FACH HOCHSCHULE LÜBECK
University of Applied Sciences

Helmholtz-Zentrum Geesthacht
Zentrum für Material- und Küstenforschung

Anwendung eines konischen Blendensystems zur tiefenaufgelösten Bestimmung von Eigenspannungen in Materialien mittels Synchrotronstrahlung

Diplomarbeit

Vorgelegt von:

Eike-Henning Eims

Mtr.: 150400

Lübeck **Februar 2011**

Betreuer: Dr. Peter Staron[1]
Dr. Norbert Schell[1]
Prof. Dr. Hans-Dieter Reusch[2]

Gutachter: Prof. Dr. Hans-Dieter Reusch[2]

[1]Helmholtz-Zentrum Geesthacht
Institut für Werkstoffforschung
Max-Planck-Straße 1
21502 Geesthacht

[2]Fachhochschule Lübeck
Fachbereich Angewandte Naturwissenschaften
Mönkhofer Weg 239
23562 Lübeck

Eike-Henning Eims
Sophie-Scholl-Ring 57a
21502 Geesthacht

Aufgabenstellung

Wichtige Kenngrößen polykristalliner, metallischer Materialien, wie z.B. lokale Eigenspannungen, bestimmen wesentlich das Ermüdungs- und Verschleißverhalten von Werkstoffen. Die genaue Kenntnis über diese Kenngrößen ist daher entscheidend für die jeweilige praktische Verwendung. Klassische, zerstörungsfreie Untersuchungsverfahren zur Bestimmung von Eigenspannungen sind die Neutronen- und Röntgenbeugung. Neutronenquellen haben eine geringere Flussdichte und erlauben keine hochaufgelöste Charakterisierung. Bei modernen Synchrotronstrahlungsquellen mit ihrer hohen Brillanz ist dies jedoch möglich. Wenn dabei traditionell kleine Lochblenden im einfallenden, wie im gebeugten Strahl verwendet werden, um eine Ortsauflösung zu realisieren, führt dies aber dennoch zu sehr langsamen Datenaufnahmen.

Eine elegante Umgehung dieses Problems ist die Verwendung konischer Blenden zusammen mit zweidimensionalen Detektoren. In Testexperimenten konnte nachgewiesen werden, dass man mittels konischer Blenden mit Öffnungsringen, die 20 Mikrometer breit sind, die Debye-Scherrer Beugungsringe tiefenaufgelöst messen kann. Um mehrere Beugungsringe gleichzeitig zu messen, müssen die konischen Blenden für die jeweilige Kristallstrukturen und die Strahlungsenergien ausgelegt sein. Dann können mit einer einzigen Messung Informationen über die Eigenspannung im jeweiligen Probenvolumen erlangt werden, das wesentlich kleiner als 1 mm^3 sein kann.

Ziel dieser Diplomarbeit ist es, ein einsetzbares konisches Blendensystem an der neuen vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht betriebenen Hochenergie-Strahlführung HEMS am Speicherring PETRA III des DESY in Hamburg zu verwenden, um die tiefenaufgelöste Eigenspannungsanalyse feinkörniger metallischer Werkstoffe durchzuführen.

Die vorliegende Arbeit beinhaltet im Wesentlichen folgendes:

1. Literaturrecherche zum Thema Blendensysteme für Röntgenstrahlen

2. Kennenlernen des Themas „Diffraktometrische Eigenspannungsanalyse“

3. Prüfen und gegebenenfalls optimieren der von S. Frömbgen beschriebenen Justierstrategie für die konischen Blenden mittels Hexapod für die Verwendung im Röntgenstrahl bei HEMS (Bewegung um fünf Achsen)

4. Anwenden der Justierstrategie und Charakterisierung der Blendeneigenschaften an der Strahlführung HEMS. Von besonderem Interesse sind die Tiefenauflösungen.

5. Dokumentation der optimalen Justierstrategie und der Blendeneigenschaften.

6. Tiefenaufgelöste Eigenspannungsanalyse in einer Laserstrahl-geschweißten Verbindung unter Verwendung der konischen Blenden. Primär Ziel: Anfertigung von Linescans über den Probenquerschnitt im Bereich der Schweißnaht. Sekundäres Ziel: Feststellen und Dokumentieren des Einflusses der Korngröße des zu untersuchenden Materials bei Verwendung der konischen Blenden.

Inhaltsverzeichnis

Aufgabenstellung I
1. Einleitung 1
2. Theoretische Grundlagen 3
2.1 Erzeugung der Synchrotronstrahlung 3
2.2 Streutheorie 7
2.3 Bragg‘sche Gleichung 9
2.4 Strukturfaktor 10
2.5 Das Laserschweißen 14
2.6 Eigenspannungen 17
2.6.1 Methoden zur Eigenspannungsuntersuchung 18
2.6.2 Bestimmung der Eigenspannung mittels Diffraktion 20
2.6.3 Intergranulare Spannungen 24
3. Konische Blenden 25
3.1 Beschreibung der konischen Blenden 25
3.2 Tiefenauflösung 29
3.3 Justagestrategie 33
4. Durchführung und Auswertung 36
4.1 Das Probensystem 36
4.2 Versuchsaufbau und Durchführung 38
4.3 Auswertung 44
4.3.1 Erzeugen der Diffraktogramme aus den Detektorbildern 44
4.3.2 Bestimmung der Eigenspannung aus den Diffraktogrammen 47
4.3.3 Bestimmung der Tiefenauflösung 51
5. Ergebnisse und Diskussion 52
5.1 Tiefenauflösung in Abhängigkeit von der Strahlbreite 52
5.2 Intensität in Abhängigkeit der Energie 59
5.3 Schweißnaht 61
6. Zusammenfassung und Ausblick 67
7. Literaturverzeichnis 69
8. Danksagung 70
9. Eidesstattliche Erklärung 71
A. Anhang 72
A.1. Messprotokoll der Fa. IMM 72
A.2. Messergebnisse der Tiefenauflösung 73
A.3. Simulation 76

1. Einleitung

Eigenspannungen sind Spannungen in einem Körper, die ohne Einwirkung äußerer Kräfte existieren und sich im mechanischen Gleichgewicht befinden [3]. Eigenspannungen treten in verschiedenen Fertigungsschritten auf, unter anderem stets beim Schweißen. Sie spielen eine wichtige Rolle für die Belastbarkeit und Lebensdauer einer Komponente. Daher ist die genaue Kenntnis der Eigenspannungen von hoher Bedeutung. Für die Bestimmung von Eigenspannungen gibt es unterschiedliche Verfahren; unter den Beugungsverfahren ist die Röntgenbeugung mit einer Laborquelle ein klassisches Verfahren zur Bestimmung von Eigenspannungen an der Oberfläche. Die charakteristische Röntgenstrahlung der Laborquelle ist niederenergetisch und hat nur eine geringe Eindringtiefe in Materie. Das Innere eines Werkstücks lässt sich zerstörungsfrei mittels Neutronenbeugung untersuchen, da Neutronen für viele Materialien eine hohe Eindringtiefe besitzen [14].

Hochenergetische Röntgenstrahlung aus einer Synchrotronquelle kann verschiedene Vorteile in sich vereinen: die hohe Intensität einer Röntgenquelle und eine hohe Eindringtiefe vergleichbar mit der von Neutronen. Daher ist sie in hervorragender Weise für die zerstörungsfreie Untersuchung des Inneren von Werkstücken geeignet; insbesondere auch für die Eigenspannungsanalyse. Da im Körperinneren stets Eigenspannungsgradienten vorliegen, benötigt man eine hinreichende Ortsauflösung. Die laterale Ortsauflösung ist durch die Dimensionen des Röntgenstrahls gegeben und kann bei hochbrillanten Synchrotronquellen der dritten Generation bis hin zu wenigen Mikrometern betragen. Die Tiefenauflösung muß jedoch durch geeignete Blenden hergestellt werden. Eine Möglichkeit ist dabei die Verwendung von konischen Blenden, die die gleichzeitige Messung mehrerer nahezu vollständiger Beugungsringe erlauben [12].

Ein typischer Fall für eine tiefenaufgelöste Eigenspannungsanalyse ist eine Überlapp-Schweißnaht, die mittels eines Laserschweißverfahrens hergestellt wurde. Das Potenzial des Lasers für die Materialbearbeitung wurde früh erkannt. Seitdem werden Laser zum Fügen, Trennen und zur Oberflächenbehandlung metallischer Werkstoffe eingesetzt. Während des Laser-Schweißen treten hohe Temperaturen auf. Auf Grund der dabei nicht vorhandenen Festigkeit in der Schweißnaht und ihrer unmittelbaren Umgebung bleibt dieser Bereich zunächst weit gehend Spannungsfrei. Beim Abkühlen wächst die Festigkeit im

Nahtbereich an. Diese Festigkeit, die durch das Abkühlen entsteht, verursacht Spannungen im Material, die sogenannten Eigenspannungen. Unter äußerer Belastung der zu untersuchenden Schweißnaht könnten sich die Lastspannungen zu den durch das Abkühlen verursachten Zugspannungen addieren und die Summe könnte kritische Werte annehmen. Die Folgen dieser Zugspannungen könnten eine deutliche Reduzierung der Lebensdauer sowie eine Abnahme der Belastbarkeit sein. Deswegen wird bei der Herstellung einer solchen Schweißnaht darauf geachtet, dass möglichst geringe Zugspannungen in der Schweißnaht auftreten. Daher sollte bei der Untersuchung solcher geschweißten Proben darauf geachtet werden, dass die Eigenspannungen nicht nur an der Oberfläche der Probe gemessen werden, sondern auch im Innern eines Werkstücks. Abtragende Verfahren können jedoch problematisch sein, da sie den Eigenspannungszustand durch das Abtragen von Material verändern. Besser geeignet sind Verfahren, die die zerstörungsfreie Bestimmung der Eigenspannungen im Innern eines Werkstücks ermöglichen. In vielen Fällen ist es wichtig, einen Tiefenverlauf der Eigenspannungen zu messen, um ausreichend zuverlässige Schlüsse über die Qualität einer solchen Schweißnaht zu erhalten [13] [4].

