteilung im Bereich $125.85^\circ \leq 2\theta \leq 129.5^\circ$ betrachtet und die darin liegende $\{400\}_t$ -Interferenz der tetragonalen Phase angepaßt, so ergeben sich mit $Z = 2$ die in Bild 20 wiedergegebenen Verhältnisse. Die in beiden Fällen für die $\{400\}_t$ -Interferenz resultierenden Profilparameter sind in Tab. 1 gegenübergestellt. Es zeigt sich deutlich die Schwäche der für den kleineren 2θ -Bereich vorgenommenen Auswertung. Ein Teil der Intensität der $\{400\}_k$ -Interferenz der kubischen Phase (vgl. Bild 19) wird als linear abfallender Untergrund interpretiert. Dies führt bei der Anpassung zur Ermittlung einer etwas kleineren Linienlage sowie einer erheblich geringeren Maximalintensität.

Die in Tab. 1 angegebenen Fehlerbereiche wurden mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen bestimmt. Darauf wird im nächsten Abschnitt näher eingegangen. Der auch für die mit kleinerem 2θ -Bereich

$\{400\}_t$ -Interferenz, $K\alpha_1$ -Strahlung	$120 \leq 2\theta \leq 132.5, Z=6$	$125.85 \leq 2\theta \leq 129.5, Z=2$
Linienlage $2\theta^{\{400\}_t}$	127.59 ± 0.02	127.56 ± 0.03
Maximalintensität I_{\max}	580 ± 20	500 ± 30
Formfaktor m	3.0 ± 0.2	2.8 ± 0.3
Breite b_p	1.18 ± 0.04	1.1 ± 0.1

Tab. 1: Profilparameter sowie deren Vertrauensbereiche der an die $\{400\}_t$ Interferenzen der $K\alpha_1$ -Strahlung in Bild 19 und 20 angepaßten P-VII-Funktion.

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

vorgenommene Auswertung relativ kleine statistische Fehler zeigt, daß offensichtlich der lineare Untergrundabzug den Beitrag des rechten Ausläufers der $\{400\}_k$ -Interferenz zur Gesamtintensität relativ gut kompensiert.

3.5 Bestimmung von Vertrauensbereichen mit Hilfe von Monte - Carlo - Simulationen

Aufgrund der nichtlinearen Abhängigkeiten der Modellfunktion $I(2\theta)$ (Gl. 46) von ihren Parametern ist die einfache Bestimmung von Vertrauensbereichen angepaßter Parameter nach dem Gauss'schen Fehlerfortpflanzungsgesetz nicht statthaft [24]. Statt dessen wurden von [22, 103] Vertrauensbereiche aus den Standardabweichungen der Mittelwerte der jeweils durch mehrfache Messung desselben Interferenzprofils bestimmten Profilparameter ermittelt. Dieses Vorgehen ist aber mit erheblichem Zeitaufwand verbunden. Den im Prinzip gleichen Weg beschreitet man bei der bereits im Zusammenhang mit Tab. 1 angesprochenen Monte-Carlo-Simulation, indem man die zeitintensiven Mehrfachmessungen durch Simulationsrechnungen ersetzt. Ist die statistische Verteilung der Meßdaten bekannt, so lassen sich aus einer Meßreihe im Prinzip beliebig viele neue Datensätze simulieren. Da die Messungen von Interferenzprofilen nach [104] einer Poisson-Verteilung folgen, lassen sich Wiederholungsmessungen mit Hilfe von poissonverteilten Zufallszahlen um den gemessenen Wert I_i an den Stützstellen $2\theta_i$ z.B. nach [24] simulieren. Zur Bestimmung der Vertrauensbereiche wird jeder dieser Datensätze wie in Abschn. 3.4 beschrieben ausgewertet, so daß man die gesuchten Vertrauensbereiche wiederum aus

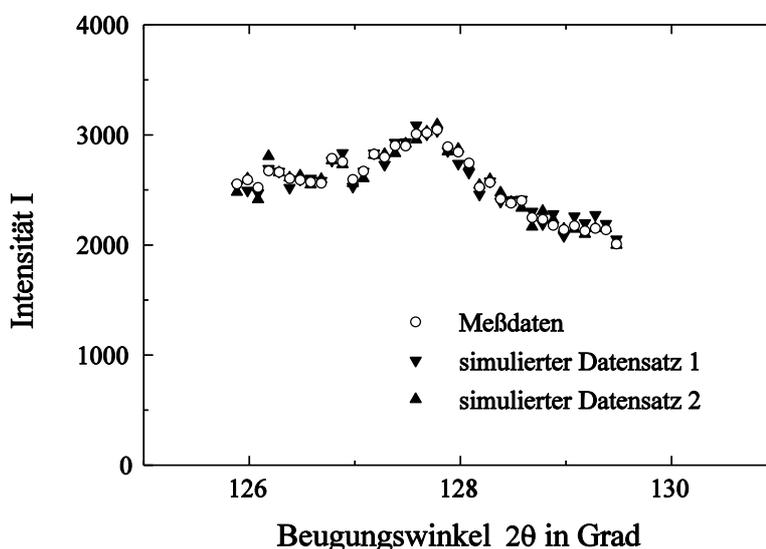


Bild 21: Vergleich der an einer geschliffenen Probe aus TZ-4Y mit Cr K α -Strahlung für $\psi = 0^\circ$ gemessenen Intensitätsverteilung im Bereich $125.85^\circ \leq 2\theta \leq 129.5^\circ$ mit zwei daraus über Monte-Carlo-Simulationen berechneten $I(2\theta)$ -Verteilungen.

	Meßdaten	Simulation 1	Simulation 2
$2\theta^{\{400\}t}$	127.58	127.56	127.57
I_{\max}	506	496	485
m	2.4	3.0	2.7
b_p	0.98	1.02	1.06

Tab. 2: Profilparameter der an die $\{400\}_t$ Interferenzen der $K\alpha_1$ -Strahlung sowie an zwei daraus berechnete simulierte Interferenzen in Bild 21 angepaßten P-VII-Funktion.

den Standardabweichungen der Mittelwerte der jeweils bestimmten Profilparameter erhält. Es ist klar, daß diese Betrachtung lediglich statistische und keine systematischen Fehler der Meßdaten erfassen kann. Bild 21 zeigt beispielhaft zwei durch Simulation aus den in Bild 20 dargestellten Meßdaten erhaltenen Datensätze $I_i(2\theta_i)$ im Vergleich mit den Meßdaten. Die daraus bei der Profilanpassung ermittelten Parameter sind in Tab. 2 aufgelistet. Mit Hilfe solcher Monte-Carlo-Simulationen werden im folgenden die statistischen Fehler der Linienlagebestimmung durch Profilanpassung mit denen durch Flächenschwerpunktermittlung verglichen. In anderer Weise werden Monte-Carlo-Simulationen später auch zur Ermittlung von Vertrauensbereichen bei der Bestimmung von Eigenspannungstiefenverteilungen herangezogen (vgl. Abschn. 4.5).

3.6 Vergleich der statistischen Fehler bei der Profilanpassung und beim Flächenschwerpunktverfahren

Dem Vergleich der Auswirkungen statistischer Intensitätsschwankungen auf die Auswertung von Interferenzprofilen durch Anpassung von Pearson-VII-Funktionen und durch das Flächenschwerpunktverfahren wurde ein gaussförmiges Profil und ein konstanter Untergrund

$$I(2\theta) = I_{\max} e^{-\left(\frac{2\theta - 2\theta^L}{0.5 b_G}\right)^2} + U \quad (67)$$

zugrunde gelegt. Dabei wurden die an diskreten Stützstellen $2\theta_i$ auftretenden Intensitätswerte I_i unter systematischer Variation

- der Profilparameter
 - Linienbreite b_G und
 - Untergrundverhältnis $u_v = U/(I_{\max} + U)$,
- der Meßparameter
 - Maximalintensität I_{\max} ,

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

- Anzahl der Stützstellen N und
- Breitenverhältnis $\beta = B / b_G = (2\theta_{\max} - 2\theta_{\min}) / b_G$ sowie
- des Auswerteparameters
- Zahl n_u der zur Festlegung des Untergrunds links und rechts der Interferenzlinie benutzten Intensitätswerte

berechnet. In Bild 22 sind diese Parameter veranschaulicht. Zu jedem Modellprofil $I_i(2\theta_i)$ wurden entsprechend dem in Abschn. 3.5 beschriebenen Monte-Carlo-Verfahren jeweils 1000 Datensätze mit Poisson-verteilten Fehlern simuliert und diese dann sowohl mit Hilfe der Profilanpassung (PA) als auch nach dem Flächenschwerpunktverfahren (SP) ausgewertet. Dabei wurde zunächst in beiden Fällen ein aus n_u Intensitätswerten links und rechts der Interferenzlinie berechneter Untergrund abgezogen. Im Anschluß an die automatische Startwertbestimmung erfolgten dann die eigentliche Profilanpassungen unter Einbezug des Untergrunds. Beim SP-Verfahren wurden ohne Glättung und ohne Schwellwertkorrektur [105] unmittelbar die Berechnungen der Linienlagen nach Gl. 57 bzw. die der Integralintensitäten nach

$$I_{\text{int}} = \frac{B}{(N-1)} \sum_{i=1}^N (I_i - U_i) \quad (68)$$

vorgenommen. Dann wurden jeweils die Mittelwerte der Linienlagen $2\theta^l$ mit ihren Standardabweichungen $\Delta 2\theta^l$ und der Integralintensitäten I_{int} mit ihren bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ bestimmt.

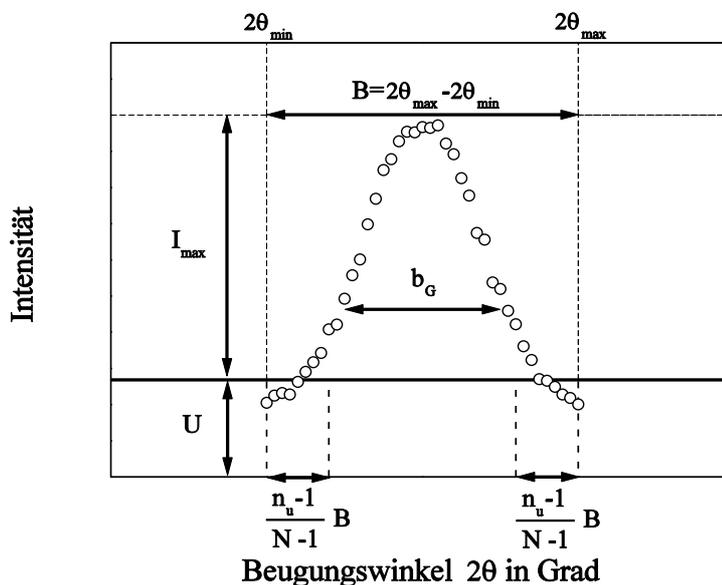


Bild 22: Ermittelte Maximal- und Untergrundintensitäten I_{\max} und U in Abhängigkeit vom Meßbereich $B = 2\theta_{\max} - 2\theta_{\min}$ und von der Zahl n_u der zur Festlegung des Untergrunds links und rechts der Interferenzlinie benutzten Intensitätswerte.

Für einen Vergleich der Fehler beider Verfahren werden in den folgenden Bildern 23 - 34 lediglich die Standardabweichungen betrachtet.

Bild 23 und 24 zeigen $\Delta 2\theta^L$ und $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ in Abhängigkeit von der Linienbreite b_G für $N = 21, 41$ sowie 61 Meßpunkte bei $I_{\text{max}} = 2000$, $u_v = 0.3$, $n_u = 5$ und $\beta = 6$. Die Schrittweite der 2θ -Stützstellen beträgt dabei jeweils

$$\delta_{\text{sw}} = \frac{\beta}{N-1} b_G \quad (69)$$

Während $\Delta 2\theta^L$ linear mit der Linienbreite zunimmt, ist $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ unabhängig von der Linienbreite. Dies ist zu verstehen, weil bei konstantem β und N eine Breitenvariation lediglich eine Skalierung der 2θ -Achse bedeutet. Bei der Profilanpassung ist $\Delta 2\theta^L$ um etwa einen Faktor 5 und $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ etwa um einen Faktor 1.5 kleiner als beim Flächenschwerpunktverfahren. Bei der Profilanpassung nehmen die Fehler $\Delta 2\theta^L$ bei konstanter Linienbreite mit zunehmendem N leicht ab, beim Flächenschwerpunktverfahren dagegen stärker zu. In beiden Fällen ändern sich dagegen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ nur wenig mit N . Diese scheinbare Anomalie beruht darauf, daß bei dem gewählten relativ großen Breitenverhältnis $\beta = 6$ mehr Stützstellen außerhalb als innerhalb der Interferenzlinie liegen. Eine Erhöhung von N führt deshalb zu einer stärkeren Zunahme der Zahl der Stützstellen in den Profilflanken, auf die das SP-Verfahren empfindlicher reagiert.

Die Abhängigkeit der $\Delta 2\theta^L$ - und der $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ -Werte von der Maximalintensität sind in Bild 25 und Bild 26 für $b_G = 0.6^\circ, 1.0^\circ$ sowie 1.4° bei $u_v = 0.3$, $n_u = 5$, $\beta = 6$ und $N = 101$ gezeigt. Wie aufgrund der poissonverteilten Meßdaten zu erwarten, nimmt sowohl $\Delta 2\theta^L$ als auch $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ mit zunehmender Maximalintensität etwa mit $1/\sqrt{I_{\text{max}}}$ ab. In Abhängigkeit von b_G treten wieder die bereits oben beschriebenen Zusammenhänge auf. Wieder ist bei der Profilanpassung $\Delta 2\theta^L$ um etwa einen Faktor 5 und $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ um etwa einen Faktor 1.5 kleiner als beim Flächenschwerpunktverfahren.

Zunehmende Untergrundverhältnisse u_v führen nach Bild 27 und 28 für $I_{\text{max}} = 1000, 2500$ sowie 10000 bei $b_G = 0.6^\circ$, $n_u = 5$, $\beta = 6$ und $N = 101$ zu mit fallenden Maximalintensitäten stark ansteigenden Fehlern, die bei $u_v = 1$ gegen ∞ gehen. Auch hier sind die Fehler bei der Profilanpassung deutlich kleiner als bei Anwendung des Flächenschwerpunktverfahrens.

In Bild 29 und 30 sind $\Delta 2\theta^L$ und $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ für die Untergrundverhältnisse $u_v = 0.3, 0.5$ sowie 0.7 bei $b_G = 0.6^\circ$, $I_{\text{max}} = 1000$, $\beta = 6$ und $N = 111$ in Abhängigkeit von der Zahl n_u der zur Festlegung des jeweiligen Untergrunds herangezogenen Meßwerte dargestellt. Erwartungsgemäß zeigen die Fehler der Profilanpassung keine merkliche Abhängigkeit von n_u , da dabei der Untergrundabzug lediglich zur Startwertfestlegung diene. Dagegen nimmt der Fehler bei der Linienlagebestimmung mit dem Flächenschwerpunktverfahren zunächst mit zunehmendem n_u ab, durchläuft ein Minimum bei etwa $n_u = N/4$ und steigt dann wieder an. Mit zunehmendem n_u werden immer mehr Meßwerte aus den Profilflanken zur Untergrundsbestimmung herangezogen, so daß die statistischen Streuungen der Profilflanken die Linienschwerpunktbestimmungen und damit die Linienlagen immer weniger beeinflussen. Gleichzeitig werden aber immer größere Untergrund- und immer kleinere Maximalintensitäten bestimmt, was einer Zunahme des Untergrundverhältnisses entspricht. Bei $n_u < N/4$ dominiert der erstgenannte, bei $n_u > N/4$

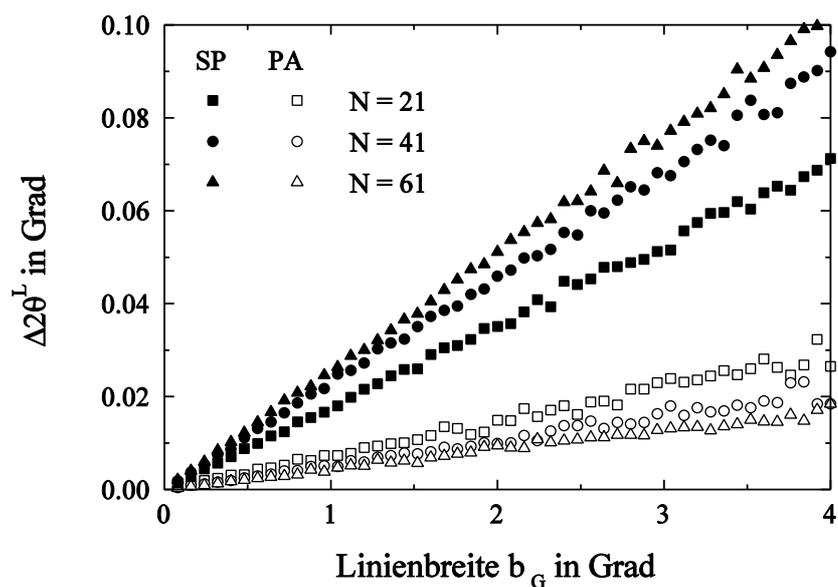


Bild 23: Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen in Abhängigkeit von der Linienbreite b_G für $N = 21, 41$ sowie 61 bei $I_{\max}=2000$, $u_v=0.3$, $n_u = 5$ und $\beta = 6$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

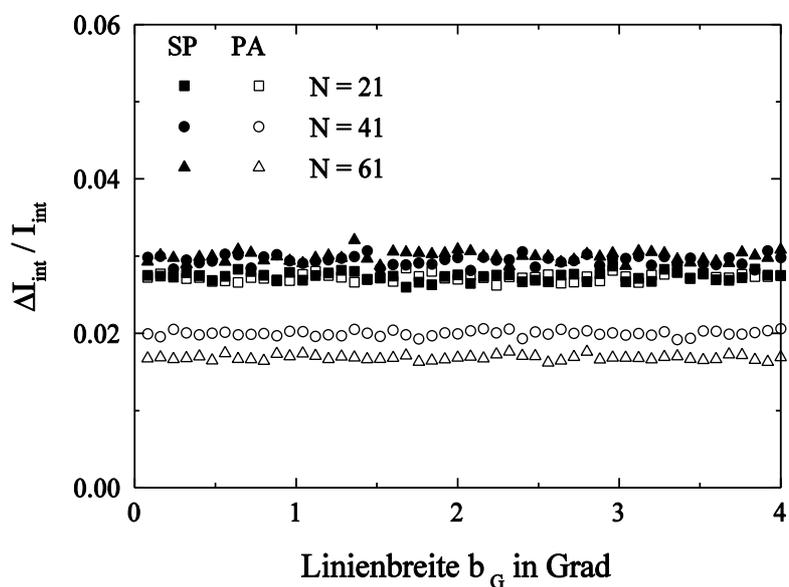


Bild 24: Bezogene Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}} / I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten in Abhängigkeit von der Linienbreite b_G für $N = 21, 41$ sowie 61 bei $I_{\max}=2000$, $u_v=0.3$, $n_u = 5$ und $\beta = 6$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

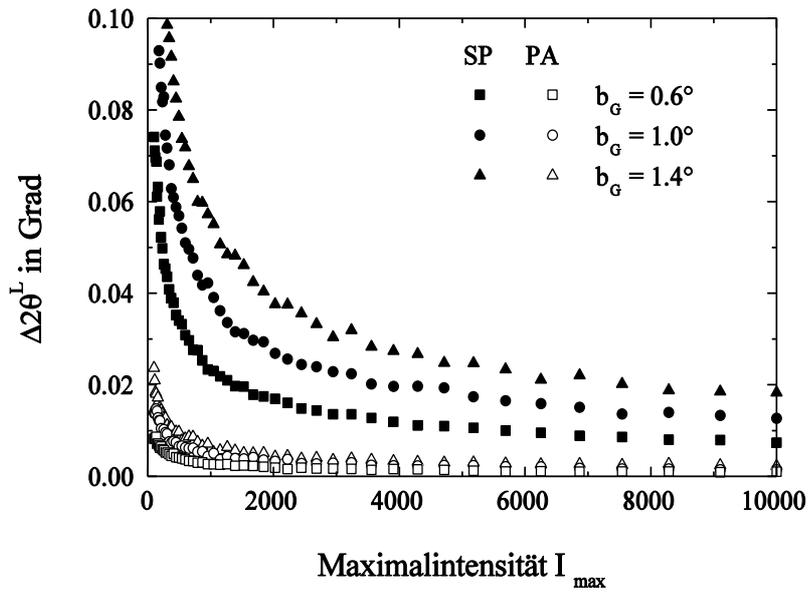


Bild 25: Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen in Abhängigkeit von der Maximalintensität I_{\max} für $b_G = 0.6^\circ, 1.0^\circ$ sowie 1.4° bei $u_v = 0.3$, $n_u = 5$, $\beta = 6$ und $N = 101$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

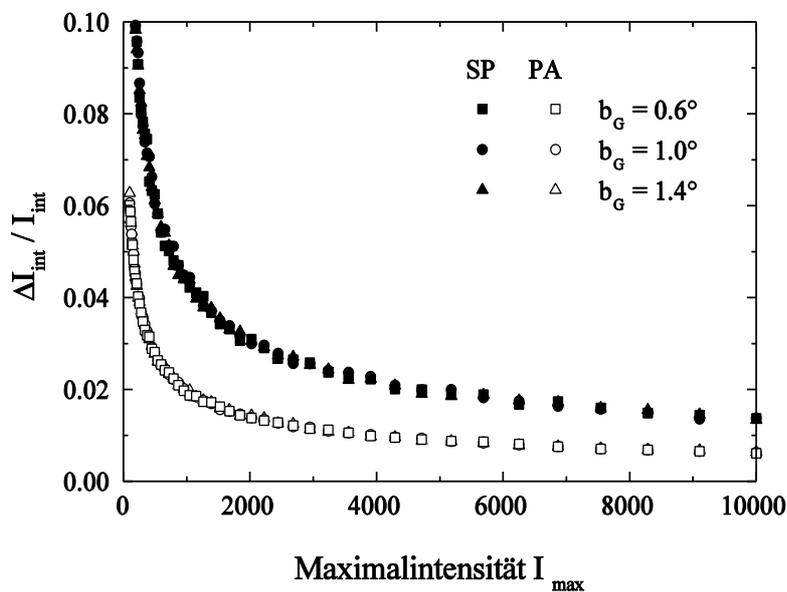


Bild 26: Bezogene Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}} / I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten in Abhängigkeit von der Maximalintensität I_{\max} für $b_G = 0.6^\circ, 1.0^\circ$ sowie 1.4° bei $u_v = 0.3$, $n_u = 5$, $\beta = 6$ und $N = 101$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

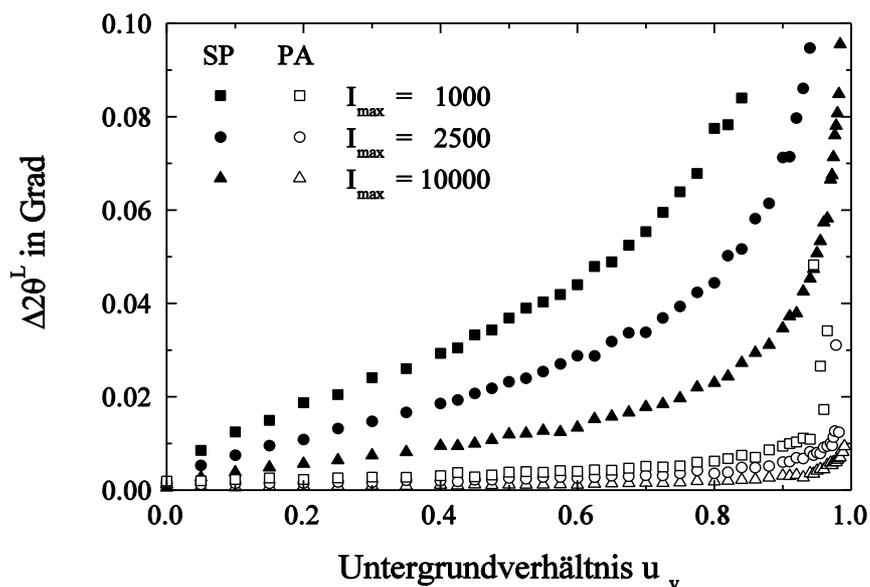


Bild 27: Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen in Abhängigkeit vom Untergrundverhältnis u_v für $I_{ma} = 1000$, 2500 sowie 10000 bei $b_G = 0.3^\circ$, $n_u = 5$, $\beta = 6$ und $N = 101$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

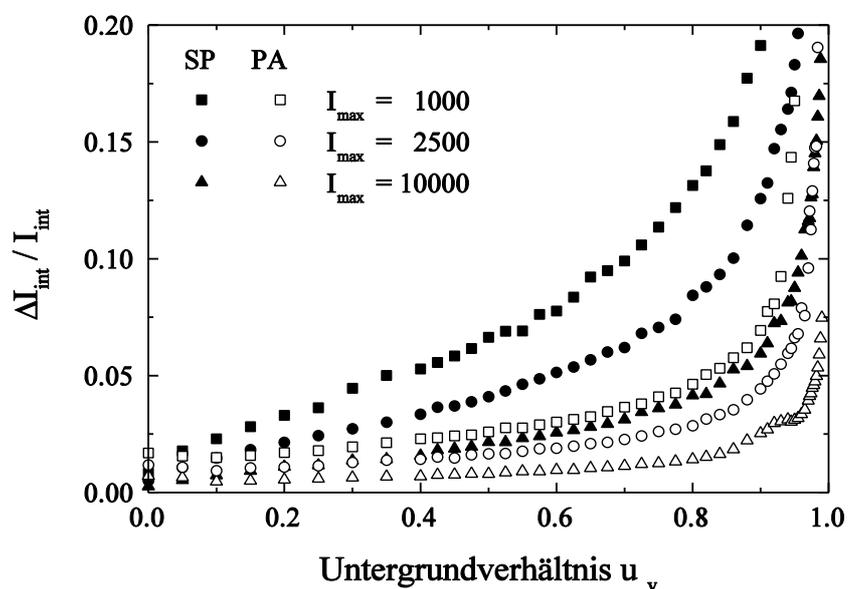


Bild 28: Bezogene Standardabweichungen $\Delta I_{int} / I_{int}$ der Integralintensitäten in Abhängigkeit vom Untergrundverhältnis u_v für $I_{ma} = 1000$, 2500 sowie 10000 bei $b_G = 0.3^\circ$, $n_u = 5$, $\beta = 6$ und $N = 101$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

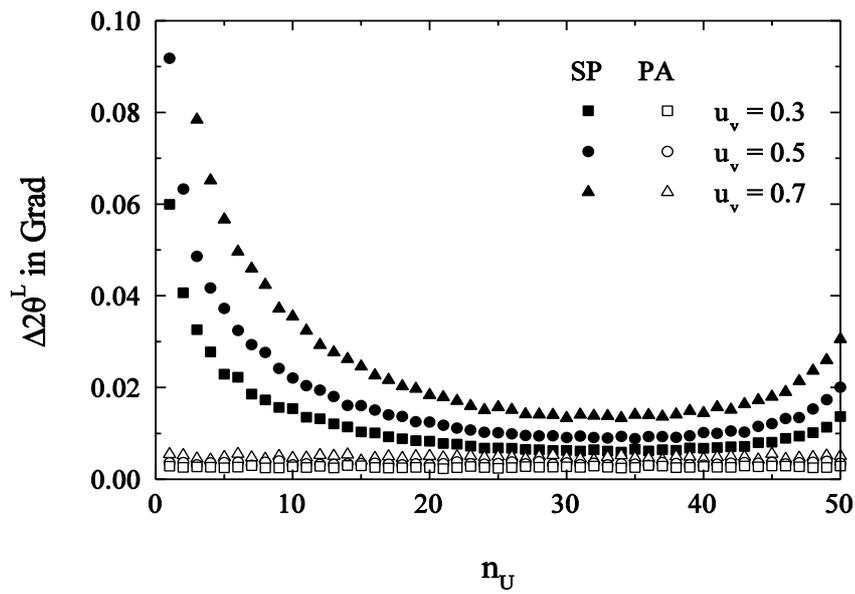


Bild 29: Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen in Abhängigkeit von n_U für $u_v = 0.3, 0.5$ sowie 0.7 bei $b_G = 1.0^\circ$, $I_{\max} = 1000$, $\beta = 6$ und $N = 111$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

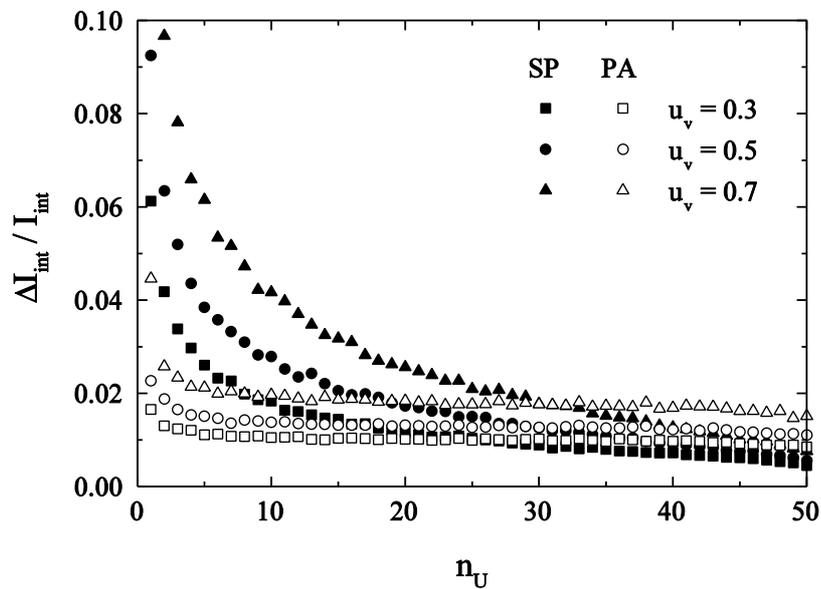


Bild 30: Bezogene Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}} / I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten in Abhängigkeit von n_U für $u_v = 0.3, 0.5$ sowie 0.7 bei $b_G = 1.0^\circ$, $I_{\max} = 1000$, $\beta = 6$ und $N = 111$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

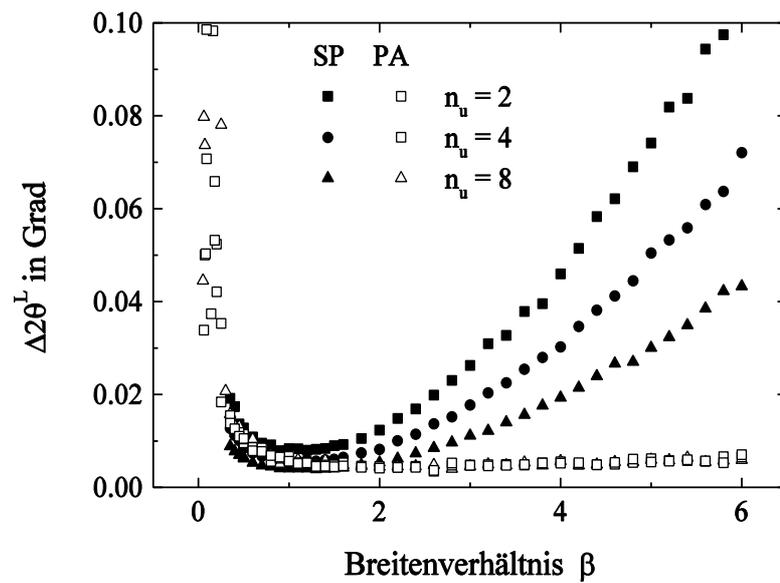


Bild 31: Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen in Abhängigkeit vom Breitenverhältnis β für $n_u = 2, 4$ sowie 8 bei $b_G = 1.0^\circ$, $I_{\max} = 1000$, $u_V = 0.5$ und $N = 101$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

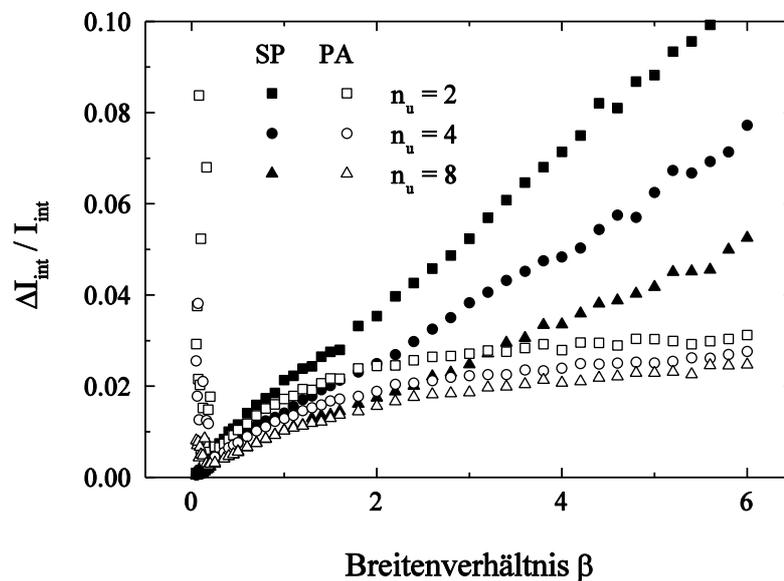


Bild 32: Bezogene Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}} / I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten in Abhängigkeit vom Breitenverhältnis β für $n_u = 2, 4$ sowie 8 bei $b_G = 1.0^\circ$, $I_{\max} = 1000$, $u_V = 0.5$ und $N = 101$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

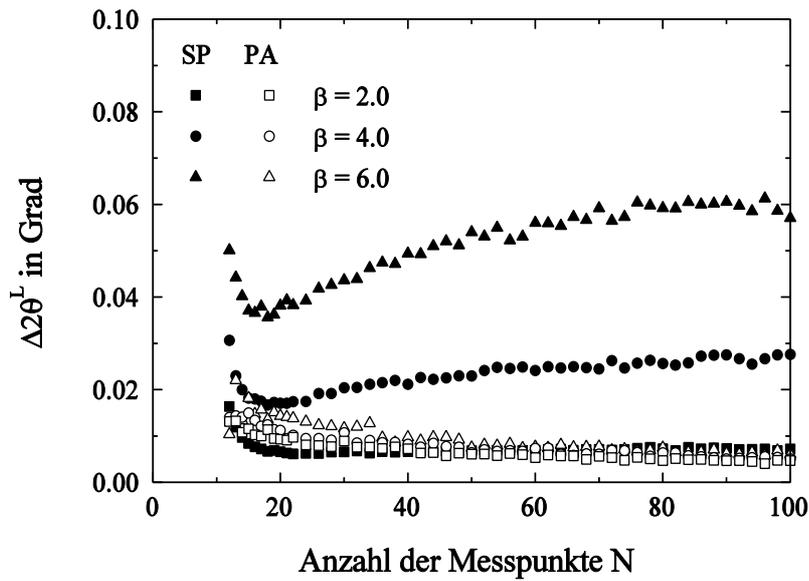


Bild 33: Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen in Abhängigkeit von der Anzahl der Messpunkte N für $\beta = 2, 4$ sowie 6 bei $b_G = 1.0^\circ$, $I_{\max} = 1000$, $u_v = 0.5$ und $n_u = 5$ (SP: Flächenschwerpunktverfahren, PA: Profilanpassung).

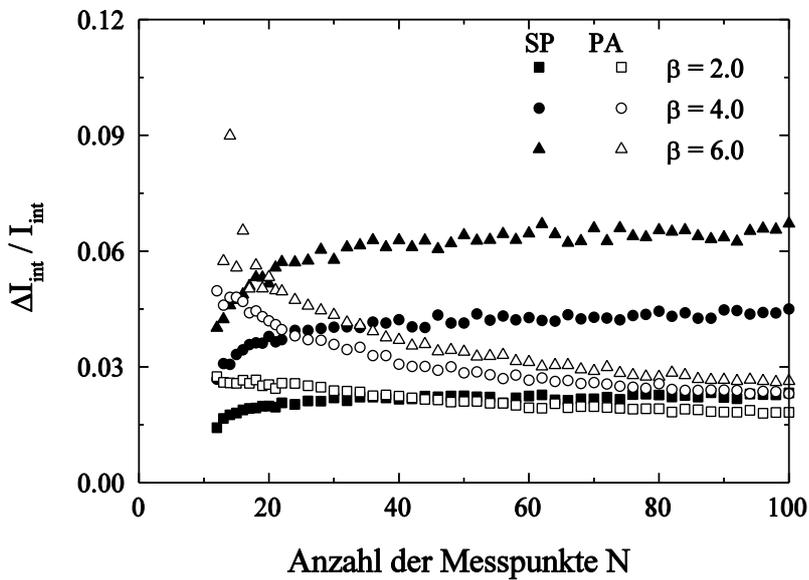


Bild 34: Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}} / I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten beim Flächenschwerpunktverfahren (SP) und bei der Profilanpassung (PA) in Abhängigkeit von der Anzahl der Messpunkte N für $b_G = 1.0^\circ$, $I_{\max} = 1000$, $u_v = 0.5$, $n_u = 5$ sowie $\beta = 2, 4$ und 6 .

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

der letztgenannte Effekt. Statt mit $n_u = N/4$ relativ viele Meßwerte zur Untergrundbestimmung heranzuziehen, werden in der Praxis üblicherweise nur Meßwerte oberhalb eines Schwellwertes von etwa 20 % der Maximalintensität zur SP-Bestimmung verwendet. Dadurch werden ebenfalls die statistischen Schwankungen der Profilausläufer unterdrückt (vgl. Abschn. 2.3).

Bild 31 und Bild 32 zeigen die Werte von $\Delta 2\theta^L$ und $\Delta I_{int}/I_{int}$ in Abhängigkeit des Breitenverhältnisses β für $n_u = 2, 4$ sowie 8 bei $b_G = 1.0^\circ$, $I_{max} = 1000$, $u_v = 0.5$ und $N = 101$. Die durch Profilanpassung erhaltenen $\Delta 2\theta^L$ nehmen zunächst mit anwachsendem β stark ab und steigen dann oberhalb von $\beta \approx 1.5$ etwa $\sim \sqrt{\beta}$ an. Die nach dem Flächenschwerpunktverfahren ermittelten $\Delta 2\theta^L$ hingegen steigen ab $\beta \geq 1.5$ etwa parabolisch mit wachsendem β an. $\Delta I_{int}/I_{int}$ nimmt beim Flächenschwerpunktverfahren etwa linear und bei der Profilanpassung etwa wurzelförmig mit steigendem β zu. Die Minima in den $\Delta 2\theta^L(\beta)$ -Verläufen beim SP-Verfahren können ebenfalls durch die bereits oben angesprochenen konkurrierenden Effekte erklärt werden, daß nämlich ein kleines β ein effektiv zunehmendes Untergrundverhältnis und ein großes β mehr Stützstellen in den Profilflanken bedeutet.

Die Abhängigkeiten von $\Delta 2\theta^L$ und $\Delta I_{int}/I_{int}$ von der Anzahl der Meßpunkte sind in Bild 33 und 34 für $\beta = 2, 4$ sowie 6 bei $b_G = 1.0^\circ$, $I_{max} = 1000$, $u_v = 0.5$ und $n_u = 3$ gezeigt. Während bei der Profilanpassung die Fehler $\Delta 2\theta^L$ relativ klein bleiben und mit wachsendem N abnehmen, ergeben sich für $\beta = 4$ und 6 beim Flächenschwerpunktverfahren erheblich größere Werte, die bei etwa $N = 4 n_u$ ein Minima durchlaufen. $\Delta I_{int}/I_{int}$ fällt bei der Profilanpassung umso ausgeprägter mit zunehmendem N ab, je größer β ist. Dagegen steigt es beim Flächenschwerpunktverfahren von mit β anwachsenden Ausgangswerten bis $N \approx 50$ relativ rasch an und nähert sich dann asymptotisch einem ebenfalls mit β anwachsenden Grenzwert. Auch hier bedeuten beim Flächenschwerpunktverfahren wenige Meßdaten bei gegebenem n_u und β eine effektive Zunahme des Untergrundverhältnisses, viele Meßdaten dagegen mehr Stützstellen in den Profilflanken.

Die auftretenden statistischen Fehler bei der Profilanpassung zeigen die erwarteten Abhängigkeiten von den Profil-, Meß- und Auswerteparametern. Kleine Fehler ergeben sich bei der Analyse von schmalen Interferenzprofilen mit geringen Untergrundverhältnissen bei langen Meßzeiten an vielen Stützstellen, wenn das ganze Interferenzprofil mit den Ausläufern erfaßt wird. Bei der Beurteilung der statistischen Fehler beim Flächenschwerpunktverfahren ist zu berücksichtigen, daß dieses aufgrund der notwendigen Untergrundkorrektur empfindlich auf statistische Streuung in den Profilausläufern reagiert. Deshalb sollte einerseits die Zahl der Stützstellen in den Profilausläufern klein gegen die Zahl der Stützstellen im Interferenzprofil sein ($\beta < 2$) und andererseits sollten zur Unterdrückung der statistischen Streuung in den Profilausläufern entweder $n_u \approx N/4$ Messungen zur Untergrundermittlung oder eine Auswertung mit Schwellwert (s.o.) erfolgen. Werden diese beiden Forderungen beachtet, so sind die Genauigkeiten der Linienlagebestimmung beim Flächenschwerpunktverfahrens gleich groß wie bei der Profilanpassung.

3.7 Analytische Abschätzung der statistischen Fehler von Profilanpassung und Flächenschwerpunktverfahren

Obwohl mit dem Monte-Carlo-Verfahren für jedes beliebige Interferenzprofil die statistischen Fehler aller Profilparameter bestimmbar sind, ist es wünschenswert, die Fehler bei der Bestimmung der Linienlagen sowie der Integralintensitäten auch direkt aus den Profil-, Meß- und Auswerteparametern berechnen zu können. Wesentliche Gründe dafür sind, daß das Monte-Carlo-Verfahren je nach Rechnerleistung immer noch sehr zeitaufwendig ist und daß analytische Fehlerabschätzungen bereits vor der Messung die für eine angestrebte Genauigkeit der Linienlage- und der Integralintensitätsbestimmung erforderliche Wahl der Meß- und Auswerteparameter ermöglichen. Die Hinweise, bei röntgenographischen Spannungsanalysen beispielsweise eine Nettoimpulszahl $I_{\max} = 1000$ und eine Schrittweite von etwa $1/20$ der Integralbreite zu wählen [46], berücksichtigen nicht die Einflüsse des Meßbereichs B , des Untergrundverhältnisses u_v und der Untergrundkorrektur.

3.7.1 Fehlerabschätzung bei der Profilanpassung

Wegen der iterativen Parameterbestimmung bei der Profilanpassung ist es praktisch nicht möglich, analytische Beziehungen zur Beschreibung der statistischen Fehler bei der Profilanpassung mathematisch exakt abzuleiten. Es liegt deshalb nahe, die durch Bild 23 bis Bild 34 belegten Abhängigkeiten mit Hilfe möglichst physikalisch begründbarer Funktionen zu beschreiben. Der Fehler der Linienlagebestimmung $\Delta 2\theta^L$ hängt nach Bild 23 linear von der Linienbreite ab und ist nach Bild 31 für $\beta \geq 1.5$

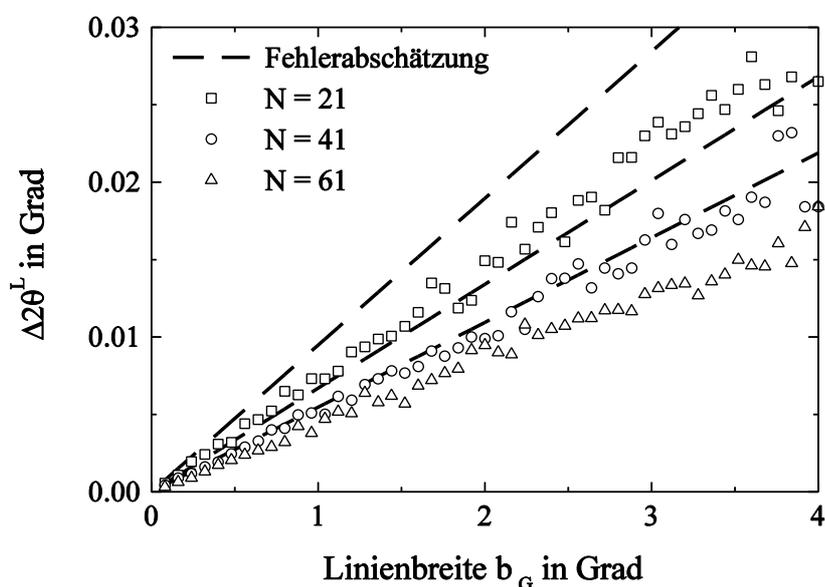


Bild 35: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von der Linienbreite b_G für $N = 21, 41$ sowie 61 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 23) mit den nach Gl. 70 berechneten.

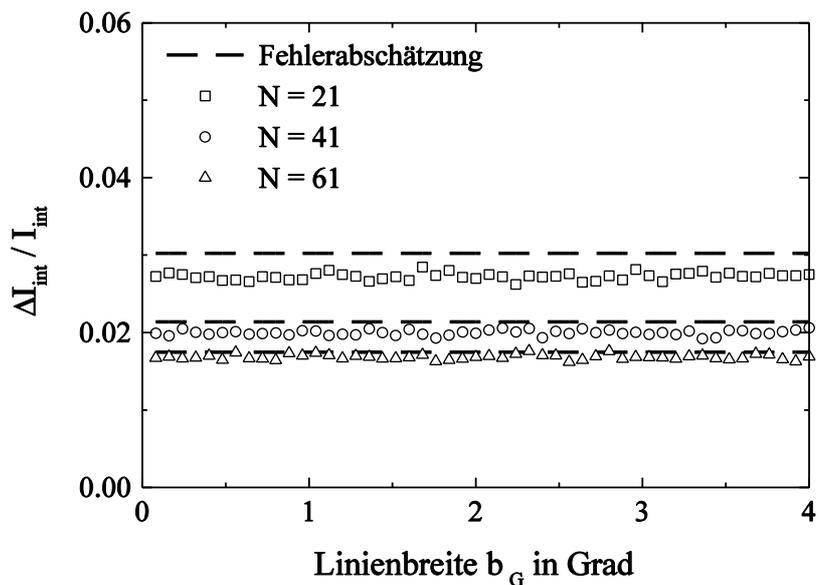


Bild 36: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von der Linienbreite b_G für $N = 21, 41$ sowie 61 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 24) mit den nach Gl. 71 berechneten.