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, konische Blenden, die vom Institut für Mikrotechnik in Mainz (IMM) gefertigt wurden, zu testen, die erreichbare Tiefenauflösung zu bestimmen und für eine tiefenaufgelöste Eigenspannungsanalyse in einer Laserschweißnaht mittels hochenergetischer Synchrotronstrahlung einzusetzen. Die untersuchte Probe war bereits mit Neutronen auf ihre Eigenspannungen untersucht worden. Die Nutzung von hochenergetischer Synchrotronstrahlung ermöglicht jedoch eine sehr viel höhere Auflösung der Eigenspannungsprofile bei geringeren Meßzeiten.

2. Theoretische Grundlagen

Im Jahre 1947 wurden am General Electic Synchrotron in New York erstmals sichtbare Synchrotronstrahlung beobachtet, nachdem sie bereits drei Jahre zuvor von den sowjetischen Physikern D. Ivanenko und I. Pomeranchuk vorhergesagt wurde. Danach vergingen ein paar Jahre bis es in den 80er Jahren zum Bau einer definierten Synchrotronstrahlungsquelle kam. Diese Quelle war nun auf die Bedürfnisse der Nutzer der Synchrotronstrahlung zugeschnitten [1].

Der heutige Speicherring PETRA III bei DESY in Hamburg steht ganz im Zeichen der Lichterzeugung. Nach der Abschaltung des HERA-Speicherrings im Sommer 2007 wurde dieser umgebaut, im Jahr 2009 nimmt er unter dem Namen PETRA III als eine der weltweit brillantesten Speicherring-Röntgenstrahlungsquellen den Nutzerbetrieb auf. Für die Umrüstung wurden knapp 300 Meter des Rings komplett umgebaut und eine neue Experimentierhalle errichtet. Zur Verfügung stehen 14 Messplätze mit bis zu 30 Instrumenten. Der Einbau mehrerer maßgeschneiderter Undulatoren, die Röntgenstrahlung mit besonders hoher Brillanz liefern, garantiert den Nutzern aus aller Welt exzellente Forschungsmöglichkeiten [3][1].

2.1 Erzeugung der Synchrotronstrahlung

Es gibt zwei wesentliche technische Realisierungsarten, um einen Synchrotronstrahl zu erzeugen. Bei der ersten Variante passieren die erzeugten geladenen Teilchen nur einmal ein Magnetfeld, in dem sie Synchrotronstrahlung erzeugen und anschließen werden die geladenen Teilchen zerstört (Linearbeschleuniger). Bei der zweiten Variante werden die Teilchen in einem geschlossenen Speicherring geführt, wo Sie das Magnetfeld immer wieder passieren. Damit wird bei jedem Umlauf Synchrotronstrahlung erzeugt. Die Teilchen, die gebraucht werden, um einen solchen Speicherring zu füllen, sind Elektronen oder Positronen.

Die Teilchen werden durch Vorbeschleuniger beschleunigt und anschließend in den PETRA III Ring eingeleitet. Der PETRA III Ring hat keine Kreisform, sondern ist ein Polygon; das heißt, dass nach einer Kurve wieder ein gerades Stück kommt. Dies wird solange fortgeführt bis sich das Polygon schließt. Mittels Resonatoren können die Teilchen nahezu auf Lichtgeschwindigkeit gebracht werden. Die Beschleunigung geschieht durch Intensive Radiowellen. Der PETRA III Ring wird im so genannten TOPUP MODUS betrieben; das bedeutet, wenn der PETRA III Strom um 1% abgefallen ist, werden automatisch weitere Teilchen in den Ring eingespeist, um den Strom möglichst konstant zu halten.

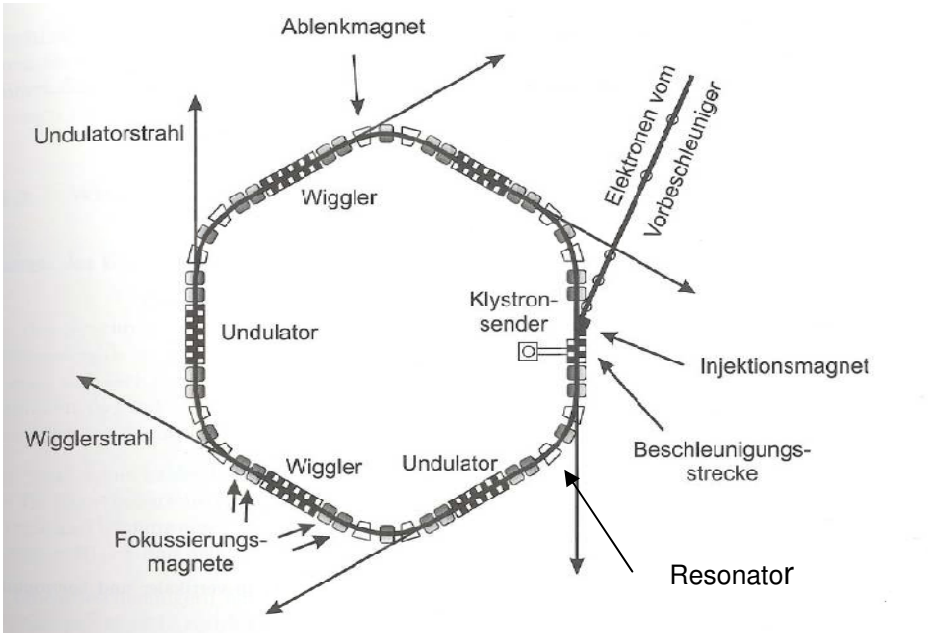


Abb. 1: Schematischer Aufbau eines Speicherrings für Synchrotronstrahlung [2]

Die einfachste Anordnung zur Erzeugung von Synchrotronstrahlung ist ein Ablenkmagnet (Abb. 2). Ein Ablenkmagnet zwingt nahezu lichtschnelle Elektronenbündel in eine Kurvenbahn. Hier verlieren die Teilchen Energie, indem Sie tangential zu ihrer Flugkurve einen intensiven Lichtstrahl aussenden, die sogenannte Synchrotronstrahlung.
Diese Strahlung entsteht somit in den Kurven des Speicherings, dort wo sich die Ablenkmagneten befinden. Um die Energieverluste zu minimieren, werden Resonatoren hinter den Ablenkmagneten eingebaut. Auf den geraden Strecken (Abb. 1) des Polygons können Wiggler oder Undulatoren eingebaut werden. Undulatoren und Wiggler sind meterlange Spezialmagneten die aus einer Folge von Nord- und Südpolen bestehen. Durchlaufen nahezu lichtschnelle Elektronen diese Magnete, so werden Sie auf einen Slalomkurs ge-

zwungen. Auf Grund der vielen Magnetpole hintereinander senden die Elektronen einen weit intensiveren Lichtstrahl aus als Ablenkmagneten. In dem PETRA III Ring wurden nur Undulatoren verbaut. Die verschiedenen Magnet-Anordnungen zur Erzeugung von Synchrotronstrahlung sind in Abb. 2 zusammengefasst.

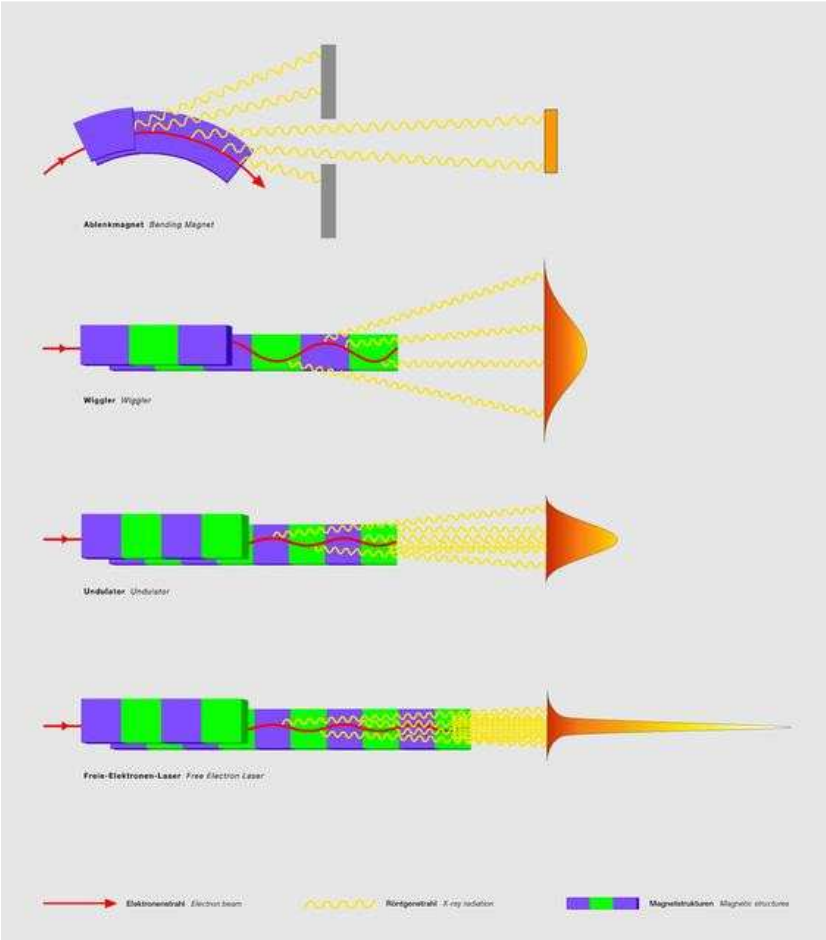


Abb. 2: Unterschiede zwischen Ablenkmagneten, Wigglern und Undulatoren [2]

Die folgende Beschreibung richtet sich nach [1]. Die abgegebenen Strahlspektren von Undulatoren und Wigglern unterscheiden sich wie folgt:

Bei Wigglern sind die Magnetfelder wesentlich stärker, dadurch entsteht eine hohe Photonenenergie. Die große Auslenkung des Elektronenbündels hat außerdem zur Folge, dass sich die Strahlungskeulen nicht überlagern; daher können die Keulen nicht Interferieren. Deswegen ist das Strahlprofil relativ breit (Abb. 2).