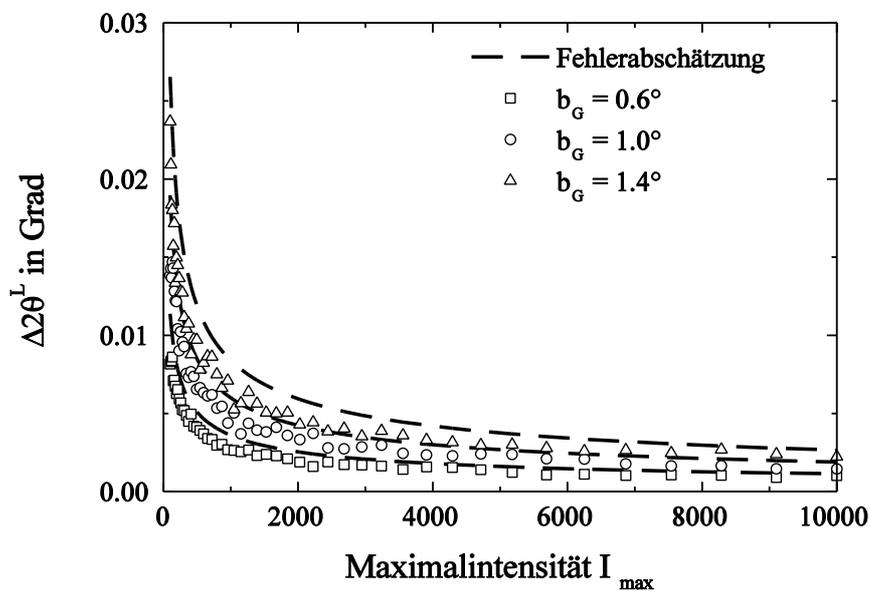


Bild 37: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von der Maximalintensität I_{max} für $b_G = 0.6^\circ, 1.0^\circ$ sowie 1.4° erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^{\perp}$ der Linienlagen (vgl. Bild 25) mit den nach Gl. 70 berechneten.

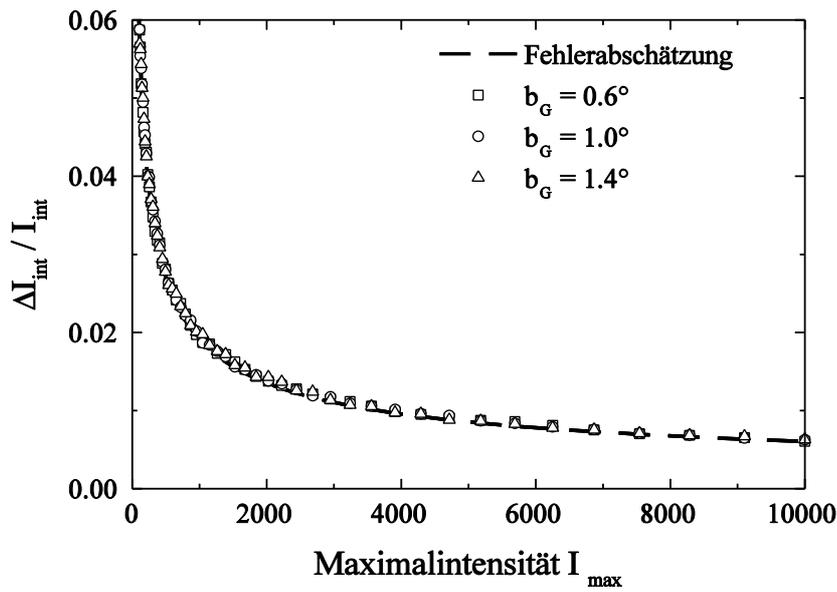


Bild 38: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von der Maximalintensität I_{max} für $b_G = 0.6^\circ$, 1.0° sowie 1.4° erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 26) mit den nach Gl. 71 berechneten.

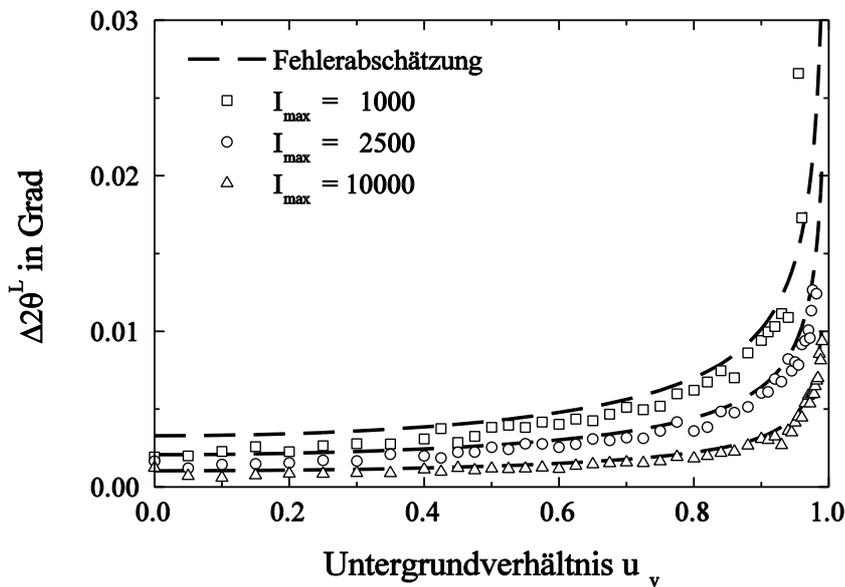


Bild 39: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit vom Untergrundverhältnis u_v für $I_{\text{max}} = 1000$, 2500 sowie 10000 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 27) mit den nach Gl. 70 berechneten.

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

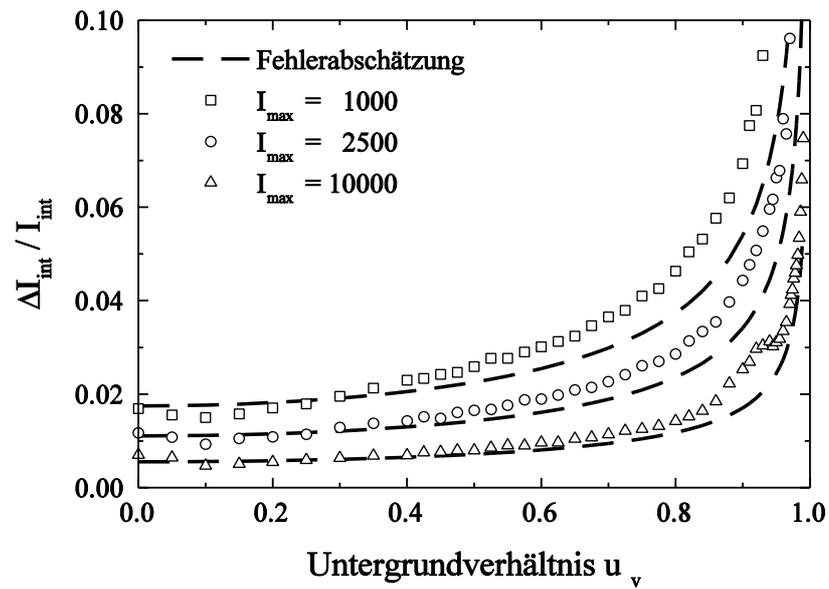


Bild 40: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit vom Untergrundverhältnis u_v für $I_{\text{max}} = 1000, 2500$ sowie 10000 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}} / I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 28) mit den nach Gl. 71 berechneten.

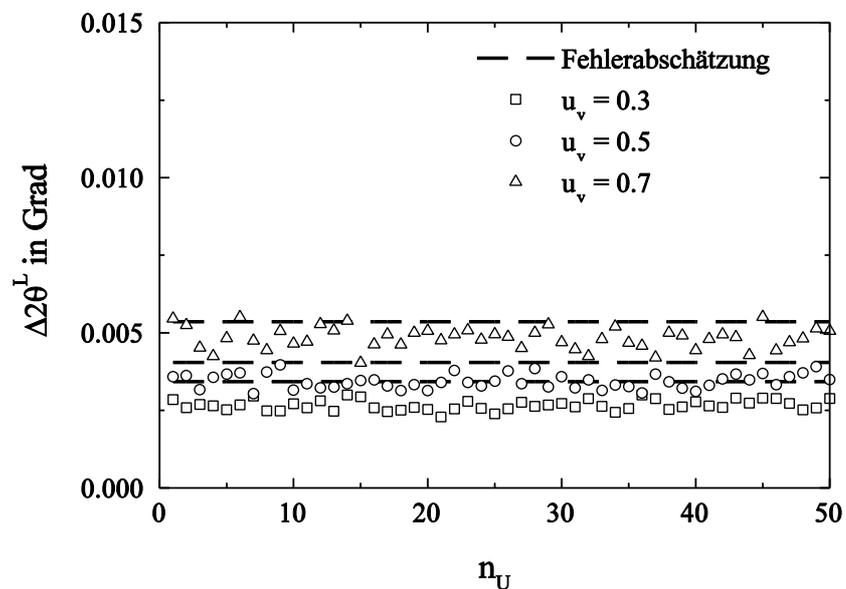


Bild 41: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von n_U für $u_v = 0.3, 0.5$ sowie 0.7 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 29) mit den nach Gl. 70 berechneten.

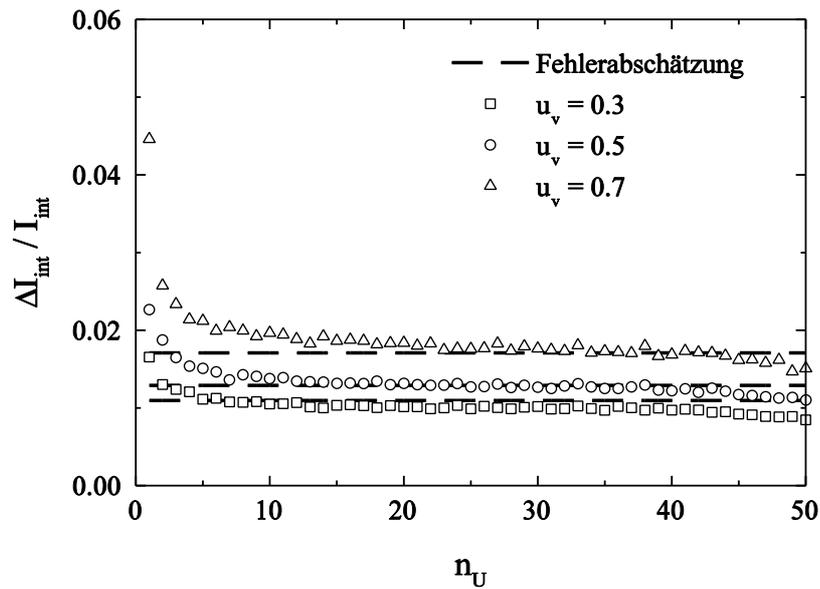


Bild 42: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von n_U für $u_v = 0.3, 0.5$ sowie 0.7 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 30) mit den nach Gl. 71 berechneten.

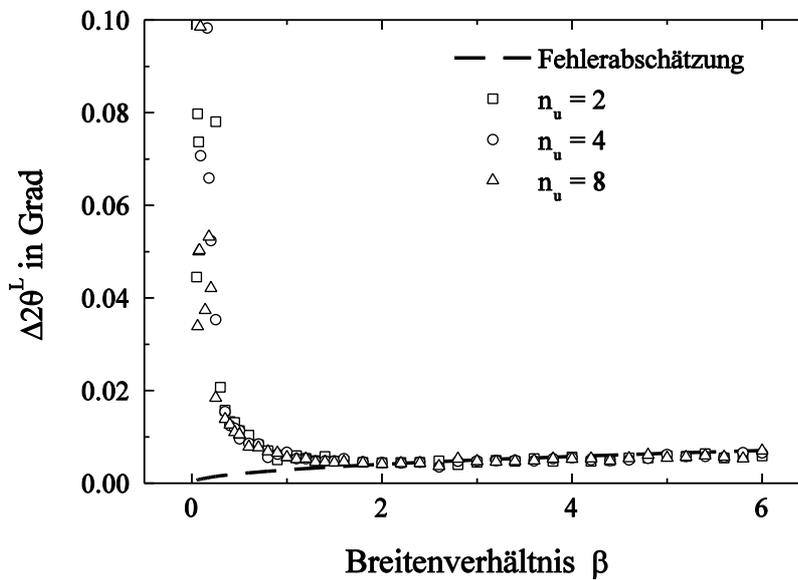


Bild 43: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit vom Breitenverhältnis β für $n_u = 2, 4$ sowie 8 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 31) mit den nach Gl. 70 berechneten.

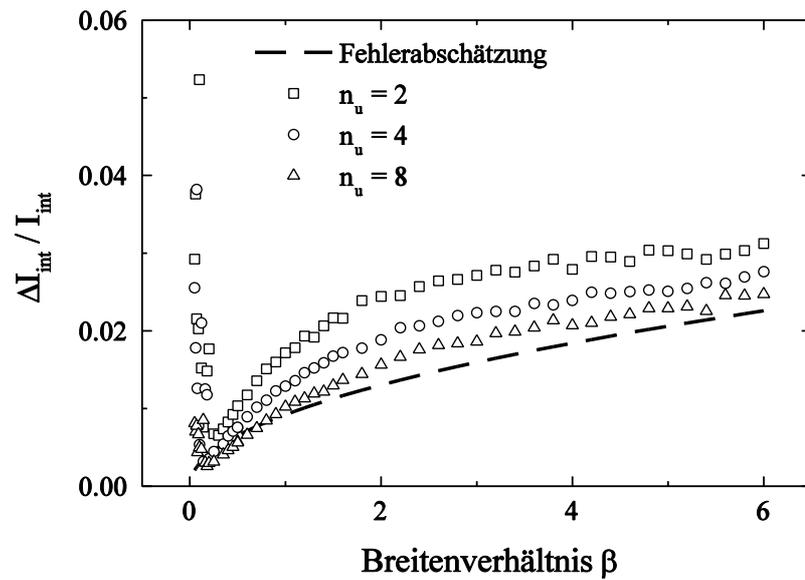


Bild 44: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit vom Breitenverhältnis β für $\nu_i = 2, 4$ sowie 8 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 32) mit den nach Gl. 71 berechneten.

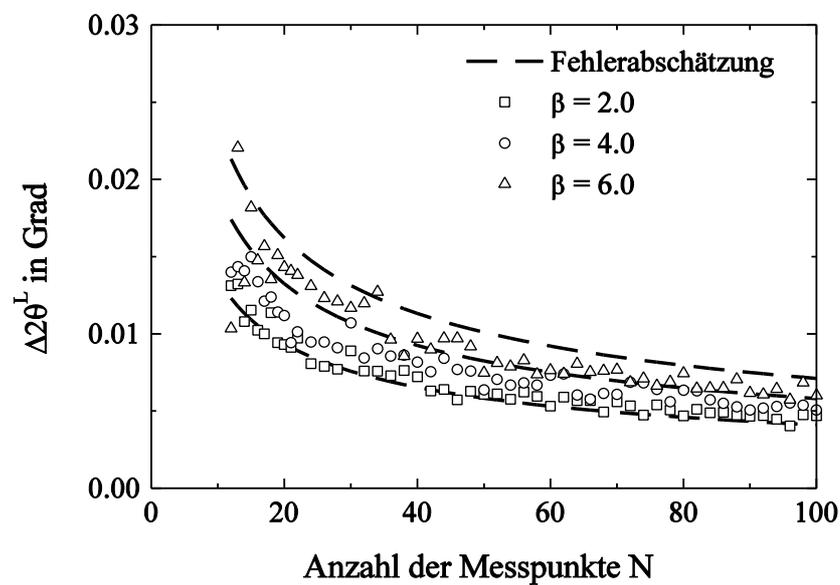


Bild 45: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von der Anzahl der Messpunkte N für $\beta = 2, 4$ sowie 6 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 33) mit den nach Gl. 70 berechneten.

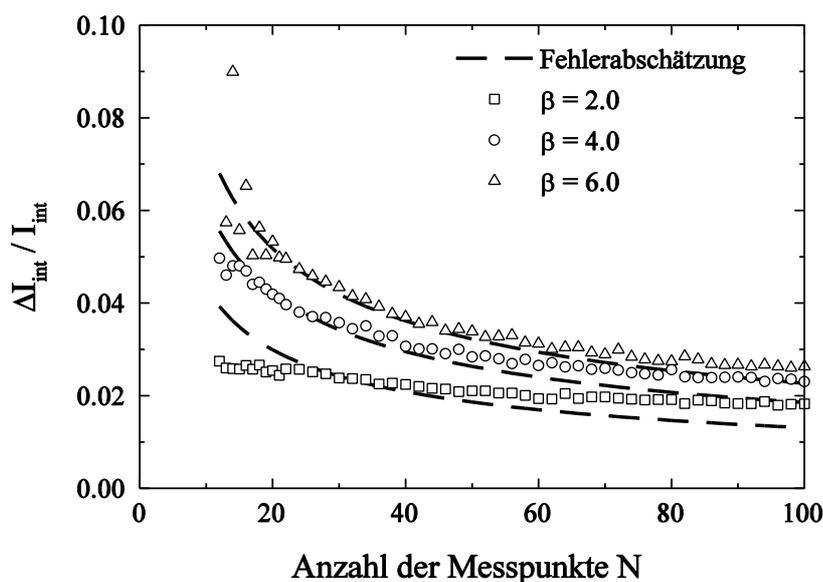


Bild 46: Vergleich der bei der Profilanpassung in Abhängigkeit von der Anzahl der Messpunkte N für $\beta = 2, 4$ sowie 6 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 34) mit den nach Gl. 71 berechneten.

etwa proportional zur Wurzel aus dem Breitenverhältnis β . Wegen der bekannten Poisson-Statistik der Intensitätsverteilung wurde $\Delta 2\theta^L \sim 1/\sqrt{I_{\text{max}}}$ angenommen und der Einfluß der Anzahl der Stützstellen zu $\Delta 2\theta^L \sim 1/\sqrt{N-1}$ angesetzt. Der monotone Anstieg des Fehlers der Linienlagebestimmung mit wachsendem Untergrundverhältnis und einer Singularität bei $u_v = 1$ ließ sich am besten durch $\Delta 2\theta^L \sim \sqrt{(1+u_v^2)/(1-u_v^2)}$ erfassen. Insgesamt ergibt sich somit die Beziehung

$$\Delta 2\theta^L = \frac{b_G}{2} \sqrt{\frac{2\beta}{(N-1)I_{\text{max}}}} \cdot \sqrt{\frac{1+u_v^2}{1-u_v^2}} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{2b_G\delta_{\text{sw}}}{I_{\text{max}}}} \cdot \sqrt{\frac{1+u_v^2}{1-u_v^2}}, \quad (70)$$

die bereits in [34] vorgestellt wurde. Analoge Überlegungen ergeben für den bezogenen Fehler der Integralintensität

$$\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}} = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \sqrt{\frac{2\beta}{(N-1)I_{\text{max}}}} \cdot \sqrt{\frac{1+u_v^2}{1-u_v^2}} = \sqrt{\frac{2}{\pi}} \sqrt{\frac{2\delta_{\text{sw}}}{b_G I_{\text{max}}}} \cdot \sqrt{\frac{1+u_v^2}{1-u_v^2}}. \quad (71)$$

Die Bilder 35 bis 46 belegen, daß die Gl. 70 und 71 die Abhängigkeiten der Fehler $\Delta 2\theta^L$ und $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ von den betrachteten Parametern recht gut beschreiben. Lediglich bei kleinen Breitenverhältnissen β und kleinen n_v treten größere Abweichung auf, da die Gleichungen die abnehmende Anzahl der Meßpunkte im Interferenzprofil nicht berücksichtigen. Im Bereich vernünftiger Meß- und Auswerteparameter ergeben sich gute, meist eher konservative Fehlerabschätzungen für $\Delta 2\theta^L$ und $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$.

3. Analyse von Interferenzlinien mit Hilfe von Profilanpassungen

3.7.2 Fehlerabschätzung beim Flächenschwerpunktverfahren

Ausgehend von Überlegungen von [25] bietet sich beim Flächenschwerpunktverfahren eine Fehlerabschätzung unter Rückgriff auf das Gauss'schen Fehlerfortpflanzungsgesetz an. Nach Abschn. 3.6 führt ein zu klein gewählter Meßbereich und/oder eine zu groß gewählte Zahl der zur Festlegung des Untergrunds herangezogenen Messpunkte n_u zu einer Veränderung der ermittelten Untergrundsintensitäten, weil deren Bestimmung ganz oder teilweise in den Profilausläufern erfolgt. Für den so ermittelten Untergrund gilt näherungsweise

$$\begin{aligned}
 U &\approx \frac{1}{\delta_{sw}(n_u - 1/2)} \int_{2\theta_1 - \frac{B}{2}}^{2\theta_1 - \frac{B}{2} + \delta_{sw}(n_u - 1/2)} I(2\theta) \, d2\theta \\
 &= I_{\max} \left(\frac{u_v}{1 - u_v} + \frac{N-1}{2n_u - 1} \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \left[\operatorname{erf}(\beta) - \operatorname{erf}\left(\beta \frac{N-2n_u}{N-1}\right) \right] \right),
 \end{aligned} \tag{72}$$

wobei

$$\operatorname{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-t^2} \, dt, \tag{73}$$

die z.B. in [101] tabelliert vorliegende Fehler-Funktion ist. Die zur Flächenschwerpunktsbestimmung erforderlichen Momente S_n der so ermittelten Intensitätsverteilung verändern sich ebenfalls. Anstelle der Gl. 65 zugrunde gelegten Voraussetzung $b_G \ll B$ kann hier zur Fehlerbestimmung in guter Näherung $2\theta^L \approx (2\theta_{\min} + 2\theta_{\max})/2$ angenommen werden. Unter dieser Voraussetzung folgt aus Gl. 64 für die Momente 0., 1. und 2. Ordnung

$$\begin{aligned}
 S_0 &= I_{\max} \frac{N-1}{2n_u - 1} \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \left(\operatorname{erf}\left(\beta \frac{N-2n_u}{N-1}\right) - \frac{N-2n_u}{N-1} \operatorname{erf}(\beta) \right), \\
 S_1 &= \frac{S_0}{2}
 \end{aligned} \tag{74}$$

sowie

$$S_2 = \frac{S_0}{4} + \frac{I_{\max}}{12} \left(\frac{3}{2\beta^2} \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \operatorname{erf}(\beta) - e^{-\beta^2} \right) - \frac{N-1}{2n_u - 1} \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \left[\operatorname{erf}(\beta) - \operatorname{erf}\left(\beta \frac{N-2n_u}{N-1}\right) \right] \right).$$

Andererseits ergibt sich aus Gl. 62 mit Hilfe des Gauss'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes

$$\Delta 2\theta^L = \frac{B}{S_0^2} \sqrt{S_0^2 (\Delta S_1)^2 - S_1^2 (\Delta S_0)^2} \tag{75}$$

und daraus mit Gl. 74

$$\Delta 2\theta^L = \frac{\beta b_G}{2S_0} \sqrt{4(\Delta S_1)^2 - (\Delta S_0)^2} . \quad (76)$$

Die Standardabweichungen der Momente S_n werden durch die Fehler $\Delta I_i = \sqrt{I_i}$ der gemessenen Intensitäten I_i bestimmt. Das Gauss'sche Fehlerfortpflanzungsgesetz liefert dann

$$(\Delta S_n)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial S_n}{\partial I_i} \right)^2 (\Delta I_i)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial S_n}{\partial I_i} \right)^2 I_i . \quad (77)$$

Die $\left(\frac{\partial S_n}{\partial I_i} \right)^2$ lassen sich nach Gl. 61 berechnen, so daß man schließlich für die Standardabweichung der

Linienlagen

$$\Delta 2\theta^L = \frac{\beta b_G}{2\sqrt{N-1} S_0} \sqrt{4S_2 - S_0 + \frac{N^2(N+1)^2 U}{18n_u(N-1)^3} \left(1 - \frac{6n_u(N-2n_u+1)}{N(N+1)} \right)} \quad (78)$$

und für die bezogenen Standardabweichungen der Integralintensitäten

$$\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}} = \frac{\beta}{I_{\text{max}} \sqrt{\pi(N-1)}} \sqrt{S_0 + \frac{N(N-2n_u)}{2n_u(N-1)} U} \quad (79)$$

erhält. In den Bilder 47 bis 58 werden die in Abschn. 3.4 mit Hilfe der Monte-Carlo-Simulation für das Schwerpunktverfahren bestimmten Standardabweichungen der Linienlagen und der bezogenen Integralintensitäten mit den analytisch nach Gl. 78 bzw. Gl. 79 berechneten verglichen. In allen Fällen besteht eine hervorragende Übereinstimmung.

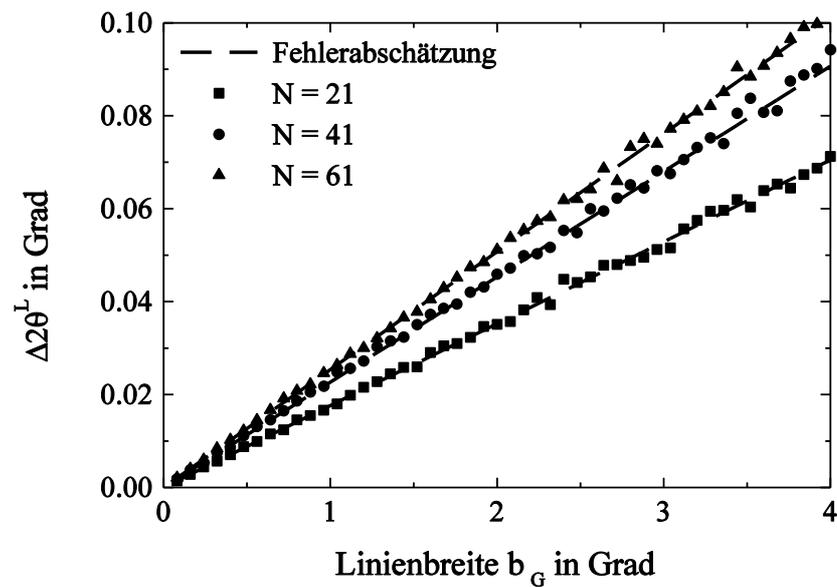


Bild 47: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von der Linienbreite b_G für $N = 21$, 41 sowie 61 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 23) mit den nach Gl. 78 berechneten.

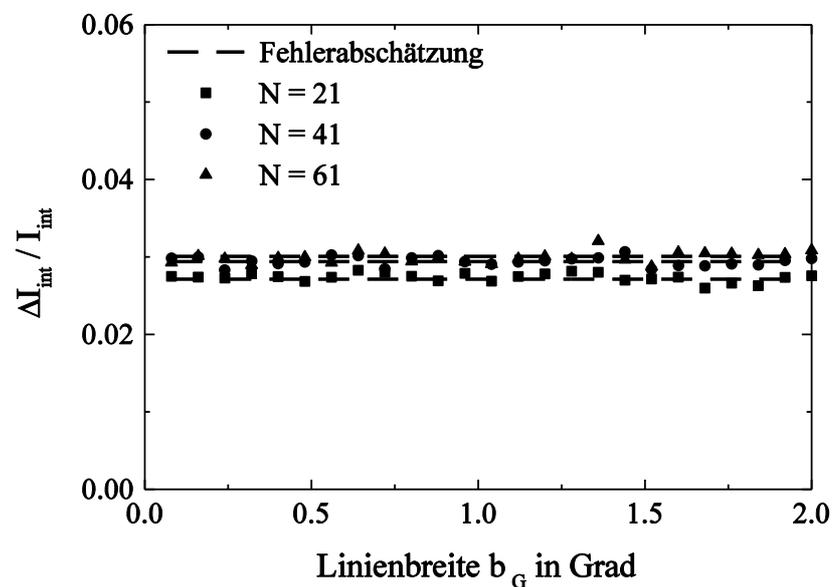


Bild 48: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von der Linienbreite b_G für $N = 21$, 41 sowie 61 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{int}/I_{int}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 24) mit den nach Gl. 79 berechneten.

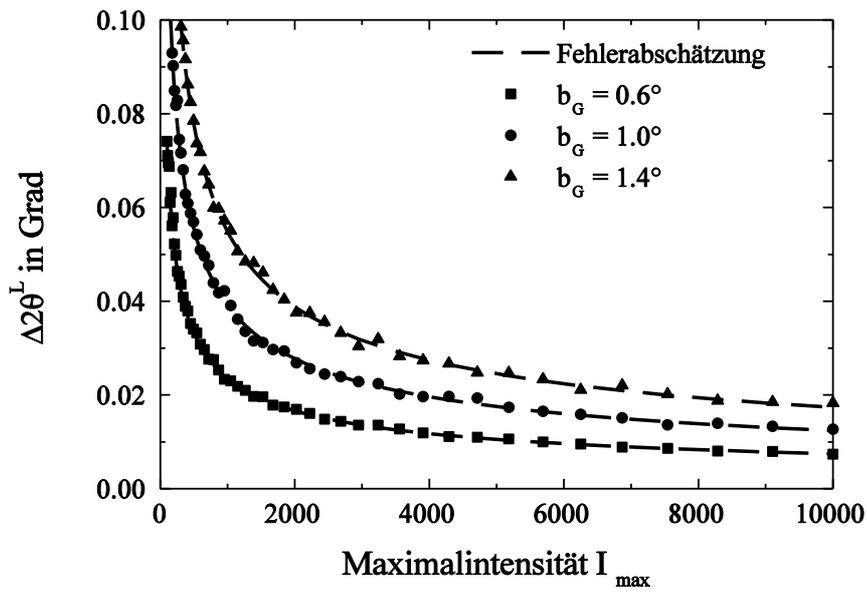


Bild 49: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von der Maximalintensität I_{\max} für $b_G = 0.6^\circ$, 1.0° sowie 1.4° erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 25) mit den nach Gl. 78 berechneten.

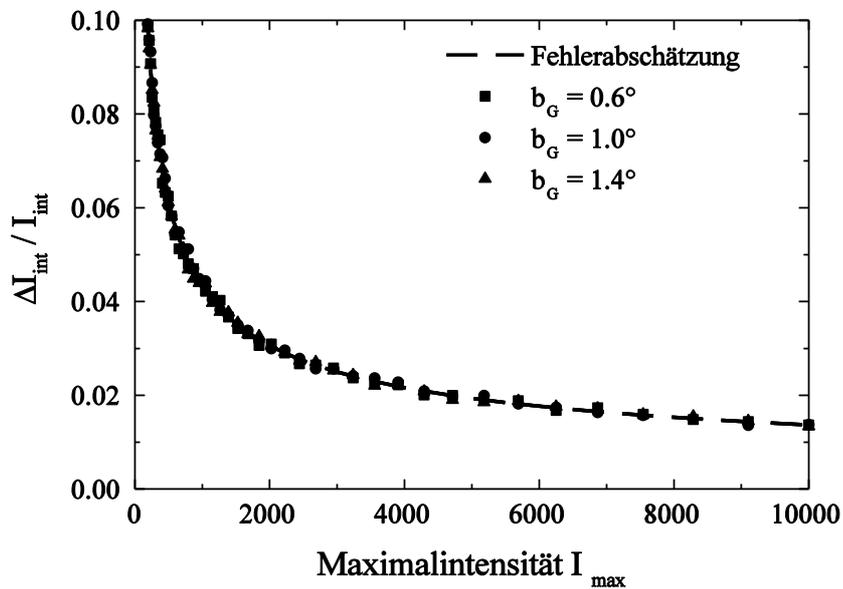


Bild 50: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von der Maximalintensität I_{\max} für $b_G = 0.6^\circ$, 1.0° sowie 1.4° erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 26) mit den nach Gl. 79 berechneten.

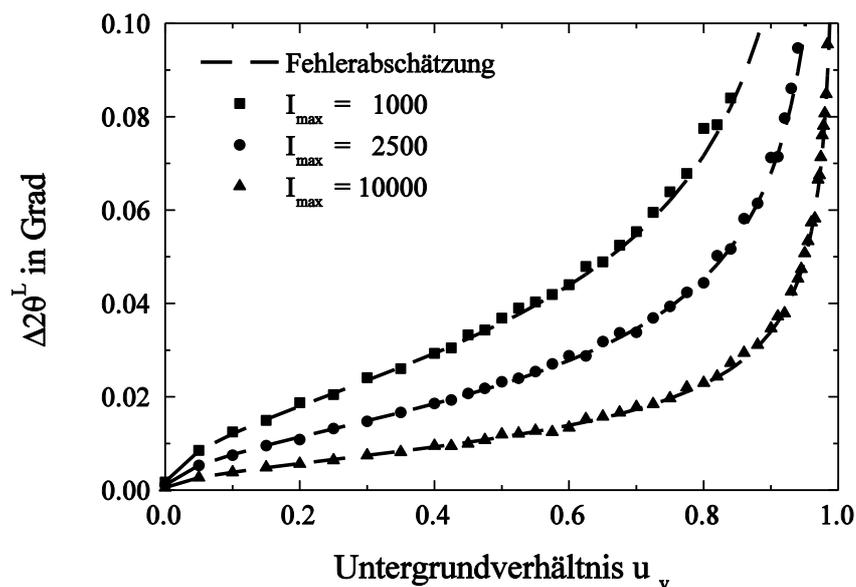


Bild 51: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit vom Untergrundverhältnis u_v für $I_{\max} = 1000, 2500$ sowie 10000 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 27) mit den nach Gl. 78 berechneten.

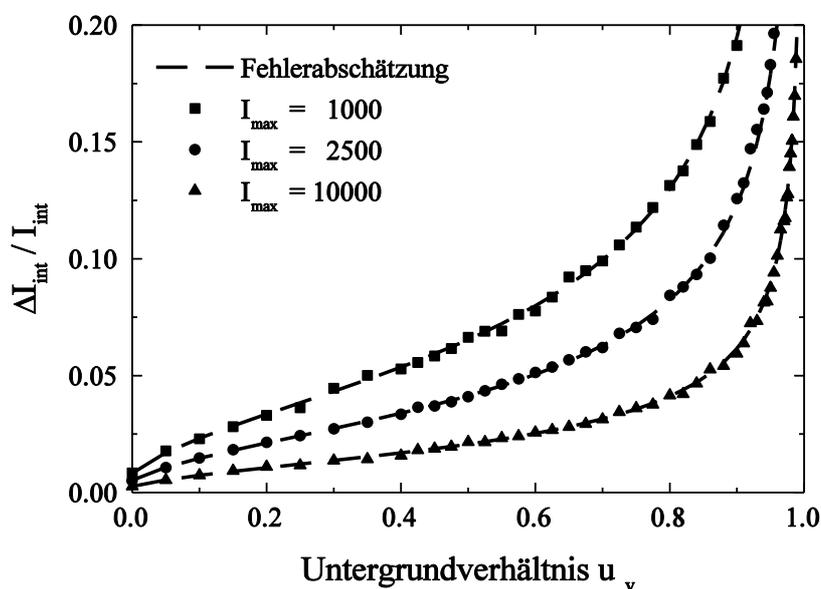


Bild 52: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit vom Untergrundverhältnis u_v für $I_{\max} = 1000, 2500$ sowie 10000 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 28) mit den nach Gl. 79 berechneten.

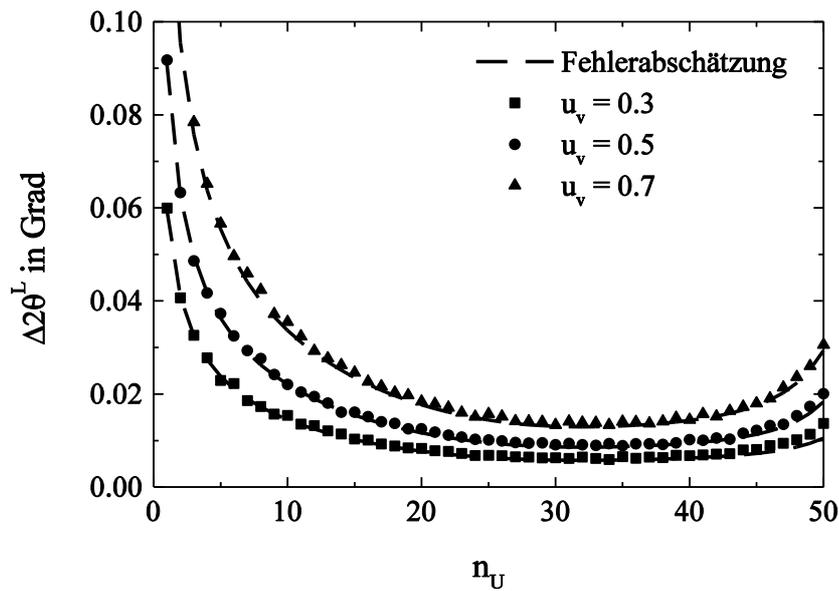


Bild 53: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von n_U für $u_v = 0.3, 0.5$ sowie 0.7 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 29) mit den nach Gl. 78 berechneten.

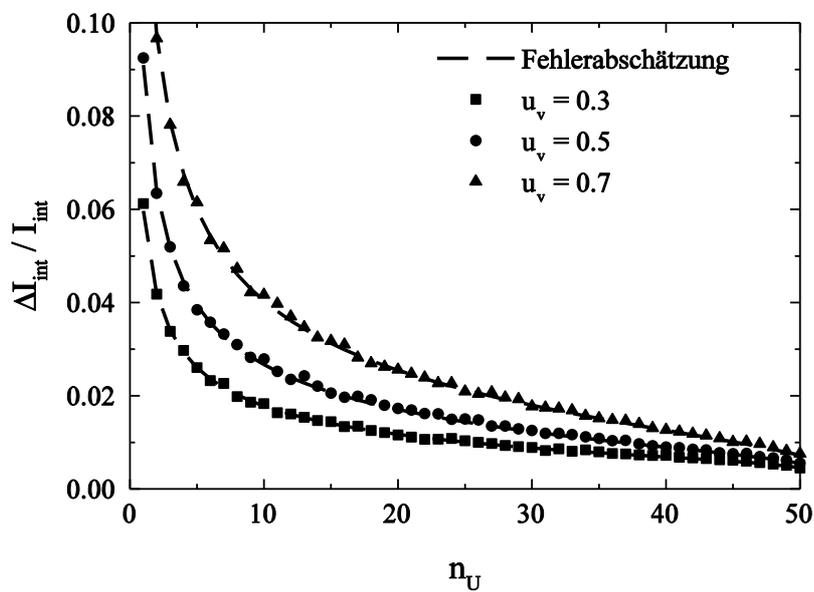


Bild 54: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von n_U für $u_v = 0.3, 0.5$ sowie 0.7 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{int} / I_{int}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 30) mit den nach Gl. 79 berechneten.

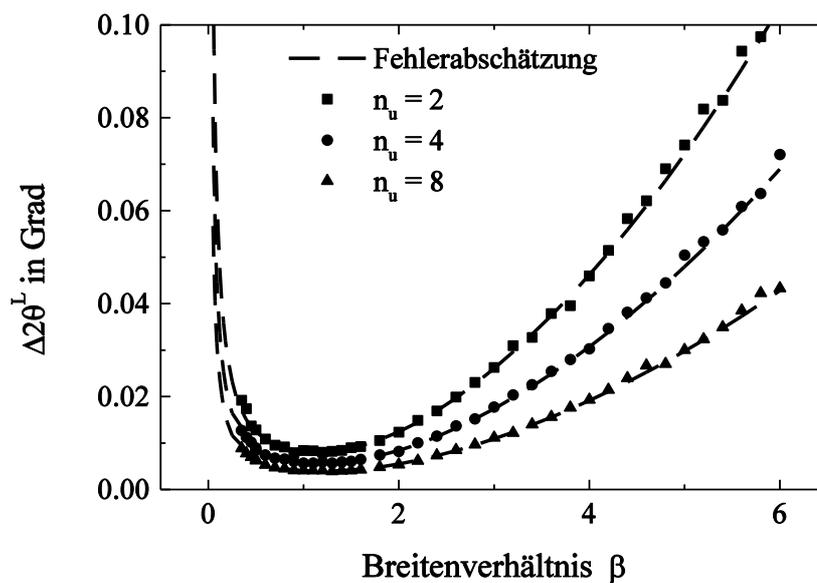


Bild 55: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit vom Breitenverhältnis β für $n_u = 2$, 4 sowie 8 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 31) mit den nach Gl. 78 berechneten.

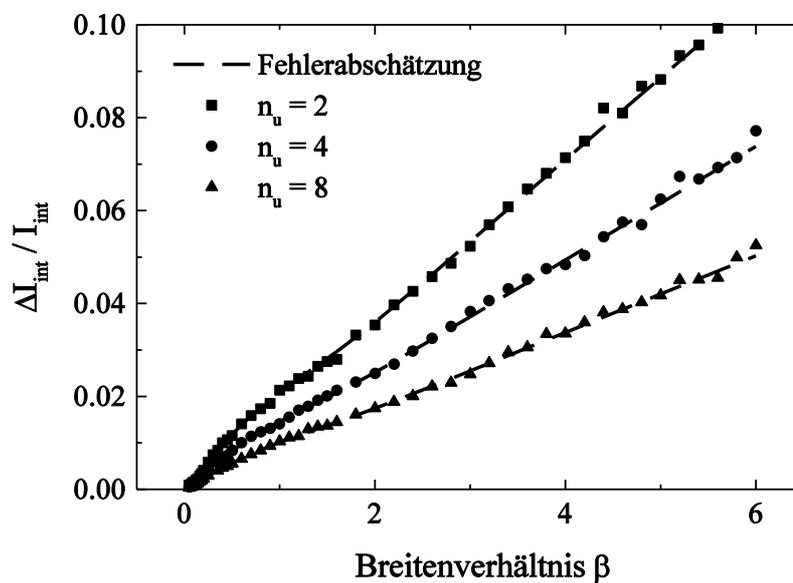


Bild 56: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit vom Breitenverhältnis β für $n_u = 2$, 4 sowie 8 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{int} / I_{int}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild 32) mit den nach Gl. 79 berechneten.

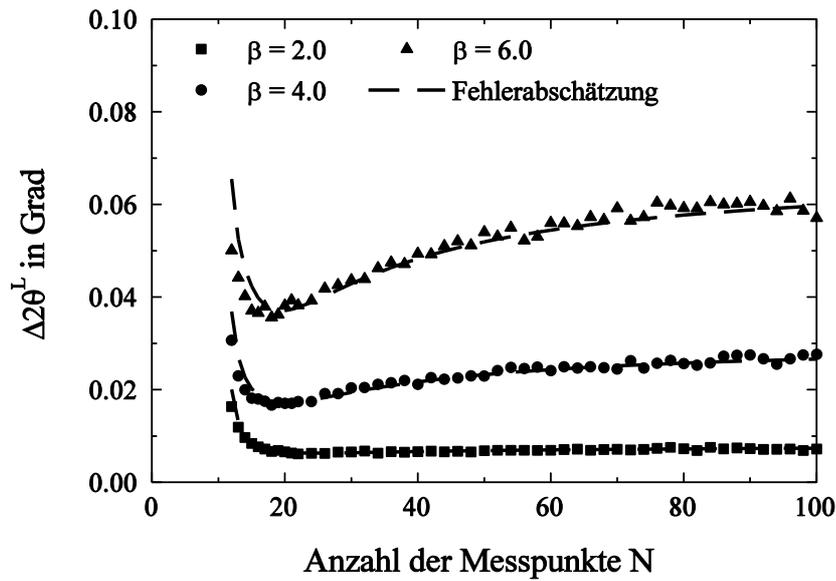


Bild 57: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von der Anzahl der Messpunkte N für $\beta = 2, 4$ sowie 6 erhaltenen Standardabweichungen $\Delta 2\theta^L$ der Linienlagen (vgl. Bild 33) mit den nach Gl. 78 berechneten.

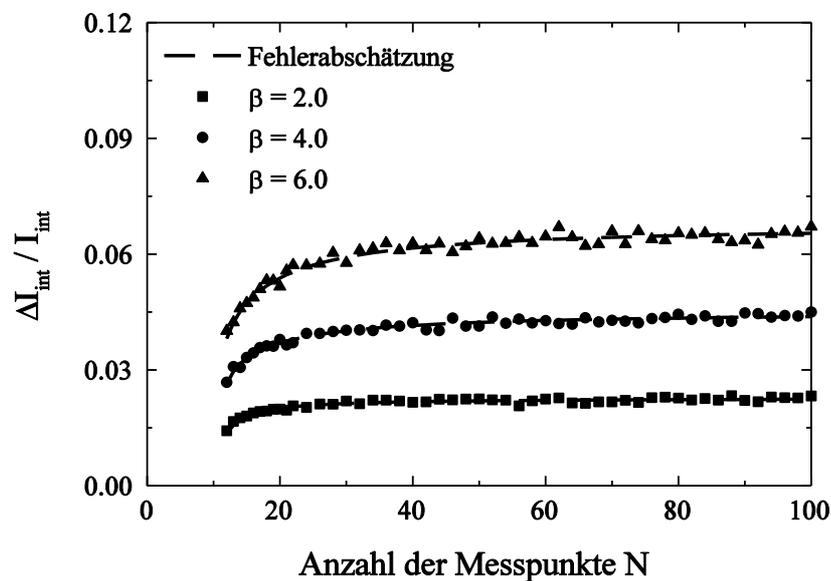


Bild 58: Vergleich der beim Flächenschwerpunktverfahren in Abhängigkeit von der Anzahl der Messpunkte N für $\beta = 2, 4$ sowie 6 erhaltenen bezogenen Standardabweichungen $\Delta I_{\text{int}}/I_{\text{int}}$ der Integralintensitäten (vgl. Bild34) mit den nach Gl. 79 berechneten.

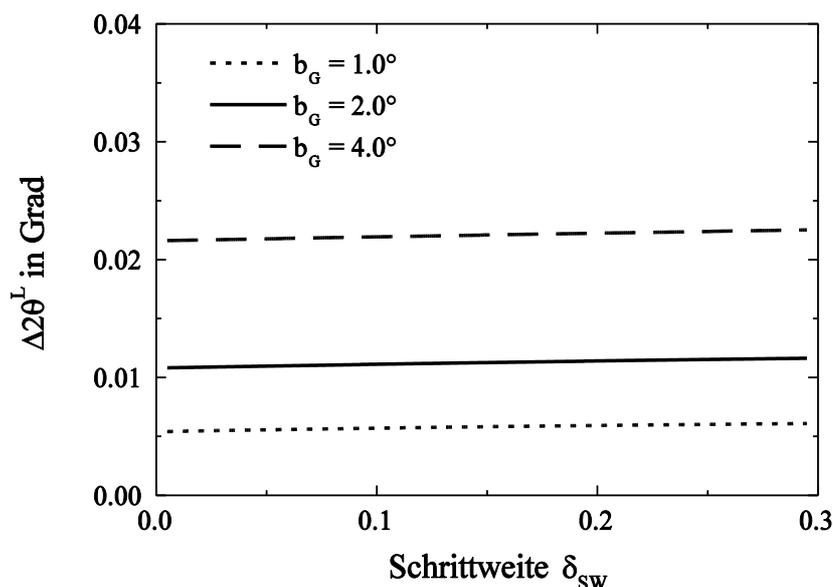


Bild 59: Nach Gl. 78 berechnete Fehler $\Delta 2\theta^L$ für $\beta = 1.5$, $n_u = N/4$, $u_v = 0.5$, $I_{\max} \cdot N = 20000$ sowie $b_G = 1^\circ$, 2° und 4° in Abhängigkeit von der Schrittweite δ_{SW} .

Die erhaltenen Beziehungen können also zur Optimierung von Meß- und Auswertparametern herangezogen werden. Dies soll am Beispiel der Linienlagebestimmung veranschaulicht werden. Wie Bild 55 belegt, hat $\Delta 2\theta^L$ nach Gl. 78 ein Minimum bei $\beta \approx 1.5$. Ferner zeigen die Bilder 53 bzw. 57 Minimalwerte bei $n_u \approx N/4$ bzw. bei $N \approx 4 n_u$ Meßdaten zur Ermittlung des Untergrundes.

Zunächst soll die Frage beantwortet werden, ob es bei einer festgelegten Gesamtmeßzeit bei $I_{\max} \cdot N =$ konstant für eine bestimmte Linienbreite b_G eine optimale Schrittweite δ_{SW} gibt. In Bild 59 sind die nach Gl. 78 berechneten Fehler $\Delta 2\theta^L$ für $\beta = 1.5$, $n_u = N/4$, $u_v = 0.5$, $I_{\max} \cdot N = 20000$ sowie $b_G = 1^\circ$, 2° und 4° in Abhängigkeit von der Schrittweite δ_{SW} aufgetragen. Wie man erkennt, ist es bei konstanter Gesamtmeßzeit unerheblich, ob die Messungen bei einer kleineren Schrittweite δ_{SW} mit vielen Stützstellen und kleineren Intensitäten oder bei einer größeren Schrittweite δ_{SW} mit wenigen Stützstellen und dafür größeren Intensitäten durchgeführt werden.

Beispielhaft für eine in der Praxis übliche Schrittweite $\delta_{SW} = 0.05^\circ$ sind in Bild 60 für $b_G = 1.0^\circ$, in Bild 61 für $b_G = 2.0^\circ$ und in Bild 62 für $b_G = 4.0^\circ$ die benötigten Maximalintensitäten I_{\max} über der zu erreichenden Meßgenauigkeit $\Delta 2\theta^L$ jeweils für $u_v = 0.2$, 0.5 und 0.8 aufgetragen. Soll beispielsweise ein Interferenzprofil der Breite $b_G = 1.0^\circ$ bei einem Untergrundverhältnis von $u_v = 0.5$ und einer Schrittweite $\delta_{SW} = 0.05^\circ$ mit einer Genauigkeit von $\Delta 2\theta^L = 0.005^\circ$ gemessen werden, so sind als Meßparameter $B \approx 3^\circ$, $N \approx 60$, $n_u \approx 15$ und $I_{\max} \approx 700$ zu wählen.

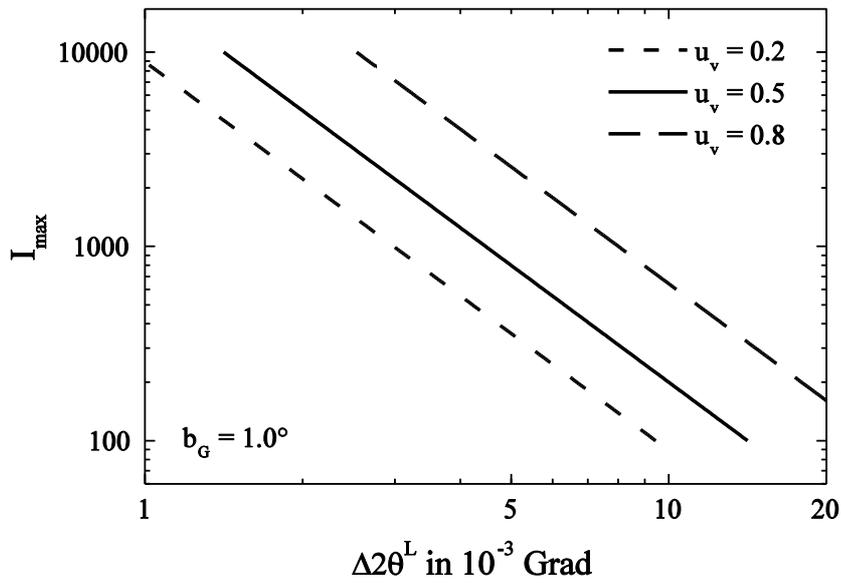


Bild 60: Benötigte Maximalintensitäten I_{\max} aufgetragen über der angestrebten Meßgenauigkeit $\Delta 2\theta^L$ für ein Interferenzprofil der Breite $b_G = 1.0^\circ$ bei Untergrundsverhältnissen von $u_v = 0.2, 0.5$ und 0.8 .

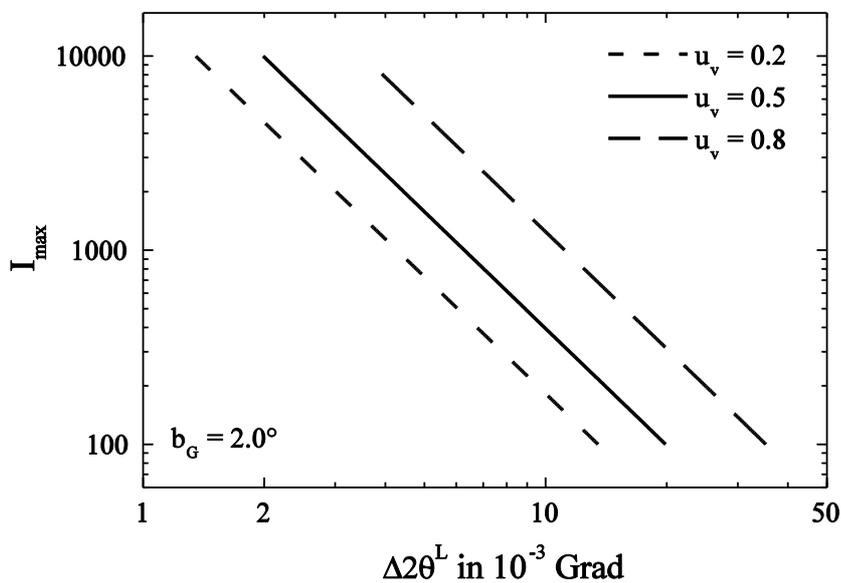


Bild 61: Benötigte Maximalintensitäten I_{\max} aufgetragen über der angestrebten Meßgenauigkeit $\Delta 2\theta^L$ für ein Interferenzprofil der Breite $b_G = 2.0^\circ$ bei Untergrundsverhältnissen von $u_v = 0.2, 0.5$ und 0.8 .

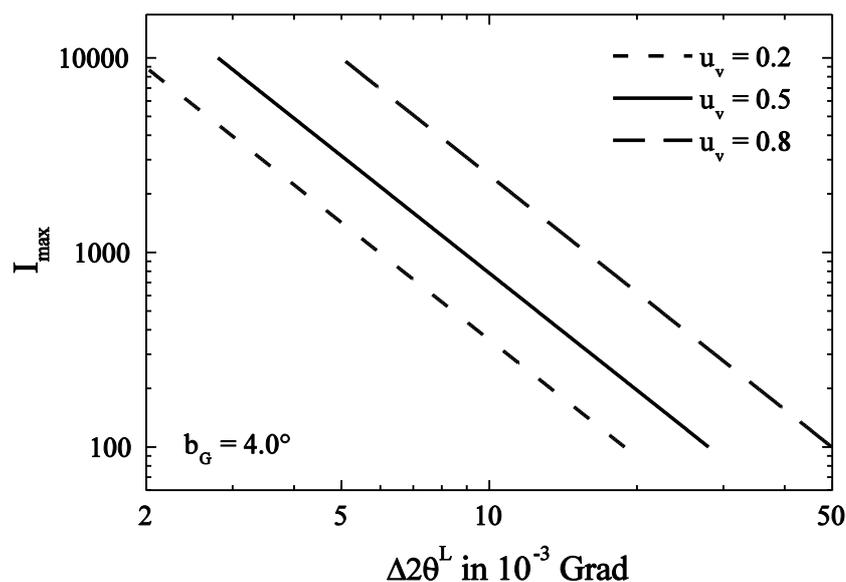


Bild 62: Benötigte Maximalintensitäten I_{\max} aufgetragen über der angestrebten Meßgenauigkeit $\Delta 2\theta^L$ für ein Interferenzprofil der Breite $b_G = 4.0^\circ$ bei Untergrundsverhältnissen von $u_v = 0.2, 0.5$ und 0.8 .

3.8 Zusammenfassung

Die Weiterentwicklung des Flächenschwerpunktverfahrens ermöglicht, Startwerte für Linienlagen und Integralintensitäten von überlagerten Interferenzprofilen aus den höheren Momenten der gemessenen Intensitätsverläufe zu bestimmen. Als gutes Kriterium für die Trennbarkeit zweier Profile erweist sich dabei ein minimaler Profilabstand in der Größenordnung der Linienbreiten. Aufbauend auf diese Methode wurde ein Programm zur Profilanpassung von bis zu acht Pearson-VII-Funktionen entwickelt. Die Anpassung kann automatisch mit oder ohne physikalische Vorgaben wie z.B. die Berücksichtigung der $K\alpha_{1/2}$ -Aufspaltung erfolgen. Mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen lassen sich die statistischen Fehler aller Profilparameter eines gemessenen Interferenzprofils bestimmen. Diese Fehler erweisen sich als abhängig von den gewählten Verfahren zur Linienlage- bzw. Integralintensitätsbestimmung. Der statistische Fehler bei der Profilanpassung ergibt sich dabei meist deutlich kleiner als beim Flächenschwerpunktverfahren, weil in die Untergrundkorrektur bei der Profilanpassung alle Meßdaten einbezogen werden, so daß die statistische Streuungen in den Profilausläufern weniger ins Gewicht fallen als beim Flächenschwerpunktverfahren. Zur Ermittlung der statistischen Fehler bei der Linienlage- und Integralintensitätsbestimmung aus den Profil-, Meß- und Auswerteparametern wurden für die Profilanpassung halb-empirische und für das Flächenschwerpunktverfahren analytische Beziehungen abgeleitet. Diese erlauben bei beiden Methoden für geforderte Genauigkeiten die Optimierung der Meß- und Auswerteparameter. Insgesamt ergibt sich, daß die Profilanpassung wegen der stabileren Untergrundkorrektur und der Möglichkeit zur Trennung überlagelter Interferenzlinien dem Flächenschwerpunkt-

verfahren in den meisten Fällen vorzuziehen ist. Zudem stellt das Flächenschwerpunktverfahren höhere Anforderungen an den Anwender, da zunächst die Zahl n_u der zur Untergrundkorrektur herangezogenen Meßwerte, ein Schwellwert sowie gegebenenfalls ein Glättungsfaktor festgelegt werden müssen. Diese beeinflussen nach Abschn. 3.7.2 die erzielbare Genauigkeit der Linienlagebestimmung in komplexer Weise. Lediglich bei stark asymmetrischen Interferenzlinien, wie sie beim Vorliegen von Eigenspannungsgradienten auftreten, ist das Flächenschwerpunktverfahren der Profilanpassung durch symmetrische P-VII-Funktionen vorzuziehen.

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

4.1 Problemstellung

Nach Abschn. 2.4 liegen für die Analyse oberflächennaher gradientenbehafteter Eigenspannungszustände mehrere Ansätze vor, die alle auf einer Variation der Richtungen der gemessenen Gitterdehnungen sowie auf einer Variation der Eindringtiefe der Strahlung beruhen. Dabei werden durch Änderungen der Winkel ψ und ω , der Wellenlänge λ und/oder der untersuchten $\{hkl\}$ -Gitterebenen möglichst viele $2\theta_{\varphi,\psi,\omega}$ -Werte ermittelt und daraus in geeigneter Weise die vorliegenden Eigenspannungsverteilungen berechnet. Bei Gitterdehnungsanalysen mit einem ψ -Diffraktometer in einem oder mehreren Azimuten φ in verschiedenen ψ -Richtungen sind Messungen mit verschiedenen Eindringtiefen z^* möglich, wobei wegen des symmetrischen Strahlengangs keine Korrektur der Meßdaten erforderlich sind. Bild 63 zeigt schematisch die Abhängigkeit der Eindringtiefe z^* von $\sin^2\psi$. z^* nimmt monoton von $z^* = z_0$ bei $\psi = 0^\circ$ auf $z^* = 0 \mu\text{m}$ bei $\psi = 90^\circ$ ab. Die Gitterdehnungsanalysen in einem oder mehreren Azimuten sind bei verschiedenen ω -Kippungen in Ω -Geometrie apparativ einfacher auszuführen als in Ψ -Geometrie, schließen aber den Nachteil eines asymmetrischen Strahlengangs ein. Deshalb müssen Absorptions- und Brechkungskorrekturen durchgeführt werden, und die Meßrichtungen bleiben auf $|\omega| < \theta$ beschränkt [4]. Bild 64 gibt schematisch den Verlauf der Eindringtiefe z^* in Abhängigkeit von $\sin^2\omega$ wieder. z^* nimmt monoton von $z^* = z_0$ bei $\omega = 0^\circ$ auf $z^* = 0 \mu\text{m}$ bei $\omega = \theta$ ab. Eine Variation der Eindringtiefe durch Vermessung mehrerer Interferenzlinien mit derselben Röntgenwellenlänge ist nur beschränkt möglich und bietet bei kleinem 2θ zudem sehr ungünstige Meß-

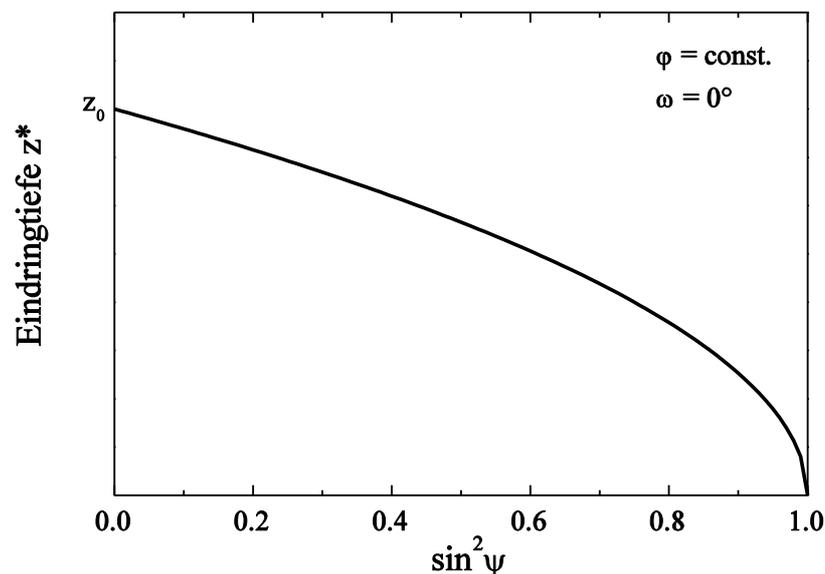


Bild 63: Schematische Abhängigkeit der Eindringtiefe z^* einer monochromatischen Röntgenstrahlung bei Gitterdehnungsmessungen in verschiedenen Richtungen ψ bei $\varphi = \text{const.}$ und $\omega = 0^\circ$.

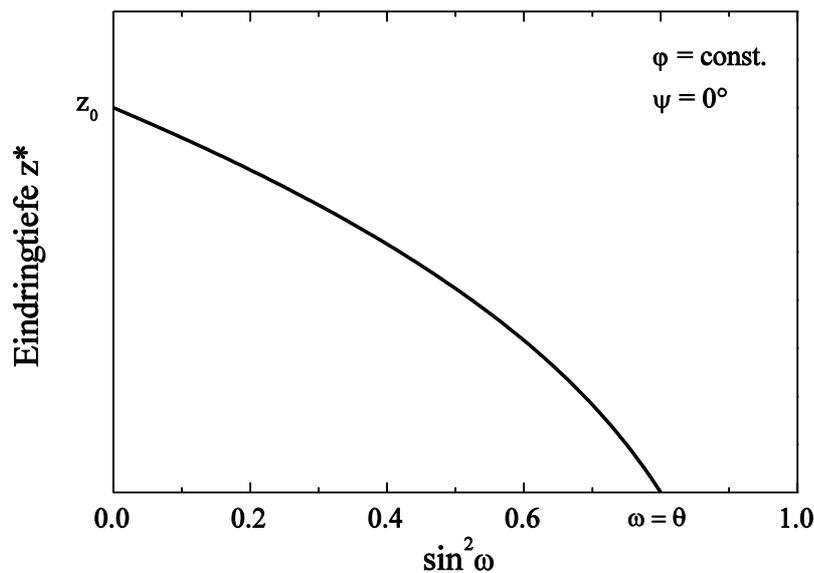


Bild 64: Schematische Abhängigkeit der Eindringtiefe z^* einer monochromatischen Röntgenstrahlung bei Gitterdehnungsmessungen in verschiedenen Richtungen ω bei $\varphi = \text{const.}$ und $\psi = 0^\circ$.

bedingungen. Bild 65 zeigt als Beispiel die z_0 -Werte, die für die bei α -Fe mit Cu $K\alpha$ -Strahlung im Bereich $40^\circ < 2\theta < 140^\circ$ registrierbaren Interferenzen $\{hkl\}$ vorliegen. Die maximalen Eindringtiefen variieren um einen Faktor zwei. Zudem muß bei der Vermessung mehrerer Interferenzen $\{hkl\}$ auch der Einfluß von Eigenspannungen II.-Art berücksichtigt werden.

Veränderungen der Eindringtiefe lassen sich auch durch Messungen mit verschiedenen Wellenlängen erreichen, die allerdings umständliche Röntgenröhrenwechsel erfordern. Dazu muß die Wellenlängenabhängigkeit der linearen Schwächungskoeffizienten $\mu(\lambda)$ der untersuchten Materialien bekannt sein [65]. Bild 66 zeigt wiederum für α -Fe die maximale Eindringtiefe z_0 in Abhängigkeit von der Wellenlänge λ . Besonders in der Umgebung einer Absorptionskante des untersuchten Probenmaterials kann eine wesentliche Eindringtiefenvariation erzielt werden.

Die angesprochenen Möglichkeiten zur Eindringtiefenvariation weisen spezifische Vor- und Nachteile auf und wurden bisher meist nur einzeln angewandt. Für eine verbesserte Analyse von Eigenspannungs-tiefenverteilungen in randnahen Werkstoffbereichen bietet sich daher die Kombination mehrerer Verfahren an. In [12] erfolgten Gitterdehnungsmessungen an Ti(C-N)-Gradientenschichten in Ψ -Geometrie mit einer zusätzlichen Drehung der Probe um den Winkel ω , so daß ψ -Kippungen bei kleinen Einfallswinkeln $\alpha = \theta - \omega$ möglich werden. Dadurch konnte der überstrichene Eindringtiefenbereich an die Dicke der zu untersuchenden Randschichten angepaßt werden. Der resultierende asymmetrische Strahlengang mußte allerdings durch eine sehr aufwendige Brechungskorrektur für die Winkel φ, ψ, ω und $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}$ berücksichtigt werden. Durch Gitterdehnungsmessungen an mehreren Interferenzen $\{hkl\}$ unter Variation des Einfallswinkels α gelang in [68] eine getrennte Bestimmung von Eigen-

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

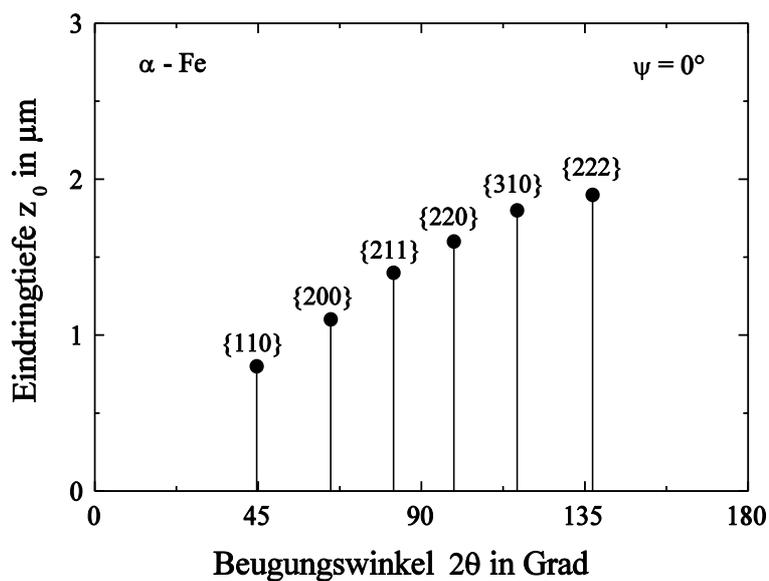


Bild 65: Abhängigkeit der maximalen Eindringtiefe z_0 vom Beugungswinkel 2θ verschiedener Interferenzen $\{hkl\}$ am Beispiel α -Fe für Cu K α -Strahlung.

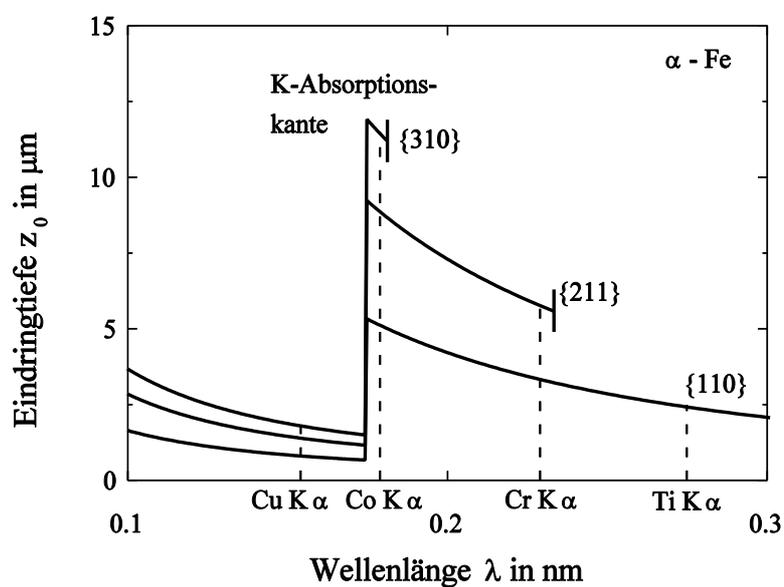


Bild 66: Abhängigkeit der maximalen Eindringtiefe z_0 von der Wellenlänge λ am Beispiel α -Fe für die $\{110\}$ -, die $\{211\}$ - und die $\{310\}$ -Gitterebenen.

spannungstiefenverteilungen sowie von Tiefenverteilungen der spannungsfreien Gitterkonstanten in Ti(C-N)-Gradientenschichten. Es liegt nahe, ein geschlossenes Verfahren zu entwickeln, das es erlaubt, die beschriebenen Meßstrategien in beliebiger Weise zu kombinieren und die erhaltenen Meßdaten gemeinsam auszuwerten. Damit würden optimierte Lösungen spezieller Meßprobleme möglich. Das Verfahren sollte deshalb Interferenzlinienlagemessungen in Ψ -Geometrie bei kleinen Strahleinfalls-winkeln α und ψ -Kippungen erlauben. In Spezialfällen sollte es ferner die Möglichkeit bieten, Messungen an verschiedenen Gitterebenen $\{hkl\}$ mit einer Wellenlänge, aber auch mit verschiedenen Wellen-längen in eine Auswertung einzubeziehen. Schließlich sollte immer nur dann, wenn die Eindringtiefen der benutzten Strahlungen nicht für eine zerstörungsfreie Charakterisierung der Eigenspannungstiefen-verteilungen ausreichen, eine Lösung unter Rückgriff auf Meßergebnisse möglich sein, die nach schichtweisem Abtrag von Werkstoffrandbereichen erhalten wurden. Darüber wird in den nachfolgenden Abschnitten berichtet.

4.2 Berücksichtigung von Brechungseinflüssen bei der röntgenographischen Spannungsanalyse

Röntgenstrahlen erfahren beim Auftreffen aus Luft auf Festkörper eine sehr geringe Brechung, weil sich ihr Brechungskoeffizient in Festkörpern $n' = 1 - \gamma$ mit $\gamma < 10^{-4}$ nur wenig von ihrem Brechungskoeffi-zienten in Luft $n = 1$ unterscheidet. Bei streifendem Primärstrahleinfall nahe dem Totalreflexionswinkel und bei asymmetrischem Strahlengang beeinflussen die Auswirkungen der Brechung jedoch die Interferenzlinienlagen, so daß entsprechende Korrekturen erforderlich sind.

Unter Rückgriff auf die in Bild 10 festgelegten Winkeln φ , ψ und ω des probenfesten Koordinaten-systems, auf die Linienlage $2\theta_{\varphi,\psi,\omega}$ sowie auf den Strahleinfallswinkel $\alpha = \theta_{\varphi,\psi,\omega} - \omega$ ist auf Grund der aus Bild 67 ersichtlichen Verhältnisse die Richtung des einfallenden Röntgenstrahls durch

$$\vec{e} = \begin{pmatrix} e_1 \\ e_2 \\ e_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} +\cos\alpha \sin\varphi + \sin\alpha \cos\varphi \sin\psi \\ -\cos\alpha \cos\varphi + \sin\alpha \sin\varphi \sin\psi \\ -\sin\alpha \cos\psi \end{pmatrix} \quad (80)$$

und die des reflektierten Röntgenstrahls durch

$$\vec{a} = \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \\ a_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} +\cos(2\theta_{\varphi,\psi,\omega} - \alpha) \sin\varphi - \sin(2\theta_{\varphi,\psi,\omega} - \alpha) \cos\varphi \sin\psi \\ -\cos(2\theta_{\varphi,\psi,\omega} - \alpha) \cos\varphi - \sin(2\theta_{\varphi,\psi,\omega} - \alpha) \sin\varphi \sin\psi \\ +\sin(2\theta_{\varphi,\psi,\omega} - \alpha) \cos\psi \end{pmatrix} \quad (81)$$

festgelegt. Beim Eintritt in die Probe wird der Röntgenstrahl wegen $n' < n$ vom Oberflächenlot weg, beim Austritt aus der Probe dagegen zum Oberflächenlot hin gebrochen. Dabei bleiben die x_1 - und x_2 -Komponenten von \vec{e} und \vec{a} unverändert, und nach dem Snellius'schen Brechungsgesetz

$$\sqrt{1 - e_3^2} = -n' \sqrt{1 - e_3'^2} \quad \text{und} \quad \sqrt{1 - a_3^2} = n' \sqrt{1 - a_3'^2} \quad (82)$$

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

gelten die Beziehungen

$$\vec{e}^l = \begin{pmatrix} e_1^l \\ e_2^l \\ e_3^l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} e_1 \\ e_2 \\ -\sqrt{e_3^2 - 1 + n^2} \end{pmatrix} \quad \text{und} \quad \vec{a}^l = \begin{pmatrix} a_1^l \\ a_2^l \\ a_3^l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \\ \sqrt{a_3^2 - 1 + n^2} \end{pmatrix} \quad (83 \text{ a und b})$$

für die Richtungen des einfallenden und des abgelenkten Strahls in der Probe. Wie Bild 68 für $\varphi = 0^\circ$ veranschaulicht, führt die Brechung der Röntgenstrahlung zu gegenüber φ, ψ, α und $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}$ veränderten Winkeln $\varphi^l, \psi^l, \alpha^l$ und $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^l$. Für die Eigenspannungsanalysen sind die Winkel innerhalb der Probe relevant. Die am Diffraktometer gemessenen bzw. eingestellten bzw. gemessenen Winkel müssen daher zunächst geeignet umgerechnet werden. Die Anwendung von Grundregeln der Vektorrechnung liefert innerhalb der Probe für den Beugungswinkel

$$\cos(2\theta^l) = \frac{\vec{e}^l \cdot \vec{a}^l}{|\vec{e}^l| |\vec{a}^l|}, \quad (84)$$

für den Distanzwinkel

$$\sin \psi^l = \frac{a_1 e_2 - a_2 e_1}{|\vec{a}^l \times \vec{e}^l|}, \quad (85)$$

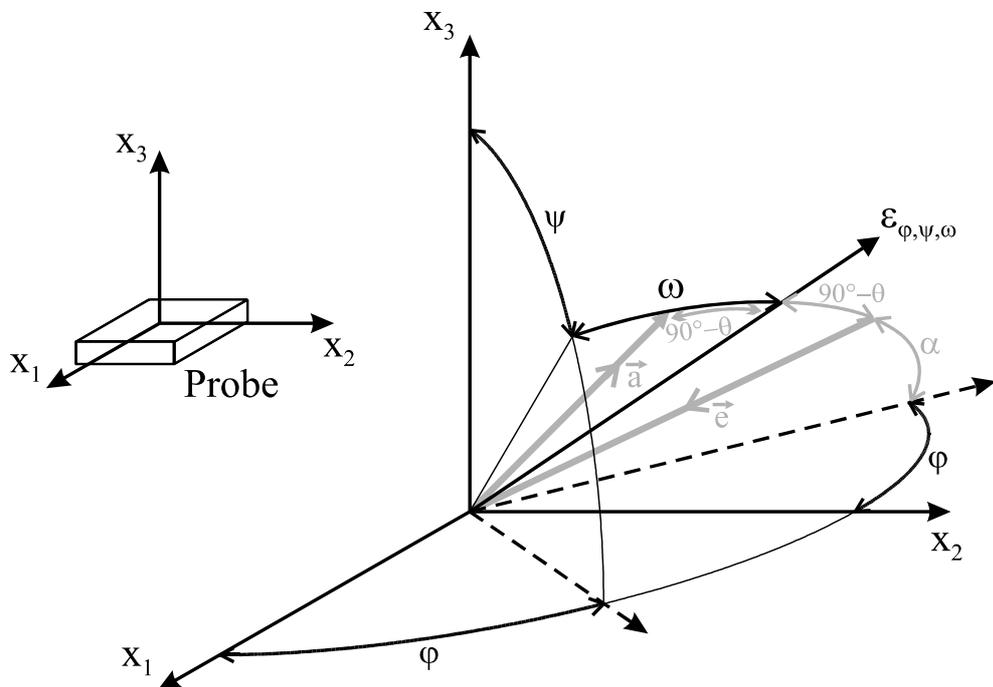


Bild 67: Schematische Darstellung der Richtung \vec{e} des einfallenden und \vec{a} des reflektierten Röntgenstrahls, im Bezug auf das probenfeste Koordinatensystem nach Bild 10.

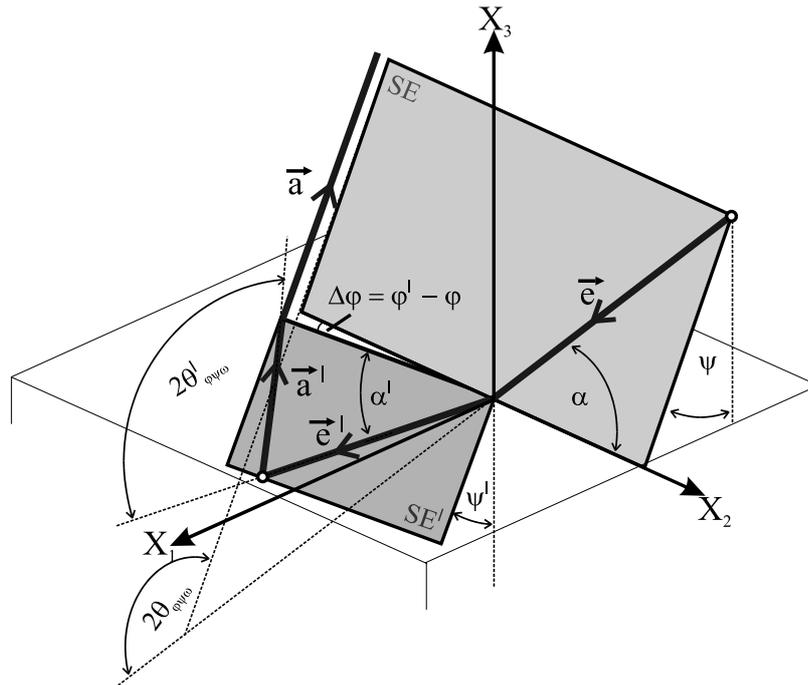


Bild 68: Schematische Darstellung des Strahlengangs von Röntgenstrahlen bei der Beugung in oberflächennahen Materialschichten unter Berücksichtigung des Brechungsgesetzes.

für den Azimutwinkel

$$\tan \varphi' = \frac{e_1 a_3' - a_1 e_3'}{a_2 e_3' - e_2 a_3'} \quad (86)$$

und für den Strahleinfallswinkel

$$\cos \alpha' = \frac{e_1 \sin \varphi' - e_2 \cos \varphi'}{|\vec{e}'|} \quad (87)$$

Als Beispiel werden nachfolgend die Fälle betrachtet, daß bei einem Brechungsindex $n^l = 0.99998$ und einem Azimutwinkel $\varphi = 0^\circ$ unter Variation von ψ mit den drei Strahleinfallswinkeln $\alpha = 1^\circ, 2^\circ$ und θ jeweils ohne Brechungseinfluß unabhängig von ψ die Linienlagen $2\theta_{\varphi, \psi, \omega} = 120^\circ$ auftreten. Die bei Berücksichtigung der Brechung zu erwartenden Änderungen der wahren Linienlagen $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^l - 2\theta_{\varphi, \psi, \omega}$ sind in Bild 69, die der wahren Distanzwinkel $\psi^l - \psi$ in Bild 70, die der wahren Azimutwinkel $\varphi^l - \varphi$ in Bild 72 sowie die der wahren Strahleinfallswinkel $\alpha^l - \alpha$ in Bild 71 jeweils in Abhängigkeit von $\sin^2 \psi$ dargestellt. Bei den mit ψ^T bezeichneten ψ -Winkeln tritt jeweils Totalreflexion auf. Wie man sieht, liegt bei einer symmetrischen Messung mit $\alpha = \theta$ kein Einfluß der Brechung auf die Linienlagen im überstrichenen Winkelbereich vor. Der Übergang zu sehr kleinen Strahleinfallswinkeln α führt nach Bild 69, 70 und 71 zu Verschiebungen der wahren Linienlagen $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^l$, der wahren Distanzwinkel ψ^l und der wahren Strahleinfallswinkel α^l zu kleineren Werten, die sich noch mit zunehmendem ψ verstärken.

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

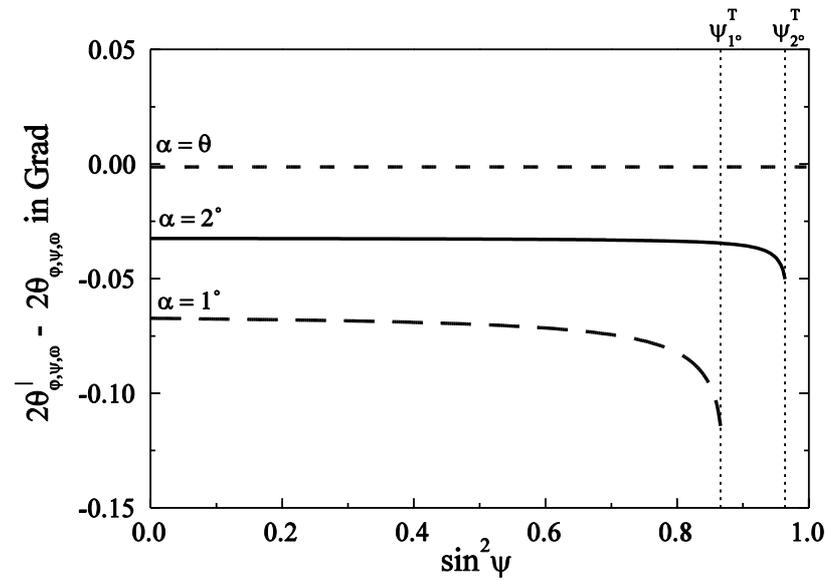


Bild 69: Änderungen $2\theta_{\varphi,\psi,\omega}^I - 2\theta_{\varphi,\psi,\omega}$ der wahren Linienlagen bei Berücksichtigung von Brechungseinflüssen für $n' = 0.99998$, $\varphi = 0^\circ$ sowie $\alpha = 1^\circ, 2^\circ$ und θ als Funktion von $\sin^2 \psi$ gegenüber den brechungsfrei zu erwartenden.

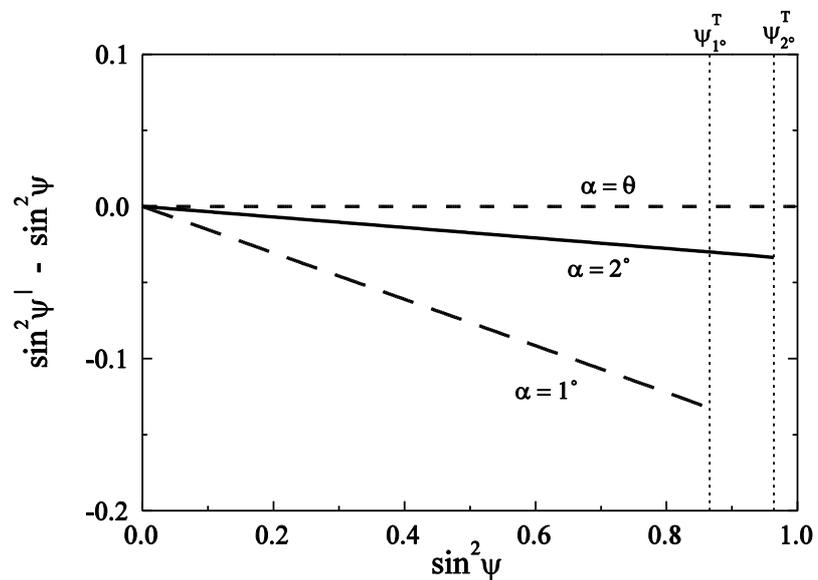


Bild 70: Änderungen $\sin^2 \psi^I - \sin^2 \psi$ der wahren Distanzwinkel bei Berücksichtigung von Brechungseinflüssen für $n' = 0.99998$, $\varphi = 0^\circ$ sowie $\alpha = 1^\circ, 2^\circ$ und θ als Funktion von $\sin^2 \psi$ gegenüber den brechungsfrei zu erwartenden.

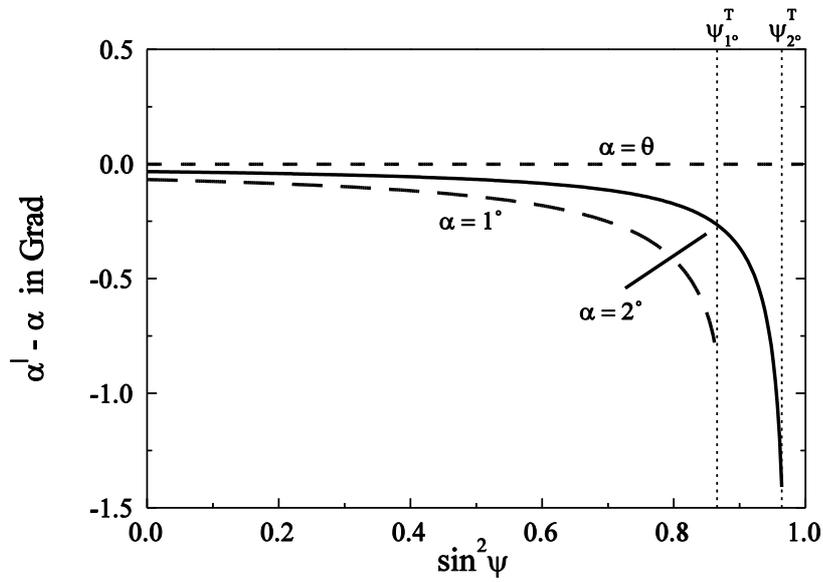


Bild 71: Änderungen $\alpha' - \alpha$ der wahren Strahleinfallswinkel bei Berücksichtigung von Brechungseinflüssen für $n' = 0.99998$, $\varphi = 0^\circ$ sowie $\alpha = 1^\circ, 2^\circ$ und θ als Funktion von $\sin^2 \psi$ gegenüber den brechungsfrei zu erwartenden.

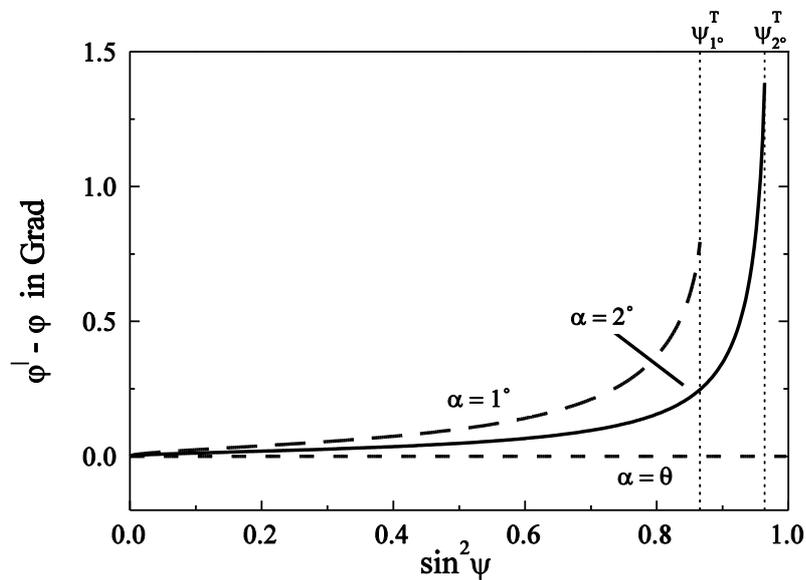


Bild 72: Änderungen $\phi' - \phi$ der wahren Azimutwinkel bei Berücksichtigung von Brechungseinflüssen für $n' = 0.99998$, $\varphi = 0^\circ$ sowie $\alpha = 1^\circ, 2^\circ$ und θ als Funktion von $\sin^2 \psi$ gegenüber den brechungsfrei zu erwartenden.

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

Dagegen führen bei Werten $\psi > 0^\circ$ kleine Strahleinfallswinkel nach Bild 72 zu Vergrößerungen des Azimutwinkels φ^l , die mit zunehmendem Distanzwinkel ψ bis auf maximal $\varphi^l = \alpha$ bei $|\psi| = \psi^T$ anwachsen. Damit ist gezeigt, daß bei sehr kleinen Strahleinfallswinkel α die Winkel $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}$, ψ , φ und α immer entsprechend der Gl. 84 bis 87 zu korrigieren sind.

Infolge der brechungsbedingten Änderung des Strahlengangs in der Probe wird auch die Eindringtiefe z^* verändert. Anstelle von z^* , gegeben durch Gl. 30, gilt

$$z^* \mid = \frac{\cos \psi^l}{\mu} \left(\frac{1}{\sin \alpha^l} + \frac{1}{\sin(2\theta^l - \alpha^l)} \right)^{-1}. \quad (88)$$

Schließlich macht Bild 68 deutlich, daß der Röntgenstrahl, der in der von \vec{e} und \vec{a} aufgespannten Strahlebene SE einfällt und in der Probe innerhalb der von \vec{e}^l und \vec{a}^l aufgespannten Ebene SE^l verläuft, parallel zur SE mit dem Abstand

$$\mathbf{d} = z \sin \psi \frac{\mathbf{a}_3^l \mathbf{e}_3^l - \mathbf{a}_3^l \mathbf{e}_3}{\mathbf{a}_3^l \mathbf{e}_3^l}. \quad (89)$$

aus der Probe austritt. Dieser sehr kleine Wert hat aufgrund der großen räumlichen Ausdehnung üblicher Detektoren aber keinen Einfluß auf das Meßergebnis.

4.3 Verallgemeinerte Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse

Unter Berücksichtigung der nach Abschn. 4.2 ggf. erforderlichen Korrekturen folgt aus Gl. 24 für gradientenbehaftete Eigenspannungszustände mit $\sigma_1^{\text{ES}} = \sigma_1^{\text{ES}}(z)$, $\sigma_2^{\text{ES}} = \sigma_2^{\text{ES}}(z)$ und $2\theta_0^{\{\text{hkl}\}} = 2\theta_0^{\{\text{hkl}\}}(z)$ der Zusammenhang

$$2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{\text{hkl}\}} = 2\theta_0^{\{\text{hkl}\}}(z) - \frac{2 \tan \theta_0^{\{\text{hkl}\}}}{E^{\{\text{hkl}\}}} \left[\left\{ (\nu^{\{\text{hkl}\}} + 1) t_{31}^2 - \nu^{\{\text{hkl}\}} \right\} \sigma_1^{\text{ES}}(z) + \left\{ (\nu^{\{\text{hkl}\}} + 1) t_{32}^2 - \nu^{\{\text{hkl}\}} \right\} \sigma_2^{\text{ES}}(z) \right]. \quad (90)$$

Dabei berücksichtigt $2\theta_0^{\{\text{hkl}\}}(z)$ möglicherweise vorliegende randnahe Gradienten der spannungsfreien Gitterkonstanten. Bei kubischen, tetragonalen und hexagonalen Gitterstrukturen kann die z-Abhängigkeit der spannungsfreien Linienlage $2\theta_0^{\{\text{hkl}\}}(z)$ in guter Näherung durch

$$2\theta_0^{\{\text{hkl}\}}(z) \approx 2\theta_0^{\{\text{hkl}\}}(z=0) - 2 \tan \theta_0^{\{\text{hkl}\}} \left[\frac{\delta \mathbf{a}(z)}{1 + \chi} + \frac{\chi \delta \mathbf{c}(z)}{1 + \chi} \right] \quad (91)$$

beschrieben werden. Dabei ist

$$\delta \mathbf{a}(z) = \frac{\mathbf{a}(z) - \mathbf{a}_0}{\mathbf{a}_0} \ll 1 \quad \text{und} \quad \delta \mathbf{c}(z) = \frac{\mathbf{c}(z) - \mathbf{c}_0}{\mathbf{c}_0} \ll 1. \quad (92)$$

4.3 Verallgemeinerte Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse

Für χ gilt bei kubischen Gitterstrukturen

$$\chi = 0, \quad (93)$$

bei tetragonalen

$$\chi = \frac{a_0^2}{c_0^2} \frac{l^2}{h^2 + k^2} \quad (94)$$

und bei hexagonalen

$$\chi = \frac{3a_0^2}{4c_0^2} \frac{l^2}{h^2 + hk + k^2}. \quad (95)$$

Die erforderlichen $2\theta_0^{\{hkl\}}(z=0)$ -Werte und die daraus berechenbaren Werte für a_0 und c_0 können ggf. mit Hilfe der in Abschn. 2.6 beschriebenen Methode abgeschätzt werden. Gl. 91 eingesetzt in Gl. 90 ergibt

$$\begin{aligned} 2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{hkl\}} &= 2\theta_0^{\{hkl\}}(z=0) - 2 \tan \theta_0^{\{hkl\}} \left[\frac{\delta a(z)}{1 + \chi} + \frac{\chi \delta c(z)}{1 + \chi} \right] \\ &- \frac{2 \tan \theta_0^{\{hkl\}}}{E^{\{hkl\}}} \left[\left\{ (v^{\{hkl\}} + 1) t_{31}^2 - v^{\{hkl\}} \right\} \sigma_1^{\text{ES}}(z) + \left\{ (v^{\{hkl\}} + 1) t_{32}^2 - v^{\{hkl\}} \right\} \sigma_2^{\text{ES}}(z) \right]. \end{aligned} \quad (96)$$

Da nach Abschn. 2.5 alle röntgenographisch ermittelten Größen eine Funktion der jeweiligen Eindringtiefe z^* der benutzten Strahlung sind, folgt schließlich als Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse bei Werkstoffen mit oberflächennahen Gradienten der Gitterparameter und des Eigenspannungszustandes

$$\begin{aligned} 2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{hkl\}} &= 2\theta_0^{\{hkl\}}(z=0) - 2 \tan \theta_0^{\{hkl\}} \left[\frac{\delta a(z^*)}{1 + \chi} + \frac{\chi \delta c(z^*)}{1 + \chi} \right] \\ &- \frac{2 \tan \theta_0^{\{hkl\}}}{E^{\{hkl\}}} \left[\left\{ (v^{\{hkl\}} + 1) t_{31}^2 - v^{\{hkl\}} \right\} \sigma_1^{\text{ES}}(z^*) + \left\{ (v^{\{hkl\}} + 1) t_{32}^2 - v^{\{hkl\}} \right\} \sigma_2^{\text{ES}}(z^*) \right]. \end{aligned} \quad (97)$$

Die auf der rechten Gleichungsseite stehenden eindringtiefenabhängigen Größen stellen mit den abgebeugten Strahlungsanteilen gewichtete Mittelwerte der Form

$$f(z^*) = \frac{\int_{z_a}^s f(z) e^{-z/z^*} dz}{\int_{z_a}^s e^{-z/z^*} dz} \quad (98)$$

dar, wobei für die Tiefenabhängigkeit $f(z)$ geeignete Funktionen $\sigma_1(z)$, $\sigma_2(z)$, $\delta a(z)$ und $\delta c(z)$ einzusetzen sind. Die untere Integrationsgrenze z_a in Gl. 98 berücksichtigt den Fall, daß die Linienlagen

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

$2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\text{hkl}}$ nach Abtrag einer Werkstofffrandschicht der Dicke z_a bestimmt werden. Die resultierenden Integralausdrücke werden analytisch gelöst und ergeben nach Einsetzung in Gl. 97 ein lineares Gleichungssystem, das durch Fehlerquadratminimierung gelöst werden kann.