Bei Undulatoren sind die Magnetfelder so gewählt, dass die Strahlungskeulen interferieren, also überlagern können. Die maximale Photonenenergie ist dabei im allgemeinen kleiner. Der wesentliche Unterschied zu dem Wiggler ist, dass das Strahlprofil beim Undulator viel schmaler ist als beim Wiggler (Abb. 2). Damit hat der Undulator-Strahl eine wesentliche höhere Brillanz, die für viele Experimente entscheidend ist. Die Brillanz ist definiert als Intensität pro Flächeneinheit, pro Raumwinkelelement und pro Wellenlängenintervall. Eine hohe Brillanz ermöglicht die Nutzung eines kleinen Strahls mit geringer Divergenz, wo durch man hohe Intensitäten in sehr kleine Probenvolumina bringen kann. Wiggler und Undulatoren werden durch den Parameter K beschrieben:

$$K = \frac{e}{2\pi m_e c} \cdot \lambda_u B_0 \qquad (2.1)$$

Dabei ist e die Elementarladung, B_0 die Magnetfeldstärke, λ_u die Undulatorperiode c die Lichtgeschwindigkeit und m_e die Elektronenmasse. Der Parameter K ist ein Maß für die Auslenkung und hat folgende Bedeutung: Wenn der Parameter $K \leq 1$ ist, beschreibt er einen Undulator, wenn der Parameter $K \geq 1$ ist, beschreibt er einen Wiggler.

2.2 Streutheorie

Die folgende Beschreibung richtet sich nach [3]. Die Streuung der Röntgenstrahlen erfolgt an den Elektronen der Materie. Die Verteilung der Elektronen in der Materie wird durch die Elektronendichtefunktion $\rho(\vec{r})$ beschrieben. Wie viel Elektronen sich in einen Volumenelement befinden wird beschrieben durch $\rho(\vec{r})\cdot d^3\vec{r}$.

Dies gibt das Streuvermögen pro Volumeneinheit für Röntgenstrahlen an, da die Amplitude von der im Volumenelement $d^3\vec{r}$ gestreuten Strahlung proportional zur Anzahl der im Volumenelement befindenden Elektronen ist.

In der Abb. 3 wird das Volumenelement an den Streuzentren A und B betrachtet. Dabei gilt:

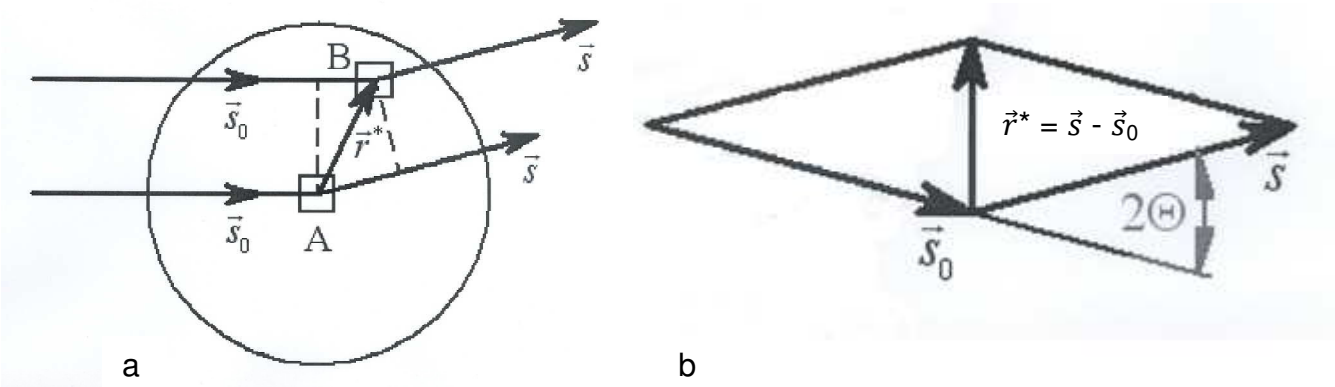


Abb. 3: a) Streuung an Materie , b) Definition von $\vec{r}^*$

A: Streuzentrum A liegt in der Mitte $\vec{s}$: Einheitsvektor der gestreuten Strahlung

$\vec{s}_0$: Einheitsvektor der Primärstrahlung

Die Phasendifferenz zwischen, den beiden Streuzentren A und B beträgt dann:

$$\varphi = \frac{2\pi}{\lambda}(\vec{s} - \vec{s}_0) = 2\pi\,(\vec{r}^* \cdot \vec{r}) \quad \text{mit} \quad (2.21)$$

$$\vec{r}^* = \frac{1}{\lambda}(\vec{s} - \vec{s}_0) \quad \text{und} \quad |\vec{r}^*| = \frac{2\sin(\theta)}{\lambda} \quad (2.22)$$

Der Vektor $\vec{r}^*$ wird als Streuvektor bezeichnet (Abb. 3). Er ist ein Vektor im sogenannten reziproken Raum. Die Wellen, die am Streuzentrum A gestreut wurden, haben die Amplitude A_A (Phase sei 0). Die am Streuzentrum B gestreuten Wellen haben die Amplitude $A_B\, e^{2\pi j\,(\vec{r}^* \cdot \vec{r})}$. Berücksichtigt man N Streuzentren folgt:

$$A(\vec{r}^*) = \sum_{j=1}^{N} A_j\, e^{2\pi j\,(\vec{r}^* \cdot \vec{r}_j)} \qquad (2.23)$$

Hierbei ist A_j die Amplitude der gestreuten Wellen am j-ten Streuzentrum. In der Formel für die Streuamplitude steht im Exponenten der Ausdruck $\vec{r}^* = \vec{s} - \vec{s}_0$ und für $\vec{s}$ sind beliebige Richtungen zulässig. Bei der Untersuchung wurde ausschließlich elastische Streuungen behandelt, deshalb ist nur der Betrag $|\vec{s} - \vec{s}_0|$ relevant. Alle $\vec{s}$ Werte die nicht der Bragg-Bedingung $\vec{r}^* = \vec{s} - \vec{s}_0$ und $|\vec{s}| = |\vec{s}_0|$ genügen, lassen keine Beugung zu. Das heißt die Amplitude der gebeugten Welle ist Null. Das Argument der Exponentialfunktion verschwindet, wenn der Streuvektor $\vec{s} - \vec{s}_0$ gleich einem reziproken Gitter $\vec{r}^*$ entspricht. Daraus folgt das $2\,\vec{s}_0 \cdot \vec{r}^* = \vec{r}^{*2}$ ist. Diese Formel ist äquivalent zur Bragg-Gleichung $2d \sin(\Theta) = n\lambda$.

Da die Amplitude der gestreuten Strahlung proportional zur Anzahl der an den Streuzentren vorhandenen Elektronenzahl ist, kann die Amplitude der insgesamt gestreuten Welle bei bekannter Elektronenzahl f_j ausgedrückt werden durch:

$$F(\vec{r}^*) = \sum_{j=1}^{N} f_j\, e^{2\pi j\,(\vec{r}^* \cdot \vec{r}_j)} \qquad (2.24)$$

F wird als Strukturfaktor bezeichnet und stellt die Verbindung zwischen gemessenen Intensitäten und der Kristallstruktur her. Wird die Verteilung der Streuzentren als kontinuierlich angenommen, so ist die gesamte gestreute Welle in Richtung $\vec{s}$ unter Verwendung der Elektronendichte gegeben durch:

$$F(\vec{r}^*) = \int_V \rho(\vec{r})\, e^{2\pi j\,(\vec{r}^* \cdot \vec{r})} \cdot d^3\vec{r} \qquad (2.25)$$

Die Intensität der gebeugten Strahlung ist proportional zum Quadrat der Streuamplitude.

$$I(\vec{r}^*) \propto |F(\vec{r}^*)|^2 \qquad F(\vec{r}^*) = F_{hkl} \qquad (2.26)$$

2.3 Bragg‘sche Gleichung

Durch die Überlegungen von W.H. Bragg und seinem Sohn W.L. Bragg zum Aufbau des Kristallgitters in Form von periodischen Anordnungen von Atomen, werden verschiedene Netzebenen durch das dreidimensionale Gitter der Atome gelegt. Auf jeder diesen Netzebenen befinden sich Atome an bestimmten Positionen. Jede Netzebenenschar hat einen festen Abstand zwischen den Netzebenen.