4.4 Das Abschnitt - Polynom - Verfahren

Der Grundgedanke des Abschnitt-Polynom-Verfahrens (AP-Verfahrens) besteht darin, für definierte Abschnitte der z-Achse durch die Anpassung von sehr einfachen Lösungsfunktionen (meist von Polynomen 2. Grades) abschnittsweise eine korrekte Beschreibung der Meßergebnisse bei gleichzeitig großer Stabilität der Lösung zu erhalten. Dazu wird zunächst eine charakteristische Oberflächenentfernung $z_{\text{max}} < z_0$ gewählt, wobei z_0 nach Gl. 30 die maximale Eindringtiefe der benutzten Röntgenstrahlung bei $\psi=0^\circ$ ist. Dann wird z_{max} in N meist gleich große Abschnitte unterteilt. Der folgende (N+1)-te Abschnitt umfaßt den Bereich von z_{max} bis zur Probendicke S bzw. bis ∞ . Kommen Abtragverfahren zum Einsatz, so entspricht ein Abschnitt gerade einem Abtragschritt und z_{max} der Dicke der insgesamt abgetragenen Oberflächenschicht. N ist dann die Anzahl der Abtragschritte. Bei Untersuchungen dünner Schichten wird z_{max} sinnvollerweise gleich der Schichtdicke gewählt, so daß der (N+1)-te Abschnitt entfällt. Innerhalb jedes Tiefenabschnitts $n = 1 \dots N+1$ werden für die Tiefenverteilungen der Eigenspannungskomponenten

$$\sigma_i^{\text{ES}}(z) = \sum_{n=1}^{N+1} \left[\sigma_i^{(n)}(z) \right]_{z_{n-1}}^{z_n} \quad (99)$$

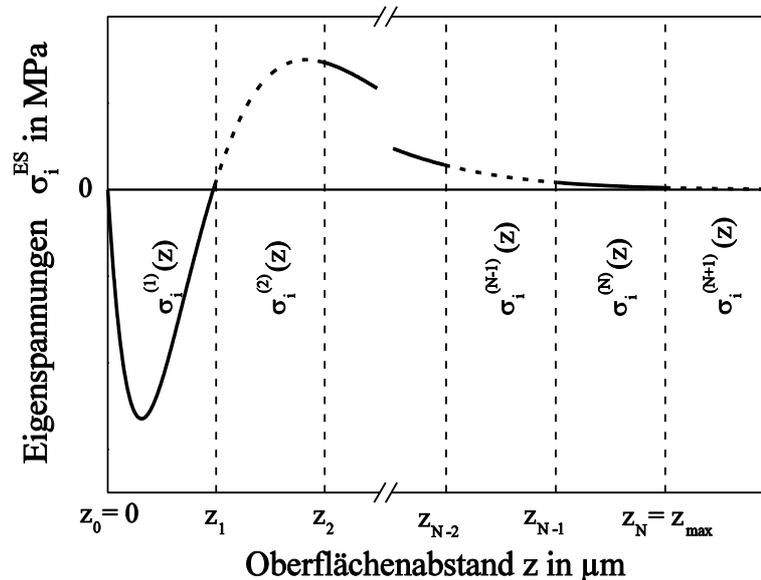


Bild 73: Schematisches Beispiel für die abschnittsweise Darstellung eines Eigenspannungstiefenverlaufs $\sigma_i^{\text{ES}}(z)$.

Lösungsfunktionen $\sigma_i^{(n)}(z)$ angenommen, die an den Abschnittsgrenzen, wie in Bild 73 schematisch dargestellt, gemäß den Bedingungen

$$\sigma_i^{(n)}(z_n) = \sigma_i^{(n+1)}(z_n) \quad \text{und} \quad \frac{d\sigma_i^{(n)}(z_n)}{dz} = \frac{d\sigma_i^{(n+1)}(z_n)}{dz} \quad (100)$$

ohne Sprünge und Knickstellen ineinander übergehen. Bei N Grenzen müssen 2N Randbedingungen erfüllt werden, die die Zahl der freien Koeffizienten auf $(N+1)(g+1) - 2N$ reduzieren und damit die Stabilität des Verfahrens verbessern. Eine analoge Vorgehensweise erfolgt auch für die anderen tiefenabhängigen Größen.

Statt der beim Polynom-Verfahren angewandten Polynome, die sich schlecht zur abschnittswisen Anpassung eignen, werden in der Approximationstheorie spezielle, nur abschnittsweise definierte Polynome wie Legendre- [106], Laguerre- [106, 107] oder Jacobi-Polynome [108] verwendet. Als am günstigsten für die hier vorliegenden Anforderungen erwiesen sich die Tschebyscheff-Polynome [24, 101], die eine sehr einfache Berücksichtigung der in Gl. 100 gegebenen Randbedingungen an den Bereichsgrenzen erlauben. Die eng mit der Fourier-Entwicklung verwandten Tschebyscheff-Polynome sind durch

$$T_k(\zeta) = \cos(k \arccos \zeta) \quad (101)$$

im Intervall $-1 \leq \zeta \leq 1$ definiert. Daher müssen zunächst die z-Koordinaten der gewählten Abschnitte durch die Transformationen

$$\zeta = \frac{2z - z_n - z_{n-1}}{z_n - z_{n-1}} \quad \text{für } n = 1 \dots N \quad (102)$$

und

$$\zeta = 1 - 2e^{-\frac{z - z_N}{z_N}} \quad \text{für } n = N+1 \quad (103)$$

in das Intervall $-1 \leq \zeta \leq 1$ überführt werden. Danach werden in den einzelnen Abschnitten die dort vorliegenden Tiefenverteilungen der Eigenspannungskomponenten und ggf. analog auch die der Gitterkonstanten durch Entwicklungen gemäß

$$\sigma_i^{\text{ES}(n)}[z(\zeta)] = \sum_{k=0}^g c_k^{(n)} T_k(\zeta) \quad (104)$$

beschrieben. Dabei ist g wieder der Polynomgrad, und die $c_k^{(n)}$ sind die anzupassenden Koeffizienten. Die Tschebyscheff-Polynome $T_k(\zeta)$ sind

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

$$\begin{aligned}
 &\text{für } k=0 \text{ durch } T_0(\zeta) = 1, \\
 &\text{für } k=1 \text{ durch } T_1(\zeta) = \zeta, \\
 &\text{für } k=2 \text{ durch } T_2(\zeta) = 2\zeta^2 - 1
 \end{aligned} \tag{105}$$

und

$$\text{für } k=3 \text{ durch } T_3(\zeta) = 4\zeta^3 - 3\zeta \tag{106}$$

bzw. allgemein rekursiv für $k > 1$ durch

$$T_{k+1}(\zeta) = 2\zeta T_k(\zeta) - T_{k-1}(\zeta). \tag{107}$$

gegeben. Aufgrund der speziellen Eigenschaften der $T_k(\zeta)$ -Polynome gilt an den Bereichsgrenzen für die Funktionswerte stets

$$T_k(-1) = (-1)^k \quad \text{und} \quad T_k(1) = 1 \tag{108}$$

sowie für die Steigungen

$$\frac{dT_k(-1)}{d\zeta} = -(-1)^k k^2 \quad \text{und} \quad \frac{dT_k(1)}{d\zeta} = k^2. \tag{109}$$

Für einen stetigen Übergang an den Abschnittsgrenzen müssen deshalb die anzupassenden Koeffizienten die Bedingungen

$$\sum_{k=0}^g \left[c_k^{(n)} - (-1)^k c_k^{(n+1)} \right] = 0 \tag{110}$$

erfüllen. Ein differenzierbarer Übergang erfordert zusätzlich

$$\sum_{k=0}^g k^2 \left[\frac{c_k^{(n)}}{z_n - z_{n-1}} + (-1)^k \frac{c_k^{(n+1)}}{z_{n+1} - z_n} \right] = 0 \quad \text{für } n=1 \dots N-1 \tag{111}$$

und

$$\sum_{k=0}^g k^2 \left[\frac{c_k^{(N)}}{z_N - z_{N-1}} + (-1)^k \frac{c_k^{(N+1)}}{z_N} \right] = 0 \quad \text{für } n=N. \tag{112}$$

Schließlich wird der mit Hilfe von Gl. 99 abschnittsweise definierte Spannungstiefenverlauf unter Zugrundelegung von Gl. 98 Laplace-transformiert. Derselbe Formalismus wird ggf. auch auf die relativen Änderungen der Gitterkonstanten $\delta a(z)$ und $\delta c(z)$ angewandt. Die resultierenden Beziehungen werden jeweils in Gl. 97 eingesetzt und die $j = 1 \dots M$ Koeffizienten c_j durch Minimierung der

Fehlerquadratsumme

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^{N_D} \frac{\left[2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{hkl\}} - \sum_{j=1}^M c_j f_j(\varphi, \psi, \omega, \{hkl\}) \right]^2}{(\Delta 2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{hkl\}})^2} \quad (113)$$

über alle $i = 1 \dots N_D$ gemessenen Linienlagen $2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{hkl\}}$ berechnet. Dabei sind mit $\Delta 2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{hkl\}}$ die Standardabweichungen der ermittelten Linienlagen bezeichnet, die sich nach Abschn. 3.5 durch Monte-Carlo-Simulation bzw. nach Gl. 70 oder Gl. 78 bestimmen lassen. Aufgrund der Linearität von Gl. 104 entsteht dabei ein lineares Gleichungssystem, das sich einfach, z.B. mit dem Gauss-Algorithmus unter Berücksichtigung der Randbedingungen Gl. 111 bis Gl. 112, lösen läßt.

Es hat sich als günstig erwiesen, als Polynomgrade innerhalb der Abschnitte $g=1$ oder $g=2$ zu wählen. Die Zahl der Abschnitte wird, beginnend mit $N=1$, iterativ erhöht. Weicht die Lösung bei einem $N>1$ stark von der vorangegangenen Lösung ab, so ist dies i.a. auf erste Instabilitäten zurückzuführen, so daß die für $N-1$ gefundene Lösung das beste erzielbare Ergebnis darstellt.

Neben N und g hat aber auch die charakteristische Tiefe z_{\max} einen entscheidenden Einfluß auf die Güte der Anpassung. Trägt man in einem Universalplot [3] die gemessenen Daten über der Eindringtiefe z^* auf und unterteilt die z^* -Achse analog in Abschnitte, so ergibt sich ein einfaches Kriterium für die Wahl von z_{\max} aus der Forderung, daß sich in den einzelnen Abschnitten dieser Verteilungen möglichst einfache Verläufe ohne Wendepunkte ergeben müssen. Da das AP-Verfahren für $g=2$ innerhalb der Abschnitte keine Wendepunkte beschreiben kann, lautet das exakte, aber nicht direkt nachprüfbare Kriterium, daß sich in den einzelnen Abschnitten der Verteilungen $\sigma_i(z)$, $\alpha(z)$ und $\gamma(z)$ Verläufe ohne Wendepunkte ergeben sollten. Dieses Kriterium kann nur durch Rückrechnung vieler Verteilungen $\sigma_i(z)$, $\alpha(z)$ und $\gamma(z)$ für unterschiedlich gewählte Kombinationen von g , N und z_{\max} manuell geprüft werden, was das Finden eines optimalen Parametersatzes sehr aufwendig macht. Die Statistik der χ^2 -Verteilung bietet aber eine wirksame Methode für die Überprüfung einer gewählten Modellfunktion hinsichtlich ihrer Eignung, die gemessenen Daten zu beschreiben [24, 101]. Ist N_D die Zahl der in die Anpassung eingehenden Daten, M die Zahl der frei angepaßten Koeffizienten und χ^2 die nach Gl. 113 berechnete Fehlerquadratsumme, dann gibt das Wahrscheinlichkeitsintegral

$$Q = \frac{1}{\Gamma\left(\frac{N_D - M}{2}\right)} \int_0^{\infty} e^{-t} t^{\frac{N_D - M - 2}{2}} dt \quad (114)$$

ein quantitatives Maß zur Prüfung einer Modellfunktion. Durch Rückrechnung vieler $\sigma_i(z)$ -, $\delta a(z)$ - und $\delta c(z)$ -Verteilungen für unterschiedliche Kombinationen von g , N und z_{\max} findet man dann automatisch die richtige Kombination durch Maximierung von Q . Voraussetzung für die Anwendung dieser Methode ist die hinreichend genaue Kenntnis der z.B. nach Gl. 70 oder Gl. 78 berechneten Standardabweichungen $\Delta 2\theta_{\varphi, \psi, \omega}^{\{hkl\}}$ der in die Auswertung eingehenden Linienlagen.

4.5 Statistische Fehlerintervalle berechneter Eigenspannungstiefenverteilungen

Die Bestimmung von statistischen Fehlerintervallen für nach Abschn. 4.4 errechnete Tiefenverteilungen ist mit Hilfe von Monte Carlo-Simulationen möglich. Dazu sind Datensätze auszuwerten, bei denen die gemessenen Linienlagen $2\theta_{\varphi,\psi,\omega}^{\{hkl\}}$ mit normalverteilten, z.B. nach Gl. 70 oder Gl. 78 berechneten Fehlern beaufschlagt werden. Für jeweils $j = 1 \dots Z$ derartig fehlerbehafteter Datensätze lassen sich mit Hilfe des AP-Verfahrens die Tiefenverteilungen $(\sigma_i^{ES(n)})_j$ nach Gl. 104 errechnen sowie die diesen zukommenden Mittelwerte

$$\overline{\sigma_i^{ES(n)}} = \frac{1}{Z} \sum_{j=1}^Z (\sigma_i^{ES(n)})_j = \sum_{k=0}^g \overline{c_k^{(n)}} T_k(\zeta) \quad (115)$$

und Standardabweichungen

$$\begin{aligned} \left(\Delta \sigma_i^{ES(n)}\right)^2 &= \frac{1}{Z-1} \sum_{j=1}^Z \left[(\sigma_i^{ES(n)})_j - \overline{\sigma_i^{ES(n)}} \right]^2 \\ &= \frac{Z}{Z-1} \sum_{k_1, k_2=0}^g \left(\overline{c_{k_1}^{(n)}} \overline{c_{k_2}^{(n)}} - \overline{c_{k_1}^{(n)}} \overline{c_{k_2}^{(n)}} \right) T_{k_1}(\zeta) T_{k_2}(\zeta) \end{aligned} \quad (116)$$

bestimmen.

Da die Fehler der Linienlagebestimmungen i.a. normalverteilt sind, lassen sich aufgrund der Linearität des Gleichungssystems 104 die Fehler $(\Delta \sigma_i^{ES(n)})^2$ aber auch direkt aus der Fehlerquadratminimierung durch Gauss'sche Fehlerfortpflanzung zu

$$\left(\Delta \sigma_i^{ES(n)}\right)^2 = \sum_{k_1, k_2=0}^g \alpha_{k_1 k_2}^{-1} T_{k_1}(\zeta) T_{k_2}(\zeta) \quad (117)$$

bestimmen, wobei die Matrix α_{kl} durch

$$\alpha_{kl} = \sum_{i=1}^{N_D} \frac{f_k(\varphi, \psi, \omega, \{hkl\}) f_l(\varphi, \psi, \omega, \{hkl\})}{(\Delta 2\theta_{\varphi,\psi,\omega}^{\{hkl\}})^2} \quad (118)$$

gegeben ist. Alle im folgenden angegebenen Vertrauensbereiche sind definiert als $\overline{\sigma_i^{ES(n)}} \pm \Delta \sigma_i^{ES(n)}$, so daß ein Meßwert zu 68.3 % innerhalb des so definierten Fehlerbereiches liegt.

4.6 Vergleichende Auswertung oberflächennaher gradientenbehafteter Eigenspannungszustände mit dem Polynom- und dem Abschnitt-Polynom-Verfahren

Dem Vergleich wurden rotationssymmetrische Eigenspannungszustände

$$\begin{pmatrix} \sigma_{ij}^{ES}(\mathbf{z}) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{\varphi}^{ES}(\mathbf{z}) & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{\varphi}^{ES}(\mathbf{z}) & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (119)$$

mit den in Bild 74 gezeigten oberflächennahen Tiefenverteilungen A, B und C zugrunde gelegt. Unter Rückgriff auf Gl. 97 und 98 und unter Zugrundelegung von $E^{\{hkl\}} = 386000 \text{ MPa}$ und $\nu^{\{hkl\}} = 0.27$ wurden für eine hypothetische Interferenz $\{hkl\}$ mit $2\theta_0 = 90^\circ$ die bei einer angenommenen Primärstrahlung der maximalen Eindringtiefe $z_0 = 10 \mu\text{m}$ und mit $\omega = 0^\circ$ zu erwartenden Linienlagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ für 24 ψ -Richtungen im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ berechnet. Diese sind in Bild 75 über $\sin^2\psi$ und in Bild 76 über z^* aufgetragen. Mit Hilfe des Polynom- und des Abschnitt-Polynom-Verfahrens wurden aus diesen Verteilungen die Eigenspannungstiefenverläufe zurückgerechnet und jeweils mit den zugrunde gelegten Verteilungen verglichen. Beim AP-Verfahren erfolgte dabei die Unterteilung der z -Achse jeweils so, daß sich in den einzelnen Abschnitten der Verteilungen von $2\theta_{\varphi,\psi}$ über z^* möglichst einfache Verläufe ohne Wendepunkte ergaben. Dementsprechend wurden bei Verlauf A für die maximale Tiefe $z_{\max} = 6 \mu\text{m}$ und als Zahl der Abschnitte $N = 3$, bei Verlauf B $z_{\max} = 2 \mu\text{m}$ und $N = 2$ sowie bei Verlauf C

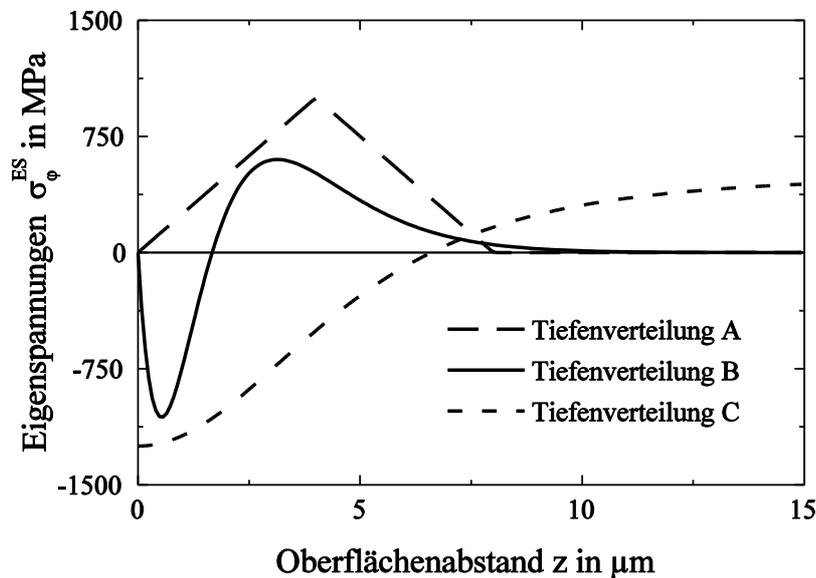


Bild 74: Dem Vergleich zugrunde gelegte oberflächennahe ebene rotationssymmetrische Eigenspannungstiefenverläufe.

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

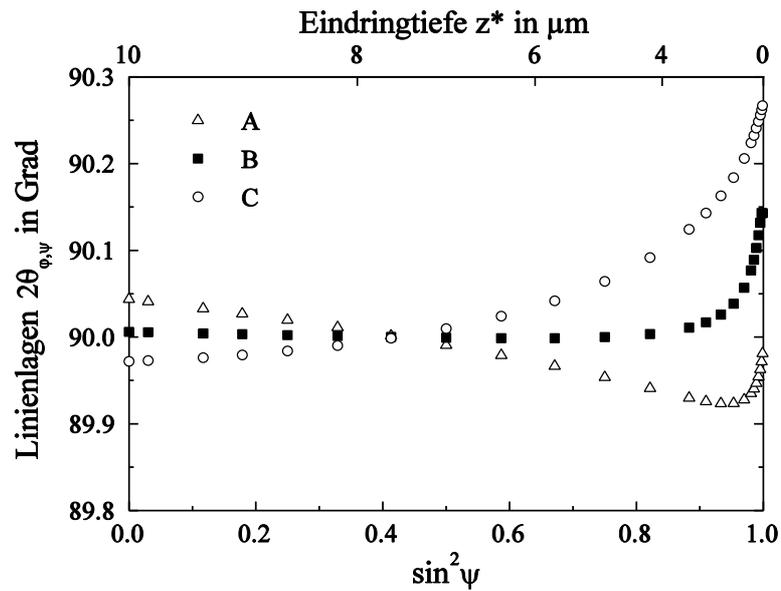


Bild 75: Aus den Eigenspannungstiefenverläufen A, B und C im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ berechnete Linienlagen $2\theta_{\phi,\psi}$, als Funktion von $\sin^2\psi$.

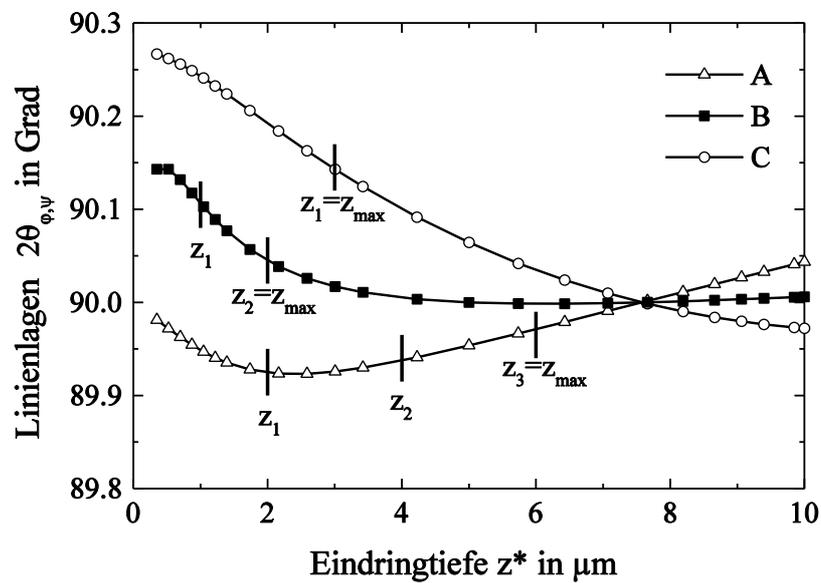


Bild 76: Aus den Eigenspannungstiefenverläufen A, B und C im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ berechnete Linienlagen $2\theta_{\phi,\psi}$, aufgetragen über z^* mit den bei den analysierten Eigenspannungstiefenverteilungen jeweils gewählten Unterteilungen der z-Achse.

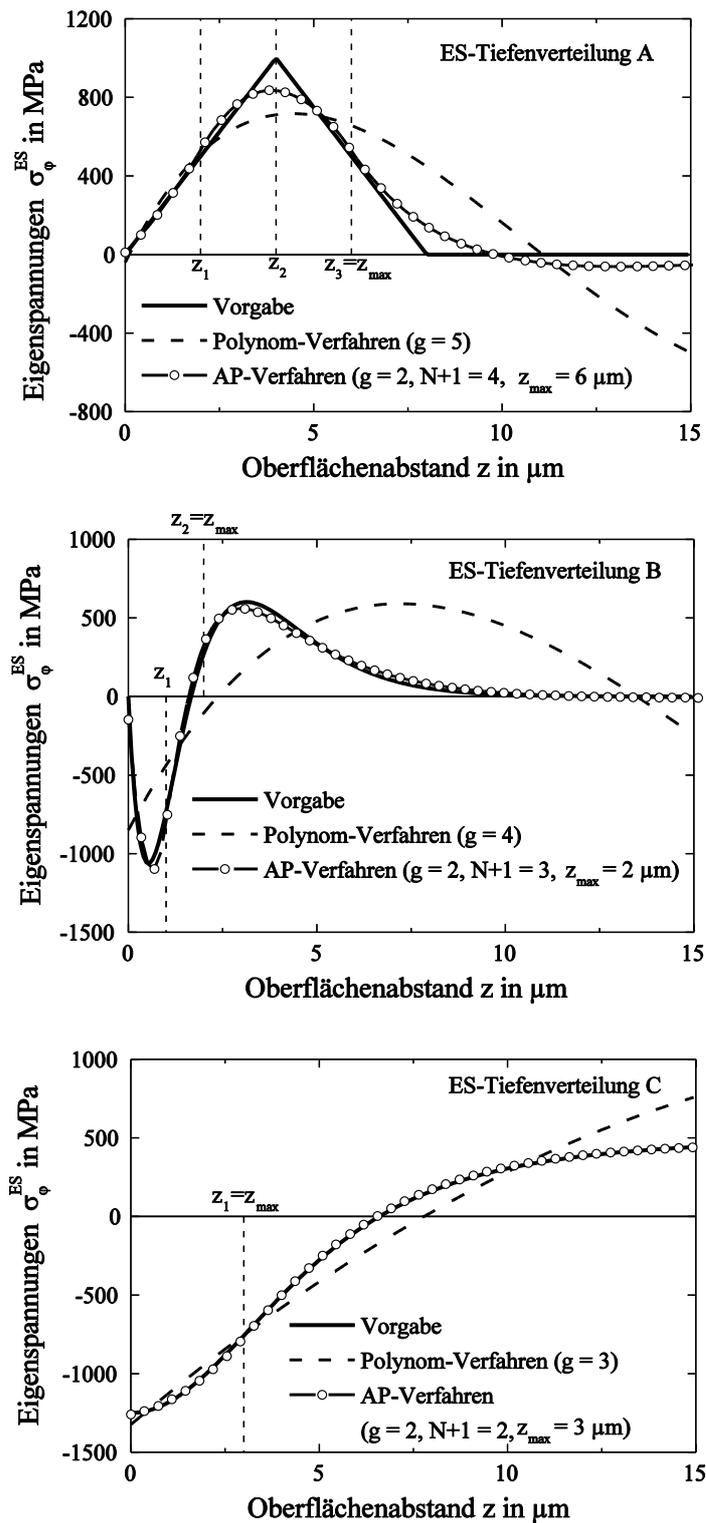


Bild 77: Mit dem Polynom-Verfahren und dem AP-Verfahren berechnete Verläufe der vorgegebenen Eigenspannungstiefenverläufe A (oben), B (Mitte) und C (unten).

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

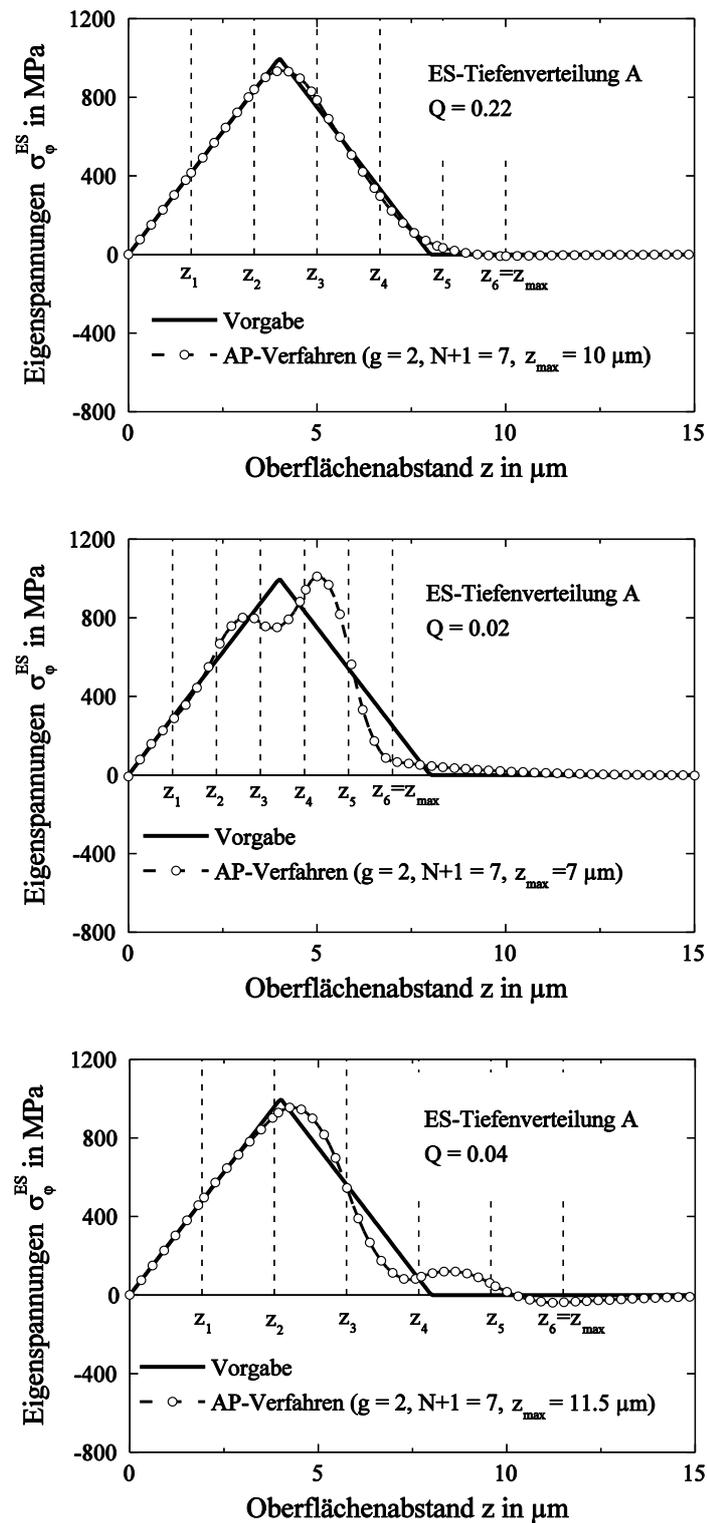


Bild 78: Nach dem AP-Verfahren mit den Parametern $g = 2$, $N+1 = 7$ und $z_{\max} = 10 \mu\text{m}$ (oben), $z_{\max} = 7 \mu\text{m}$ (Mitte) und $z_{\max} = 11.5 \mu\text{m}$ (unten) berechnete Verläufe der vorgegebenen Eigenspannungstiefenverteilung A.

$z_{\max} = 3 \mu\text{m}$ und $N = 1$ gewählt. Innerhalb der einzelnen Abschnitte wurden die Eigenspannungsverläufe jeweils durch Polynome vom Grad $g = 2$ beschrieben. Der Rückrechnung der Eigenspannungstiefenverteilungen mit Hilfe des Polynom-Verfahrens wurde die gleiche Anzahl unabhängiger Koeffizienten wie bei der Anwendung des AP-Verfahrens zugrunde gelegt. Dies führte auf $g = 5$ bei Verlauf A, auf $g = 4$ bei Verlauf B und auf $g = 3$ bei Verlauf C.

Die Ergebnisse der Auswertungen sind in Bild 77 zusammengefaßt. In Bild 77 oben wird die vorgegebene Spannungsverteilung A außer an den Knickstellen durch das AP-Verfahren recht gut wiedergegeben. Demgegenüber liefert das Polynom-Verfahren nur im unmittelbaren Oberflächenbereich eine befriedigende Übereinstimmung. Für $z \geq 3 \mu\text{m}$ treten große Abweichungen zwischen der berechneten und der vorgegebenen Spannungsverteilung auf. Durch Wahl eines höheren Polynomgrades ließe sich keine bessere Anpassung erreichen, weil eine größere Anzahl freier Koeffizienten ein Aufschwingen der Lösung bewirken würde. Die in Bild 77 Mitte und unten dargestellten Befunde belegen, daß bei den Spannungsverteilungen B und C das AP-Verfahren auch bei einer kleinen Zahl anzupassender Koeffizienten zu sehr guten und stabilen Lösungen sowohl im Bereich starker als auch schwacher Krümmung führt. Das Polynom-Verfahren ergibt dagegen bei Verlauf B ein völlig falsches und bei Verlauf C ein relativ unbefriedigendes Ergebnis.

Die Ergebnisse des AP-Verfahrens lassen sich noch durch Maximierung der Güte Q nach Gl. 114 verbessern. Es ergibt sich, daß noch bis zu $N+1 = 7$ stabile Lösungen möglich sind, wenn die Wahl von z_{\max} optimiert wird. Bild 78 oben zeigt das beste Ergebnis, das mit den Parametern $g = 2$, $N+1 = 7$ und $z_{\max} = 10 \mu\text{m}$ eine Güte von $Q = 0.22$ ergibt. Die noch einmal deutlich verbesserte Anpassung gegenüber Bild 77 oben ist evident. Weicht dagegen bei Beibehaltung der anderen Parameter z_{\max} vom optimalen Wert $z_{\max} = 10$ ab, so beginnt die Lösung instabil aufzuschwingen. Das zeigt Bild 78 Mitte bzw. unten für $z_{\max} = 7 \mu\text{m}$ bzw. $z_{\max} = 11.5 \mu\text{m}$. Mit zunehmender Instabilität nimmt dabei auch der Gütewert auf $Q = 0.02$ bzw. $Q = 0.04$ ab. Q stellt also ein quantitatives Maß für die Stabilität der Lösungen dar.

4.7 Der Einfluß statistischer Meßwertschwankungen und meßtechnisch nicht erfaßbarer Eindringtiefenbereiche auf die Stabilität des Abschnitt-Polynom-Verfahrens

Zur Beurteilung der Stabilität des AP-Verfahrens sind neben dem Q -Wert die aus Monte-Carlo-Simulationen oder mit Hilfe des Gauss'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes bestimmten Vertrauensbereiche der berechneten Eigenspannungstiefenverteilungen wesentlich. Da das Monte-Carlo-Verfahren vom Prinzip her zwar einfacher, aber wesentlich zeitaufwendiger ist, soll zunächst gezeigt werden, daß beide Verfahren zu denselben Ergebnissen führen und damit gleichwertig sind. Dazu wurden für den Eigenspannungstiefenverlauf A in Bild 74 die für $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ bei $\omega = 0^\circ$ berechneten Linienlagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ mit einer mit Synchrotron-Strahlung auch in der Praxis erreichbaren statistischen Streuung der Einzelmessungen von $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ beaufschlagt und mit dem AP-Verfahren ausgewertet. Die Auswerteparameter $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\max} = 6 \mu\text{m}$ wurden mit Hilfe der Q -Wert-Parameteroptimierung be-

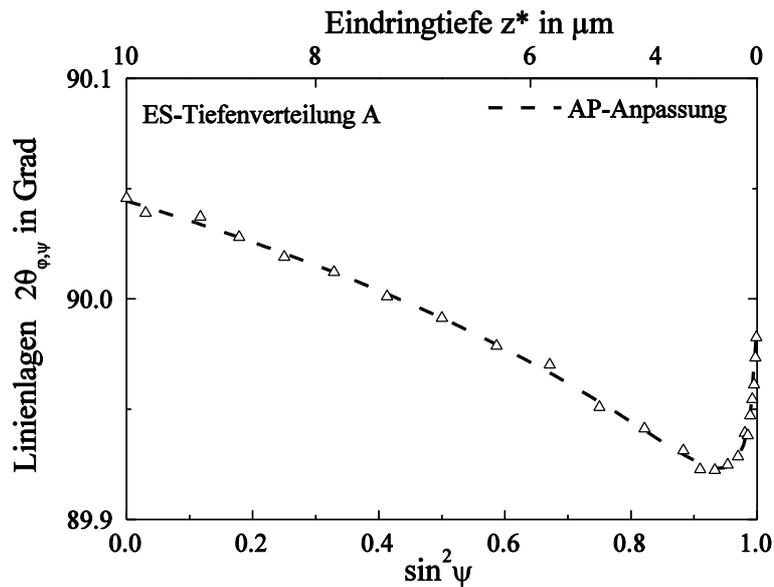


Bild 79: Vergleich des für die Eigenspannungstiefenverteilung A mit einer mittleren Streuung von $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ berechneten Verlaufs der Linienlagen $2\theta_{\phi,\psi}$ über $\sin^2 \psi$ mit der nach dem AP-Verfahren berechneten Anpassung.

stimmt. Bild 79 zeigt die berechneten Linienlageverteilung und deren Anpassung durch das AP-Verfahren. Die nach Abschn. 4.5 aus diesen Daten berechneten Vertrauensbereiche der Eigenspannungen sind in Bild 80 oben für die Fehlerfortpflanzung und unten für das Monte-Carlo-Verfahren dargestellt. Erwartungsgemäß treten keine merklichen Unterschiede auf. Alle nachfolgend angegebenen Vertrauensbereiche wurden deshalb mit Hilfe der Fehlerfortpflanzung berechnet.

Eine weitere wesentliche meßtechnische Einschränkung bei der Registrierung von Interferenzlinien stellt der erfassbare ψ -Winkelbereich dar. So sind z.B. mit Feinstrukturrontgenröhren und divergentem Strahl nur Messungen im Bereich $-80^\circ \lesssim \psi \lesssim +80^\circ$ möglich. Dagegen ermöglichen die quasi-parallelen Strahlenbündel von Synchrotron-Strahlungsquellen oder von mit aufwendigen Soller-Kollimatoren oder Monochromatoren versehenen konventionellen Feinstrukturöhrren Linienlagebestimmungen im Bereich $-89^\circ \lesssim \psi \lesssim +89^\circ$. Die Einschränkung der erfassbaren ψ -Bereiche führt immer zu Verlusten von Informationen über die in den oberflächennächsten Werkstoffschichten vorliegenden Gitterdehnungen.

Um die Einflüsse dieser meßtechnischen Einschränkungen auf die Stabilität des AP-Verfahrens zu untersuchen, wurden zunächst die in Bild 75 für die Eigenspannungstiefenverteilungen A, B und C berechneten Linienlagen $2\theta_{\phi,\psi}$ mit statistischen Streuungen der Einzelmessungen von $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ und $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ beaufschlagt. Die Auswertung nach dem AP-Verfahren wurde bei der Verteilung A mit $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\text{max}} = 6 \mu\text{m}$, bei der Verteilung B mit $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\text{max}} = 2 \mu\text{m}$ sowie bei der Verteilung C mit $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\text{max}} = 5 \mu\text{m}$ durchgeführt. Beispielhaft sind für die Eigen-

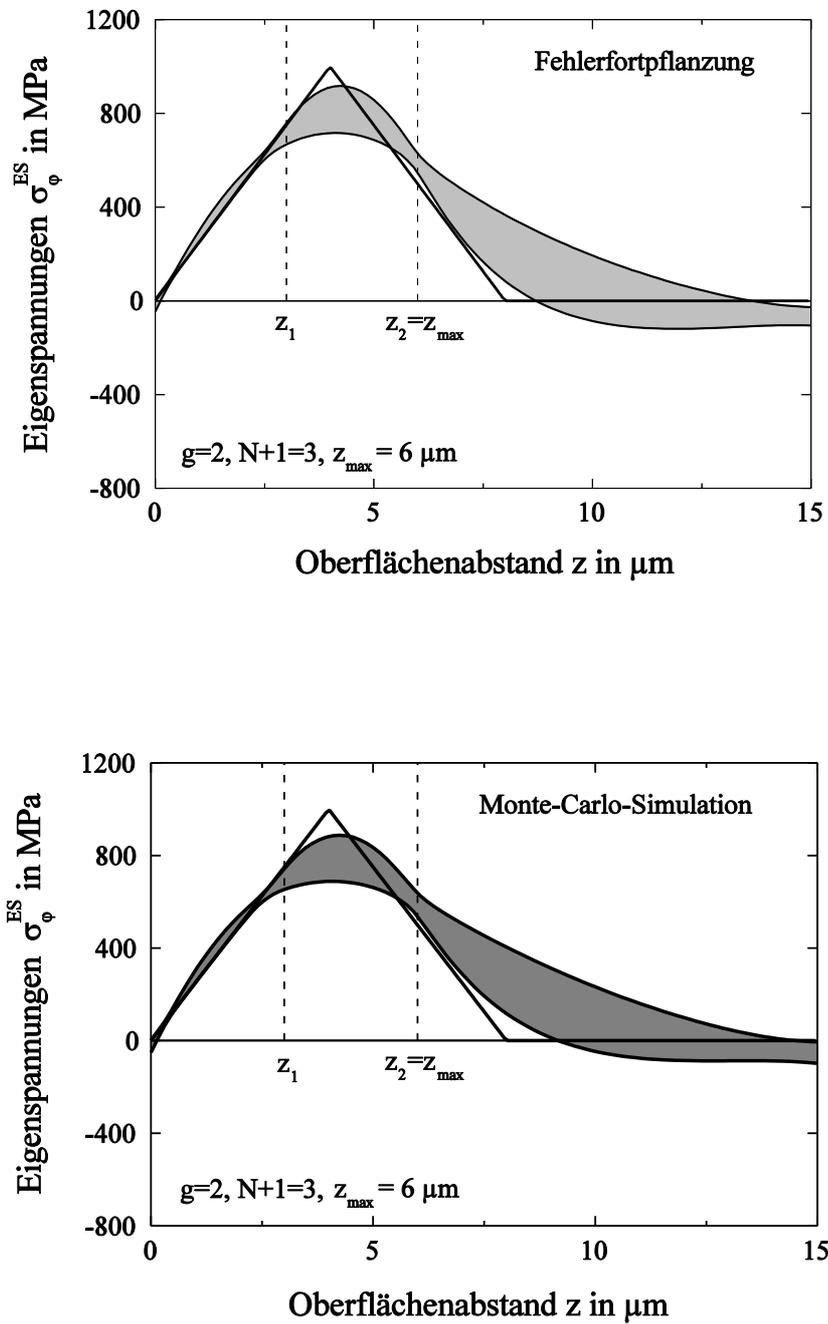


Bild 80: Mit Hilfe der Fehlerfortpflanzung (oben) und des Monte-Carlo-Verfahrens (unten) auf Grund der Linienlagen in Bild 79 berechnete Vertrauensbereiche für die Eigenspannungstiefenverteilungen.

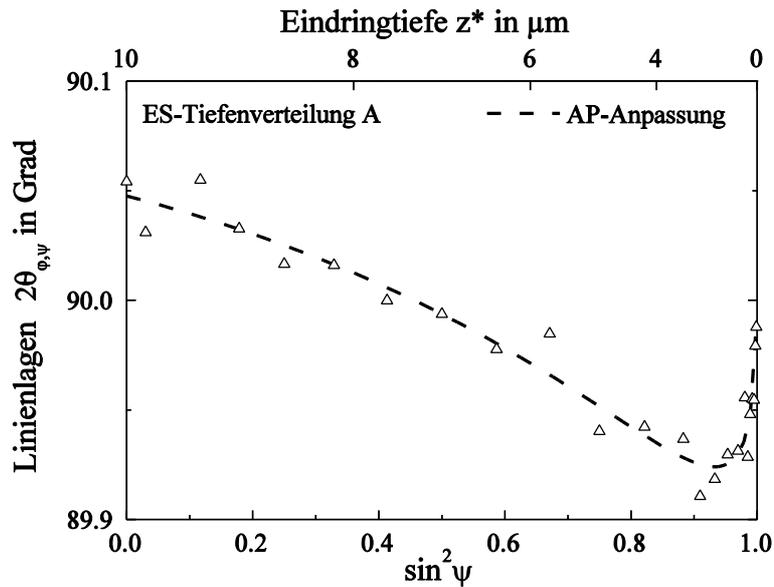


Bild 81: Vergleich des für die Eigenspannungstiefenverteilung A mit einer mittleren Streuung von $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ berechneten Verlaufs der Linienlagen $2\theta_{\phi,\psi}$ über $\sin^2 \psi$ mit der nach dem AP-Verfahren berechneten Anpassung.

spannungstiefenverteilung A zusätzlich zu den schon für $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ in Bild 79 dargestellten Linienlagen auch die für $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ berechneten Linienlageverteilungen in Bild 81 zusammen mit der entsprechenden AP-Anpassung dargestellt. In beiden Fällen ist die Anpassung der Kurven an die berechneten Linienlagen sehr gut.