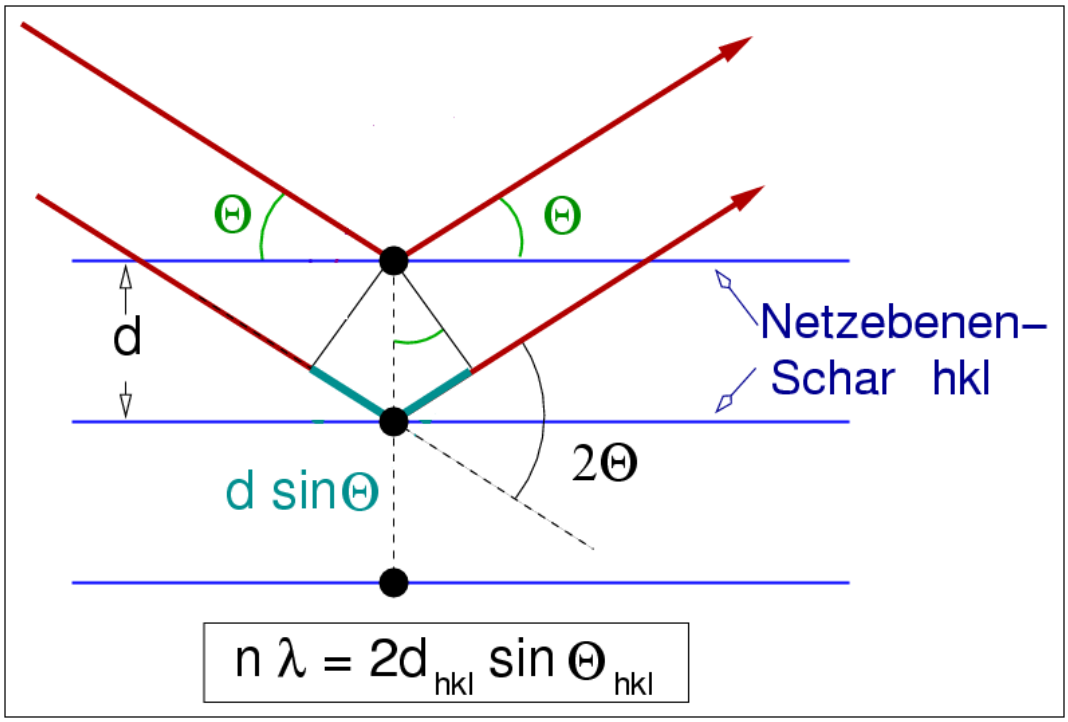


Abb. 4: Schematische Darstellung von Netzebenen nach Bragg

Die folgende Beschreibung richtet sich nach [3]. Ist die Anordnung der Atome in einem Kristall in Netzebenen aufgeteilt so liegen diese parallel zueinander. Die Oberflächen des Kristalls zu den Netzebenen sind ebenfalls parallel zueinander angeordnet. Bestrahlt man den Kristall mit monochromatischen Röntgenstrahlen der Wellenlänge λ, so werden die Röntgenstrahlen an unterschiedlichen Tiefen der Netzebenen des Kristalls reflektiert. Die reflektierten Strahlen sind aufgrund der unterschiedlichen Wege im Kristall phasenverschoben (Wegunterschied). Ist nun die Phasenverschiebung ein Vielfaches der Wellenlänge λ, dann interferieren die Strahlen in Form der Verstärkung. Wenn die Phasenverschiebung kein ganzzahliges Vielfaches ist, dann wird die Strahlung ausgelöscht.

Die konstruktive Verstärkung findet nur dann statt, wenn der Winkel Θ zwischen dem einfallenden Strahl und der Netzebene d_{hkl} ganz bestimmte Werte hat. Diese Werte hängen von dem Abstand der Netzebene d_{hkl} und der Wellenlänge λ der Röntgenstrahlen gemäß der Bragg'schen Gleichung ab:

$$2d \sin(\Theta) = n\lambda \qquad (2.27)$$

Die Formel 2.27 beschreibt den Zusammenhang zwischen dem Abstand der Netzebenen d_{hkl} und dem Winkel Θ unter dem ein Röntgenstrahl mit der Wellenlänge λ an einer Netzebene reflektiert wird.

2.4 Strukturfaktor

Der Strukturfaktor bestimmt die in Beugungsexperimenten gemessenen Intensitäten. Aus den gemessenen Intensitäten kann im Prinzip auf Kristallstrukturen und Atompositionen zurückgeschlossen werden. Dafür kann im allgemeinen die Verwendung von Einkristallen erforderlich sein [3].
Aus der Gleichung 2.24, die die gestreute Welle darstellt, kann nun das Skalarprodukt aus den Vektoren $\vec{r}^{\,*}$ und $\vec{r}$ dargestellt werden als:

$$\vec{r}^{\,*} \cdot \vec{r} = hx + ky + lz \qquad (2.31)$$

Somit können wir die Gleichung 2.24 in folgender Form schreiben:

$$F(\vec{r}^{\,*}) = F(hkl) = \sum_{j=1}^{N} f_j \, e^{2\pi i (\vec{r}^{\,*} \cdot \vec{r}_j)} = \sum_{j=1}^{N} f_j \, e^{2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j)} \qquad (2.32)$$

Die Streuamplitude $F(\vec{r}^{\,*})$ wird als Strukturfaktor F(hkl) bezeichnet. Der Strukturfaktor hängt von der Art der Atome sowie deren Lage in der Elementarzelle ab. Wobei $\vec{r}_j$ die Lage eines Atoms in der Elementarzelle darstellt und der Atomfaktor f_j das Streuvermögen eines Atoms beschreibt. Um eine bessere Unterscheidung von $F(\vec{r}^{\,*})$ und F(hkl) zu ermöglichen, wird der Strukturfaktor F(hkl) in S(hkl) umbenannt. Für die verschiedenen Gittertypen gibt es jeweils Zustände für S_{hkl} die zu einer Auslöschung der jeweiligen Reflexe führen. Im folgenden werden die Auslöschungen aufgezählt:

1. Kubisch raumzentriertes Gitter (bcc) :

$S_{bcc} = f\,[\,1+ \exp(-i\pi(h+k+l))\,]$ f= Atomformfaktor (2.33)

Wenn die Exponentialfunktion den Wert -1 annimmt, ergibt der Strukturfaktor 0. Die Folge daraus ist:

$S_{bcc} = 0$, wenn h+k+l = ungerade ist (2.34)

$S_{bcc} = 2$, wenn h+k+l = gerade ist (2.35)

Es werden aus diesem Grund keine Reflexe gesehen wenn die Summe aus h+k+l = 0 ist.

Miller'sche Indizies (hkl)	Netzebenenabstand d_{hkl}
110	a/√2
200	a/2
211	a/√6
220	a/√8

Tabelle 1: Netzebenenabstand für mögliche Reflexe im bcc-Gitter [3]

2. Kubisch flächenzentrierte Gitter (fcc):

$S_{fcc} = f\,[\,1 + \exp(-i\pi(k+l)) + \exp(-i\pi(h+l)) + \exp(-i\pi(h+k))\,]$ (2.36)

Damit erwarten wir für fcc Gitter

$S_{fcc} = 4f$, wenn h,k,l = gerade oder ungerade (2.37)

$S_{fcc} = 0$, wenn h,k,l = gerade und ungerade (2.38)

Es werden nur Reflexe beim fcc-Gitter gesehen, wenn die Miller'schen Indizes gerade oder ungerade sind.

Miller'sche Indizes (hkl)	Netzebenabstand d_{hkl}
111	a/√3
200	a/2
220	a/√8
311	a/√11

Tabelle 2: Netzebenabstand für mögliche Reflexe im fcc-Gitter [3]

3. Hexagonales Gitter (hcp):

$$S_{hex} = f\,[\,1 + \exp(\,-i2\pi\,(\tfrac{1}{3}h + \tfrac{2}{3}k + \tfrac{1}{2}l\,)\,)\,] \qquad (2.39)$$

Damit erwarten wir für hcp-Gitter

$S_{hcp} = 0$, wenn l = ungerade und (h+2k)=3n (2.40)

$S_{hcp} \neq 0$, wenn l = gerade und (h+2k)=3n, 3n+1 oder 3n+2 (2.41)

$S_{hcp} \neq 0$, wenn l= ungerade und (h+2k)=3n+1 oder 3n+2 (2.42)

Miller'sche Indizes (hkl)	Netzebenabstand d_{hkl}
100	a /√(4/3)
002	2/c
101	a/√(4/3 +(a/c)²)

Tabelle 3: Netzebenabstand für mögliche Reflexe im hcp-Gitter [3]

Übersicht :

Mit den Auslöschregeln wird angegeben für welche Reflexe die Intensität verschwindend klein ist. Besteht der Kristall nur aus einer Atomsorte, so erhält man aus Berechnen von $|F_{hkl}|$ die in Tabelle 4 zusammengestellten Merkregeln.

Struktur	Vertreter	Reflexe hkl fallen aus, wenn	Vorhandene Reflexe
bcc	α-Fe, Cr, V, W, Mo	h+k+l = ungerade	110,200,211,220, 310,222,400
fcc	Al, Cu, γ-Fe, Ni, As	h,k,l gemischt ist aus gerade und ungeraden ganzen Zahlen	111,200,220,311, 222,400,331
hcp	α-Ti, Zn, Co, Mg, Cd, Zr	h+2k = 3n und l ungerade	100,002,101,102, 110,103,200

Tabelle 4: Übersicht über die wichtigsten Reflexe in den drei Kristallgittern bcc, fcc und hcp

2.5 Das Laserschweißen

Das Laserschweißen von Stahl hat eine breite Akzeptanz als Fertigungsverfahren gefunden. Es weist verschiedene Vorteile auf, darunter sind wesentlich zu nennen eine hohe Schweißgeschindigkeit sowie eine kleine Wärmeeinwirkzone. Darüber hinaus arbeitet das Verfahren berührungslos und erzeugt schmale, tiefe Nähte. Eine einseitige Zugänglichkeit an einer Fügestelle reicht aus. Der Einsatz der Energie, die verwendet wird, um eine solche Laserschweißnaht zu erzeugen, ist zwar vergleichbar mit anderen Schweißverfahren, jedoch wird die Wärme in einer sehr kleinen Schweißzone konzentriert, wodurch der gesamte-Wärmeeintrag in das Werkstück, und damit auch der Verzug, gering bleibt [10].