Die durch Fehlerfortpflanzung mit Hilfe des AP-Verfahrens für $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ und 0.01° berechneten Vertrauensbereiche der Eigenspannungstiefenverteilungen A bis C sind in Bild 82 wiedergegeben. Mit Ausnahme der beiden Knicke im Verlauf A werden die vorgegebenen Tiefenverteilungen bei allen Anpassungen vollständig von den Fehlerbereichen eingeschlossen. Für $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ werden die Fehlerbereiche auch bis 15 μm Oberflächenabstand nicht wesentlich breiter. Dagegen ist für $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ bei den Verteilungen A und C ein Eigenspannungstiefenverlauf nur noch bis in etwa 2 μm Oberflächenabstand abschätzbar, bevor dann die Fehlerbereiche sehr breit werden und zu oszillieren beginnen. Bei der Verteilung B kann selbst für noch oberflächennähere Bereiche wegen der dort vorliegenden Streubreiten nichts mehr über den Eigenspannungstiefenverlauf ausgesagt werden. Bemerkenswert ist allerdings, daß in allen untersuchten Fällen trotzdem an den Stellen der "Schwingungsknoten" der Fehlerbereiche mit bis zu 15 μm Oberflächenabstand die vorgegebenen Verteilungen immer noch eingeschlossen bleiben, und daß sich dort immer eine der beiden Fehlerschranken in den benachbarten "Schwingungsbäuchen" abwechselnd relativ eng an die vorgegebenen Verteilungen annähern. Trotz des Aufschwings der Lösungen sind also die Informationen über die Tiefenverteilungen noch vorhanden. Allerdings wird ein einzelner vom AP-Verfahren berechneter Spannungstiefenverlauf im

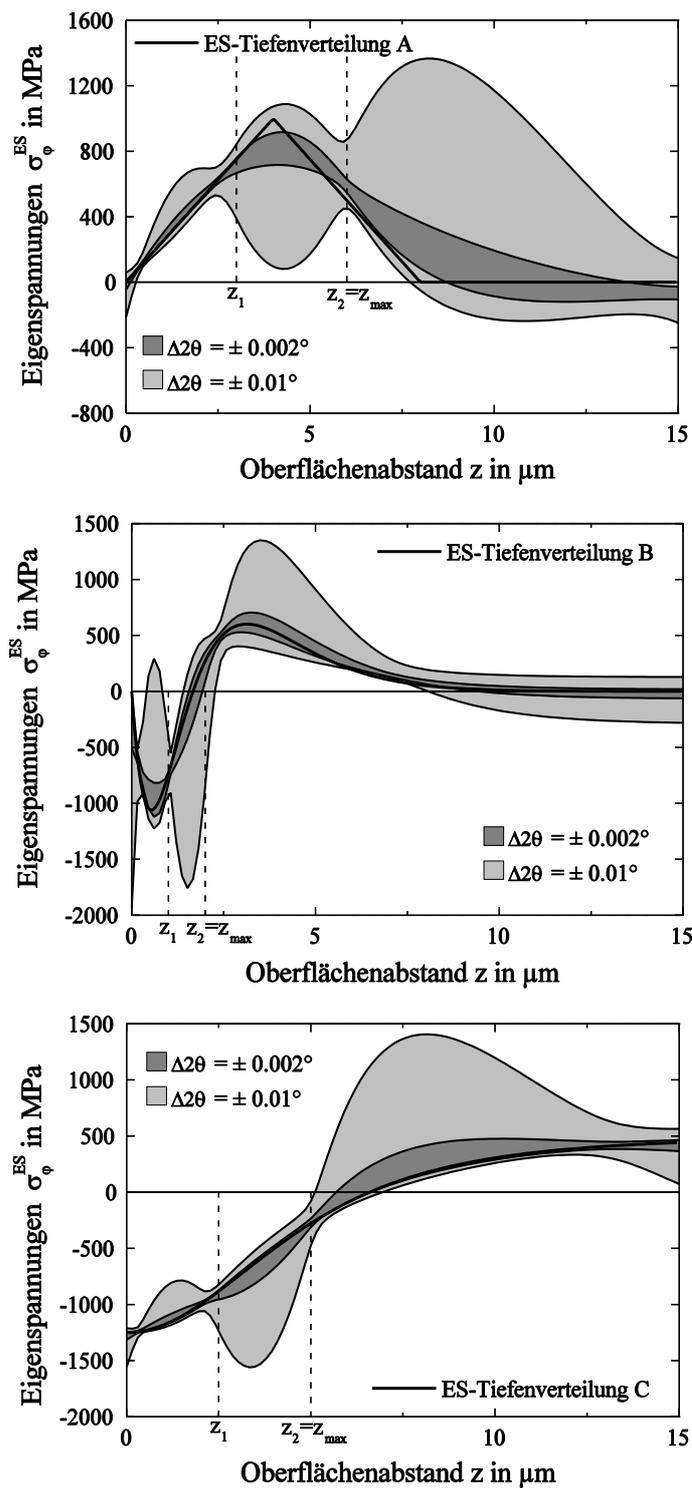


Bild 82: Die Vertrauensbereiche der Eigenspannungsverteilungen, die für die mit $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ und $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ auftretenden Linienlagen ermittelt wurden, im Vergleich zu den vorgegebenen Eigenspannungstiefenverläufen A (oben), B (Mitte) und C (unten).

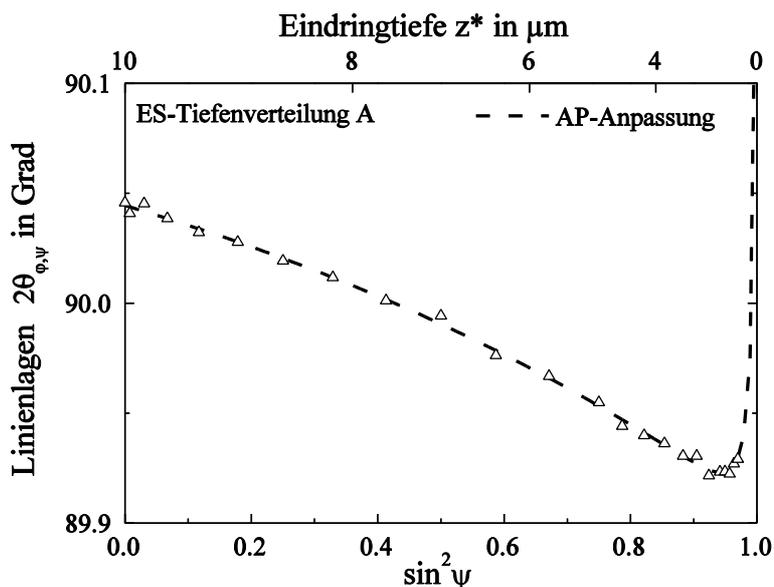


Bild 83: Vergleich des für die Eigenspannungstiefenverteilung A mit einer mittleren Streuung von $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ berechneten Verlaufs der Linienlagen $2\theta_{\phi,\psi}$ über $\sin^2 \psi$ mit der nach dem AP-Verfahren berechneten Anpassung.

Fälle des Aufschwingens i.a. ein völlig unsinniges Ergebnis liefern, so daß sich erst im Mittel über sehr viele Anpassungen eventuell ein Tiefenverlauf aus den berechneten Fehlerbereichen rekonstruieren läßt. Um die Verhältnisse zu beleuchten, die sich für die in Bild 74 enthaltenen Eigenspannungstiefenverläufe bei ihrer Vermessung mit konventionellen Diffraktometeranordnungen ergeben würden, wurden in dem reduzierten ψ -Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ die in 24 ψ -Richtungen erwarteten Linienlagen mit $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ berechnet. Sie sind in Bild 83 für die Eigenspannungstiefenverteilung A als Funktion von $\sin^2 \psi$ wiedergegeben. Durch den eingeschränkten ψ -Winkelbereich sind Linienlagebestimmungen mit Eindringtiefen $0 \mu\text{m} \leq z^* \leq 1.75 \mu\text{m}$ nicht mehr möglich. Ihr Fehlen zwingt dazu, bei der Anpassung der gemessenen $2\theta_{\phi,\psi} - \sin^2 \psi$ - Verteilungen mit dem AP-Verfahren den Kurvenverlauf in diesem Eindringtiefenbereich zu extrapolieren, was, falls die Zahl der frei anpassbaren Parameter nicht reduziert werden kann, mit einem sehr großen Fehler verbunden ist und meist zu instabil aufschwingenden Lösungen führt. Wird für die Auswertung mit dem AP-Verfahren wie oben $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\text{max}} = 6 \mu\text{m}$ bei Verlauf A, $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\text{max}} = 2 \mu\text{m}$ bei Verlauf B sowie $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\text{max}} = 5 \mu\text{m}$ bei Verlauf C gewählt, so ergibt sich im Falle des Verlaufs A die in Bild 83 gestrichelt eingezeichnete Linienlageverteilung. Die Anpassung der Kurve an die berechneten Linienlagen ist zwar gut, führt aber in dem nicht überstrichenen Eindringtiefenbereich zu unsicheren Linienlagen. Wegen der fehlenden Meßdaten kann aber eine bessere Anpassung nicht erwartet werden. Entsprechend instabil ist dann auch die Rückrechnungen der zugrunde gelegten Eigenspannungstiefenverteilung.

Die durch Fehlerfortpflanzung mit Hilfe des AP-Verfahrens berechneten Vertrauensbereiche der Eigen-

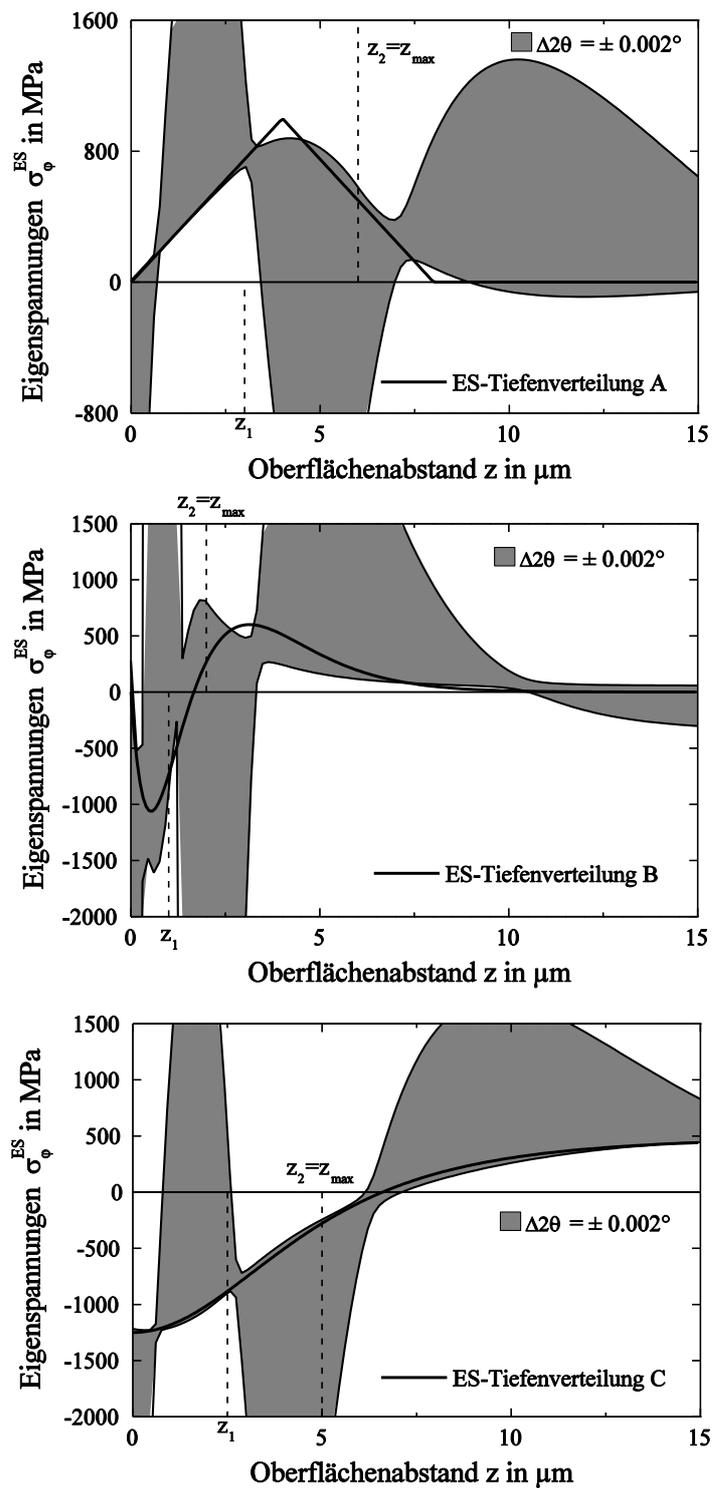


Bild 84: Die Vertrauensbereiche der Eigenspannungsverteilungen, die für die mit $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ auftretenden Linienlagen ermittelt wurden, im Vergleich zu den vorgegebenen Eigenspannungstiefenverläufen A (oben), B (Mitte) und C (unten).

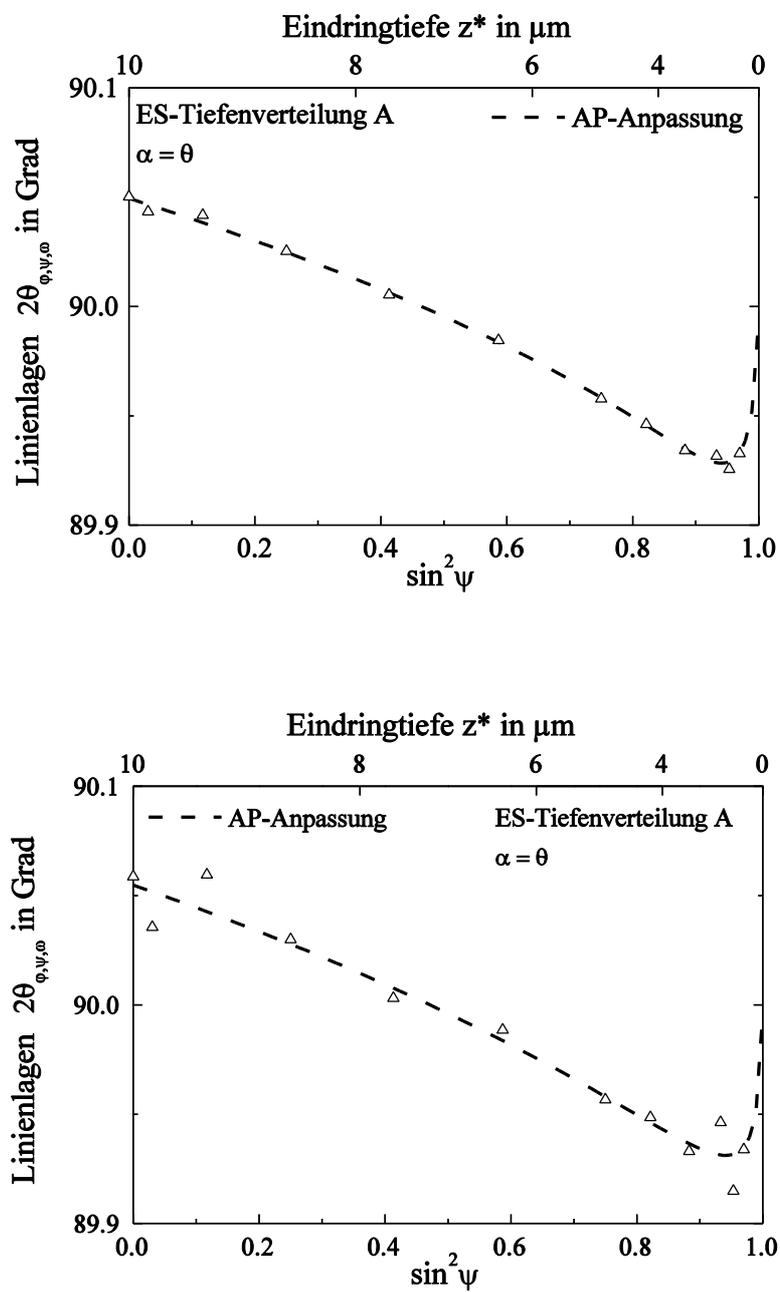


Bild 85: Vergleich des für die Eigenspannungstiefenverteilung A mit einer mittleren Streuung von $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ (oben) und $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ (unten) im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ für $\alpha = \theta$ berechneten Verlaufs der Linienlagen $2\theta_{\phi, \psi}$ über $\sin^2 \psi$ mit der nach dem AP-Verfahren berechneten Anpassung.

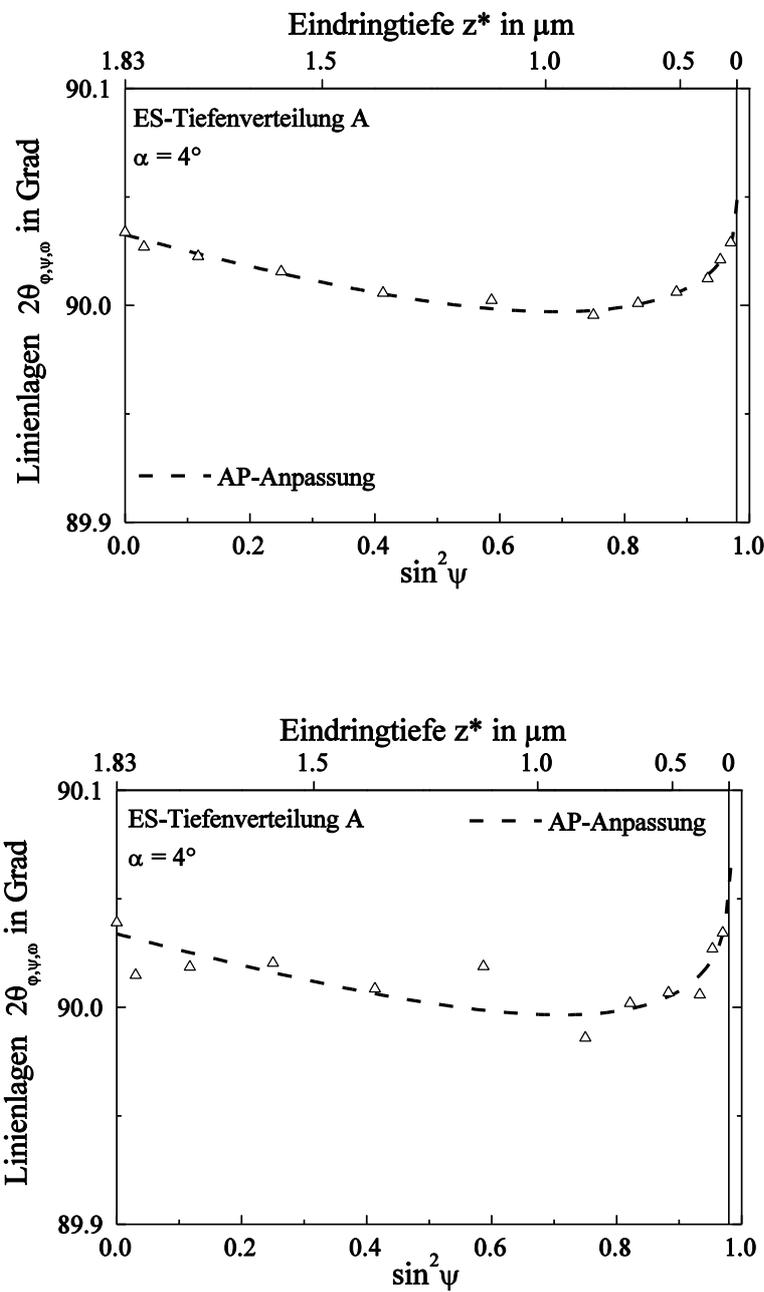


Bild 86: Vergleich des für die Eigenspannungstiefenverteilung A mit einer mittleren Streuung von $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ (oben) und $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ (unten) im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ für $\alpha = 4^\circ$ berechneten Verlaufs der Linienlagen $2\theta_{\phi, \psi}$ über $\sin^2 \psi$ mit der nach dem AP-Verfahren berechneten Anpassung.

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

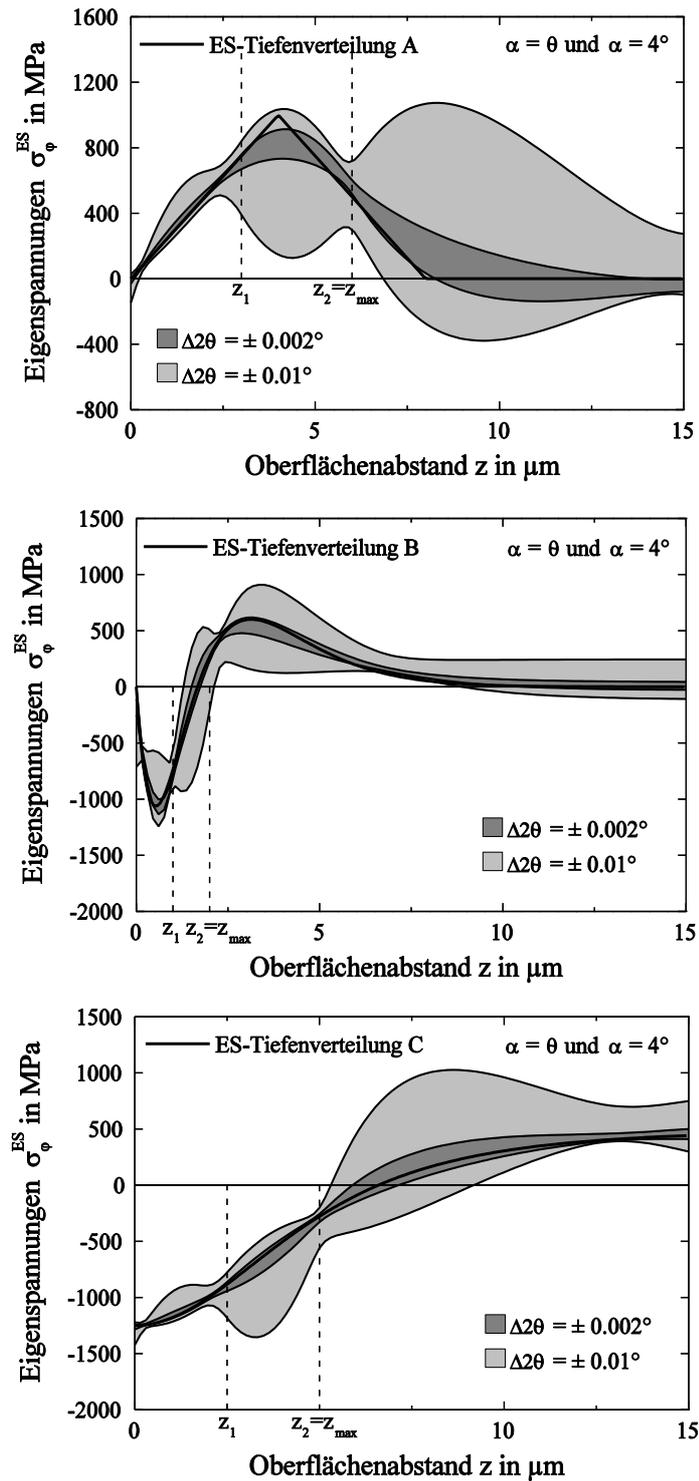


Bild 87: Die Vertrauensbereiche der Eigenspannungsverteilungen, die für die mit $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ und 0.01° im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ bei $\alpha = \theta$ und $\alpha = 4^\circ$ auftretenden Linienlagen ermittelt wurden, im Vergleich zu den vorgegebenen Eigenspannungstiefenverläufen A (oben), B (Mitte) und C (unten).

spannungen für die Tiefenverteilungen A, B und C sind in Bild 84 zusammen mit diesen wiedergegeben. Wie zu erwarten, treten bei allen drei Tiefenverteilungen instabil aufschwingende Lösungen auf, die aber trotzdem jeweils im Ergebnis der Rückrechnung die Information über den wahren Tiefenverlauf enthalten. Auch hier sind im Bereich der "Schwingungsknoten" die vorgegebenen Verteilungen stets eingeschlossen und eine der beiden Fehlergrenzen legt sich abwechselnd in den benachbarten "Schwingungsbäuchen" relativ eng an die vorgegebenen Verteilungen an. Dies ist sehr deutlich im oberen und unteren Bild sowie etwas abgeschwächt auch noch im mittleren Bild zu sehen. Wiederum würde aber ein einzelner vom AP-Verfahren berechneter Spannungstiefenverlauf ein völlig unsinniges Ergebnis liefern. Deshalb muß bei der röntgenographischen Analyse spannungsgradientenbehafteter Randschichten immer versucht werden, auch die oberflächennächsten Tiefenbereiche meßtechnisch zu erfassen.

Dies ist auch bei Begrenzung der Meßmöglichkeiten auf $\psi_{\max} \leq 80^\circ$ möglich, wenn Messungen bei $\alpha = \theta$ mit Messungen bei kleinem Strahleinfallswinkel α kombiniert werden. Zur Veranschaulichung wurden für die Eigenspannungstiefenverteilung A die zu erwartende Linienlagen $2\theta_{\varphi,\psi,\omega}$ in jeweils 12 ψ - Richtungen im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ für $\alpha = \theta$ sowie für $\alpha = 4^\circ$ berechnet. Bei einem angenommenen Brechungskoeffizienten der Probe $n' = 0.99995$ wird dabei für $\alpha = 4^\circ$ dabei der Eindringtiefebereich $0.3 \mu\text{m} \leq z^* \leq 1.83 \mu\text{m}$ (immer für $z_0 = 10 \mu\text{m}$) überstrichen. Bei $\psi = 81.8^\circ$ tritt aufgrund der Brechung der Röntgenstrahlung Totalreflexion ein, so daß die Eindringtiefe $z^* = 0 \mu\text{m}$ wird. Die als Funktion von $\sin^2\psi$ berechneten Linienlagen sind für die Messungen mit $\alpha = \theta$ in Bild 85 und für die mit $\alpha = 4^\circ$ in Bild 86, jeweils oben mit $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ und unten mit $\Delta 2\theta = \pm 0.01^\circ$ gezeigt. Die berechneten Vertrauensbereiche für die Eigenspannungstiefenverteilungen A, B und C mit den unveränderten Parametern $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\max} = 6 \mu\text{m}$ bei A, mit $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\max} = 2 \mu\text{m}$ bei B sowie mit $g = 2$, $N+1 = 3$ und $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$ bei C sind in Bild 87 dargestellt. Offensichtlich erhält man für einer Kombination von Datensätzen mit $\alpha = \theta$ und $\alpha = 4^\circ$ bei insgesamt 24 ψ -Winkeln im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ wesentlich stabilere Lösungen als die bereits in Bild 84 gezeigten, die ebenfalls bei 24 ψ -Winkeln im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$, aber nur aus einem Datensatz bei $\alpha = \theta$ berechnet wurden. Die dabei erhaltenen Fehlerbereiche in Bild 87 sind sogar deutlich schmaler als die in Bild 82 gezeigten, die aus Linienlagen im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ bei $\alpha = \theta$ berechnet wurden, obwohl dabei gleich viele Meßdaten in einem etwa gleich großen Bereich der Eindringtiefe z^* zugrunde gelegt wurden. Messungen unter kleinen Strahleinfallswinkeln α sind also ein vorteilhafter Ersatz für Messungen in dem mit konventionellen Diffraktometern nicht oder nur schwer erreichbaren Meßbereich $80^\circ < \psi \leq 89^\circ$.

Zu erklären bleiben die sehr eigentümlichen Verläufe der berechneten Fehlerbereiche. Wie schon beschrieben, wurden in den Bereichen der "Schwingungsknoten" die vorgegebenen Verteilungen stets eingeschlossen und eine der beiden Fehlergrenzen legt sich abwechselnd in den benachbarten "Schwingungsbäuchen" relativ eng an die vorgegebenen Eigenspannungsverteilungen an. Wird, beginnend mit der oberen Fehlergrenze jeweils an einem Schwingungsknoten zur gegenüberliegenden Fehlergrenze gewechselt und im Knoten der Mittelwert aus oberer und unterer Fehlergrenze angenommen, so ergeben sich die in Bild 88 dargestellten Verhältnisse. Obwohl zwischen den eigentlichen Lösungen der AP-

4. Bestimmung gradientenbehafteter Spannungszustände

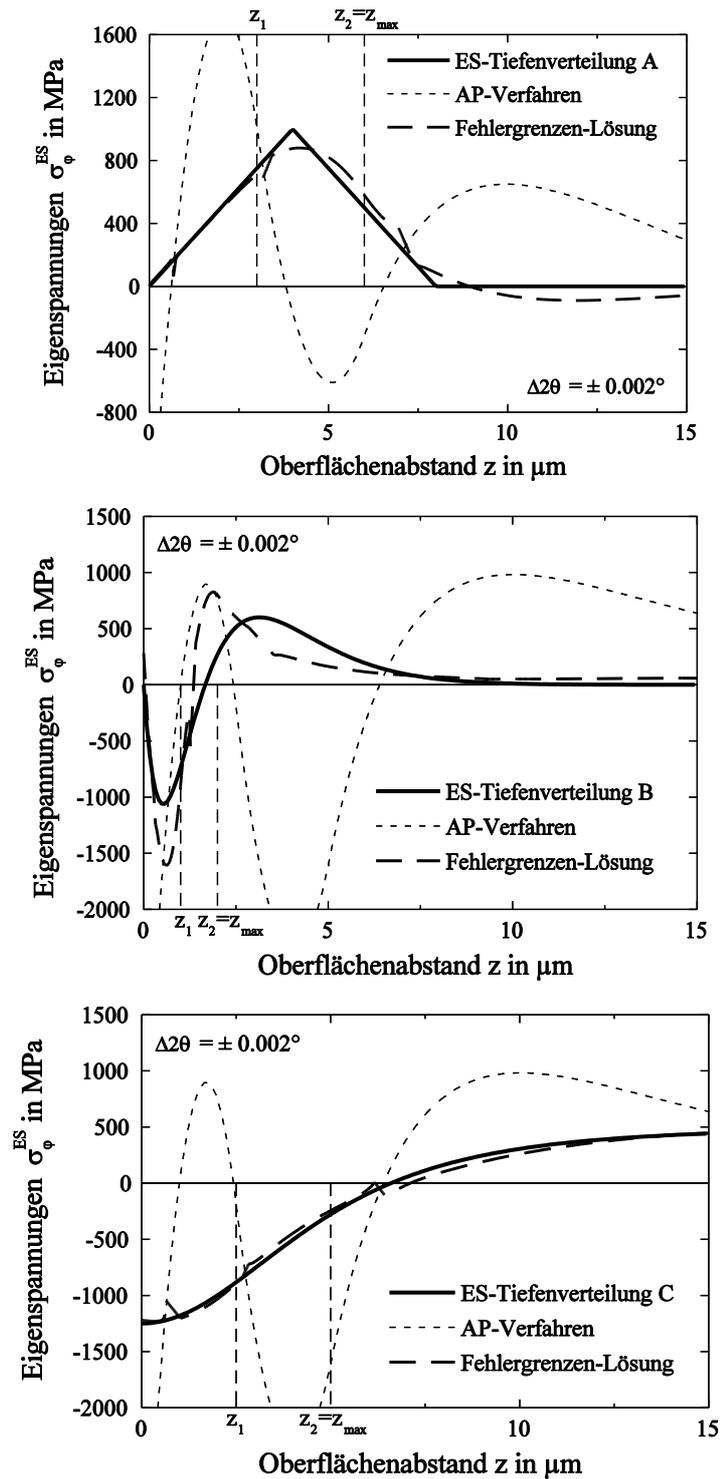


Bild 88: Eigenspannungsverteilungen, die für die mit $\Delta 2\theta = \pm 0.002^\circ$ im Bereich $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ auftretenden Linienlagen ermittelt wurden, sowie die aus den Vertrauensbereichen ermittelten Verteilungen, im Vergleich zu den vorgegebenen Eigenspannungstiefenverläufen A (oben), B (Mitte) und C (unten).

Berechnungen und den Vorgaben kein Zusammenhang erkennbar ist, weisen die wie oben beschrieben, aus den Fehlergrenzen gewonnenen Lösungen eine erstaunlich gute Übereinstimmung mit den Vorgaben auf. Die Ursache dieses Effekts konnte aber im Rahmen dieser Arbeit nicht schlüssig geklärt werden.

4.8 Zusammenfassung

Die Grundgleichung 97 der röntgenographischen Spannungsanalyse bei Werkstoffen mit oberflächennahen Gradienten der Gitterparameter und des Eigenspannungszustandes ermöglicht eine geschlossene Auswertung von Meßdaten, die durch unterschiedliche Methoden der Eindringtiefenvariation gewonnen wurden. Eindringtiefenvariationen durch Messungen unter kleinem Strahleinfallswinkel α und einer gleichzeitig überlagerten ψ -Kippung erfordern dabei eine Korrektur der durch Brechungseffekte veränderten Linienlagen.

Die bei der Lösung der entstehenden Gleichungssysteme auftretenden Faltungsintegrale lassen sich mit Hilfe des neu entwickelten Abschnitt-Polynom-Verfahrens (AP-Verfahren) korrekt und trotzdem stabil invertieren. Dabei wird eine quantitative Stabilitätsbeurteilung durch die Berechnung des Wahrscheinlichkeitsintegrals Q ermöglicht.

Mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen und/oder durch Gauss'sche Fehlerfortpflanzung lassen sich zu jedem berechneten Eigenspannungstiefenverlauf Vertrauensbereiche angeben, anhand derer die Stabilität des AP-Verfahrens gegen Meßwertstreuungen und/oder gegen eingeschränkte ψ -Winkelbereiche durch umfangreich Simulationsrechnungen untersucht wurde. Es wurde gezeigt, daß durch Kombination verschiedener Meßverfahren die Stabilität der Berechnungen deutlich verbessert werden kann.

Das bei den meisten Berechnungen mehr oder weniger stark ausgeprägte Aufschwingen der Lösungen sollte in weiterführenden Untersuchungen noch näher betrachtet werden.

5. Bestimmung gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen

5.1 Problemstellung

Nach Gl. 39 in Abschn. 2.7 sind die an den $\{hkl\}$ -Gitterebenen der Phase p gemessenen Integralintensitäten $I_{\text{int}}^{\{hkl\}p}$ von deren Volumenanteilen v_p abhängig und der Intensität des Primärstrahls I_0 , einigen Intensitätsfaktoren sowie einem Geometriefaktor K_0 proportional. Die unbekanntes und auch nicht berechenbaren Größen werden über geeignete Quotientenbildungen von verschiedenen Integralintensitäten eliminiert (s. z.B. [95]). Die dabei entstehenden Gleichungssysteme sind durch Messungen an unterschiedliche Interferenzlinien meist werkstoffspezifisch und erlauben nicht die Ableitung eines allgemeingültigen Formalismus der röntgenographischen Phasenanalyse.

Liegen gradientenbehaftete Phasenzusammensetzungen vor, so stellen die gemessenen Phasenanteile v_p nach Gl. 42 gewichtete Mittelwerte über die Eindringtiefe z^* der Röntgenstrahlung dar. Da die Messungen an verschiedenen $\{hkl\}$ -Ebenen in verschiedenen 2θ -Bereichen und somit mit unterschiedlichen Eindringtiefen erfolgen, dürfen die entstehenden Gleichungssysteme nicht nach den Phasenanteilen v_p aufgelöst werden. Die Gleichungssysteme müssen statt dessen durch gekoppelte Fehlerquadratminimierungen gelöst werden. Dies wird im folgenden am Beispiel der röntgenographischen Phasenanalyse an Zirkonoxid-Keramiken veranschaulicht.

5.2 Tiefenaufgelöste röntgenographische Phasenanalyse bei Zirkonoxid - Keramiken

Bei Keramiken aus ZrO_2 können, je nach Gehalt gelöster Oxide wie z.B. Ce_2O_3 , Y_2O_3 oder MgO , in Abhängigkeit von der mechanischen Vorgeschichte, der Abkühlgeschwindigkeit nach dem Sintern oder der Wärmebehandlung unterschiedliche Anteile der kubischen (k), der tetragonalen (t) und der monoklinen (m) Phasen auftreten. Bei röntgenographischen Phasenanalysen werden für texturfreie Proben die Integralintensitäten der $\{004\}_t$ - und $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase und die der dazwischen liegenden $\{400\}_k$ -Interferenz der kubischen Phase bestimmt. Außerdem werden die Integralintensitäten der $\{\bar{1}11\}_m$ - und $\{111\}_m$ -Interferenzen der monoklinen Phase zusammen mit der Integralintensität der überlagerten $\{111\}_t$ - und $\{111\}_k$ -Interferenzen der tetragonalen und kubischen Phase ermittelt. Bild 89 zeigt beispielhaft die an einer geschliffene Probe aus mit 4 Mol-% Y_2O_3 stabilisiertem ZrO_2 (TZ-4Y) mit $Cr K\alpha$ Strahlung unter $\psi=0^\circ$ registrierten $\{400\}$ -Interferenzprofile der tetragonalen und kubischen Phase im Winkelbereich $120^\circ \leq 2\theta \leq 132.5^\circ$ sowie die $\{111\}$ -Interferenzprofile der monoklinen und der überlagerten kubischen/tetragonalen Phase im Winkelbereich $40^\circ \leq 2\theta \leq 50^\circ$. Durch Quotientenbildung der ermittelten Integralintensitäten ergeben sich die Intensitätsverhältnisse

$$Y_1^\psi = \frac{I_{\text{int}}^{\{400\}_k}}{I_{\text{int}}^{\{004\}_t} + I_{\text{int}}^{\{400\}_t}} \quad (120 \text{ a})$$

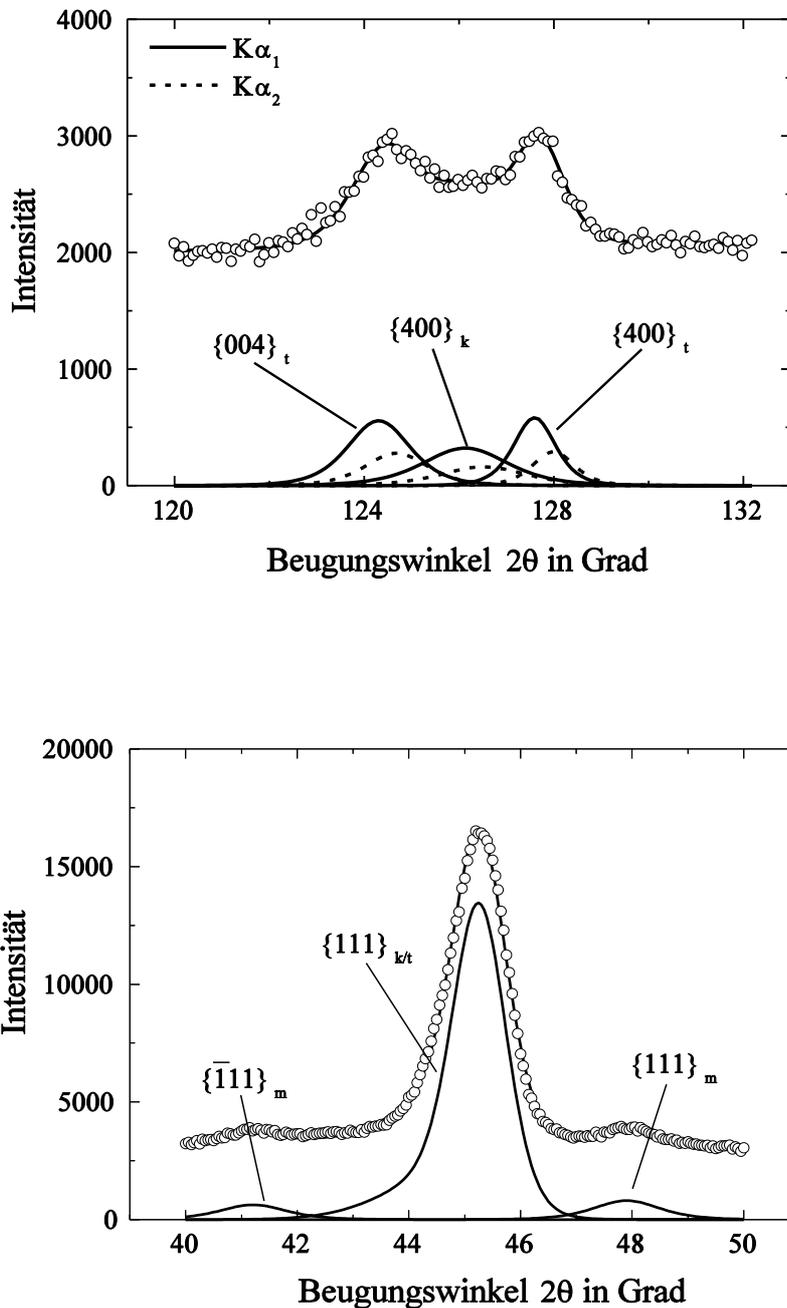


Bild 89: Mit Cr $K\alpha$ -Strahlung an einer geschliffenen TZ-4Y-Keramik in Abhängigkeit vom Beugungswinkel 2θ gemessene Intensitäten (offene Kreise). Die durch Profilanpassung erhaltenen $\{004\}_t$ - und $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase und der dazwischen liegenden $\{400\}_k$ -Interferenz der kubischen Phase (oben), sowie der $\{\bar{1}11\}_m$ - und $\{111\}_m$ -Interferenzen der monoklinen Phase und der überlagerten $\{111\}_t$ - und $\{111\}_k$ -Interferenzen der tetragonalen und kubischen Phase (unten) sind durch ausgezogene Kurven gekennzeichnet.

5. Bestimmung gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen

und

$$Y_2^\Psi = \frac{I_{\text{int}}^{\{\bar{1}11\}_m} + I_{\text{int}}^{\{111\}_m}}{I_{\text{int}}^{\{111\}_k}} . \quad (120 \text{ b})$$

Innerhalb der überstrichenen 2θ -Bereiche kann jeweils das Produkt aus den Faktoren LP, A und M als konstant angenommen werden, so daß die einzelnen Integralintensitäten nur noch von den Struktur Faktoren $F_{\{hkl\}}$ und Flächenhäufigkeitsfaktoren $H^{\{hkl\}}$ abhängen. Zur Bestimmung der drei Volumenanteile

$$v_t + v_k + v_m = 100\% \quad (121)$$

erhält man damit das Gleichungssystem

$$Y_1^\Psi v_t(z^*) - Y_T^1 v_k(z^*) = 0 \quad (122 \text{ a})$$

$$Y_2^\Psi \left(Y_T^2 v_t(z^*) + Y_T^3 v_k(z^*) \right) = 1 . \quad (122 \text{ b})$$

Dabei sind die Größen Y_T^1 , Y_T^2 und Y_T^3 durch

$$Y_T^1 = \frac{|F_{\{400\}_k}|^2 H^{\{400\}_k}}{|F_{\{004\}_t}|^2 H^{\{004\}_t} + |F_{\{400\}_t}|^2 H^{\{400\}_t}} , \quad (123 \text{ a})$$

$$Y_T^2 = \frac{|F_{\{\bar{1}11\}_m}|^2 H^{\{\bar{1}11\}_m} + |F_{\{111\}_m}|^2 H^{\{111\}_m} + |F_{\{111\}_t}|^2 H^{\{111\}_t}}{|F_{\{\bar{1}11\}_m}|^2 H^{\{\bar{1}11\}_m} + |F_{\{111\}_m}|^2 H^{\{111\}_m}} \quad (123 \text{ b})$$

sowie

$$Y_T^3 = \frac{|F_{\{\bar{1}11\}_m}|^2 H^{\{\bar{1}11\}_m} + |F_{\{111\}_m}|^2 H^{\{111\}_m} + |F_{\{111\}_k}|^2 H^{\{111\}_k}}{|F_{\{\bar{1}11\}_m}|^2 H^{\{\bar{1}11\}_m} + |F_{\{111\}_m}|^2 H^{\{111\}_m}} \quad (123 \text{ c})$$

bestimmt. Berechnet man die in Gl. 123 enthaltenen Struktur Faktoren und Flächenhäufigkeitsfaktoren z.B. mit dem von [109] entwickelten *Powder-Cell*-Programm so ergibt sich $Y_T^1 = 1.095$, $Y_T^2 = 2.247$ und $Y_T^3 = 2.247$. Die Gl. 122 a und b müssen durch eine gekoppelte Fehlerquadratminimierung gelöst

5.3 Modellrechnungen zur Auswertung gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen

werden, da die Bestimmung der Intensitätsverhältnisse Y_1^ψ und Y_2^ψ bei unterschiedlichen Eindringtiefen erfolgte. Analog zu Abschn. 4 werden für die Phasenanteile $v_i(z)$ und $v_k(z)$ Abschnitt-Polynom-Entwicklungen vorgenommen, während sich der monokline Phasenanteil $v_l(z)$ nach Gl. 121 berechnen läßt. Nach Gl. 42 werden dann die $v_i(z^*)$ und $v_k(z^*)$ berechnet und die Koeffizienten durch Minimierung der Fehlerquadratsumme

$$\begin{aligned} \chi^2 = & \sum_{\psi_1} \left[Y_1^{\psi_1} v_i(z^*) - Y_T^1 v_k(z^*) \right]^2 \\ & + \sum_{\psi_2} \left[Y_2^{\psi_2} \left(Y_T^2 v_i(z^*) + Y_T^3 v_k(z^*) \right) - 1 \right]^2 \end{aligned} \quad (124)$$

über alle gemessenen Integralintensitäten bestimmt. Auch hier lassen sich in ähnlicher Weise wie in Abschn. 4.5 für Eigenspannungstiefenverteilungen die statistischen Fehlerintervalle für die Tiefenverteilungen der Phasenanteile mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen oder mit Hilfe des Gauss'schen Fehlerfortpflanzungsgesetzes bestimmen.

5.3 Modellrechnungen zur Auswertung oberflächennaher gradientenbehafteter Phasenzusammensetzungen

Den Berechnungen wurden die aus Bild 90 ersichtlichen gezeigten oberflächennahen Tiefenverteilungen der tetragonalen, monoklinen und kubischen Phase zugrunde gelegt. In beiden Verteilungen wurde ein über die Tiefe konstanter Anteil der kubische Phase von 10 Vol.-% vorgegeben. Für die monoklinen Phase wurde bei der Tiefenverteilung A randnah ein konstanter Phasenanteil von 20 Vol.-% angenommen, der ab 1 μm Randabstand auf 0 Vol.-% abfällt. Bei der Verteilung B fällt der monokline Phasenanteil von 50 Vol.-% an der Oberfläche auf 0 Vol.-% in 0.8 μm Tiefe linear ab. Der tetragonale Phasenanteil ergibt sich in beiden Fällen zu $v_l = 100 \text{ Vol.-%} - v_k - v_m$.

Unter Rückgriff auf Gl. 39 und die in Abschn. 5.2 angegebenen Y_T^i -Werte wurden für Cr K α Strahlung in 24 ψ -Richtungen im Bereich $0 \leq \psi \leq 88^\circ$ die zu erwartenden Intensitätsverhältnisse Y_1^ψ und Y_2^ψ nach Gl. 120 für die Phasenverteilungen A bzw. B berechnet, unter Zugrundelegung der Poisson-Verteilung mit einer statistischen Streuung beaufschlagt und in Bild 91 bzw. 92 über $\sin^2\psi$ aufgetragen.

Aus diesen Verteilungen wurden mit Hilfe des Abschnitt-Polynom-Verfahrens, jeweils mit $z_{\text{max}} = 0.8 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 2$ durch Monte-Carlo-Simulation die 63 %-Vertrauensbereiche der Phasentiefenverteilungen zurückgerechnet. Diese sind in Bild 93 im Vergleich mit den vorgegebenen Verteilungen dargestellt.