Der Prozess unterteilt sich in mehrere Teilvorgänge (Abb. 5). Diese sind vor allem die Bildung der Kapillaren und des Schmelzbades, die Absorption und Brechung des Laserstrahls in und über der Kapillaren, sowie die Wärmeverteilung und Wärmeableitung im Werkstück. Durch die Strömung des Gases in der Kapillare und über dem Schmelzbad, entsteht die Bewegung der Schmelze, anschließend tritt das Aufschmelzen und Erstarren des Materials ein, die Deformation und chemische Reaktion an der Oberfläche der Schmelze und eine mechanische Spannung sowie ein Verzug im Werkstück (Abb. 5). zeigt in Schritten einen typischen Schweißprozess mit der optionalen Zufuhr von Schutzgas und Zusatzdraht.

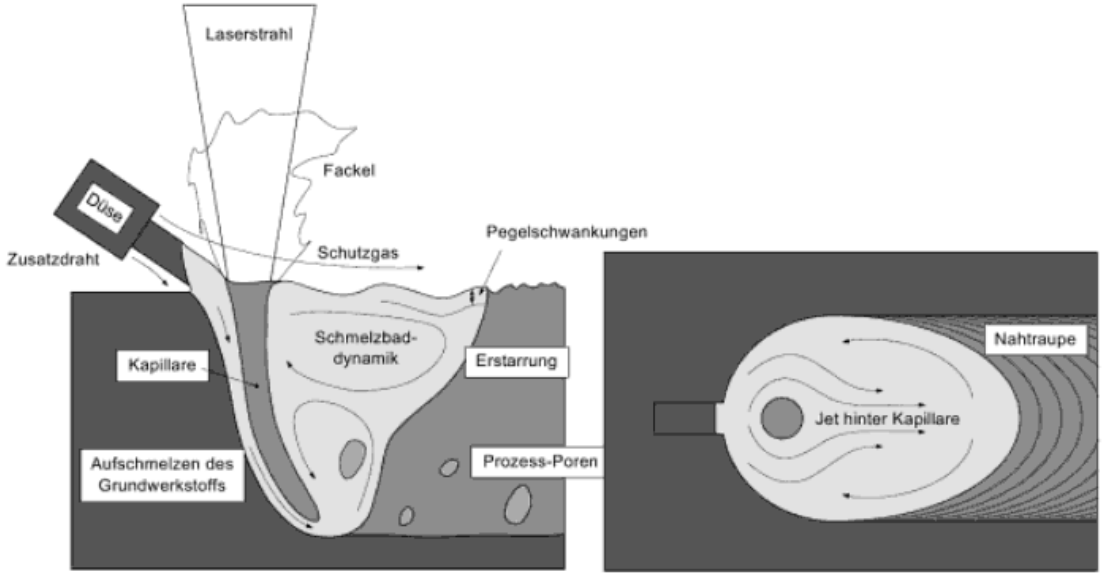


Abb. 5: Laserschweißen mit Teilprozessen

Vom Laserstrahl, der auf das Werkstück trifft, wird nur ein Teil absorbiert. Die Energieabsorption hängt generell von der Wellenlänge, dem Absorptionsgrad des Materials für die Wellenlänge, dem Auftreffwinkel, der Polarisation des Lichtes sowie der Rauhigkeit und Temperatur der Oberfläche ab. Bei geringer Intensität des Laserlichtes wird nur wenig absorbiert und der größte Teil reflektiert siehe (Abb. 6).

Bei genügender Intensität erwärmt sich die Oberfläche und es bildet sich ein Schmelzbad. Übersteigt die Intensität eine bestimmte Schwelle (Einkoppelwelle), führt der Verdampfungsdruck an der Auftreffstelle zu einem Verdrängen der Schmelze und es bildet sich eine Dampfkapillare als Stichloch (Keyhole) aus. Dies ist charakteristisch für den Übergang von Wärmeleitungs- zum Tiefenschweißeffekt. Sie ermöglicht die schlanken und tiefen Nahtquerschnitte. Für den Laserstrahl wirkt sie wie eine Strahlfalle, da nun durch Mehrfachreflexion an den Wänden ein Großteil der Laserleistung absorbiert wird.

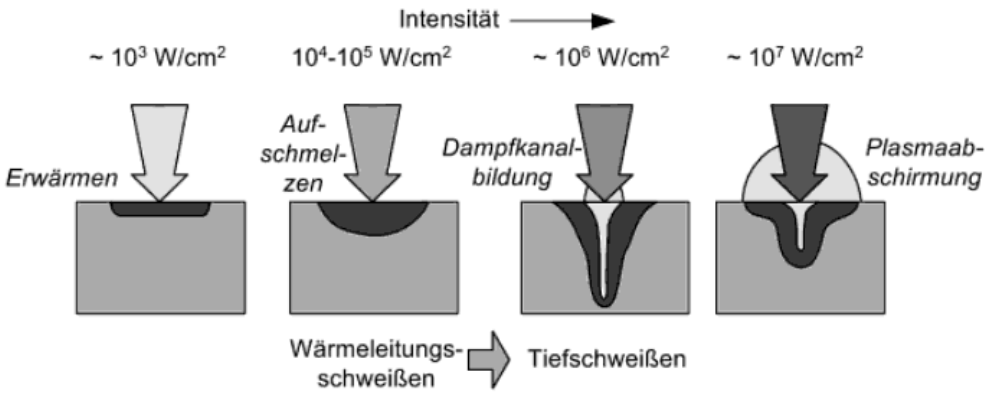


Abb. 6: Übergang von Wärmeleitungs- zum Tiefenschweißen

Neben der Absorption an der Schmelzoberfläche wird ein Teil der Energie, auch von dem sich bildenden Plasma in und über der Kapillare absorbiert und teilweise an die Schmelze übertragen. Von der absorbierten Energie fließt ein Großteil in den Grundwerkstoff ab. In den Laserkapillaren sinkt die Temperatur stetig durch das Schmelzbad, bis in den Grundwerkstoff nach außen ab. Im Schmelzbad, selber kann durch Wärmekonvektion eine ungleichmäßige Temperaturverteilung herrschen. An den Grenzlinien von Schmelz- und Verdampfungstemperatur erfolgt die Phasenumwandlung des Materials, bei der Energie aufgenommen bzw. freigesetzt wird. Ein geringer Teil der Gesamtenergie geht durch Wärmestrahlung oder abströmendes Plasma verloren. Es hat sich gezeigt, dass besonders der Quotient aus Leistung pro Fokusdurchmesser für das Erreichen der Einkoppelwelle bestimmend ist.

Die Zufuhr von Schutzgas wie Helium oder Argon hat die Abschirmung der Schmelze zum Sauerstoff und Stickstoff zum Zweck. Nach dem Austritt aus der Düse mischt sich das Gas am Rand der Strömung mit der Umgebungsluft. Daher sollte der unvermengte Kern der Gasströmung, das Schmelzbad laminar abdecken. Beim CO_2-Laser dient das Gas auch zur Unterdrückung der Plasmabildung über dem Keyhole, was beim Nd:YAK-Laser nicht notwendig ist. Bei dessen Wellenlänge findet keine Absorption in der Fackel durch inverse Bremsstrahlung statt. Daher kann der Strahl mit dem Nd:YAK-Laser auch sehr gut ohne Schutzgas geschweißt werden. Beim CO_2-Laser führt die Absorption innerhalb des Plasmas zu deutlich höheren Temperaturen in der Fackel und der Kapillare als beim Nd:YAK-Laser. Da sich mit der Temperatur auch der Brechungsindex verändert, kommt es zu einem thermischen Linseneffekt der Schweißfackel. Die Fokuslage des CO_2-Laserstrahls fluktuiert daher innerhalb des Keyholes [10].

2.6 Eigenspannungen

Eigenspannungen sind Spannungen in einem Körper, die ohne äußerer Kraft und Momente existieren und sich im mechanischen Gleichgewicht befinden. Das heißt, dass die Summe aller Spannungskomponenten über den gesamten Körper gleich Null ist. Die Spannungen werden in drei verschiedene Klassen eingeteilt [1].

Kurzerklärung :

1. Makrospannung :	Homogene Verteilung über größere Werkstoffbereiche.
2. Mikrospannungen:	Homogene Verteilung über ein Korn bzw. Kornbereiche.
3. Submikrospannungen :	Homogene Verteilung über Atomabstände.

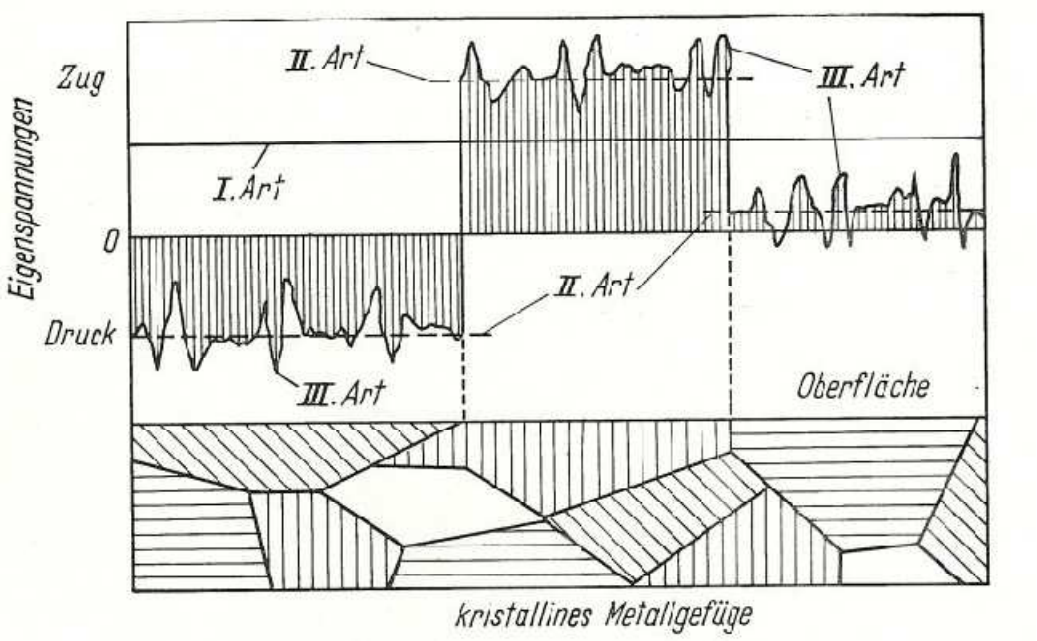


Abb. 7: Auftreten der Eigenspannungen von 1. bis 3. Art im Gefüge [4]

In der Abb. 7 ist dargestellt, wo sich die einzelnen Spannungsarten in einem kristallinen Metallgefüge befinden würden. Um einen besseren Vergleich zu erhalten, werden in der folgenden Tabelle 5 die drei Spannungsarten gegenüber gestellt. Aus der Tabelle 5 ist zu entnehmen, dass sich die Eigenspannungen stets um die Spannung 1. und 2. Art überlagern.