Es ist zu erkennen, daß die vorgegebene Tiefenverteilungen der Phasenzusammensetzung außer an den Knickstellen durch das AP-Verfahren recht gut wiedergegeben und von den Vertrauensbereichen eingeschlossen werden.

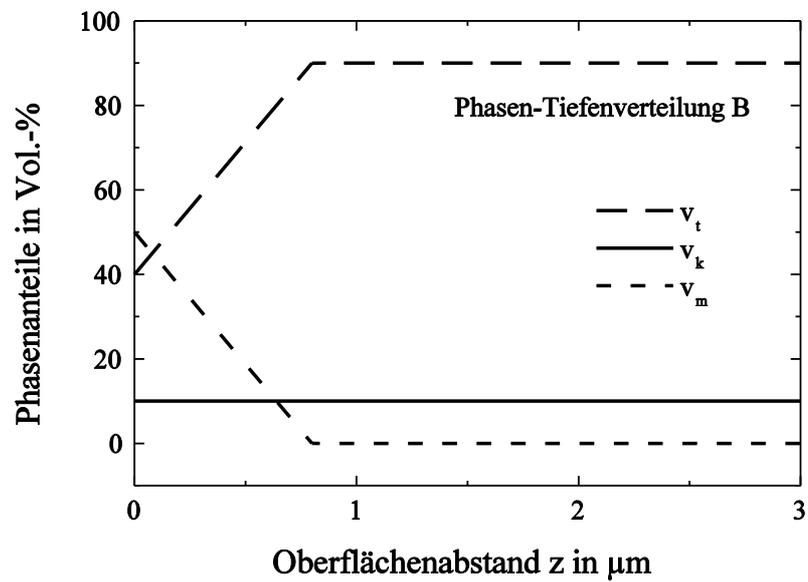
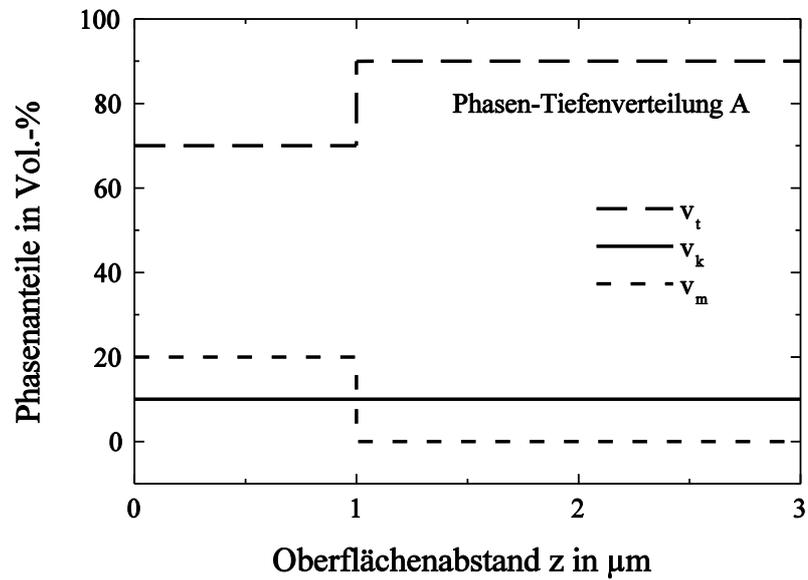


Bild 90: Vorgegebene Tiefenverteilungen A (oben) und B (unten) der tetragonalen, monoklinen und kubischen Phasenanteile einer ZrO_2 -Keramik.

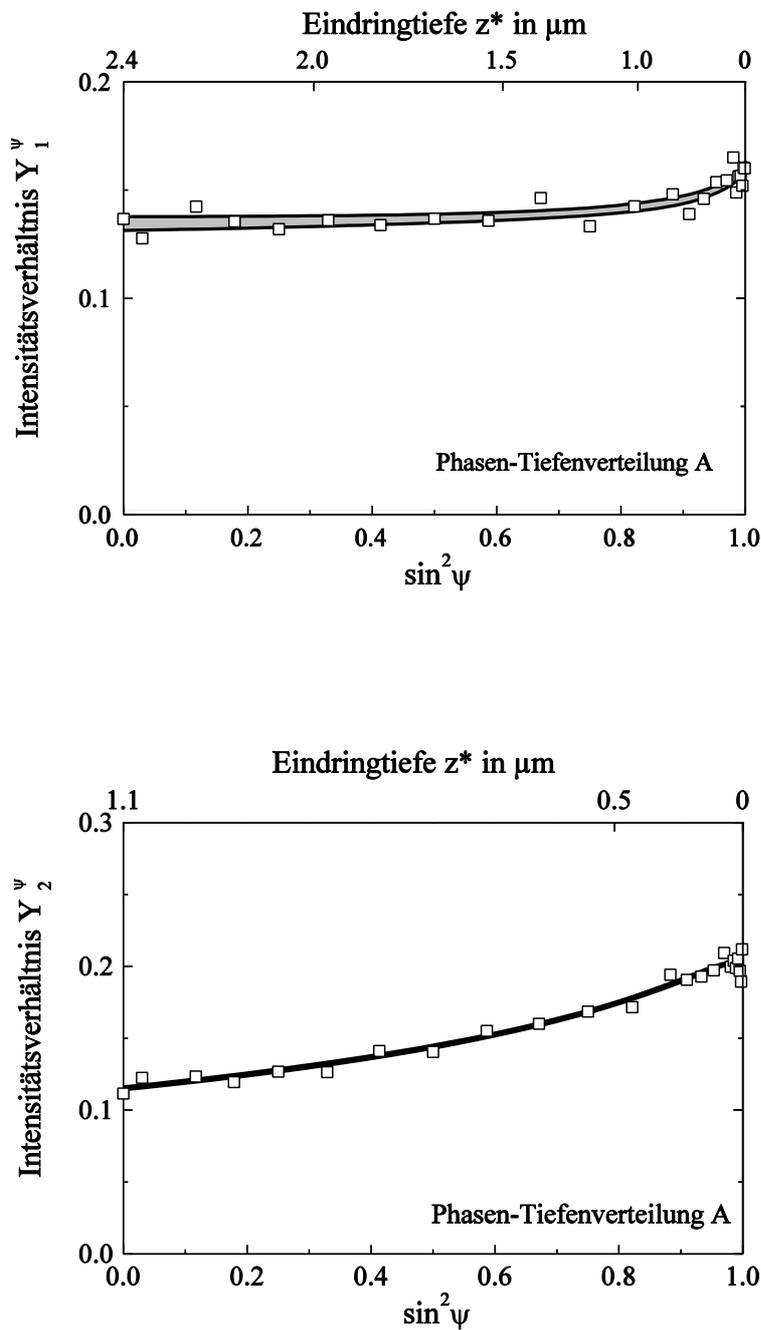


Bild 91: Vergleich der unter Zugrundelegung der Phasen-Tiefenverteilung A berechnete Intensitätsverhältnisse Y_1^ψ (oben) und Y_2^ψ (unten) in Abhängigkeit von $\sin^2 \psi$ mit den nach dem AP-Verfahren berechneten Anpassungen.

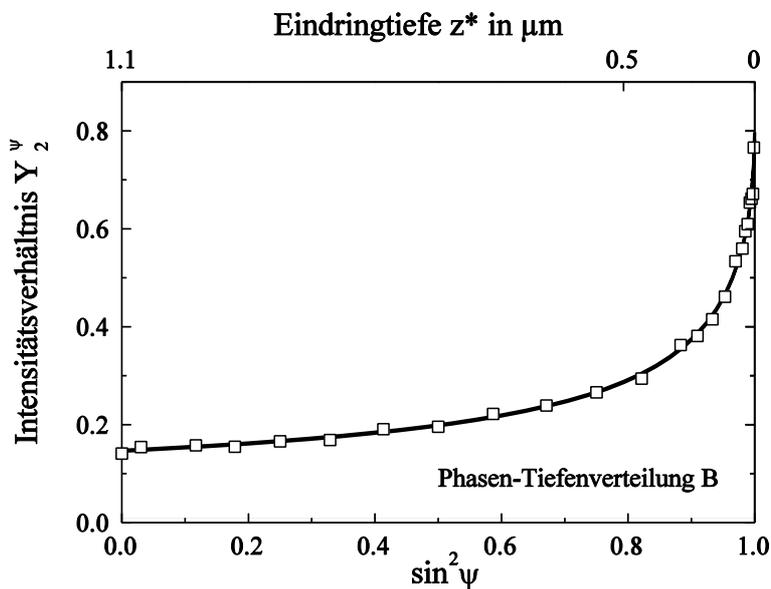
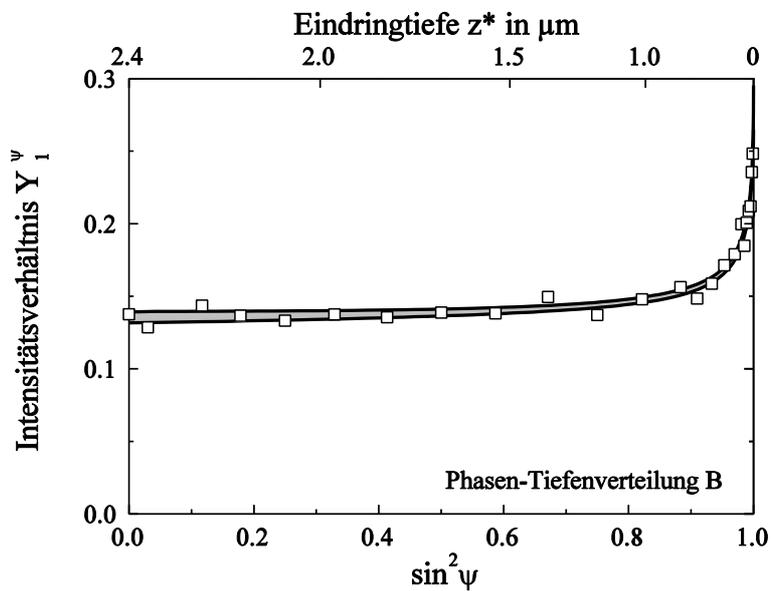


Bild 92: Vergleich der unter Zugrundelegung der Phasen-Tiefenverteilung B berechnete Intensitätsverhältnisse Y_1^ψ (oben) und Y_2^ψ (unten) in Abhängigkeit von $\sin^2 \psi$ mit den nach dem AP-Verfahren berechneten Anpassungen.

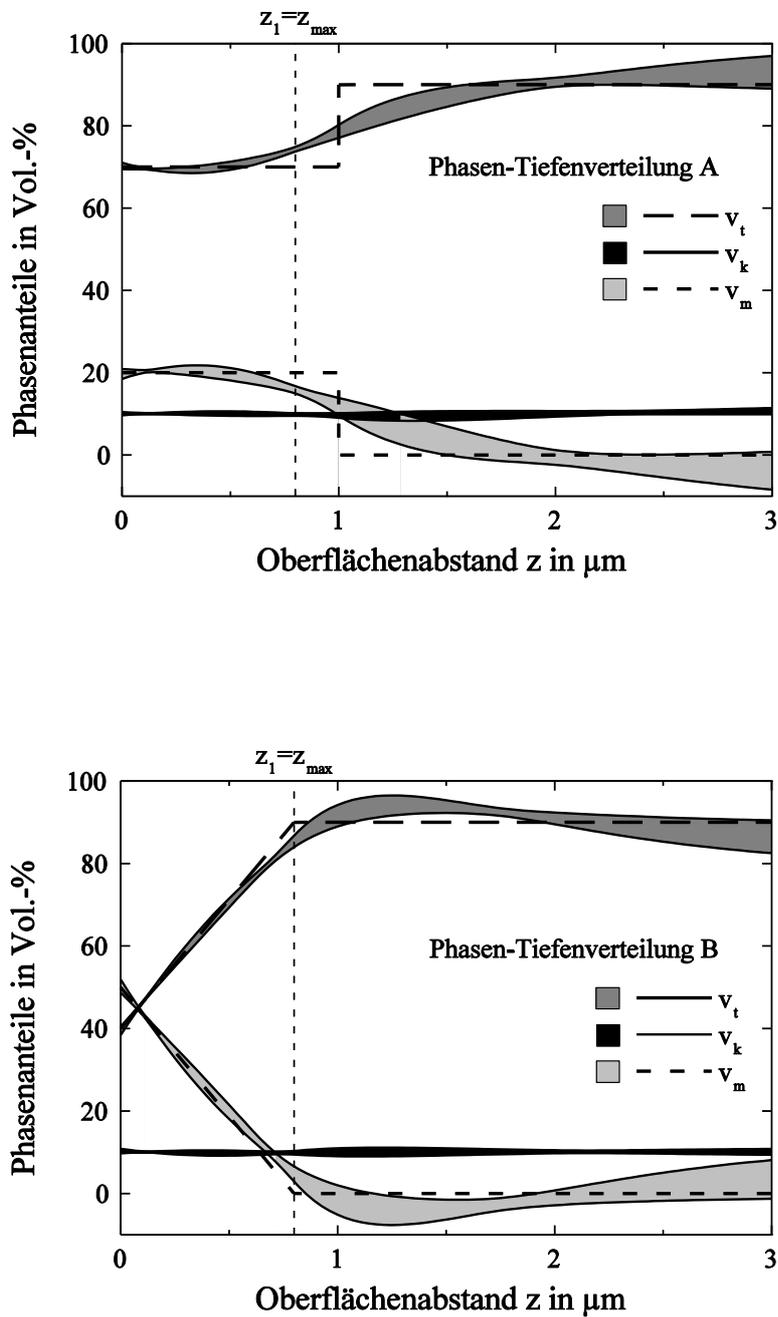


Bild 93: Mit Hilfe des AP-Verfahrens berechnete Tiefenverteilungen der Vertrauensbereiche der Phasenanteile v_t , v_k und v_m im Vergleich mit der vorgegebenen Tiefenverteilung A (oben) und B (unten).

5.4 Zusammenfassung

Das hier vorgestellte Verfahren ermöglicht die zerstörungsfreie Analyse der gradientenbehafteten Phasenzusammensetzungen in den oberflächennahen Bereichen texturfreier vielkristalliner Werkstoffe. Es basiert auf dem AP-Verfahren der röntgenographischen Eigenspannungsanalyse, wobei die unter Variation des Distanzwinkels ψ in einem Azimut φ an je einer Interferenz der vorliegenden Phasen bestimmten Integralintensitäten ausgewertet werden.

Dieses Verfahren wurde auf das Beispiel einer hypothetischen ZrO_2 -Probe mit zwei örtlich verschiedenen Verteilungen der randnahen tetragonalen, kubischen und monoklinen Phasenanteile angewendet. In beiden Fällen wurden die vorgegebenen Tiefenverteilungen sehr gut wiedergegeben und fast vollständig von den berechneten Vertrauensbereichen eingeschlossen. Abweichungen traten lediglich im Bereich der Knickstellen der angenommenen Verteilungen der Phasenanteile auf, die durch Approximation von Polynomen nicht beschrieben werden können.

6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen

6.1 Analyse der oberflächennahen Verteilungen der Eigenspannungen und der Phasenanteile an einer Y_2O_3 -stabilisierten ZrO_2 -Keramik nach unterschiedlichen Schleifbehandlungen

6.1.1 Problemstellung

Keramische Werkstoffe zeichnen sich durch hohe Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit sowie hohe Warmhärten aus [110]. Nach Formgebung und anschließendem Sinterprozeß ist meist zur Erreichung der gewünschten Maß- und Formgenauigkeit sowie der geforderten Oberflächengüte eine spanende Nachbearbeitung durch Schleifen mit Diamantscheiben erforderlich. Dabei entstehen neben Rißkonfigurationen auch Eigenspannungen, wobei die hohen Temperaturen beim Schleifen die Ausbildung von Zugeigenspannungen, plastische Deformationen durch die wirkenden mechanischen Schleifkräfte dagegen die von Druckeigenspannungen begünstigen [6, 67, 111]. Außerdem kann bei ZrO_2 -Keramiken eine metastabil vorliegende tetragonale Phase bearbeitungsinduziert partiell unter Volumenvergrößerung in die bei Raumtemperatur stabile monokline Phase umwandeln [9], wobei lokal Druckeigenspannungen entstehen. Das erfolgt bevorzugt an Rißspitzen, wodurch weitere Rißausbreitungen erschwert werden. Man spricht dabei von Umwandlungsverstärkung [112]. Diese kann sich sehr positiv auf die Bauteilfestigkeit auswirken und sogar den negativen Einfluß der beim Schleifen entstehenden Risse kompensieren.

Aufgrund der hohen Sprödigkeit sowie der geringen thermischen Leitfähigkeit der Keramiken sind die entstehenden Schleifeinflußzonen nur wenige μm dick, so daß steile Gradienten der Tiefenverteilungen der Eigenspannungen und der Phasenzusammensetzungen zu erwarten sind. Durch die röntgenographische Ermittlung der oberflächennahen Verteilungen beider Größen [7, 99] können daher wichtige Erkenntnisse über die Bearbeitungsprozesse gewonnen und gegebenenfalls Bearbeitungsparameter optimiert werden [110, 113].

Die geringen kristallographischen Unterschiede, die zwischen der kubischen, der tetragonalen und der monoklinen Modifikationen des ZrO_2 bestehen, liefern allerdings sehr nahe beieinander liegende Röntgeninterferenzen, die sich in den meisten Fällen überlappen. Eine Auswertung der vermessenen Interferenzprofile erfordert daher immer eine Separation der Teilprofile durch Profilanpassung.

6.1.2 Probenmaterial und experimentelle Vorgehensweise

Um Chargeneinflüsse auf die Versuchsergebnisse auszuschließen, wurden alle Proben mit den Abmessungen $46 \times 32 \times 4 \text{ mm}^3$ aus mit 4 Mol-% Y_2O_3 stabilisiertem ZrO_2 -Pulver der Firma Tosoh (Japan) hergestellt [114], dessen Verunreinigungen mit Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 und Na_2O unter 0.05 Ma.-% lagen [115]. Dazu wurden 45 g Pulver in eine $65 \times 45 \text{ mm}^2$ große Matrize eingefüllt und trocken nach dem Verfahren der "schwebenden Matrize" bei einem Preßdruck von 10 MPa axial auf eine Grünkörperdichte von ca. 50 % verdichtet. Durch kaltisostatisches Nachverdichten bei 400 MPa mit einer Haltezeit von

6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen

Bearbeitung	Vorschub [mm/min]	Zustellung [μm]	Anzahl Überschliffe	Normal- kraft F_N [N]	Tangential- kraft F_T [N]
Tiefschleifen	100	225	1	56.2	6.5
Pendelschleifen	6400	0.35	50	45.4	4.1
Pendelschleifen und Polieren	6400	0.35	10	45.4	4.1

Tab. 3: Schleifparameter der untersuchten Bearbeitungszustände.

30 s wurden die beim axialen Vorpressen entstehenden Dichtegradienten abgebaut. Die Proben wurden dann mit 2 K/min auf 1350° C aufgeheizt, dort 2 h gehalten und anschließend wieder mit 2 K/min abgekühlt. Nach dem Sintern lag bei einer homogenen Korngrößenverteilung eine Dichte von 95 % vor, die durch eine heißisostatische Nachverdichtung bei 1250 °C eine Stunde lang mit 1500 bar auf 99 % der theoretischen Dichte erhöht wurde.

Das erhaltene Gefüge wurden anhand von elektronenmikroskopischen Aufnahmen charakterisiert. Mit Hilfe eines rechnerunterstützten Bildanalyse-Systems ergab sich nach dem Linienverfahren eine mittlere Korngröße von 0.2 μm . Als Härte wurde 1350 HV 2/15 gemessen.

Die Bearbeitung der Proben erfolgte beidseitig in drei Losen mit einer Schleifscheibe D 91 unter Kühlschmierung mit Honilo 930, und zwar einmal durch einstufiges Tiefschleifen und zum anderen durch 50- bzw. 10-stufiges Pendelschleifen. An den letztgenannten Schleifvorgang schloß sich zur Entfernung der Schleifeinflußzone eine Polierbehandlung an, bei der mit Diamantpaste abnehmender Körnung insgesamt etwa 20 μm abgetragen wurden. Die Schleifparameter sind in Tab. 3 aufgelistet. Bei allen Losen betrug das Produkt aus Vorschub und Zustellung, das bezogene Zeitspanvolumen jeweils

$$\text{etwa } Q'_w \approx 0.375 \frac{\text{mm}^3}{\text{s mm}}$$

Mit Hilfe eines ψ -Diffraktometers und einer konventionellen Feinstrukturrohre wurden mit Cr $K\alpha$ -Strahlung an den Platten die Interferenzen der $\{004\}_t$ - und $\{400\}_t$ -Gitterebenen der tetragonalen Phase und die der $\{400\}_k$ -Gitterebenen der kubischen Phase jeweils in den die Schleifrichtung ($\varphi = 0^\circ$) und die Querrichtung ($\varphi = 90^\circ$) enthaltenden Azimuten unter 32 verschiedenen ψ -Richtungen zwischen $-80^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ registriert. Dabei wurde unter Annahme einer Dichte von 6.424 g/cm³, einem Massenschwächungskoeffizienten von 293.5 cm²/g und einem Brechungskoeffizienten von 0.99996 [65] der Eindringtiefebereich $0.4 \leq z^* \leq 2.4 \mu\text{m}$ überstrichen. Wie Bild 94 oben belegt, treten dabei bei den geschliffenen Proben so ausgeprägte Überlagerungen der Interferenzen auf, daß keine Anpassungen der Pearson VII-Funktionen ohne geeignete Zusatzannahmen hinsichtlich der Formparameter und Linienlagenabstände der Teilprofile mit ausreichender Genauigkeit möglich sind. Dagegen ermöglichen Mess-

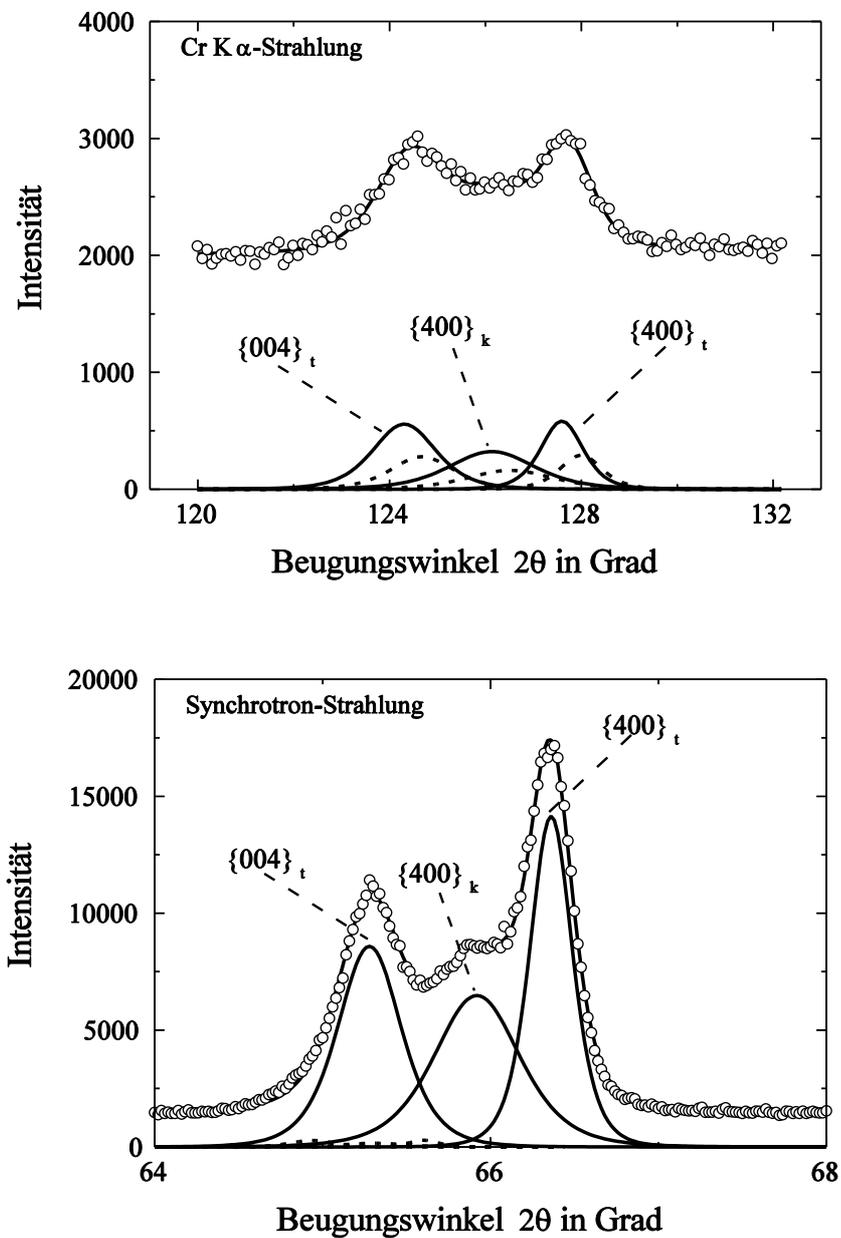


Bild 94: Mit Cr K α -Strahlung (oben) und mit Synchrotron-Strahlung der Wellenlänge $\lambda = 0.13962$ nm (unten) für $\psi = 0^\circ$ an einer tiefgeschliffenen Probe in Abhängigkeit vom Beugungswinkel 2θ gemessene Intensitäten (offene Kreise). Ebenfalls dargestellt sind die durch Profilanpassung erhaltenen $\{004\}_t$ - und $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase und die dazwischen liegenden $\{400\}_k$ -Interferenz der kubischen Phase.

6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen

ungen mit Synchrotron-Strahlung der Wellenlängen $\lambda = 0.13962$ nm (vgl. Bild 94 unten) wegen der meßtechnisch bedingt kleineren Linienverbreiterungen deutlich geringere Überlagerungen, so daß genauere Linienlagebestimmungen ohne Zusatzannahmen durchgeführt werden können. Im Vergleich zum oberen Teilbild erkennt man die deutlich schmälere Interferenzlinien und das erheblich geringere Untergrundverhältnis.

Mit Synchrotron-Strahlung der Wellenlänge $\lambda = 0.13962$ nm wurden deshalb am HASYLAB in Hamburg dieselben Reflexe der beiden geschliffenen Proben jeweils in den die Schleifrichtung ($\varphi = 0^\circ$) und die Querrichtung ($\varphi = 90^\circ$) enthaltenden Azimuten unter 32 verschiedenen ψ -Richtungen zwischen $-88^\circ \leq \psi \leq 88^\circ$ registriert. Dabei wurde unter Annahme eines Massenschwächungskoeffizienten von $75.9 \text{ cm}^2/\text{g}$ der Eindringtiefenbereich $0.2 \text{ }\mu\text{m} \leq z^* \leq 5.6 \text{ }\mu\text{m}$ überstrichen. Die Trennung der mit der Synchrotron-Strahlung gemessenen Intensitätsverteilungen ergab bei den $\{004\}_t$ -, $\{400\}_t$ - und $\{400\}_k$ -Interferenzen etwa gleiche Formparameter $m \approx 3$ für die Pearson VII-Funktionen. Außerdem unterschieden sich die eigenspannungsbedingten Verschiebungen der beiden tetragonalen Interferenzlinienlagen im Rahmen der bekannten elastischen Anisotropie des ZrO_2 . Dieser Einfluß wurde näherungsweise durch den Ansatz

$$2\theta_{\varphi,\psi}^{\{004\}_t} \approx 2\theta_0^{\{004\}_t} + \frac{E^{\{400\}_t}}{E^{\{004\}_t}} (2\theta_{\varphi,\psi}^{\{400\}_t} - 2\theta_0^{\{400\}_t}) \quad (125 \text{ a})$$

berücksichtigt. Davon ausgehend konnten auch die Interferenzen der mit $\text{Cr K}\alpha$ -Strahlung registrierten Intensitätsverteilungen durch Anpassung von Pearson VII-Funktionen mit für Eigenspannungsanalysen hinreichender Genauigkeit getrennt werden.

Für die Phasenanalysen wurden zusätzlich mit $\text{Cr K}\alpha$ -Strahlung auch die $\{\bar{1}11\}$ - und $\{111\}$ -Interferenzlinien der monoklinen Phase sowie die überlagerten $\{111\}$ -Interferenzen der tetragonalen und kubischen Phase des ZrO_2 jeweils für 27 ψ -Winkeln im Bereich $-70^\circ \leq \psi \leq 70^\circ$ im Azimut $\varphi = 0^\circ$ registriert. Dabei wurde der Eindringtiefenbereich $0.4 \text{ }\mu\text{m} \leq z^* \leq 1.1 \text{ }\mu\text{m}$ überstrichen. Mit Hilfe angepaßter Pearson VII-Funktionen wurden die überlagerten Interferenzprofile getrennt und daraus deren Integralintensitäten bestimmt. Aus allen ermittelten Integralintensitäten wurden dann die Intensitätsverhältnisse nach Gl. 120 berechnet.

6.1.3 Ergebnisse der Eigenspannungsanalysen

Die Verteilungen der durch Profilanpassung ermittelten Linienlagen der $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase über $\sin^2\psi$ sind in Bild 95 und 96 für die tiefgeschliffenen, in Bild 97 und 98 für die pendelgeschliffenen sowie in Bild 99 für die pendelgeschliffenen und polierten Proben wiedergegeben. Durchweg zeigen die tief- und die pendelgeschliffenen Proben für $\varphi=90^\circ$ größere Linienlagenverschiebungen über $\sin^2\psi$ als für $\varphi=0^\circ$. Während die Linienlagen der tiefgeschliffenen Probe mit zunehmendem $\sin^2\psi$ immer monoton ansteigen, fallen sie bei der pendelgeschliffenen Probe ab etwa $\sin^2\psi = 0.96$ wieder ab. Bei der pendelgeschliffenen und polierten Probe werden dagegen für $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$ etwa gleichartige, mit zunehmendem $\sin^2\psi$ leicht ansteigende Linienlagenverteilungen ermittelt.

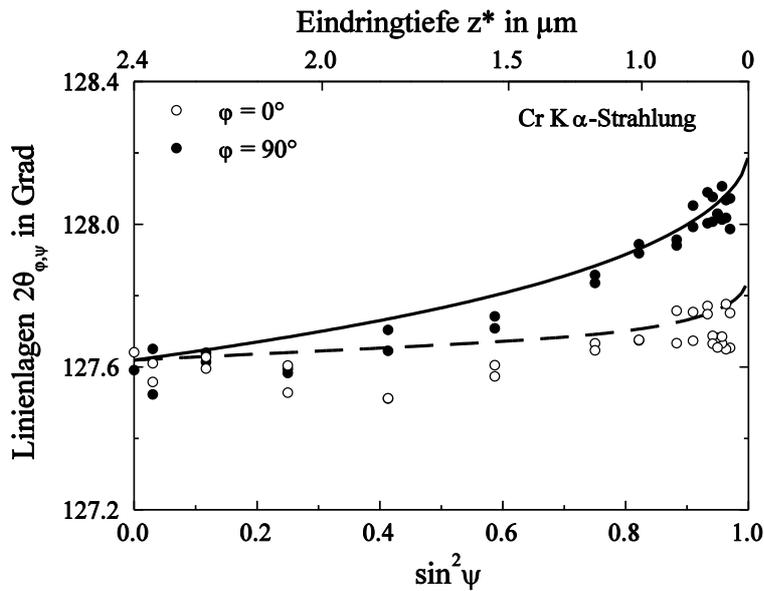


Bild 95: Mit Cr $K\alpha$ - Strahlung in den Azimuten $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$ ermittelte Lagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ der $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase einer tiefgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$, sowie die mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 2$ an die Meßdaten angepaßten Ausgleichskurven.

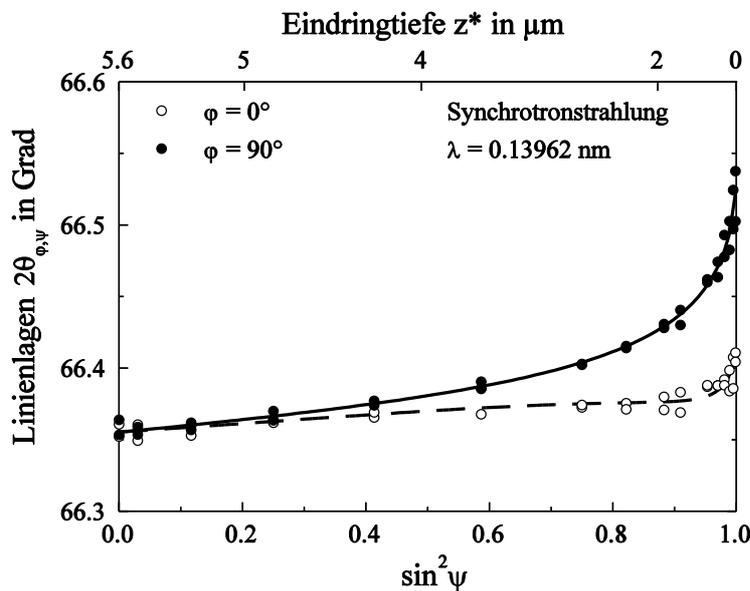


Bild 96: Mit Synchrotron-Strahlung ($\lambda = 0.13962 \text{ nm}$) in den Azimuten $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$ ermittelte Lagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ der $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase einer tiefgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$, sowie die mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 2$ an die Meßdaten angepaßten Ausgleichskurven.

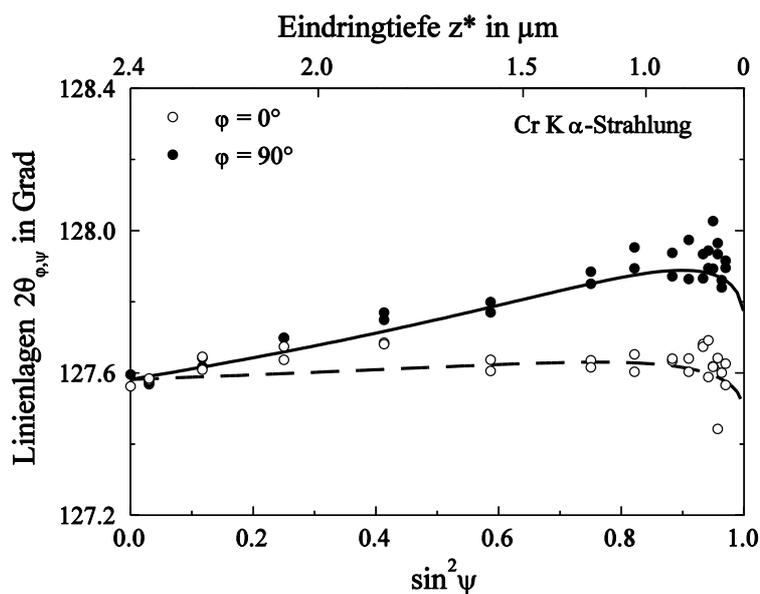


Bild 97: Mit Cr K α - Strahlung in den Azimuten $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$ ermittelte Lagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ der $\{400\}_r$ -Interferenzen der tetragonalen Phase einer pendelgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$, sowie die mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 2$ an die Meßdaten angepaßten Ausgleichskurven.

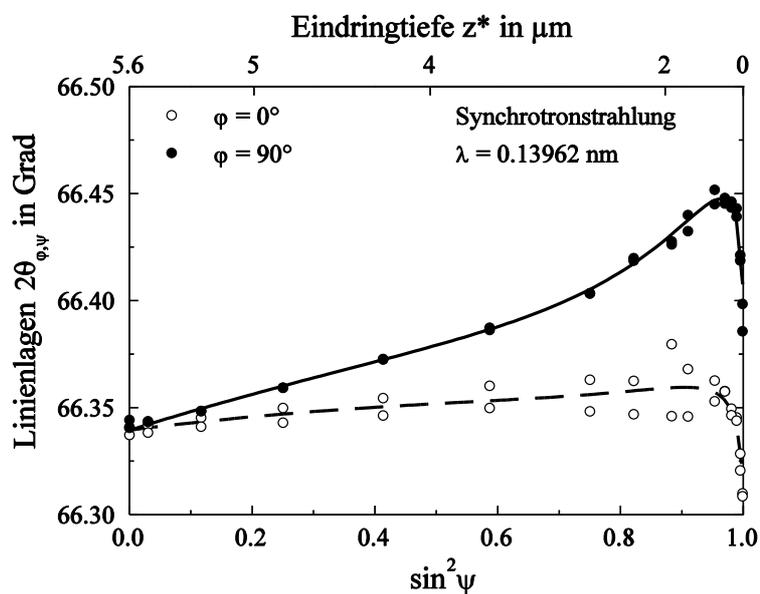


Bild 98: Mit Synchrotron-Strahlung ($\lambda = 0.13962 \text{ nm}$) in den Azimuten $\varphi = 0^\circ$ und $\varphi = 90^\circ$ ermittelte Lagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ der $\{400\}_r$ -Interferenzen der tetragonalen Phase einer pendelgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$, sowie die mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 2$ an die Meßdaten angepaßten Ausgleichskurven.

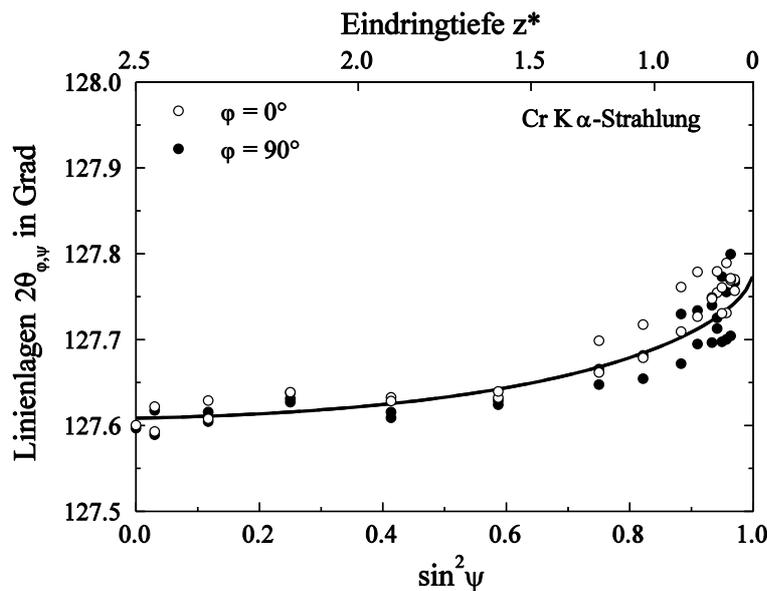


Bild 99: Mit Cr K α - Strahlung in den Azimuten $\phi = 0^\circ$ und $\phi = 90^\circ$ ermittelte Lagen $2\theta_{\phi,\psi}$ der $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase einer pendelgeschliffenen und polierten Probe als Funktion von $\sin^2 \psi$, sowie die mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 1$ an die Meßdaten angepaßten Ausgleichskurven.

Die Linienlagen der $\{004\}_t$ - und $\{400\}_k$ -Interferenzen zeigen bei allen vermessenen Proben ein qualitativ ähnliches Verhalten wie das der $\{400\}_t$ -Interferenzen. Deshalb wird auf die Wiedergabe dieser Ergebnisse verzichtet.

Unter Rückgriff auf das AP-Verfahren (vgl. Abschn. 4) ergeben sich dann aus den mit der Cr K α -Strahlung und der Synchrotron-Strahlung mit $\lambda = 0.13962 \text{ nm}$ ermittelten Linienlagen der tetragonalen Phase die in Bild 100 bis 102 gezeigten Eigenspannungstiefenverteilungen. Den Auswertungen sind dabei die richtungsabhängigen Elastizitätskonstanten $E^{\{004\}_t} = 225 \text{ GPa}$ und $\nu^{\{004\}_t} = 0.19$, sowie $E^{\{400\}_t} = 295 \text{ GPa}$ und $\nu^{\{400\}_t} = 0.23$ zugrunde gelegt [59]. Die tiefgeschliffene Probe weist Oberflächen-druckeigenspannungen von etwa -375 MPa in Schleifrichtung und etwa -750 MPa quer zur Schleifrichtung auf. Die Eigenspannungen in Schleifrichtung gehen in etwa $1.5 \mu\text{m}$, die in Querrichtung in etwa $3 \mu\text{m}$ Oberflächenabstand in Zugeigenspannungen über und durchlaufen dann etwa in $3 \mu\text{m}$ bzw. $4 \mu\text{m}$ Tiefe Zugeigenspannungmaxima. Ab etwa $5 \mu\text{m}$ Tiefe fallen die Eigenspannungen in Schleifrichtung auf Werte von etwa -350 MPa ab, während sich die in Querrichtung wirksamen um etwa Null einpendeln. Einen ganz anderen Verlauf zeigen die Eigenspannungen der pendelgeschliffenen Probe in Bild 101. Dort liegen an der Oberfläche in Schleifrichtung Zugeigenspannungen von etwa 200 MPa und in Querrichtung geringe Druckeigenspannungen von etwa -50 MPa vor. In ungefähr $2.5 \mu\text{m}$ Tiefe bilden sich Druckeigenspannungmaxima aus und zwar von -350 MPa in Schleifrichtung und -650 MPa in Querrichtung. In größeren Oberflächenabständen als etwa $4 \mu\text{m}$ treten in beiden Richtungen Zugeigen-

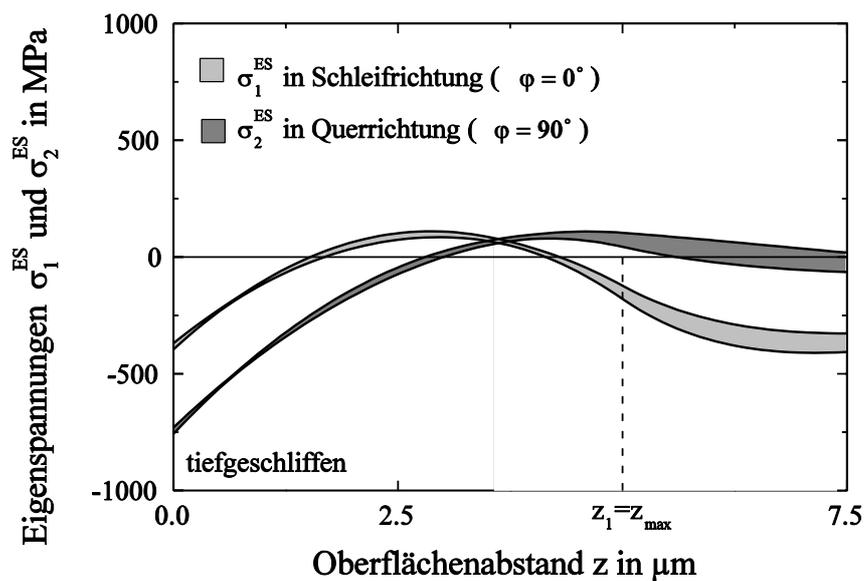


Bild 100: Mit dem AP-Verfahren mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 2$ ermittelte Vertrauensbereiche der Tiefenverteilungen der Eigenspannungen einer tiefgeschliffenen Probe in Schleif- und Querrichtung.

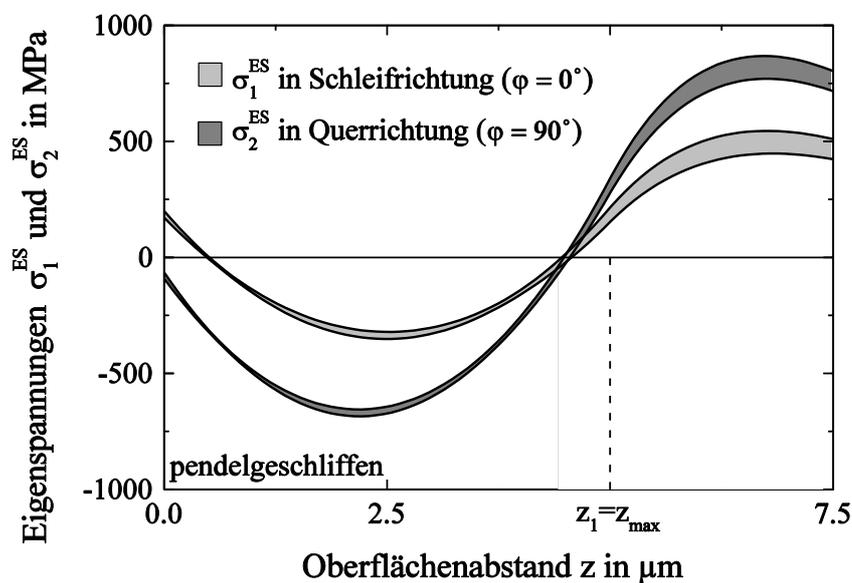


Bild 101: Mit dem AP-Verfahren mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 2$ ermittelte Vertrauensbereiche der Tiefenverteilungen der Eigenspannungen einer pendelgeschliffenen Probe in Schleif- und Querrichtung.

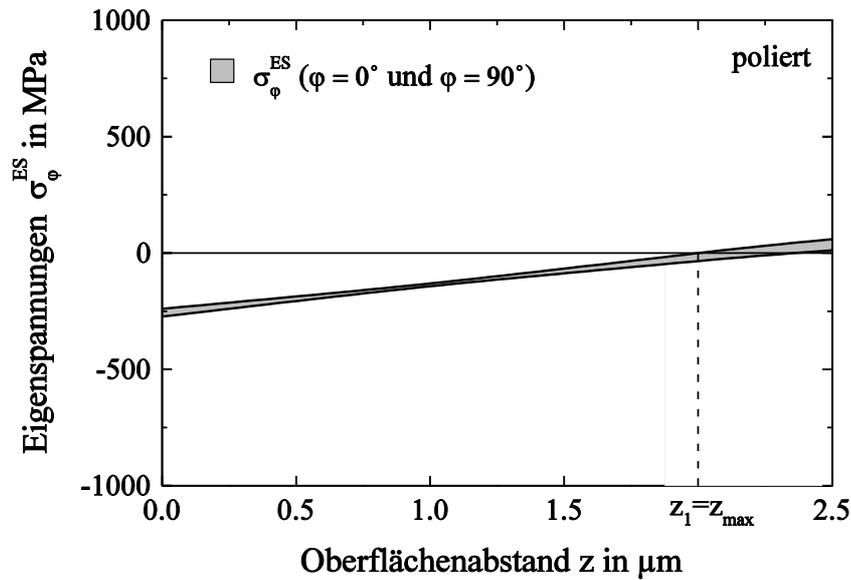


Bild 102: Mit dem AP-Verfahren mit $z_{\max} = 2 \mu\text{m}$, $N+1 = 2$ und $g = 1$ ermittelte Vertrauensbereiche der Tiefenverteilungen der Eigenspannungen einer pendelgeschliffenen und polierten Probe.

spannungen auf. Die pendelgeschliffene und polierte Probe schließlich zeigt in den beiden vermessenen Azimuten gleich große Oberflächendruckeigenspannungen von etwa -250 MPa, die bis in eine Tiefe von etwa $2.0 \mu\text{m}$ auf Null abfallen.