Bezeichnung	**1. Art** (Makro)	**2. Art** (Mikro)	**3. Art** (Submikro)
Charakter	Grobe elastische Spannungen im makroskopischen Bereichen konstant	In mikroskopischen Bereichen konstant, in makroskopischen veränderlich, annährend periodisch	In mikroskopisch und Submikroskopischen Bereich veränderlich, annährend periodisch
Ursache	Ungleichmäßige Volumenänderung beim Erstarren von Schmelzen, ungleichmäßiges Abkühlen, inhomogene Verformungsvorgänge	Plastische Verformung mit Ausnahme reiner Schubverformungen von Einkristallen	Korngrenzenbehinderung bei plastischer Verformungen von Vielkristallen

Tabelle 5: Bezeichnung und Eigenschaften der Eigenspannungen [4]

2.6.1 Methoden zur Eigenspannungsuntersuchung

Um Eigenspannungen zu untersuchen gibt es zerstörungsfreie und zerstörende Messmethoden, die im folgenden kurz erwähnt werden.

Zerstörende Methoden:

- Ausbohrverfahren & Abdrehverfahren:

  Diese Verfahren sind ausschließlich für runde Werkstücke geeignet.
  Sie ermöglichen die Untersuchung von räumlichen Spannungszuständen. Es erfordert einen Zylinderförmigen oder einen runden Prüfkörper, was einen Vorteil des Verfahrens darstellt, da häufig verwendete Teile runde Teile wie Wellen; Ringe; Trommeln, etc. sind. Diese Verfahren, lassen Zusammenhänge zwischen Wärmebehandlung, Umformung und Schweißverbindungen erkennen und erlauben damit eine umfassende Beurteilung der Werkstoffeigenschaften [4].

- Bohrlochverfahren:

  Dieses Verfahren ist besonders für Bleche oder dünnwandige Werkstücke geeignet. Bei dieser Untersuchung werden nur zwei Längenmessungen durchgefügt, diese erfolgen zu Beginn und am Ende des äußeren Eingriffes. Dort werden die Verformungsänderungen beim Werkstoffabtrag bestimmt, die mit einem Dehnungsmessstreifen registriert werden. Diese beiden Messwerten dienen zur Ermittlung einer Formänderung und einer anschließenden Berechnung der Spannungsänderung [1].

Zerstörungsfreie Messmethoden:

- Ultraschall:

  Die beobachtete Schallwellengeschwindigkeit der longitudinalen Welle im Stahl lässt sich durch Zugspannung verringern und durch Druckspannung vergrößern. Die Schallgeschwindigkeiten können jetzt als ein Maß für die Eigenspannung benutzt werden. Ein Vorteil dieser Messung besteht darin, eine sehr schnelle und relativ einfache Untersuchung eines Objektes durchzuführen. Der Nachteil dieser Messung besteht darin, dass die Geschwindigkeitsänderung im Promillbereich liegt, so dass die Laufzeit und die Schallgeschwindigkeit genau gemessen werden müssen [4].

- Röntgendiffraktion:

  Bei der Untersuchungsmethode mit Röntgenstrahlen wird die Probe mit einem monochromatischen Röntgenstrahl bestrahlt. Es werden die Änderungen der Netzebenabstände d_{hkl} betrachtet. Durch Benutzung des Hooke'schen Gesetzes und dem Gesetz nach Bragg können die Eigenspannungen berechnet werden. Der Nachteil der Messmethode ist das nur durch Benutzung hochenergetischer Röntgenstrahlung eine geeignete Tiefenauflösung erzielt werden kann.

- Neutronendiffraktion:

  Die Neutronendiffraktion basiert auf dem gleichen Prinzip wie die Röntgendiffraktion. Neutronen haben jedoch für viele Materialien eine 1000-fach größere Eindringtiefe. Damit werden zerstörungsfreie Untersuchungen im Materialinneren ermöglicht.

2.6.2 Bestimmung der Eigenspannung mittels Diffraktion

Die Folgende Beschreibung richtet sich nach [2]. Die Eigenspannungen können nur indirekt durch das Messen des Netzebenenabstandes ermittelt werden. Die Messung wird über eine Diffraktionsmessung vollzogen. Als erstes muss die Bragg-Bedingung umgeformt werden.

Von $2 \cdot \sin(\Theta_{hkl}) \cdot d_{hkl} = n \cdot \lambda \quad \rightarrow \quad d_{hkl} = \frac{n \cdot \lambda}{2 \sin(\Theta hkl)}$ (2.5)

Bei der Verwendung von monochromatischer Synchrotronstrahlung ergibt sich durch Messung des 2Θ Winkels eine Interferenz der Netzebenenabstände und der reflektierten Netzebenenscharen. Jede Interferenzlinie eines Diffraktogrammes kann einer Netzebenenschar und den dazugehörigen Netzebenenabstand zugeordnet werden (Abb. 8).

Die Richtung , in der der Netzebenenabstand bestimmt wird, steht auf den Netzebenscharen senkrecht. Durch das Einwirken mechanischer Spannungen werden die Netzebenenabstände d_{hkl} verändert. Somit verändern sich auch die Bragg-Winkel 2Θ, so dass sich die Interferenzlinien verschieben (Abb. 9).

Der Netzebenenabstand im spannungsfreien Zustand wird mit d_0 und Θ_0 beschrieben. Δd bezeichnet die jeweilige Änderung aufgrund einer Spannung.