Die bei der AP-Anpassung anfallenden spannungsfreien Gitterkonstanten sind in Tab. 4 zusammengestellt. Die statistischen Fehler sind dabei kleiner als $\pm 5 \cdot 10^{-6} \text{ nm}$. Trotzdem sind die bei den drei Bearbeitungsvarianten auftretenden Unterschiede der Gitterkonstanten nicht signifikant, da im Gegensatz zur Eigenspannungsermittlung bei der Gitterkonstantenbestimmung absolute Linienlagen erforderlich sind. Die starke Linienüberlagerungen führt dabei zu einem zusätzlichen Fehler von etwa $\pm 5 \cdot 10^{-4} \text{ nm}$.

[nm]	a_{0t}	c_{0t}	a_{0k}
Tiefschleifen	0.51019	0.51769	0.51322
Pendelschleifen	0.51026	0.51779	0.51329
Pendelschleifen und Polieren	0.51027	0.51761	0.51358

Tab. 4: Bei der AP-Anpassung ermittelte spannungsfreie Gitterkonstanten.

6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen

6.1.4 Ergebnisse der Phasenanalysen

Die aus den mit Synchrotron-Strahlung der Wellenlänge $\lambda = 0.13962$ nm bestimmten Integralintensitäten der $\{400\}_k$ -Interferenz der kubischen Phase sowie der $\{004\}_t$ - und $\{400\}_t$ -Interferenzen der tetragonalen Phase nach Gl. 120 a ermittelten Intensitätsverhältnisse Y_1^ψ sind in Bild 103 für eine tiefgeschliffene und in Bild 104 für eine pendelgeschliffene Probe über $\sin^2\psi$ aufgetragen. Die aus den mit Cr $K\alpha$ -Strahlung bestimmten Integralintensitäten der gleichen Interferenzen in analoger Weise für eine pendelgeschliffene und polierte Probe nach Gl. 120 a erhaltene Intensitätsverhältnisse Y_1^ψ gibt Bild 105 als Funktion von $\sin^2\psi$ wieder. Des weiteren zeigen die Bilder 106 bis 108 die aus den mit Cr $K\alpha$ -Strahlung gemessenen Integralintensitäten der $\{\bar{1}11\}_m$ - und $\{111\}_m$ -Interferenzen der monoklinen Phase sowie der überlagerten $\{111\}_t$ - und $\{111\}_m$ -Interferenzen der tetragonalen und der kubischen Phase nach Gl. 120 b ermittelten Intensitätsverhältnisse Y_2^ψ in Abhängigkeit von $\sin^2\psi$ für die tiefgeschliffene, für die pendelgeschliffene sowie für die pendelgeschliffene und polierte Probe.

Aus diesen Daten wurden mit dem in Abschn. 5.2 vorgestellten Verfahren die in den Randbereichen der Proben vorliegenden Verteilungen der Phasenanteile berechnet. Die Anpassung mit Hilfe des AP-Verfahrens erfolgten bei den beiden geschliffenen Proben jeweils mit $z_{\max} = 5 \mu\text{m}$, $N + 1 = 2$ und $g = 2$, bei der pendelgeschliffenen und polierten Probe aufgrund der kleineren Eindringtiefenbereiche mit $z_{\max} = 2 \mu\text{m}$, $N + 1 = 2$ und $g = 1$. Die bei den drei Proben erhaltenen Tiefenverteilungen der Phasen zeigen die Bildern 109 bis 111. Alle Proben weisen in den erfaßten Oberflächenbereichen einen kubischen Phasenanteil v_k zwischen etwa 20 und 25 Vol.-% auf. Der monokline Phasenanteil v_m steigt

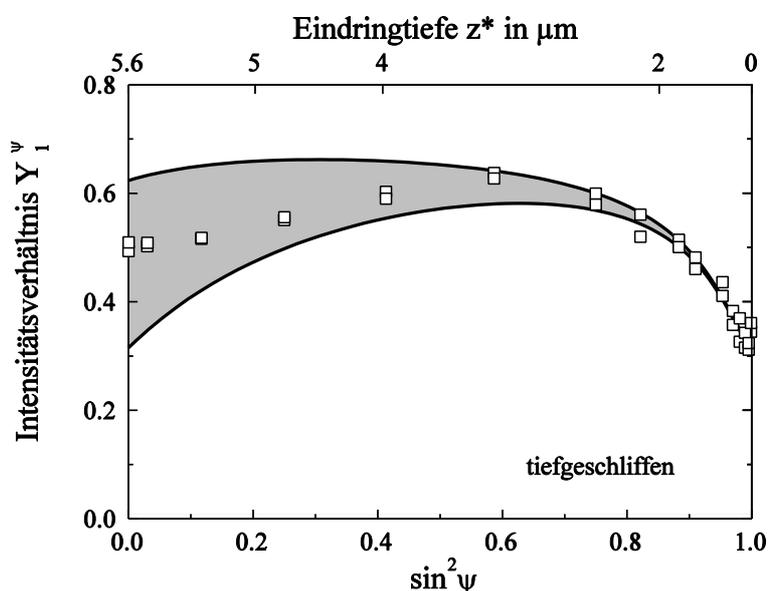


Bild 103: Mit Synchrotron-Strahlung der Wellenlänge $\lambda = 0.13962$ nm im Azimut $\varphi = 0^\circ$ ermittelte Intensitäts-

verhältnisse $Y_1^\psi = \frac{I_{\text{int}}^{\{400\}_k}}{I_{\text{int}}^{\{004\}_t} + I_{\text{int}}^{\{400\}_t}}$ einer tiefgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$.

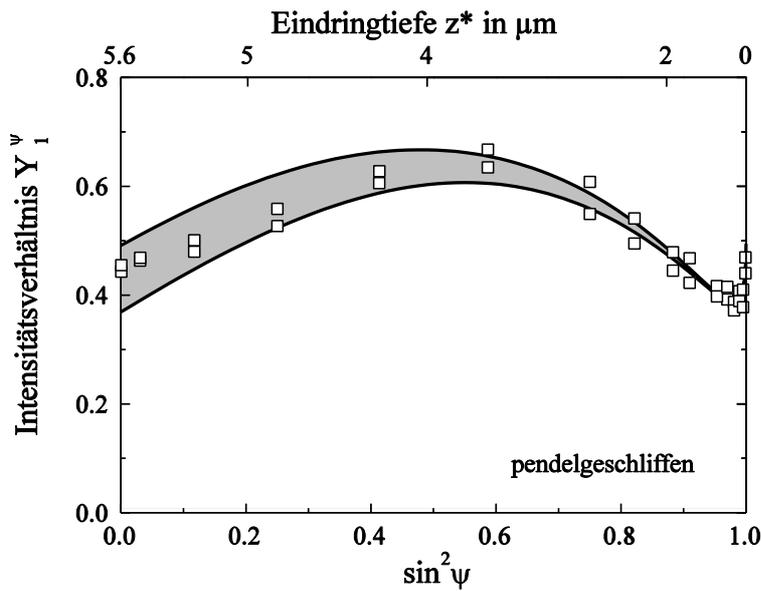


Bild 104: Mit Synchrotron-Strahlung der Wellenlänge $\lambda = 0.13962$ nm im Azimut $\varphi = 0^\circ$ ermittelte Intensitäts-

verhältnisse $Y_1^\psi = \frac{I_{\text{int}}^{\{400\}_k}}{I_{\text{int}}^{\{004\}_i} + I_{\text{int}}^{\{400\}_i}}$ einer pendelgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$.

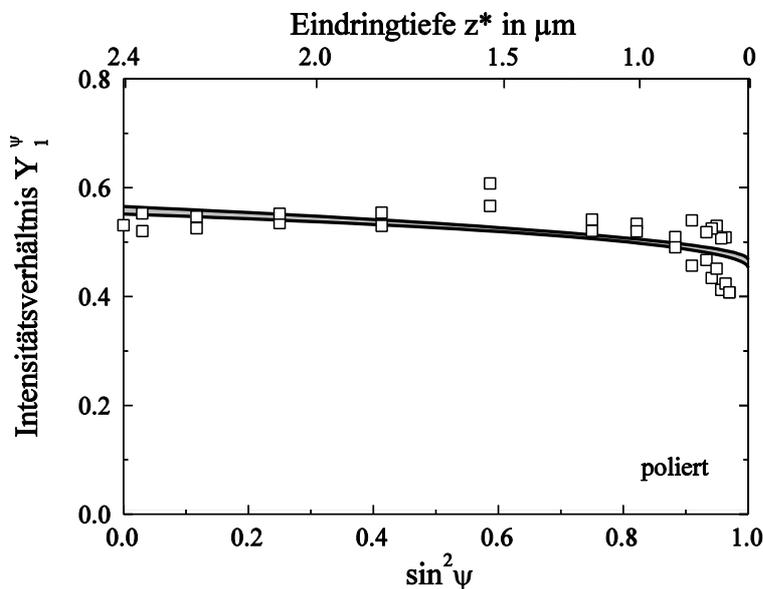


Bild 105: Mit Cr $K\alpha$ - Strahlung im Azimut $\varphi = 0^\circ$ ermittelte Intensitätsverhältnisse $Y_1^\psi = \frac{I_{\text{int}}^{\{400\}_k}}{I_{\text{int}}^{\{004\}_i} + I_{\text{int}}^{\{400\}_i}}$ einer pendelgeschliffenen und polierten Probe als Funktion von $\sin^2\psi$.

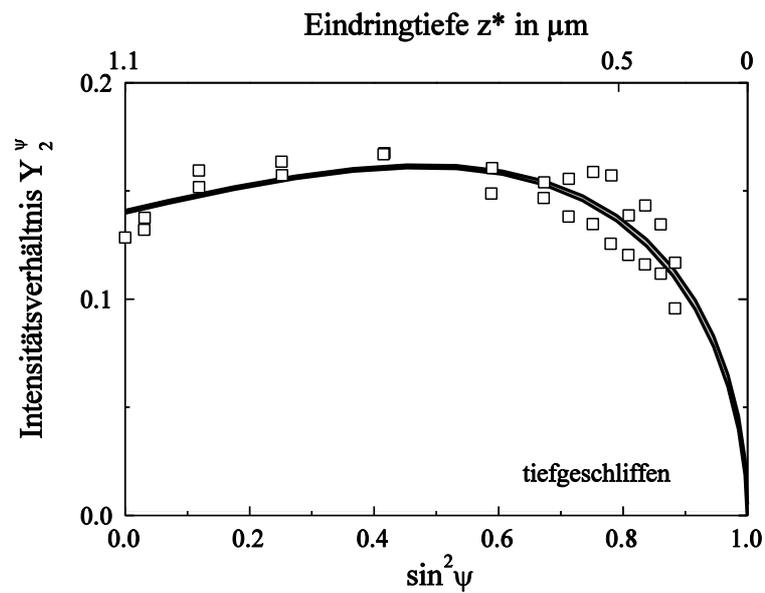


Bild 106: Mit Cr K α - Strahlung im Azimut $\varphi = 0^\circ$ ermittelte Intensitätsverhältnisse $Y_2^\psi = \frac{I_{\text{int}}^{\{\bar{1}11\}_m} + I_{\text{int}}^{\{111\}_m}}{I_{\text{int}}^{\{111\}_{h^t}}}$ einer tiefgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$.

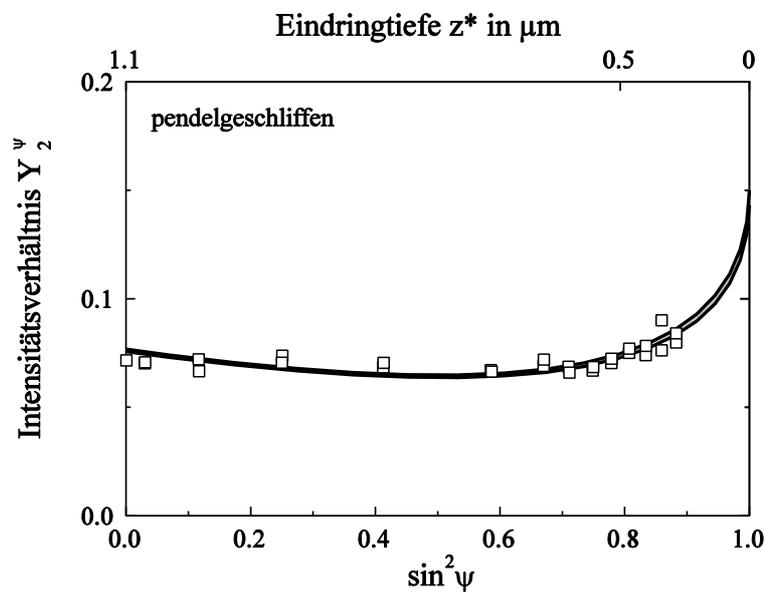


Bild 107: Mit Cr K α - Strahlung im Azimut $\varphi = 0^\circ$ ermittelte Intensitätsverhältnisse $Y_2^\psi = \frac{I_{\text{int}}^{\{\bar{1}11\}_m} + I_{\text{int}}^{\{111\}_m}}{I_{\text{int}}^{\{111\}_{h^t}}}$ einer pendelgeschliffenen Probe als Funktion von $\sin^2\psi$.

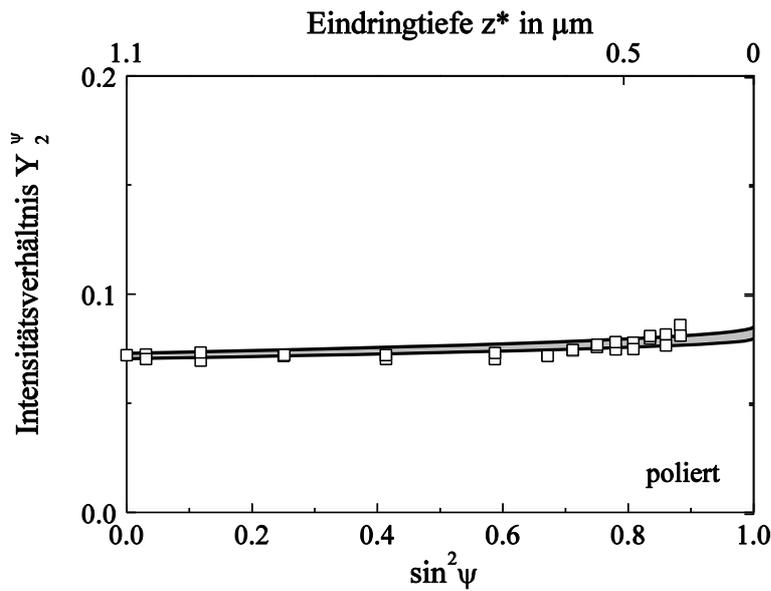


Bild 108: Mit $Cr K\alpha$ - Strahlung im Azimut $\varphi = 0^\circ$ ermittelte Intensitätsverhältnisse $Y_2^\psi = \frac{I_{int}^{\{\bar{1}11\}_m} + I_{int}^{\{111\}_m}}{I_{int}^{\{111\}_{kt}}}$ einer pendelgeschliffenen und polierten Probe als Funktion von $\sin^2\psi$.

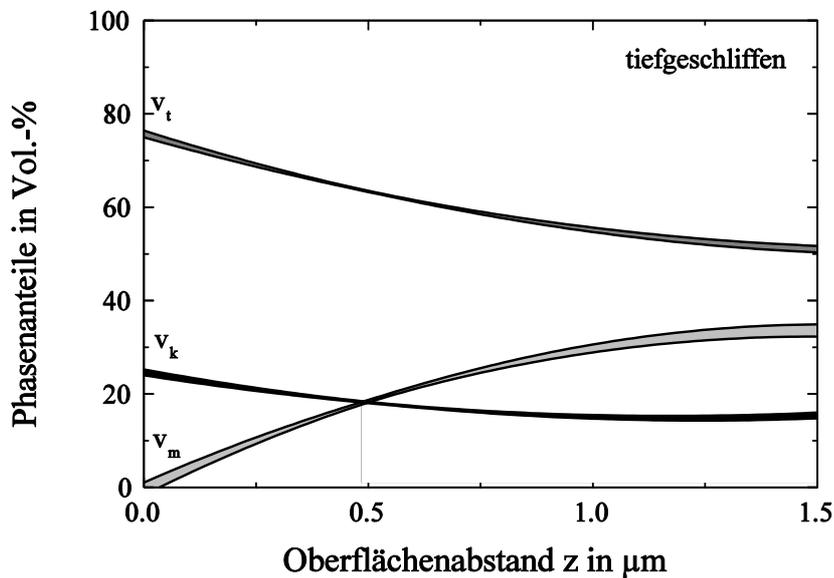


Bild 109: Die nach dem AP-Verfahren mit $z_{max} = 5 \mu m$, $N + 1 = 2$ und $g = 2$ ermittelten Vertrauensbereiche der Tiefenverteilungen der tetragonalen, der kubischen und der monoklinen Phasenanteile einer tiefgeschliffenen Probe.

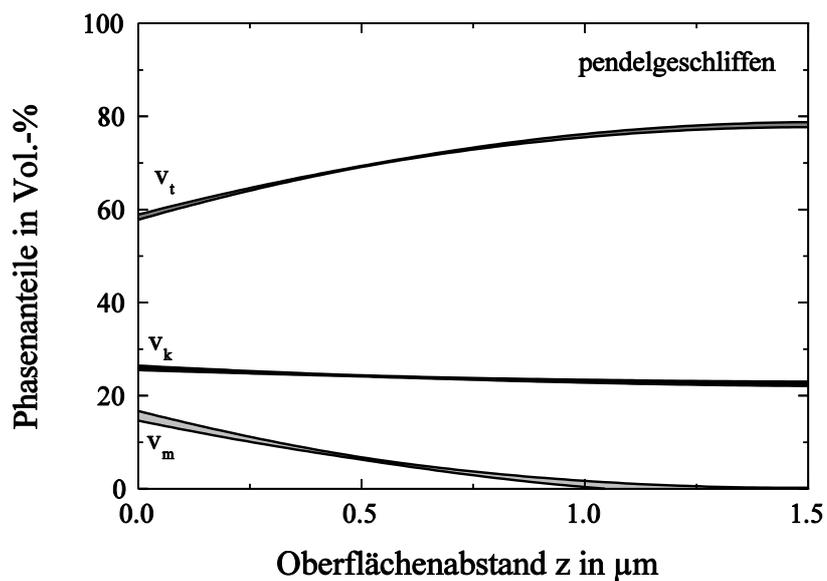


Bild 110: Die nach dem AP-Verfahren mit $z_{\text{max}} = 5 \mu\text{m}$, $N + 1 = 2$ und $g = 2$ ermittelte Vertrauensbereiche der Tiefenverteilungen der tetragonalen, der kubischen und der monoklinen Phasenanteile einer pendelgeschliffenen Probe.

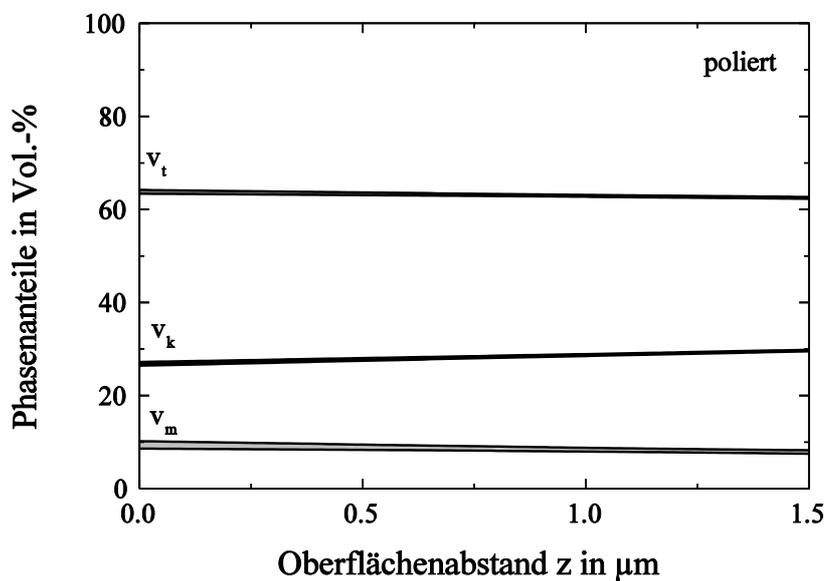


Bild 111: Die nach dem AP-Verfahren mit $z_{\text{max}} = 5 \mu\text{m}$, $N + 1 = 2$ und $g = 2$ ermittelte Vertrauensbereiche der Tiefenverteilungen der tetragonalen, der kubischen und der monoklinen Phasenanteile einer pendelgeschliffenen und polierten Probe.

bei der tiefgeschliffenen Probe von praktisch Null an der Oberfläche bis auf etwa 35 Vol.-% in 1.5 μm Tiefe an. Dagegen fällt er bei der pendelgeschliffenen Probe von etwa 15 Vol.-% an der Oberfläche bis in 1 μm Tiefe auf Null ab. Die pendelgeschliffene und polierte Probe zeigt bis in 1.5 μm Tiefe einen konstanten monoklinen Phasenanteil von etwa 10 Vol.-%. Der jeweils ortsabhängig vorliegende tetragonale Phasenanteil berechnet sich zu $v_t = 100 \text{ Vol.-%} - v_k - v_m$.

6.1.5 Diskussion

Beim Schleifen bzw. beim Schleifen und Polieren von ZrO_2 - Keramiken überlagern sich in den Randschichten drei Effekte und beeinflussen sich gegenseitig. Die mechanischen Schleifkräfte führen zu plastischen Deformationen und induzieren gleichzeitig mit Volumenvergrößerung verbundene martensitische t/m-Umwandlungen. Beides führt zur Ausbildung randnaher Druckeigenspannungen. Hohe Schleiftemperaturen begünstigen dagegen die Bildung von Zugeigenspannungen, behindern die t/m-Umwandlung und führen ggf. zu thermisch induzierten Rückumwandlungen von bereits gebildeten monoklinen Phasenanteilen in die tetragonale Phase. Je nach angewandtem Bearbeitungsverfahren treten diese Effekte in den oberflächennahen Werkstoffbereichen unterschiedlich stark ausgeprägt auf. Eine Vorhersage der erzeugten Randschichten ist nur in sehr eingeschränktem Maße möglich.

Bei konstantem bezogenem Zeitspanvolumen führen nach [110] größere Vorschubgeschwindigkeiten zu größeren Einzelkornspannungsdicken und damit zu einer resultierenden Zunahme der mechanischen Einwirkungen des Schleifprozesses auf den Werkstoff. Gleichzeitig sinken die mittleren Temperaturen in der Schleifeinflußzone, während die Maximaltemperaturen an den Einzelschneiden und damit an der Werkstoffoberfläche mit der Vorschubgeschwindigkeit zunehmen.

Beim Tiefschleifen treten demnach die höheren mittleren Temperaturen auf, während die größere mechanische Einwirkung und die höheren Oberflächentemperaturen beim Pendelschleifen zu beobachten sind. Als Folge der geringeren mechanischen Einwirkung beim Tiefschleifen ergibt sich eine nur etwa 3 μm dünne Schleifeinflußzone (vgl. Bild 100). Beim Pendelschleifen führt die größere mechanische Einwirkung zu einer etwa 5 μm dicken Schleifeinflußzone. Die höheren Oberflächentemperaturen verhindern offensichtlich in einer dünnen Randschicht den Aufbau von Druckeigenspannungen (vgl. Bild 101). Ebenfalls könnten die höheren Oberflächentemperaturen durch eine Behinderung der bearbeitungsinduzierten t/m-Phasenumwandlung der tetragonalen Hochtemperaturphase in die bei Raumtemperatur stabile martensitische Phase eine Ursache für den insgesamt geringeren monoklinen Phasenanteil der pendelgeschliffenen gegenüber dem der tiefgeschliffenen Probe sein (vgl. Bild 109 und 110). Die für die pendelgeschliffene und polierte Probe nach Bild 102 ermittelten Druckeigenspannungen von -250 MPa können, wie auch die dort festgestellten relativ hohen monoklinen Phasenanteile von etwa 10 Vol.-%, der Wirkung polierinduzierter t/m-Phasenumwandlungen zugeschrieben werden.

6.2 Analyse der Verteilungen der Eigenspannungen und der spannungsfreien Gitterkonstanten bei Ti (C-N) - Gradientenschichten auf WC-Co-Hartmetallen

6.2.1 Problemstellung

In der Fertigungstechnik werden Hartmetallschneidwerkzeuge zur Erhöhung der Standzeit in großem Umfang mit PVD-Verschleißschutzschichten aus TiC oder TiN versehen, wobei TiC-Schichten eine bessere Haftung auf dem Substrat und TiN-Schichten bessere Korrosions- und Verschleißigenschaften aufweisen. Durch eine Gradierung der Beschichtung, wobei durch einen kontinuierlichen Übergang von TiC-reichem Ti(C,N) an der Grenzfläche zum Substrat zu TiN-reichem Ti(C,N) an der Schichtoberfläche gleichzeitig eine gute Schichthaftung und gute Korrosions- und Verschleißigenschaften erreicht werden [116], lassen sich daher die Beschichtungseigenschaften erheblich verbessern. Im Gegensatz zu den ebenfalls Anwendung findenden TiC/TiN-Mehrlagenschichten [117, 118] wird bei Gradientenschichten die Wirkung struktureller Kerben abgemildert, was die Neigung zu kohäsivem Schichtversagen reduziert. Die meist eingesetzten PVD-Beschichtungsverfahren bieten die Möglichkeit, über die Wahl von Prozeßparametern wie Bias-Spannung, Prozeßdruck, Substrattemperatur oder Abstand Target - Substrat die Eigenspannungen und Mikrostrukturen der Schichten in weiten Bereichen zu variieren [119]. Die Erfahrung hat gezeigt, daß sich Druckeigenspannungen in den Schichten in gewissen Grenzen positiv bezüglich der Rißanfälligkeit sowie der Korrosions- und Verschleißbeständigkeit auswirken können. Andererseits können sie aber auch bei zu großen Beträgen das Abplatzen der Schichten begünstigen [116]. Eine Optimierung der Beschichtungsparameter erfordert deshalb eine tiefenaufgelöste Analyse der sich ausbildenden Eigenspannungszustände. Will man diese röntgenographisch auf Grund von Interferenzlinienlageverschiebungen durchführen, so besteht das Problem der Überlagerung der Einflüsse der Tiefenverteilung der Eigenspannungen sowie der Tiefenverteilung der spannungsfreien Gitterkonstanten. Daher müssen, wie es die in Abschn. 6 vorgestellte Methode erlaubt, sowohl die Tiefenverläufe der Eigenspannungen und die der spannungsfreien Gitterkonstanten aus den gemessenen Verschiebungen der Interferenzlinien ermittelt werden.

6.2.2 Probenmaterial und experimentelle Vorgehensweise

Eine Hartmetallschneidplatte aus WC-Co wurde in einer Laboranlage der Leybold AG durch Magnetronputtern ohne Bias-Spannung nicht-reaktiv, bei einem Argondruck von 0.4 Pa, einer Substrattemperatur von ca. 200 °C und einem Substrat-Target-Abstand von 34 mm mit einer 5.76 µm dicken Ti(C-N)-Gradientenschicht versehen. Die Gradierung der Schicht wurde durch eine kontinuierliche Bewegung des Substrats unter einem geteilten Target mit je einem halbkreisförmigen Segment aus TiC und TiN realisiert.

Bei den röntgenographischen Untersuchungen wurden unter verschiedenen Meßbedingungen mit quasi-paralleler Cu K α - Strahlung (Strahldivergenzen $\leq 0.1^\circ$) der Wellenlänge $\lambda = 0.154056$ nm auf einem ψ -Diffraktometer vom Karlsruhe-Typ die Interferenzlinien der {200}-Gitterebenen der Gradientenschicht registriert. In symmetrischer $2\theta/\theta$ -Geometrie mit dem Einfallswinkel $\alpha = \theta$ erfolgten für 31 ψ -

Richtungen im Bereich $-80^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ und in nicht symmetrischer Anordnung mit dem Einfallswinkel $\alpha = 2^\circ$ unter 21 ψ -Richtungen im Bereich $-70^\circ \leq \psi \leq 70^\circ$ jeweils im Azimut $\varphi=0^\circ$ Interferenzlinienlagebestimmungen. In der Gradientenschicht wurde dabei unter Annahme einer Dichte von 5.153 g/cm^3 , eines Massenschwächungskoeffizienten von $160.4 \text{ cm}^2/\text{g}$ und eines Brechungskoeffizienten von 0.99998 [65] in symmetrischer Anordnung ein Eindringtiefenbereich von $0.4 \mu\text{m} \leq z^* \leq 2.2 \mu\text{m}$ und in nicht symmetrischer Anordnung einer von $0.12 \leq z^* \leq 0.4 \mu\text{m}$ überstrichen.

6.2.3 Ergebnisse

In Bild 112 sind oben für die symmetrische $2\theta/\theta$ -Anordnung ($\alpha = \theta$) und unten für die nicht symmetrische Anordnung ($\alpha = 2^\circ$) die gemessenen Interferenzlinienlagen über $\sin^2\psi$ aufgetragen. Aufgrund der Brechung der benutzten Röntgenstrahlung (vgl. Abschn. 4.2) geht die Eindringtiefe bei den im unteren Teilbild dargestellten Meßwerten schon für $\sin^2\psi \approx 0.97$ gegen Null. Der aus dem oberen Teilbild hervorgehende Anstieg der Linienlagen mit abnehmender Eindringtiefe bei der symmetrischen Meßanordnung wird sowohl durch Druckeigenspannungen als auch durch die kleinere Gitterkonstanten der TiN-reicheren Oberflächenschichten bewirkt. Auffällig ist, daß im Bereich großer Eindringtiefen z^* , also in der Nähe der Grenzfläche zum Target, eine relativ starke Streuung der Linienlagen auftritt.

Aus den gemessenen und gemäß Abschn. 4.2 brechungskorrigierten $2\theta_{\varphi,\psi}$ -Werten ergaben sich mit Hilfe des AP-Verfahrens für $z_{\text{max}} = 5.76 \mu\text{m}$, $N = 1$ sowie $g = 1$ unter Annahme eines rotations-symmetrischen Eigenspannungszustandes lineare Verteilungen der randnahen Eigenspannungen (vgl. Bild 113) sowie der randnahen spannungsfreien Gitterkonstanten (vgl. Bild 114). Ein höherer Polynomgrades konnte wegen der starken Streuung der Meßdaten nicht gewählt werden. Den Auswertungen wurden die röntgenographischen Elastizitätskonstanten $E^{\{200\}} = 446.5 \text{ GPa}$ und $\nu^{\{200\}} = 0.19$ zugrunde gelegt. Die beschichtete Probe weist nach Bild 113 an der Oberfläche Zugeigenspannungen von etwa 500 MPa auf, die bis zur Grenzfläche des Targets linear in Druckeigenspannungen von etwa -3500 MPa übergehen. Nach Bild 114 zeigt die Gradientenschicht eine mit dem Oberflächenabstand z linear anwachsende spannungsfreie Gitterkonstante a_0 , die zwischen den Werten von $a_0^{\text{TiN}} = 0.424 \text{ nm}$ von reinem TiN und $a_0^{\text{TiC}} = 0.4327 \text{ nm}$ von reinem TiC liegt.

6.2.4 Diskussion

Die röntgenographische Analyse der Tiefenverteilung der Eigenspannungen sowie der spannungsfreien Gitterkonstanten wird bei TiC- und TiN-beschichteten Hartmetallen durch die relativ scharf ausgeprägt auftretenden Texturen erschwert [119]. Die nicht durch statistische Streuung erklärbar starken Schwankungen der ermittelten Linienlagen im Bereich großer Eindringtiefen in Bild 112 oben werden vermutlich durch Änderungen des Texturzustandes beim Übergang vom TiC-reicheren in das TiN-reichere Schichtgebiet verursacht. Trotzdem erlaubt die kombinierte Auswertung der mit symmetrischem und nicht symmetrischem Strahlungsverlauf ermittelten Interferenzlinienlagen mit Hilfe des AP-Verfahrens unter der vereinfachenden Annahme linearer Gradienten eine stabile Berechnung der Tiefenverteilungen der Eigenspannungen und der spannungsfreien Gitterkonstanten. Die berechneten

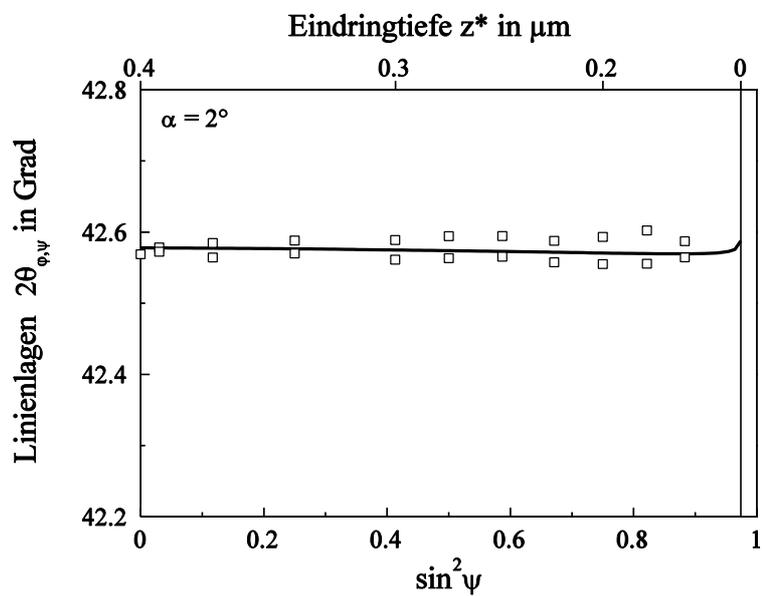
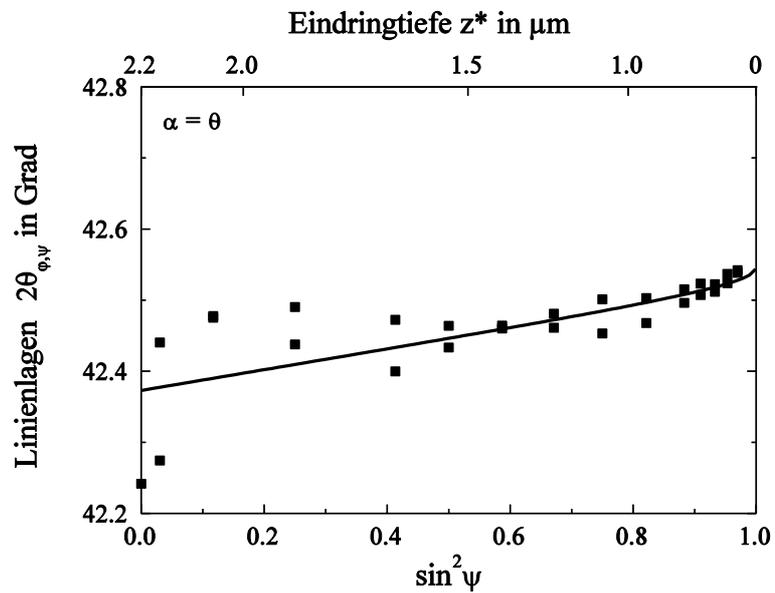


Bild 112: Mit Cu K α - Strahlung gemessene Linienlagen $2\theta_{\phi,\psi}$ der {200}-Gitterebenen einer Ti(C-N) - Gradientenschicht in symmetrischer Anordnung (oben) sowie unter einem Strahleinfallswinkel $\alpha=2^\circ$ (unten), aufgetragen über $\sin^2\psi$.

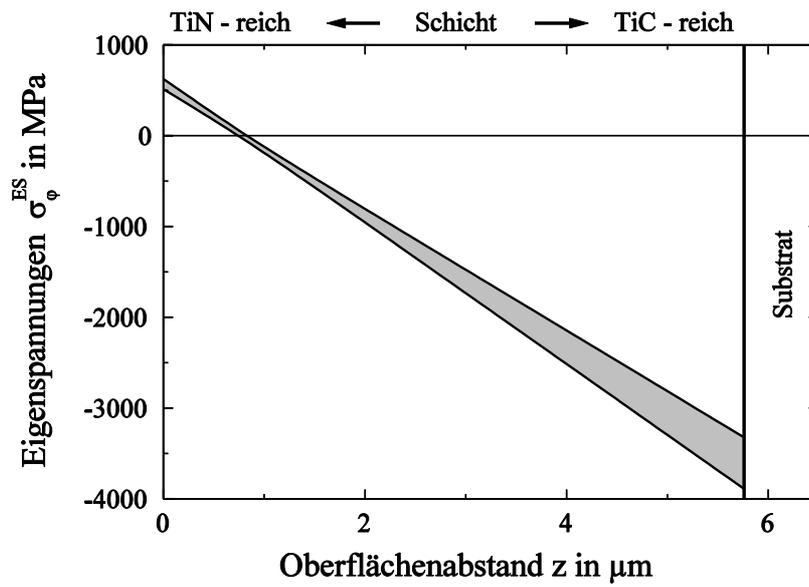


Bild 113: Mit Hilfe der AP-Verfahrens ermittelte Eigenspannungstiefenverteilung der untersuchten Ti (C-N) - Gradientenschicht.

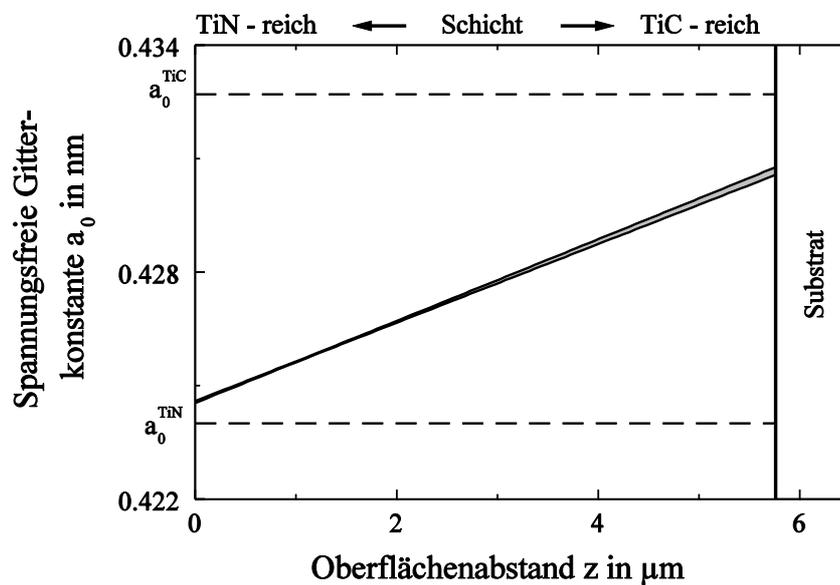


Bild 114: Mit Hilfe der AP-Verfahrens ermittelte Tiefenverteilung der spannungsfreien Gitterkonstante a_0 der untersuchten Ti (C-N) - Gradientenschicht.

6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen

spannungsfreien Gitterkonstanten zeigen den erwarteten Anstieg von kleineren Werten im TiN-reicheren zu größeren Werten im TiC - reicheren Schichtgebiet. Dabei werden weder an der Oberfläche die Werte des reinen TiN noch an der Grenzfläche zum Substrat die des reinen TiC erreicht, da offenbar bei der Beschichtung bereits im Plasma eine gewisse Durchmischung stattfindet [92]. Beim Auftreffen der Teilchen auf die wachsende Schicht entstehen dort Gitterstörungen, die nicht nur Mikroeigenstress erzeugen, sondern bei PVD-Prozessen auch wesentlich zur Entstehung von Makroeigenstress beitragen [12]. Daneben haben die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von TiC ($\alpha = 7.7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), TiN ($\alpha = 9.2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und WC-Co-Hartmetall ($\alpha = 4.3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) in Verbindung mit den relativ niedrigen Beschichtungstemperaturen bei PVD-Prozessen einen i.a. nur geringen Einfluß auf die Eigenspannungsbildung.

6.3. Analyse der Tiefenverteilungen der Eigenspannungen von kugelgestrahlten Proben aus unterschiedlich wärmebehandeltem 42CrMo4

6.3.1 Problemstellung

Zur Steigerung ihrer Wechsel- bzw. Dauerfestigkeit werden schwingend beanspruchte metallische Bauteile häufig kugelgestrahlt. Dabei läßt man geeignete, durch Druckluft oder Schleuderräder beschleunigte Strahlmittel auf die Oberfläche der zu behandelnden Werkstücke auftreffen. Der Stoßvorgang der Strahlmittel mit dem Strahlgut führt in dessen Randschichten zu inhomogenen plastischen Verformungen und zur Ausbildung von Druckeigenspannungen, die von Zugeigenspannungen in tiefer liegenden Strahlgutbereichen kompensiert werden [120]. Zur röntgenographischen Bestimmung der dabei auftretenden Eigenspannungstiefenverteilungen wird standardmäßig kombiniert mit elektrolytischen Abtragmethoden das $\sin^2\psi$ - Verfahren benutzt [121]. Dabei erfolgen an hinreichend vielen, schrittweise jeweils neu freigelegten Objektschichten Eigenspannungsbestimmungen, zwischen denen interpoliert werden kann. Voraussetzung für dieses Vorgehen ist eine im Vergleich zu den vorliegenden Eigenspannungsgradienten geringe Eindringtiefe der bei den Messungen verwendeten Röntgenstrahlung [122]. Mit zunehmender Härte des Strahlgutes treten aber nach Strahlbehandlungen größere Eigenspannungsgradienten auf, so daß diese Voraussetzung nicht notwendigerweise mehr erfüllt wird. Mit Hilfe des AP-Verfahrens lassen sich jedoch die nach den einzelnen Abtrageschritten erhaltenen Meßdaten so auswerten, daß sich diejenige Eigenspannungstiefenverteilung ergibt, die für alle Abtrageschritte die bestmögliche Anpassung an die insgesamt gemessenen Interferenzlinienlagen liefert.

Nachfolgend werden entsprechende Eigenspannungsanalysen an 42CrMo4 nach Strahlbehandlungen mit und ohne Vorspannung [123] unter Anwendung des $\sin^2\psi$ - Verfahrens und des AP-Verfahrens beschrieben und untereinander verglichen. Dabei blieb der Einfluß des sich nach schichtweisem Oberflächenabtrag verändernden Eigenspannungsgleichgewichtes auf die ermittelten Eigenspannungszustände [124] unberücksichtigt.

6.3.2 Probenmaterial und experimentelle Vorgehensweise

Die untersuchten Flachproben aus 42CrMo4 besaßen Abmessungen $110 \times 24 \times 2 \text{ mm}^3$. Sie wurden im gehärteten Zustand ($20' 850 \text{ °C} \rightarrow \text{Öl } 20 \text{ °C}$) und im vergüteten Zustand ($20' 850 \text{ °C} \rightarrow \text{Öl } 20 \text{ °C} \rightarrow 2 \text{ h } 450 \text{ °C} \rightarrow \text{Luftabkühlung auf } 20 \text{ °C}$) kugelgestrahlt und zwar mit und ohne Zugvorspannung von 600 MPa. Die Strahlbehandlung der Proben erfolgte gleichzeitig von beiden Seiten über Düsen mit 8 mm Durchmesser in einer Druckluftstrahlanlage der Firma Baiker AG mit einem Strahlruck von 1.6 bar und einem Strahlmitteldurchsatz von 1.5 kg/min. Als Strahlmittel wurde S170 mit der Härte 56 HRC verwendet.

Die röntgenographischen Messungen erfolgten mit Cr $K\alpha$ -Strahlung in einem ψ -Diffraktometer vom Karlsruhe-Typ. Dabei wurden mit symmetrischer $2\theta/\theta$ -Geometrie für 9 ψ -Richtungen im Bereich $-60^\circ \leq \psi \leq 60^\circ$ eines beliebig gewählten Azimuts ($\varphi = 0^\circ$) die Lagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ der $\{211\}$ -Interferenzlinien ermittelt. Bei der unter Vorspannung kugelgestrahlten Probe wurden die $2\theta_{\varphi,\psi}$ -Werte in dem die

6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen

Vorspannungsrichtung enthaltenden Azimut ($\varphi = 0^\circ$) und zusätzlich in dem dazu senkrechten Azimut ($\varphi = 90^\circ$) gemessen. Dabei wurde unter Annahme einer Dichte von 7.874 g/cm^3 und eines Massenschwächungskoeffizienten von $107.8 \text{ cm}^2/\text{g}$ [65] jeweils ein Eindringtiefenbereich $2.9 \mu\text{m} \leq z^* \leq 5.8 \mu\text{m}$ überstrichen. Den Spannungsberechnungen wurden die röntgenographischen Werten der Elastizitätskonstanten $E^{\{211\}} = 220 \text{ GPa}$ und $\nu^{\{211\}} = 0.28$ zugrunde gelegt. Zur Erfassung der Eigenspannungstiefenverläufe wurden jeweils $400 \mu\text{m}$ dicke Schichten in Schritten von $25 \mu\text{m}$ mit dem Elektrolyt A2 in einem Lectopol-Elektropoliergerät der Firma Struers abgetragen.

6.3.3 Ergebnisse

In Bild 115 sind die an der ohne Vorspannung kugelgestrahlten vergüteten Probe an der Oberfläche sowie an den nach den Abtrageschritten $225 \mu\text{m}$ und $350 \mu\text{m}$ freigelegten Flächen gemessenen Linienlagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ als Funktion von $\sin^2\psi$ aufgetragen. Die unterschiedlichen Steigungen der an die Meßwerte angepaßten Geraden zeigen das Vorliegen eines Eigenspannungsgradienten in der Probe. Die mit Hilfe des $\sin^2\psi$ -Verfahrens erhaltenen Eigenspannungstiefenverteilungen sind in Bild 116 oben für die vergütete Probe und in der Mitte für die gehärtete Probe, die beide ohne Vorspannung gestrahlt wurden, sowie unten für die gehärtete und unter Vorspannung kugelgestrahlte Probe aufgetragen. Während die vergütete Probe maximale Druckeigenspannungen von etwa -500 MPa an der Oberfläche aufweist, zeigt die gehärtete ein Druckeigenspannungsmaximum von etwa -1200 MPa in $50 \mu\text{m}$ Tiefe. Die gehärtete und unter Vorspannung kugelgestrahlte Probe besitzt in $50 \mu\text{m}$ Tiefe Druckeigenspannungsmaxima,

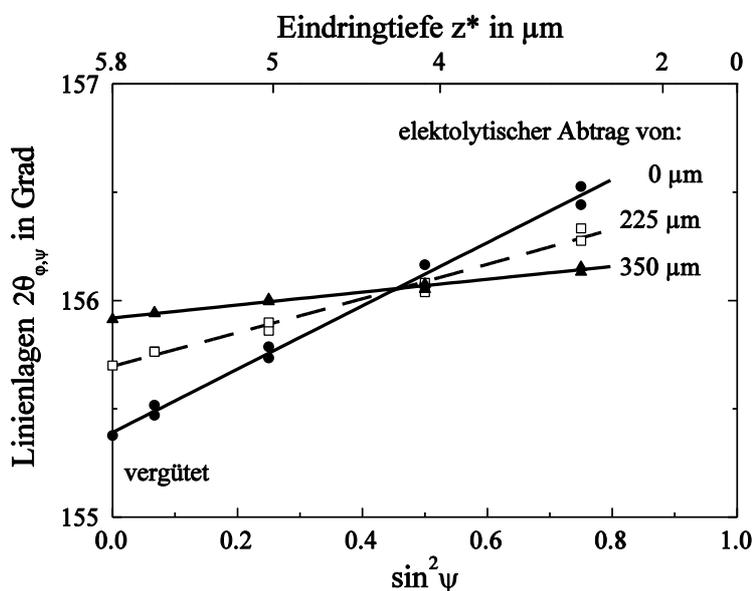


Bild 115: Mit Cr K α -Strahlung gemessene $2\theta_{\varphi,\psi}$ - $\sin^2\psi$ -Verteilungen der $\{211\}$ -Interferenzlinien ohne, sowie nach elektrolytischem Abtrag von $225 \mu\text{m}$ und $350 \mu\text{m}$.