$$\Delta d = d - d_0 \qquad (2.51)$$

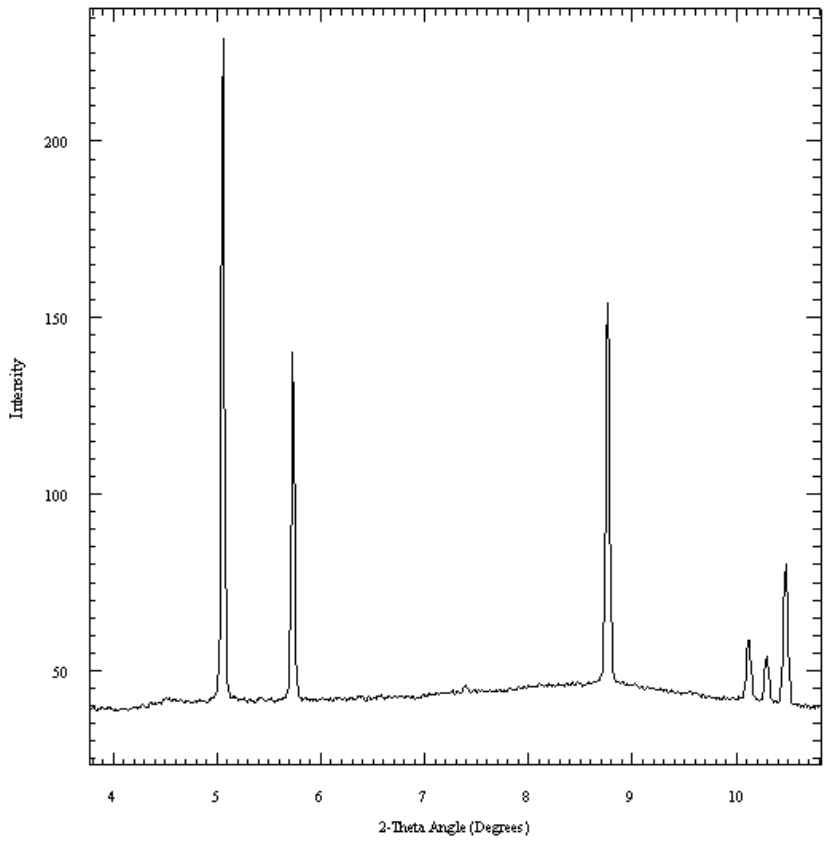


Abb. 8: Diffraktogramm einer Fe-Probe bei der Wellenlänge 0.1944 Å

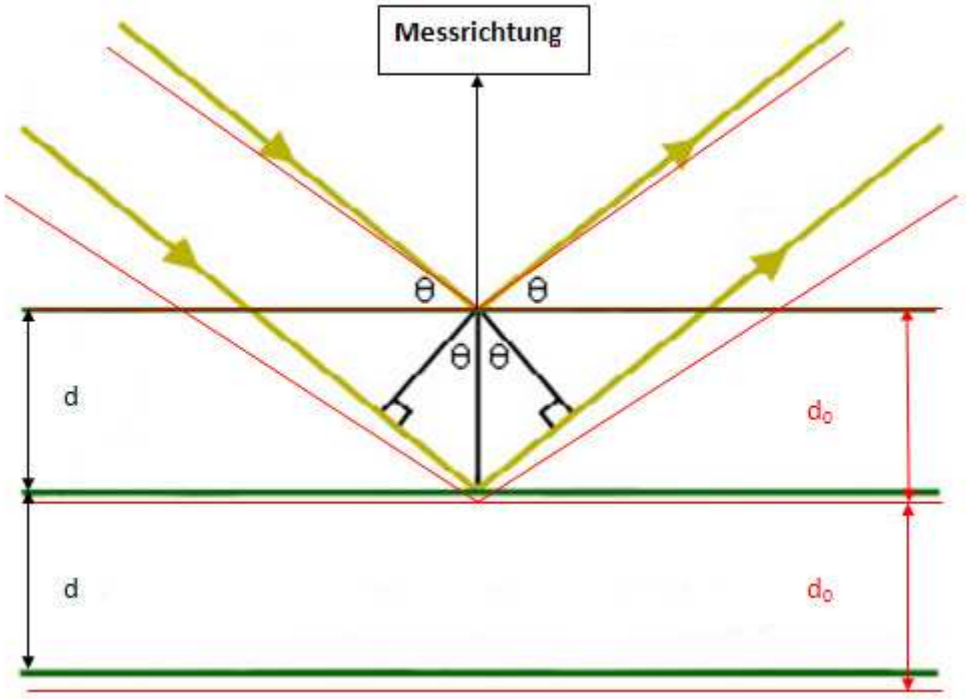


Abb. 9: Reflexion an einer Netzebenenschar des Kristalls mit Bragg-Winkel Θ, verspannter Netzebenabstand d , unverspannter Netzebenabstand d_0

Eine Bestimmung von d_0 kann auf mehreren Wegen geschehen. Eine Variante wäre eine spannungsfreie Probe zu messen. Im vorliegenden Fall war dies nicht möglich, da nur eine Probe zur Verfügung stand. Eine weitere Möglichkeit wäre das Spannungsarmglühen. Bei einer solchen thermischen Behandlung zur Bestimmung eines Referenzwerts muss jedoch oftmals mit Komplikationen gerechnet werden. Da sich der Gitterparameter durch Verschmutzung oder Phasenumwandlungen simultan zum Abbau der Spannungen ändern kann, ist eine Verfälschung des Ergebnisses möglich. Eine solche Änderung in d_0 wirkt sich aus, ob eine Druck- oder Zugspannung vorhanden wäre und kann so die Messung verfälschen.

Wenn nun keine spannungsfreie Probe vorhanden ist, können in manchen Fällen Randbedingungen ausgenutzt werden, um den spannungsfreien Gitterparameter zu bestimmen. Die Dehnung ε in Messrichtung (Abb. 9) bezüglich eines festen Probenvolumens berechnet sich aus:

$$\varepsilon = \frac{(d - d0)}{d0} = \frac{\Delta d}{d0} \qquad (2.52)$$

Um die Spannungen in drei aufeinander senkrecht stehenden Richtung zu bestimmen ist es nötig, die Dehnungskomponenten in den drei Richtungen ε_X, ε_Y und ε_Z zu messen. Mit Hilfe des Hooke'schen Gesetzes können diese Dehnungskomponenten dann durch die Spannungskomponenten ausgedrückt werden [3]. Dabei treten in der allgemeinen Grundgleichung der Röntgenstreuung sogenannte röntgenographische Elastizitätskonstanten (REK) s_1 (hkl) und ½ s_2 (hkl) auf und können beschrieben werden durch:

$$s_1\,(hkl) = \frac{-\upsilon}{E} \quad \text{und} \quad \tfrac{1}{2}\, s_2\,(hkl) = \frac{1+\upsilon}{E} \qquad (2.53)$$

Wobei E der Elastizitätsmodul ist und die Poissonzahl ν ein Maß für die Querkontraktion ist [6] [11].

Bei der Untersuchung dünner Bleche kann die Spannungskomponente in Normalenrichtung, z.B. σ_z, als Null angenommen werden (ebener Spannungszustand). Dadurch ergeben sich die beiden Gleichungen:

$$\sigma_T = \frac{E}{1-\nu^2} \left[\varepsilon_{T} + \nu \cdot \varepsilon_L \right] \tag{2.54}$$

$$\sigma_L = \frac{E}{1-\nu^2} \left[\varepsilon_{L} + \nu \cdot \varepsilon_T \right] \tag{2.55}$$

ε_T und ε_L sind die Dehnungen in transversaler und longitudinaler Richtung, wobei von der Untersuchung einer Schweißnaht ausgegangen wurde. Die Gleichungen 2.54 und 2.55 beschreiben dann die Spannung in transversaler (quer zur Schweißnaht) und longitudinaler (längs zur Schweißnaht) Richtung.

2.6.3 Intergranulare Spannungen

Für die Bestimmung makroskopischer Eigenspannungen ist es wichtig, nur bestimmte Netzebenenabstände d_{hkl} zu untersuchen. Das liegt daran, dass die Dehnung sowie das E-Model eine Richtungsabhängigkeit im Kristall besitzen. Daher sind einige Netzebenen anfälliger für Mikrospannungen als andere.

In der Tabelle 6 sind für verschiedene Werkstoffe die Netzebenen mit großen und kleinen intergranularen Spannungen aufgelistet.

Werkstoff	kleine Intergranulare Spannungen	große intergranulare Spannungen
Ni, Cu (fcc)	111,311,422	200
Al (fcc)	111,311,422,220	200
Fe (bcc)	110,211	200
Ti (hcp)	$10\bar{1}2$	$0002,10\bar{1}2,11\bar{2}0$

Tabelle 6: Netzebenen mit großen und kleinen intergranulare Spannungen [2]

In einen mehrphasigen Werkstoff kompensieren sich Mikrospannungen in den verschiedenen Phasen untereinander. Intergranulare Mikroeigenspannungen kompensieren sich zwischen den verschieden orientierten Kristallgruppen. Nur Körner mit bestimmten Orientierungen tragen jedoch zur Beugungsbedingung bei. Das hat zu Folge, dass in einem Beugungsexperiment die Summe aus Mikrospannungen und Makrospannungen bestimmt wird. Daher sollte die Netzebene so gewählt werden, dass der Einfluss der intergranularen Spannungen möglichst gering ist.

3. Konische Blenden

3.1 Beschreibung der konischen Blenden

Mit den konischen Blenden wird eine tiefenaufgelöste Eigenspannungsmessung vorgenommen. Es wurden zwei unterschiedliche konische Blenden verwendet, eine für kubische und eine für hexagonale Kristallgitter. Der Unterschied der beiden konischen Blenden besteht darin, dass jeweils sieben Schlitze zu bestimmten Diffraktionswinkeln gehören, wobei sich die Radienverhältnisse je nach Gittertyp unterscheiden.

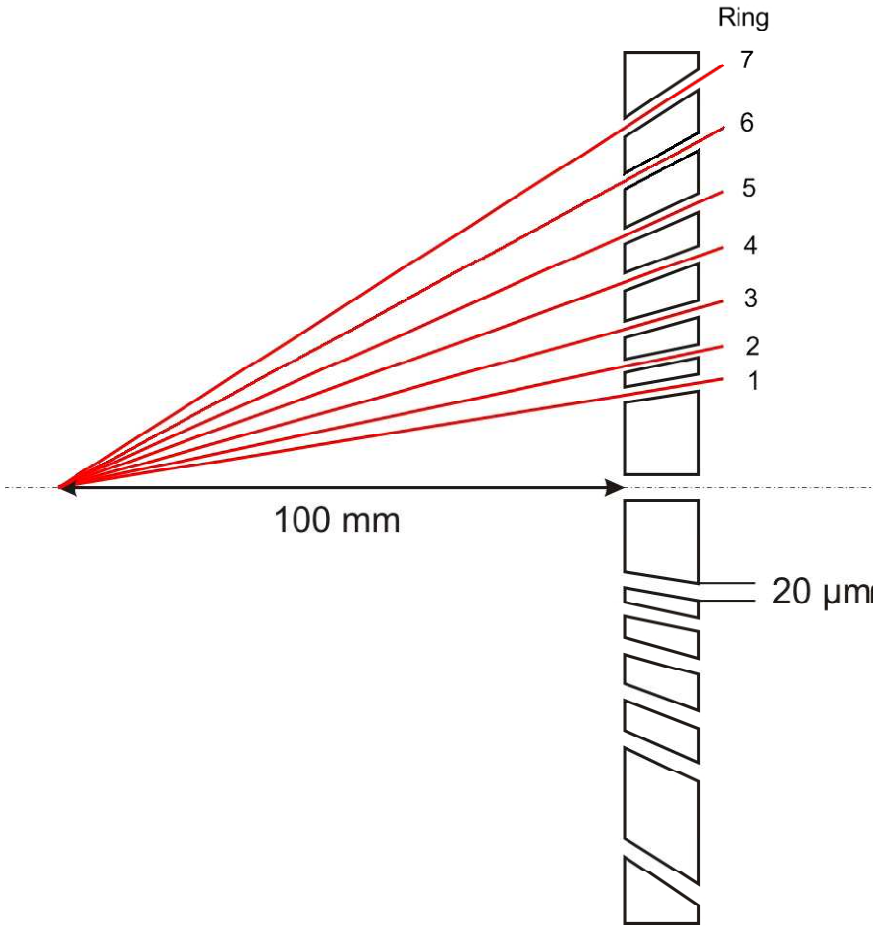
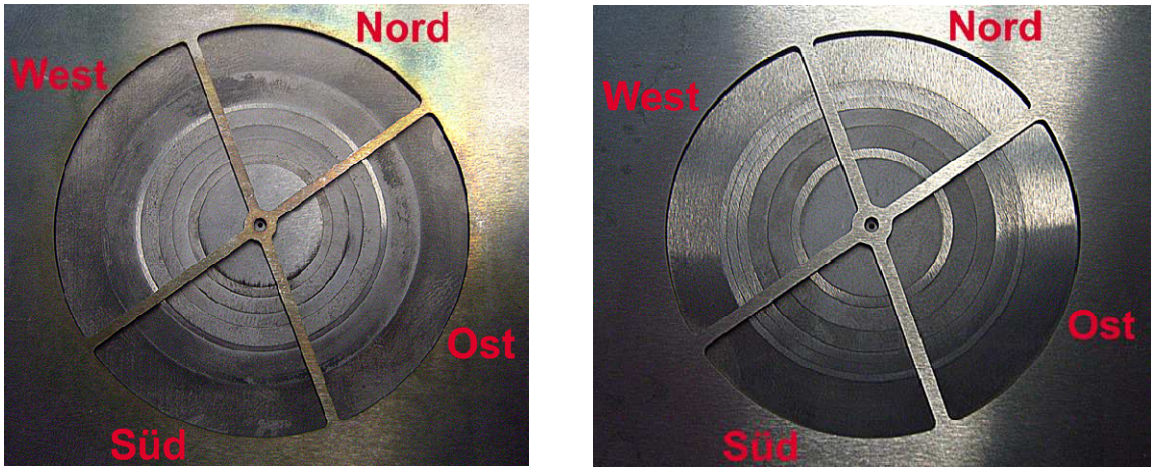