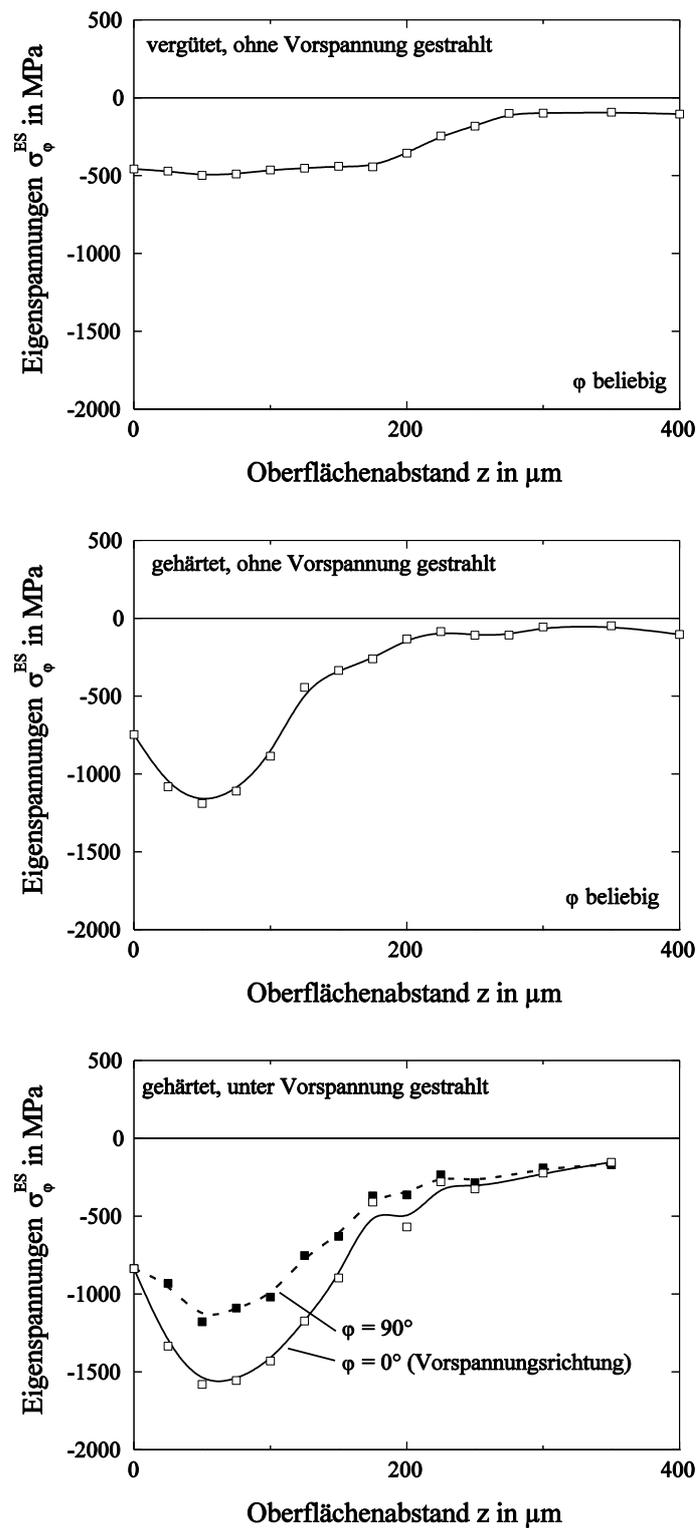


Bild 116: Mit Hilfe des $\sin^2\psi$ -Verfahrens ermittelte Eigenspannungstiefenverteilungen verschieden wärmebehandelter und gestrahlter Proben aus 42CrMo4.

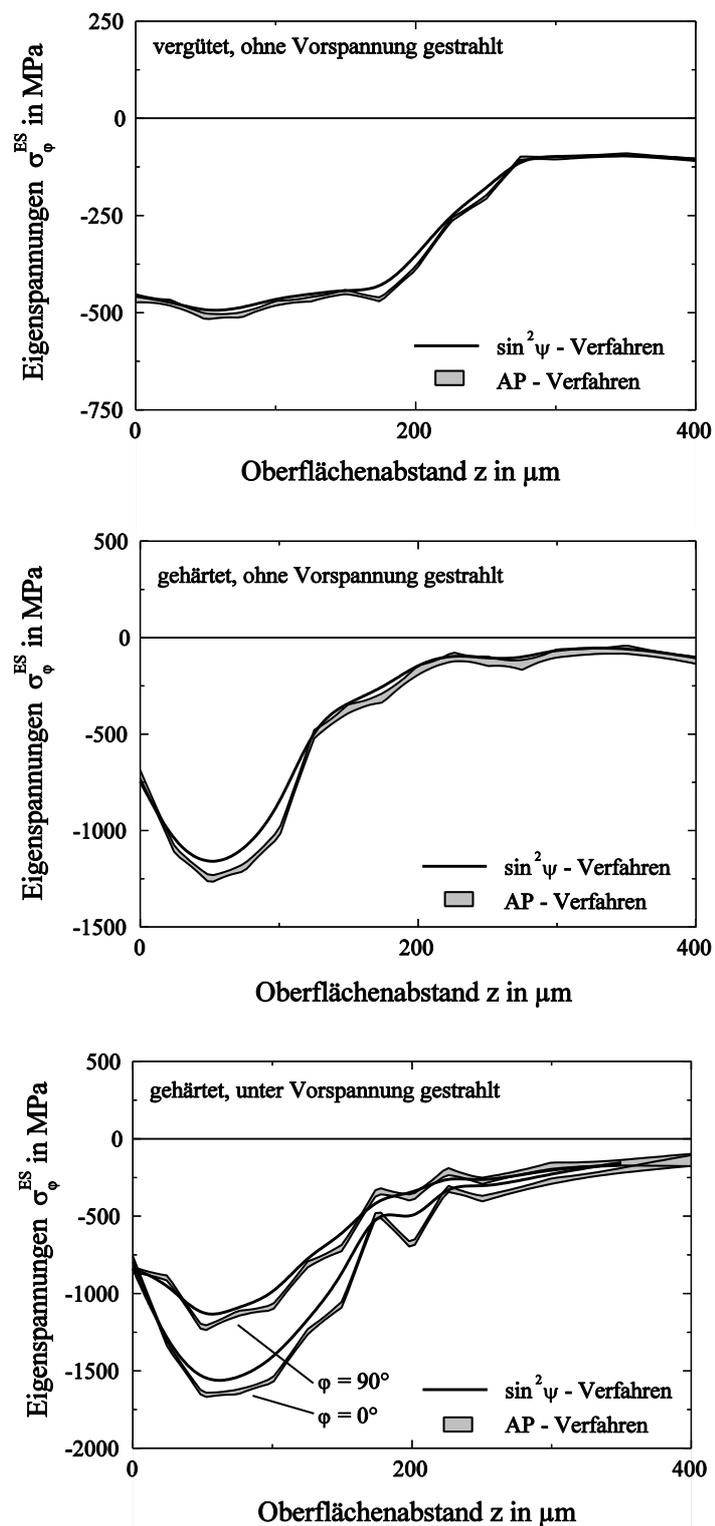


Bild 117: Vergleich der mit Hilfe der $\sin^2\psi$ -Verfahrens und mit Hilfe des AP-Verfahrens ermittelten Eigenspannungstiefenverteilungen verschieden wärmebehandelter und gestrahlter Proben aus 42CrMo4.

die in Richtung der Vorspannung ($\varphi = 0^\circ$) etwa -1600 MPa und in der dazu senkrechten Richtung ($\varphi = 90^\circ$) etwa -1200 MPa betragen. Zum Vergleich faßt Bild 117 die Ergebnisse der Auswertung der Meßdaten nach dem AP-Verfahren zusammen. Es ist zu erkennen, daß bei der vergüteten Probe praktisch derselbe Eigenspannungstiefenverlauf bei beiden Auswerteverfahren vorliegt. Bei den beiden gehärteten Proben treten jedoch infolge steilerer Eigenspannungsgradienten Abweichungen der Ergebnisse beider Verfahren auf. In beiden Fällen liefert das AP - Verfahren systematisch höhere Eigenspannungsbeträge als das $\sin^2\psi$ -Verfahren.

6.3.4 Diskussion

Die röntgenographische Analyse von kugelstrahlbedingten Eigenspannungszuständen mit Hilfe des $\sin^2\psi$ -Verfahrens ist ein eingeführtes Standardverfahren. Die beobachteten Unterschiede der mit dem $\sin^2\psi$ -Verfahren und mit dem AP-Verfahren ermittelten Eigenspannungstiefenverteilungen (vgl. Bild 117) zeigen jedoch bei gehärteten Proben mit steilen Eigenspannungsgradienten über Tiefenbereiche, die innerhalb der Eindringtiefe der bei der Messung benutzten Röntgenstrahlung liegen, daß dann das $\sin^2\psi$ -Verfahren deutlich zu kleine Eigenspannungsbeträge liefern kann. Bei den hier untersuchten Beispielen unterscheiden sich die Aussagen der beiden Verfahren hinsichtlich der Eigenspannungsbeträge um etwa 5 %. Das ist in vielen praktischen Fällen tolerierbar, so daß der erhöhte Aufwand, den das AP-Verfahren erfordert, unterbleiben kann. Sind aber extrem große Eigenspannungsgradienten zu erwarten, wie z.B. beim Schleifen gehärteter Stähle [122], so empfiehlt sich die aufwendigere Eigenspannungsanalyse der

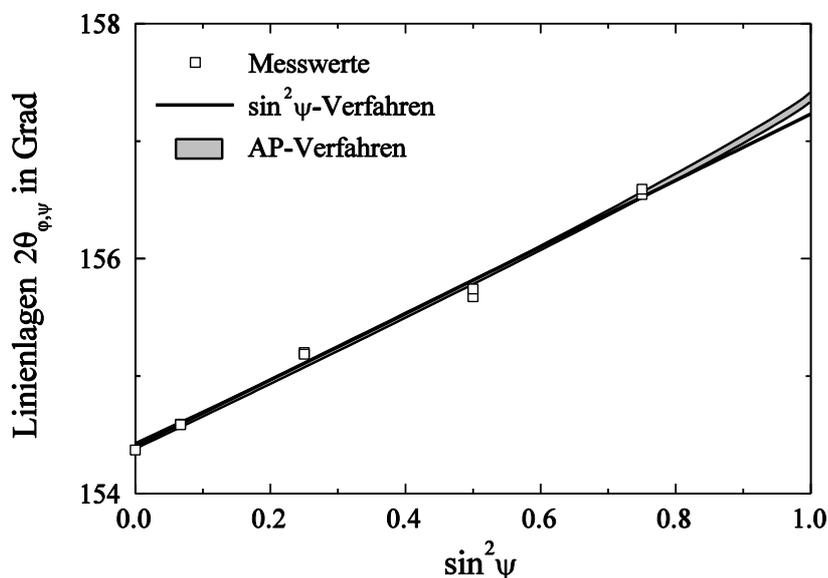


Bild 118: Die mit Cr K α -Strahlung an einer gehärteten und ohne Vorspannung gestrahlten Probe aus 42CrMo4 nach elektrolytischem Abtrag von 100 μm gemessene Linienlagen $2\theta_{\varphi,\psi}$ der {211}-Interferenzen als Funktion von $\sin^2\psi$ und die mit Hilfe des $\sin^2\psi$ -Verfahrens und des AP-Verfahrens berechneten Anpassungen.

6. Ausgewählte experimentelle Untersuchungen

beeinflußen Randschichten unter Zuhilfenahme des AP-Verfahrens. Obwohl sich auch große Eigenspannungsgradienten in den gemessenen und als Funktion von $\sin^2\psi$ dargestellten $2\theta_{\phi,\psi}$ -Werten nur geringfügig bemerkbar machen, wie Bild 118 am Beispiel der gehärteten und ohne Vorspannung kugelgestrahlten Probe nach 100 μm Oberflächenabtrag belegt, sollte das AP-Verfahren immer angewandt werden, wenn im Eindringtiefenbereich z_0 der benutzten Röntgenstrahlung Eigenspannungsänderungen von mehr als 100 MPa, also größere Eigenspannungsgradienten als $100 \text{ MPa} / z_0$ vorliegen.

7. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde eine Methode zur zerstörungsfreien Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände und Phasenzusammensetzungen in oberflächennahen Bereichen metallischer und anorganisch-nichtmetallischer Werkstoffe umfassend weiterentwickelt. Die durchgeführten Schritte und die erhaltenen Befunde lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Zur Bestimmung von Linienlagen und Integralintensitäten mit ausreichender Genauigkeit auch im Falle überlagerter Interferenzlinien wurde als Weiterentwicklung des Flächenschwerpunktverfahrens eine Methode abgeleitet, die neben den Flächenschwerpunkten auch die Momente der gemessenen Intensitätsverläufe in die Auswertung einbezieht. Aufbauend auf dieser Methode wurde ein Programm zur Anpassung von bis zu acht Pearson-VII-Funktionen an vorliegende Interferenzprofile entwickelt. Die Anpassung erfolgte automatisch, optional unter Einbeziehung physikalisch begründeter Vorgaben, wie z.B. der Berücksichtigung der $K\alpha_1$ - $K\alpha_2$ -Aufspaltung. Mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen wurden die statistischen Fehler der ermittelten Profilparameter bestimmt. Diese Fehler erwiesen sich als abhängig vom gewählten Verfahren zur Analyse der Linienlagen bzw. der Integralintensitäten. Die Abhängigkeiten der vorliegenden statistischen Fehler von den Profil-, Meß- und Auswerteparametern wurden für die Profilanpassung und für das Flächenschwerpunktverfahren durch empirische bzw. analytische Beziehungen beschrieben. Diese Beziehungen erlauben in beiden Fällen eine Optimierung der Meß- und Auswerteparameter bezüglich vorgegebener Genauigkeitsanforderungen.

Zur Durchführung von Eigenspannungsanalysen unter beliebiger Kombination verschiedenartiger Meßstrategien sowie unter Berücksichtigung der bei der Wahl flacher Einstrahlwinkel und asymmetrischer Strahlengeometrie erforderlichen Brechungskorrektur wurde ein verallgemeinertes Grundgesetz der röntgenographischen Spannungsermittlung formuliert. Zur Inversion der bei röntgenographischen Analysen gradientenbehafteter Eigenspannungszustände auftretenden Faltungsintegrale wurde aufbauend auf das Polynom-Verfahren das Abschnitt-Polynom-Verfahren (AP-Verfahren) entwickelt. Durch geeignete Unterteilung der senkrecht zur Probenoberfläche verlaufenden Bezugscoordinate gelang unter abschnittsweiser Beschreibung vorliegender Eigenspannungstiefenverteilungen mit Hilfe von Polynomstücken deutlich flexiblere und stabilere Anpassungen als beim Polynom-Verfahren. Die Bewertung der Qualität der ermittelten Tiefenverteilungen erfolgte mit Hilfe von Vertrauensbereichen, die durch Monte-Carlo-Simulationen bestimmt wurden. Auf diese Weise ließ sich die Stabilität des AP-Verfahrens gegenüber Meßwertschwankungen und/oder fehlenden Meßinformationen, z.B. aus den äußersten Randschichten, an Hand von umfangreichen Simulationsrechnungen objektiv beurteilen. Es zeigte sich, daß die Kombination von verschiedenen Meßverfahren wesentlich stabilere Eigenspannungstiefenverteilungen ergibt als die ausschließliche Anwendung einer Meßmethode. Mit Hilfe des AP-Verfahrens ließen sich auch zerstörungsfrei vorliegende Gradienten in der Phasenzusammensetzung bei texturfreien Vielkristallen ermitteln. Dies wurde am Beispiel einer hypothetischen ZrO_2 -Keramik mit vorgegebenen, oberflächennah sich ändernden Volumenanteilen der tetragonalen, kubischen und monoklinen Phase nachgewiesen. Auch dabei schlossen die berechneten Vertrauensbereiche die

angenommene Ortsabhängigkeit der Phasenanteile nahezu vollständig ein.

Die Leistungsfähigkeit der neuentwickelten Verfahren wurde schließlich im Rahmen ausgewählter Experimente nachgewiesen. Zunächst wurden die in den Randschichten von verschiedenartig bearbeiteten, Y_2O_3 -stabilisierter ZrO_2 -Keramiken auftretenden Eigenspannungszustände und Phasenzusammensetzungen untersucht. Danach wurden bei einer auf ein WC-Co-Hartmetall aufgebrachte Ti(C-N)-Gradientenschicht die Tiefenverteilungen der Eigenspannungen sowie der spannungsfreien Gitterkonstanten bestimmt. In beiden Fällen erwies sich das AP-Verfahren als hervorragend geeignet zur zerstörungsfreien Ermittlung der vorliegenden gradientenbehafteten Eigenspannungszustände und der ortsabhängigen Phasenzusammensetzungen bzw. der ortsabhängigen spannungsfreien Gitterkonstanten. Abschließend wurde gekoppelt mit einem zerstörenden elektrolytischen Abtrageverfahren die röntgenographische Analyse von kugelstrahlbedingten oberflächennahen Eigenspannungszuständen bei unterschiedlich wärmebehandeltem 42CrMo4 durchgeführt, wobei die Auswertung sowohl nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren als auch nach dem AP-Verfahren erfolgte. Dabei lieferte die Auswertung der Meßwerte mit Hilfe des AP-Verfahrens bei den gehärteten Proben in den randnahen Bereichen, in denen steilere Eigenspannungsgradienten als 100 MPa / Eindringtiefe der für die Messung benutzten Cr $K\alpha$ -Strahlung vorlag, gegenüber der Auswertung nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren um etwa 5 % größere Eigenspannungsbeträge.

Bei allen drei Beispielen erbrachte das AP-Verfahren gegenüber den bisher eingesetzten Methoden eine genauere Ermittlung der randnah vorliegenden Eigenspannungs- und Gefügezustände.

Literatur

- [1] Y. Yoshioka, T. Sasaki, M. Kuramoto, **X-Ray Multiaxial Stress Analysis on Materials with Stress Gradient by Use of $\cos\psi$ Function**, *Advances in X-Ray Analysis* 28 (1985), S. 255-264.
- [2] G. Lim, W. Parrish, C. Ortiz, **Grazing Incidence Synchrotron X-Ray Diffraction Method for Analyzing Thin Films**, *J. Mater. Res.* 2 (1987), S. 471-477.
- [3] H. Ruppertsberg, I. Detemple, J. Krier, **Evaluation of Strongly non-linear Surface-Stress Fields $\sigma_{xx}(\mathbf{z})$ and $\sigma_{yy}(\mathbf{z})$ from Diffraction Experiments**, *Phys. Stat. Sol.* 116 (1989), S. 681-689.
- [4] H. Ruppertsberg, I. Detemple, J. Krier, **$\sigma_{xx}(\mathbf{z})$ and $\sigma_{yy}(\mathbf{z})$ Stress-Fields, Calculated from Diffraction Experiments Performed with Synchrotron Radiation in Ω - and ψ -Mode Techniques**, *Zeitschrift für Kristallographie* 195 (1991), S. 189-203.
- [5] H. Ruppertsberg, **Formalism for the Evaluation of Pseudo-Macro Stress Fields $\sigma_{33}(\mathbf{z})$ from Ω - and ψ -Mode Diffraction Experiments Performed with Synchrotron Radiation**, *Advances in X-Ray Analysis* 35 (1992), S. 481-489.
- [6] D. Amos, R. Hessert, D. Hoffmann, T. Leverenz, B. Eigenmann, E. Macherauch, **Analyse oberflächennaher Eigenspannungszustände in hartbearbeiteten, homogenen Al_2O_3 - und ZrO_2 -Keramiken**, in: Jahresbericht, HASYLAB am DESY, Hamburg, (1993), S. 865-866.
- [7] D. Amos, R. Hessert, T. Leverenz, B. Eigenmann, E. Macherauch, **Analyse oberflächenaher Eigenspannungszustände und Phasenzusammensetzungen in geschliffenen Oberflächen bearbeiteter ZrO_2 -Keramiken**, in: Jahresbericht, HASYLAB am DESY, Hamburg, (1994), S. 901-902.
- [8] H. Ruppertsberg, **Complicated Average Stress-Fields and Attempts at their Evaluation with X-Ray Diffraction Methods**, *Advances in X-Ray Analysis* 37 (1994), S. 235-244.
- [9] D. Amos, R. Hessert, T. Leverenz, K. Rostek, B. Eigenmann, E. Macherauch, **Trennung überlagerter Interferenzprofile zur Ermittlung oberflächenparalleler Eigenspannungszustände in bearbeiteten ZrO_2 -Keramiken**, in: Jahresbericht, HASYLAB am DESY, Hamburg, (1995), S. 969-970.
- [10] B. Eigenmann, E. Macherauch, **Determination of Inhomogeneous Residual Stress States in Surface Layers of Machined Engineering Ceramics by Synchrotron X-Rays**, *Nuclear In-*

- struments and Methods in Physics Research B* 97 (1995), S. 92-97.
- [11] B. Eigenmann, E. Macherauch, **Determination of Grinding Residual Stress States in Surface Layers of Engineering Ceramics Using Synchrotron X-Rays**, *Z. Metallkde.* 86 (1995), S. 84-90.
- [12] T. Dümmer, T. Leverenz, J. Kraft, K. Voigts, B. Eigenmann, D. Löhe, **Röntgenographische Bestimmung der Eigenspannungs- und Gitterkonstantentiefenverläufe in gradierten PVD-Beschichtungen aus Ti(C-N) auf Hartmetallschneidwerkzeugen**, in: Jahresbericht, HASYLAB am DESY, Hamburg, (1996), S. 932-933.
- [13] R.A. Young, D.B. Wiles, **Profile Shape Functions in Rietveld Refinements**, *J. Appl. Cryst.* 15 (1982), S. 430-438.
- [14] E. Galdecka, **Description and Peak-Position Determination of a Single X-Ray Diffraction Profile for High-Accuracy Lattice-Parameter Measurements by the Bond Method. I. An Analysis of Descriptions Available**, *Acta Crystallogr.* A49 (1993), S. 106-115.
- [15] P.S. Prevey, **The Use of Pearson VII Distribution Functions in X-Ray Diffraction Residual Stress Measurements**, *Advances in X-Ray Analysis* 29 (1986), S. 103-111.
- [16] M.M. Hall, V.G. Veeraghavan, H. Rubin, P.G. Winchell, **The Approximation of Symmetric X-Ray Peaks by Pearson Type VII Distributions**, *J. Appl. Cryst.* 10 (1977), S. 66-68.
- [17] G. Will, W. Parrish, T.C. Huang, **Crystal-Structure Refinement by Profile Fitting and Least-Square Analysis of Powder Diffractometer Data**, *J. Appl. Cryst.* 16 (1983), S. 611-622.
- [18] W. Parrish, T.C. Huang, L. Ayers, **Profile Fitting: A Powerful Method of Computer X-Ray Instrumentation and Analysis**, *Trans. Am. Cryst. Asso.* 12 (1975), S. 55-74.
- [19] G.K. Wertheim, M.A. Butler, K.W. West, D.N.E. Buchanan, **Determination of the Gaussian and Lorentzian content of experimental line shapes**, *Rev. Sci. Instrum.* 45 (1974), S. 1369-1371.
- [20] G. Müller-Koelbl, **Beispiele zum Fit-Programm**, Siemens AG, Karlsruhe, 1985.
- [21] B. Bourniquel, **X-Ray Stress Analysis by a Whole-Pattern-Profile-Fitting Method**, in: M. James (Hrsg), *Residual Stresses IV, SEM*, Baltimore, Maryland USA, (1994), S. 269-276.

-
- [22] T.J. Devine, J.B. Cohen, **Profile Fitting in Residual Stress Determination**, *Advances in X-Ray Analysis* 29 (1986), S. 89-101.
- [23] M. Hayakawa, M. Oka, **Peak Separation with Arbitrary Relations among the Component Peaks**, *J. Appl. Cryst.* 14 (1981), S. 145-148.
- [24] W.H. Press, B.P. Flannery, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, **Numerical Recipes in Pascal - The Art of Scientific Computing**, Cambridge University Press, Cambridge, New York, Port Chester, Melbourne, Sydney, 1989.
- [25] A.J.C. Wilson, **Statistical Variance of Line Profile Parameters, Measures of Intensity, Location and Dispersion**, *Acta Crystallogr.* 23 (1967), S. 888-898.
- [26] M. Kurita, **A Statistical Analysis of X-Ray Stress Measurement by the Gaussian Curve-Fitting Method**, *J. Testing Evaluation* 9 (1981), S. 285-291.
- [27] M. Kurita, **Statistical Analysis of X-Ray Residual Stress Measurement using the Half-Width Method**, *J. Testing Evaluation* 10 (1982), S. 38-46.
- [28] A. Peiter, W. Lode, **Das Röntgenintegralverfahren, eine Erweiterung des $\sin^2\psi$ -Verfahrens**, *Materialprüfung* 22 (1980), S. 288-290.
- [29] H. Oettel, **Röntgendiffraktometrische Strukturcharakterisierung beschichteter Werkstoffe**, *Neue Hütte* 34 (1989), S. 111-115.
- [30] V. Hauk, W.K. Krug, **Der theoretische Einfluß tiefenabhängiger Eigenspannungszustände auf die röntgenographische Spannungsermittlung II**, *HTM* 39 (1984), S. 273-279.
- [31] V. Hauk, W.K. Krug, **Röntgenographische Ermittlung tiefenabhängiger Eigenspannungszustände nach Schleifen**, *HTM* 43 (1988), S. 164-170.
- [32] P. Predecki, X. Zhu, B. Ballard, **Proposed Methods for Depth Profiling of Residual Stresses using Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXD)**, *Advances in X-Ray Analysis* 36 (1993), S. 237-245.
- [33] B. Eigenmann, B. Scholtes, E. Macherauch, **An Improved Technique For X-Ray Residual Stress Determinations on Ceramics with Steep Subsurface Stress Gradients**, in: H. Fujiwara, T. Abe,
-

- K. Tanaka (Hrsg), Residual Stresses III, Elsevier Applied Science, London, New York, (1992), S. 601-606.
- [34] T. Leverenz, B. Eigenmann, E. Macherauch, **Das Abschnitt-Polynom-Verfahren zur zerstörungsfreien Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände in den Randschichten von bearbeiteten Keramiken**, *Z. Metallkde.* 87 (1996), S. 616-625.
- [35] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg, **Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen**, *HTM* 28 (1973), S. 201-211.
- [36] B.D. Cullity, **Elements of X-ray Diffraction**, Addison-Wesley Publishing Company, London, Amsterdam, 1978.
- [37] V. Hauk, E. Macherauch, **A Useful Guide for X-Ray Stress Evaluation (XSE)**, *Advances in X-Ray Analysis* 27 (1984), S. 81-99.
- [38] L. Alexander, **Geometrical Factors Affecting the Contours of X-Ray Spectrometer Maxima. I. Factors Causing Asymmetry**, *J. Appl. Phys.* 19 (1948), S. 1068-1071.
- [39] L. Alexander, **Geometrical Factors Affecting the Contours of X-Ray Spectrometer Maxima. II. Factors Causing Broadening**, *J. Appl. Phys.* 21 (1950), S. 126-136.
- [40] U. Dehlinger, **Die Ursache der Linienverbreiterung bei Pulver- und Drehkristallaufnahmen mit Röntgenstrahlung**, *Z. Metallkde.* 23 (1931), S. 147-149.
- [41] W. Pfeiffer, **X-Ray Stress Measurement-A New Intensity and Background Correction Procedure for Ω -Diffractometers**, *Materialprüfung* 37 (1995), S. 292-295.
- [42] B. Hoffmann, **Einfluß des Anlassens auf die Mikrostruktur und das Verformungsverhalten gehärteter Stähle**, Dr.-Ing.-Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1996.
- [43] W.A. Rachinger, **The Resolution of X-Ray Doublet Diffraction Lines into α_1 - α_2 -Components**, *J. Sci. Instr.* 25 (1948), S. 353.
- [44] S.K. Gupta, B.D. Cullity, **Problems Associated with Ka Doublet in Residual Stress Measurements**, *Advances in X-Ray Analysis* 23 (1980), S. 333-340.

-
- [45] R. Delhez, E.J. Mittemeijer, **An Improved α_2 -Elimination**, *J. Appl. Cryst.* 8 (1975), S. 609-611.
- [46] B. Eigenmann, E. Macherauch, **Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen Teil II**, *Mat. -wiss. u. Werkstofftech.* 26 (1995), S. 199-216.
- [47] M.R. James, J.B. Cohen, **Study of the Precision of X-Ray Stress Analysis**, *Advances in X-Ray Analysis* 20 (1976), S. 291-307.
- [48] H.K. Tönshoff, E. Brinksmeier, H.H. Nölke, **Anwendung der Kreuzkorrelationsmethode zur rechnerunterstützten röntgenographischen Eigenspannungsmessung**, *Z. Metallkde.* 72 (1981), S. 349-354.
- [49] V.R. Vosberg, W. Fischer, W.J. Quadackers, **The Cross Correlation Method: A Useful Tool for Peak Shift Determination in XSE**, *Materials Science Forum* 228-231 (1996), S. 73-76.
- [50] B. Eigenmann, **Röntgenographische Analyse inhomogener Spannungszustände in Keramiken, Keramik-Metall-Fügeverbindungen und dünnen Schichten**, Dr.-Ing.-Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1990.
- [51] B. Eigenmann, E. Macherauch, **Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen Teil I**, *Mat. -wiss. u. Werkstofftech.* 26 (1995), S. 148-160.
- [52] R.P. Ingel, D. Lewis, **Errors in Elastic Constant Measurement in Single Crystals**, *J. Am. Ceram. Soc.* 71 (1988), S. 261-264.
- [53] W. Voigt, **Lehrbuch der Kristallphysik**, Teubner-Verlag, Berlin, 1928.
- [54] A. Reuß, **Berechnung der Fliegrenze von Mischkristallen aufgrund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle**, *Z. für angew. Math. und Mech.* 9 (1929), S. 49-58.
- [55] E. Kröner, **Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls**, *Z. f. Physik* 151 (1958), S. 504-518.
- [56] J.D. Eshelby, **The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion and Related Problems**, *Proc. of the Royal Society London* 241A (1957), S. 376-396.
- [57] D. Amos, B. Eigenmann, E. Macherauch, **Residual and Loading Stresses in Two-Phase Cera-**
-

- mics with Different Phase Compositions**, *Z. Metallkde.* 85 (1994), S. 317-323.
- [58] E. Macherauch, P. Müller, **Ermittlung der röntgenographischen Werte der elastischen Konstanten von kalt gerecktem Armco-Eisen und Chrom-Molybdän-Stahl**, *Archiv für das Eisenhüttenwesen* 29 (1958), S. 257-261.
- [59] D. Amos, **Röntgenographische Eigen- und Lastspannungsanalysen an quasihomogenen und heterogenen Keramiken aus Al_2O_3 und Y_2O_3 -stabilisiertem ZrO_2 unter besonderer Berücksichtigung der elastischen Anisotropie**, Dr.-Ing.-Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1997.
- [60] B. Eigenmann, E. Macherauch, **Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen Teil III**, *Mat. -wiss. u. Werkstofftech.* 27 (1996), S. 426-437.
- [61] E. Macherauch, P. Müller, **Das $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung**, *Z. f. angew. Physik* 7 (1961), S. 305-312.
- [62] U. Wolfstieg, **Das Ψ -Goniometer**, *HTM* 31 (1976), S. 19-22.
- [63] O. Schaaber, **Röntgenographische Spannungsmessung an Leichtmetallen**, *Z. f. tech. Phy* S. 20 (1939), S. 264-278.
- [64] E. Obwald, **Der Einfluß einer tiefenabhängigen Spannungsverteilung auf die röntgenographische Spannungsmessung**, *Z. Metallkde.* 39 (1948), S. 279-288.
- [65] B.L. Henke, E.M. Gullikson, J.C. Davis, **X-Ray Interactions: Photoabsorption, Scattering, Transmission and Reflexion at $E=50-30000$ eV, $Z=1-92$** , *Atomic Data and Nuclear Data Tables* 54 (1993), S. 181-342.
- [66] G. Doetsch, **Anleitung zum praktischen Gebrauch der Laplace-Transformation und der Z-Transformation**, Oldenbourg Verlag GmbH, München, 1984.
- [67] T. Leverenz, B. Eigenmann, **Zerstörungsfreie Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände in bearbeiteten Keramikoberflächen**, in: Jahresbericht, Institut für Keramik im Maschinenbau, Universität Karlsruhe (TH), (1994), S. 40-49.
- [68] A. Kämpfe, P. Predecki, B. Eigenmann, **X-Ray Analysis of Depth Distributions of Residual Stresses and Stress-free Lattice Parameters in PVD Gradient Coatings of Ti(C,N) on Cemen-**

ted Carbide, *Advances in X-Ray Analysis*, (1997), im Druck.

- [69] B. Eigenmann, B. Scholtes, E. Macherauch, **Eine Mehrwellenlängenmethode zur röntgenographischen Analyse oberflächennaher Eigenspannungszustände in Keramiken**, *Mat. -wiss. u. Werkstofftech.* 21 (1990), S. 257-265.
- [70] H.K. Tönshoff, E. Brinksmeier, H.G. Wobker, H. Seibt, I. Oberbeck, **Einfluß der Werkstoffbeschaffenheit von Hochleistungskeramiken auf die Anwendbarkeit des Röntgenbeugungsverfahrens**, in G. Petzow, J. Tobolski, R. Telle (Eds.): *Hochleistungskeramiken DFG*, Oberursel, (1994), S. 566-573.
- [71] J. Shibano, S. Tadano, T. Ukai, **Polychromatic X-Ray Method for Residual-Stress Measurements in a Subsurface Layer**, *Experimental Mechanics* 36 (1997), S. 24-32.
- [72] B. Ballard, P. Predecki, D.N. Braski, **Stress-Depth Profiles in Magnetron Sputtered Mo Films using Grazing Incidence X-Ray Diffraction (GIXD)**, *Advances in X-Ray Analysis* 37 (1994), S. 189-196.
- [73] R.W. James, **The Dynamical Theory of X-Ray Diffraction**, *Solid State Physics* 15 (1963), S. 53-220.
- [74] C. Genzel, **Formalism for the Evaluation of Strongly Non-Linear Surface Stress Fields by X-Ray Diffraction Performed in the Scattering Vector Mode**, *Phys. Stat. Sol.* 146 (1994), S. 629-637.
- [75] K. Voigts, **Röntgenographische Analyse von Eigenspannungs- und Gitterkonstantengradienten in dünnen Oberflächenschichten unter Nutzung von quasiparalleler Strahlung und kleinen Strahleinfallswinkeln**, Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde I, Universität Karlsruhe (TH), 1997.
- [76] W. Lode, A. Peiter, **Numerik röntgenographischer Eigenspannungsanalysen oberflächennaher Schichten. 1. Teil: Konstante und geneigte Spannungsverteilungen**, *HTM* 32 (1977), S. 235-240.
- [77] W. Lode, A. Peiter, **Numerik röntgenographischer Eigenspannungsanalysen oberflächennaher Schichten**, *HTM* 32 (1977), S. 308-313.

- [78] A. Peiter, W. Lode, **Systematik röntgenographischer Eigenspannungsanalysen oberflächen-naher Schichten**, *Metall* 31 (1977), S. 500-506.
- [79] H. Wern, A. Peiter, **Drei-, zwei- und einaxiale Auswertungen von Röntgenverformungs-messungen**, *Swiss Materials* 5 (1989), S. 16-23.
- [80] P. Predecki, **Determination of Depth Profiles from X-Ray Diffraction Data**, *Powder Diffraction* 8 (1993), S. 122-126.
- [81] D.M. Vasiljev, V.V. Trofimov, **Bestimmung der wahren Spannungsverläufe in oberflächen-nahen Schichten mittels Röntgenverfahren**, *Neue Hütte* 25 (1980), S. 107-111.
- [82] T. Sasaki, M. Kuramoto, Y. Yoshioka, **A Practical phi-Method for the Evaluation of Stress on Materials with Stress Gradient by X-Rays**, *Advances in X-Ray Analysis* 28 (1985), S. 265-274.
- [83] P. Predecki, X. Zhu, **Development of a Numerical Procedure for Determining the Depth Profiles of X-Ray Diffraction Data**, *Advances in X-Ray Analysis* 37 (1994), S. 197-204.
- [84] X. Zhu, B. Ballard, P. Predecki, **Determination of z-Profiles of Diffraction Data from τ -Profiles Using a Numerical Linear Inversion Method**, *Advances in X-Ray Analysis* 38 (1995), S. 255-262.
- [85] X. Zhu, P. Predecki, B. Ballard, **Comparison of Inverse Laplace and Numerical Inversion Methods for Obtaining z-Depth Profiles of Diffraction Data**, *Advances in X-Ray Analysis* 38 (1995), S. 263-268.
- [86] C. Genzel, **Evaluation of Stress Gradients $\sigma_{ij}(z)$ from their Discrete Laplace Transforms $\sigma_{ij}(\tau_k)$ Obtained by X-Ray Diffraction Performed in the Scattered Vector Mode**, *Phys. Stat. Sol. A* 156 (1996), S. 353-364.
- [87] G. Eichenmüller, **Wechselwirkung von Asymmetrie und Winkelverschiebung von Röntgen-interferenzprofilen bei der röntgenographischen Ermittlung steiler Eigenspannungsgradienten**, Diplomarbeit, Institut für angewandte Mathematik und Institut für Werkstoffkunde I, Universität Karlsruhe (TH), 1996.
- [88] C. Genzel, **X-Ray Stress Gradient Analysis in Thin Layers. Problems and Attempts at Their Solution**, *Phys. Stat. Sol. A* 159 (1997), S. 283-296.

-
- [89] B. Eigenmann, E. Macherauch, **Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen Teil IV**, *Mat. -wiss. u. Werkstofftech.* 27 (1996), S. 491-501.
- [90] F. Binder, E. Macherauch, **Die dehnungsfreien Richtungen des ebenen Spannungszustandes und ihre Bedeutung für röntgenographische Spannungsmessungen und Untersuchungen von Strukturen**, *Archiv für das Eisenhüttenwesen* 26 (1955), S. 541-545.
- [91] R. Prümmer, H.W. Pfeiffer-Vollmar, **Einfluß eines Konzentrationsgradienten bei röntgenographischen Spannungsmessungen**, *Z. Werkstofftech.* 12 (1981), S. 282-289.
- [92] T. Leverenz, B. Eigenmann, E. Macherauch, H. Leiste, H. Hollek, **Eigenspannungs- und Texturanalysen an homogenen und gradierten PVD-Schichten aus TiC/N auf vergütetem 42CrMo4**, *HTM* 50 (1995), S. 193-200.
- [93] B. Ballard, X. Zhu, P. Predecki, D. Albin, A. Gabor, R. Noufi, **Determination of Composition and Phase Depth-Profiles in Multilayer and Gradient Solid Solution Photovoltaic Films using Grazing Incidence X-Ray Diffraction**, *Advances in X-Ray Analysis* 38 (1995), S. 269-276.
- [94] L.S. Zevin, Z. Melamed, **X-Ray Diffraction by Cathodically Charged Austenitic Stainless Steel**, *J. Appl. Cryst.* 18 (1985), S. 267-271.
- [95] G. Faninger, U. Hartmann, **Physikalische Grundlagen der quantitativen röntgenographischen Phasenanalyse**, *HTM* 27 (1972), S. 233-244.
- [96] U. Hartmann, **Quantitative Analyse vielphasiger Gemische mit beliebigem Superpositionsgrad der Röntgeninterferenzlinien**, *HTM* 27 (1972), S. 251-260.
- [97] G. Faninger, W. Schuler, U. Hartmann, H. Faber, **Gezielte Untersuchungen zur quantitativen Phasenanalyse (RPA)**, *HTM* 30 (1975), S. 231-240.
- [98] T. Kosmac, R. Wagner, N. Claussen, **X-Ray Determination of Transformation Depths in Ceramics Containing Tetragonal ZrO₂**, *Communications of the American Ceramic Society* 64 (1981), S. C72-C73.
- [99] T. Leverenz, B. Eigenmann, **Tiefenaufgelöste röntgenographische Phasenanalyse zur Bestimmung des monoklinen Phasenanteils von Yttrium-stabilisierten Zirkoniumoxid-Werkstoffen nach verschiedenen Bearbeitungen sowie nach tribologischer Beanspruchung**
-

- chung**, in: Jahresbericht, Institut für Keramik im Maschinenbau, Universität Karlsruhe (TH), (1995), S. 43-46.
- [100] D.W. Marquardt, **An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters**, *J. Soc. Indust. Appl. Math.* 11 (1963), S. 431-441.
- [101] I.N. Bronstein, K.A. Semendijajew, **Taschenbuch der Mathematik**, Verlag Harri Deutsch, Frankfurt/Main, 1985.
- [102] H.G. Scott, **Phase Relationship in the Zirconia-Yttria System**, *J. Mat. Sci.* 10 (1975), S. 1527-1535.
- [103] G. Maurer, **Röntgenographische Bestimmung von Texturen und Eigenspannungen an metallischen Werkstoffen in unterschiedlichen Bearbeitungs- und Wärmebehandlungszuständen**, Dr.-Ing.-Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1987.
- [104] B. Eigenmann, B. Scholtes, **Entstehung und Auswirkungen von Eigenspannungen in Keramik und im Verbund Metall/Keramik**, in: Jahresbericht, Institut für Keramik im Maschinenbau, Universität Karlsruhe (TH), (1988), S. 105-111.
- [105] W. Pfeiffer, **Charakterisierung und Bewertung von Randschichten endbearbeiteter Hochleistungskeramiken mit Hilfe röntgenographischer und bruchmechanischer Methoden**, Dr.-Ing.-Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1993.
- [106] A. Papoulis, **A new Method of Inversion of the Laplace Transform**, *Quart. appl. Math.* 14 (1956), S. 405-414.
- [107] R.A. Spinelli, **Numerical Inversion of a Laplace Transform**, *SIAM J. numer. Anal.* 3 (1966), S. 636-649.
- [108] M.K. Miller, W.T. Guy, **Numerical Inversion of the Laplace Transform by Use of Jacobi Polynomials**, *SIAM J. numer. Anal.* 3 (1966), S. 624-635.
- [109] W. Kraus, G. Nolze, **Powder Cell, ein Programm zur Manipulation von Kristallstrukturen und Berechnung der Röntgenpulverdiffraktogramme**, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin, 1995.

-
- [110] H.K. Tönshoff, T. Lierse, B. Eigenmann, T. Leverenz, **Thermomechanik des Schleifens keramischer Werkstoffe und röntgenographische sowie tribologische Prüfung der erzeugten Funktionsflächen**, in: A. de Paoli (Hrsg), *Werkstoffe für die Fertigungstechnik*, DGM Informationsgesellschaft mbH, Frankfurt, (1997), S. 255-260.
- [111] M. Wüst, B. Eigenmann, B. Scholtes, **Eigen- und Lastspannungen in hartbearbeiteten Keramiken**, in: Jahresbericht, Institut für Keramik im Maschinenbau, Universität Karlsruhe (TH), (1991), S. 104-113.
- [112] N. Claussen, **Umwandlungsverstärkte keramische Werkstoffe**, *Z. Werkstofftech.* 13 (1982), S. 138-147.
- [113] T. Leverenz, R. Hessert, B. Eigenmann, E. Macherauch, D. Löhe, **Ein neues Verfahren zur zerstörungsfreien röntgenographischen Erfassung oberflächennaher Eigenspannungsgradienten in Keramiken und Hartstoffschichten**, in: Vortrags- und Diskussionstagung Werkstoffprüfung 1995, DVM Bad Nauheim, Berlin, S. 283-297.
- [114] T. Mackert, **Sinterverhalten und Gefügeausbildung in teil- und vollstabilisiertem ZrO_2** , Studienarbeit, Institut für Werkstoffkunde I, Universität Karlsruhe (TH), 1995.
- [115] **Tosoh Zirconia Powder - Technical Bulletin**, Tosoh Corporation, (1994), S. 1-10.
- [116] R. Fella, H. Hollek, H. Schulz, **Preparation and Properties of WC-TiC-TiN Gradient Coatings**, *Surface and Coatings Technology* 36 (1988), S. 257-264.
- [117] H. Hollek, H. Schulz, **Preparation and Behaviour of Wear-Resistant TiC/TiB₂, TiN/TiB₂ and TiC/TiN Coatings with high Amounts of Phase Boundaries**, *Surface and Coatings Technology* 36 (1988), S. 707-714.
- [118] H. Hollek, M. Lahres, P. Woll, **Multilayer Coatings - Influence of Fabrication Parameters on Constitution and Properties**, *Surface and Coatings Technology* 41 (1990), S. 179-190.
- [119] B. Eigenmann, B. Scholtes, E. Macherauch, **Röntgenographische Eigenspannungsmessungen an texturbehafteten PVD-Schichten aus Titankarbid**, *HTM* 43 (1988), S. 208-211.
- [120] J. Horowitz, **Die Grundlagen der Strahltechnik, Band I**, Vulkan Verlag, Essen, 1981.
-

- [121] H. Holzapfel, **Das Abbauverhalten kugelstrahlbedingter Eigenspannungen bei 42CrMo4 in verschiedenen Wärmebehandlungszuständen**, Dr.-Ing.-Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1995.
- [122] B. Scholtes, **Eigenspannungen in mechanisch randschichtverformten Werkstoffzuständen: Ursachen, Ermittlung und Bewertung**, DGM-Informationsgesellschaft mbH, Oberursel, 1991.
- [123] A. Wick, **Unveröffentlichte Ergebnisse**, Institut für Werkstoffkunde I, Universität Karlsruhe (TH), 1997.
- [124] M.G. Moore, W.P. Evans, **Mathematical Correction for Stress in Removed Layers in X-Ray Diffraction Residual Stress Analysis**, *SAE Transactions* **66** (1958), S. 340-345.