Abb. 10: Schematische Darstellung einer konischen Blenden [2] [12]

Die Radien der Schlitze in den konischen Blenden richten sich nach:

- Netzebenabstände d_{hkl}
- Aufbau der Kristallstruktur
- Energie der Synchrotronstrahlung

Die konischen Blenden wurden aus 2 mm starkem Wolframkarbid hergestellt, da dieses Material ein sehr hohes Z besitzt und damit ein sehr guter Absorber für die Röntgenstrahlung ist.



(a.)Kubische Blende (b.) hexagonale Blende

Abb. 11: Konische Blenden [2] [9]

Die Schlitze der konischen Blenden wurden mittels Drahterosion hergestellt. Das Erodieren ist ein thermisches Abtragungsverfahren für Materialien, die leitend sind. Es wird ausgenutzt, dass ein elektrischer Endladevorgang zwischen Elektrode und den zu bearbeitendem Material stattfindet. Es ist notwendig, das zu bearbeitende Material in einer nicht leitenden Flüssigkeit zu erodieren. Um das Erodieren zu starten, wird eine Hochspannung zwischen den Werkstück und den Elektrode angelegt. Anschließend wird die Elektrode an das Werkstück herangeführt, bis sich ein Funken bildet, der das Material punktförmig zum Schmelzen und Verdampfen bringt.

Die Schlitze in den konischen Blenden können nicht als Ganzes erodiert werden, da es entscheidende Probleme gibt:

- es gibt keine Drähte, die dünn genug wären
- wenn es so dünne Drähte gäbe, wäre der Kurzschluss-Strom zu groß und der Generator würde überlastet
- Die Verfahrgenauigkeit der Probe oder des jeweiligen Drahtes ist zu gering

Die konische Blende besteht aus acht einzeln angefertigten Teilen, wie in (Abb. 12) beispielhaft für eine wesentlich dickere Blende zu sehen ist. Die Einzelteile wurden in einen Metallrahmen mit zwei Stegen zusammengesetzt [2]. Sie besitzt außerdem in der Mitte eine Bohrung von 50 µm, welche zur Vorjustierung der Blende dient. Die verwendeten konischen Blenden wurden durch das Institut für Mikrotechnik in Mainz [5] hergestellt. Eine lichtmikroskopische Untersuchung [2] hatte ergeben, dass die Soll-Schlitzebreite von 20 µm sehr gut eingehalten wurden.

Abb. 12: Einzelteile einer konischen Blende [5]

Um die Diffraktionswinkel zu bestimmen, werden die Radien aus den Messprotokollen von [5] verwendet. Über Geometrische Verhältnisse können die Diffraktionswinkel bestimmt werden. Die Winkel werden wie folgt aus den Radien der Innen- bzw. Außenseite der Blende berechnet:

innere Diffraktionswinkel	äußere Diffraktionswinkel
$2\Theta = \arctan\left(\frac{R2-R1}{2}\right)$	$2\Theta = \arctan\left(\frac{R4-R3}{2}\right)$

Tabelle 7: Diffraktionswinkel innen und außen

Es wird aus den beiden Diffraktionswinkeln der Mittelwert gebildet und in der Tabelle 8 dargestellt:

Kubische Blende				Hexagonale Blende		
Ring	Diffraktionswinkel °	fcc (hkl)	bcc (hkl)	**Ring**	Diffraktionswinkel °	hex (hkl)
1	5,469 ±0,043	111	110	**1**	5,129 ± 0,043	$10\bar{1}0$
2	6,376 ± 0,014	200		**2**	5,725 ± 0,043	
3	7,871 ± 0,014		200	**3**	7,463 ± 0,028	
4	9,062 ± 0,056	220		**4**	8,853 ± 0,014	$11\bar{2}0$
5	10,606 ± 0,042	311		**5**	9,648 ± 0,000	
6	11,062 ± 0,000	222	220	**6**	10,412 ±0,014	$11\bar{2}2$
7	14,023 ± 0,094	331		**7**	10,951 ± 0,055	

Tabelle 8: Berechnung der Diffraktionswinkel aus dem Messprotokoll des Herstellers [2]

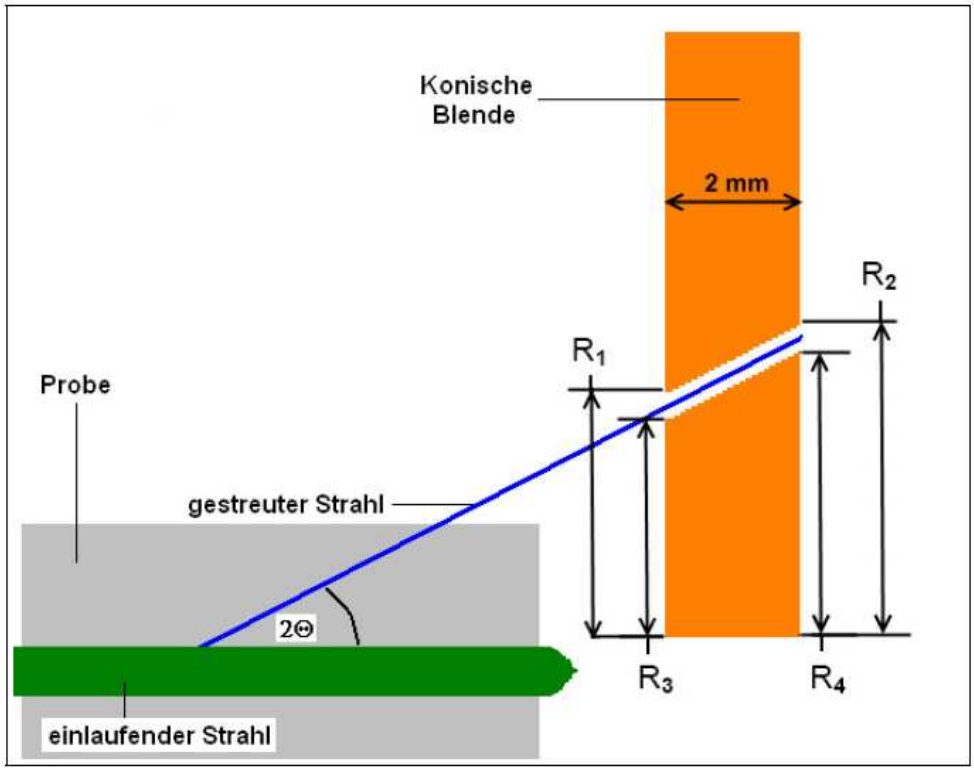


Abb. 13: Darstellung eines Schlitzes der konischen Blende [2]

3.2 Tiefenauflösung

Die Tiefenauflösung, die mit einer konischen Blende erzielt werden kann, ist abhängig von den folgenden Punkten:

- Schlitzbreite
- Diffraktionswinkel
- Strahlbreite
- Energiebreite
- Divergenz des Strahles

Die ersten beiden Punkte können nicht mehr verändert werden, da Sie bei der Herstellung der konischen Blende vorgegeben wurde. Die Schlitzbreite beträgt 20 µm. Je größer der Diffraktionswinkel und je kleiner die Schlitz sind, desto besser ist die Tiefenauflösung. Die Breite des Röntgenstrahls kann frei eingestellt werden.

Die Energiebreite des Strahls hängt vom verwendeten Monochromator ab. Bei HEMS wird zur Zeit ein einziger Doppelmonochromator mit Si Kristallen verwendet, der den verfügbaren Fluss optimiert. Daher kann die Energiebreite im Experiment nicht variiert werden. Die Tiefenauflösung verschlechtert sich, wenn die Energiebreite des Strahls zunimmt. Die Divergenz des Strahls ist im Wesentlichen von den Eigenschaften der Quelle bestimmt. An der Undulator-Beamline HEMS ist die Strahldivergenz sehr gering und der Einfluss auf die Tiefenauflösung daher vernachlässigbar.

In der folgenden Abb. 14 ist schematisch die Tiefenauflösung dargestellt. Dabei wird sowohl einfallender als auch gebeugter Strahl als parallel angenommen. Dieser Fall entspricht einer vernachlässigbaren Divergenz und Energiebreite ($\Delta E = 0$) des Primärstrahls. Diese rein geometrische Tiefenauflösung im idealen Fall ist durch die Breite der konischen Schlitze und die Strahlbreite gegeben. Die Dicke der Blende muss dabei nicht beachtet werden, da der gebeugte Strahl keine Divergenz aufweisen soll.

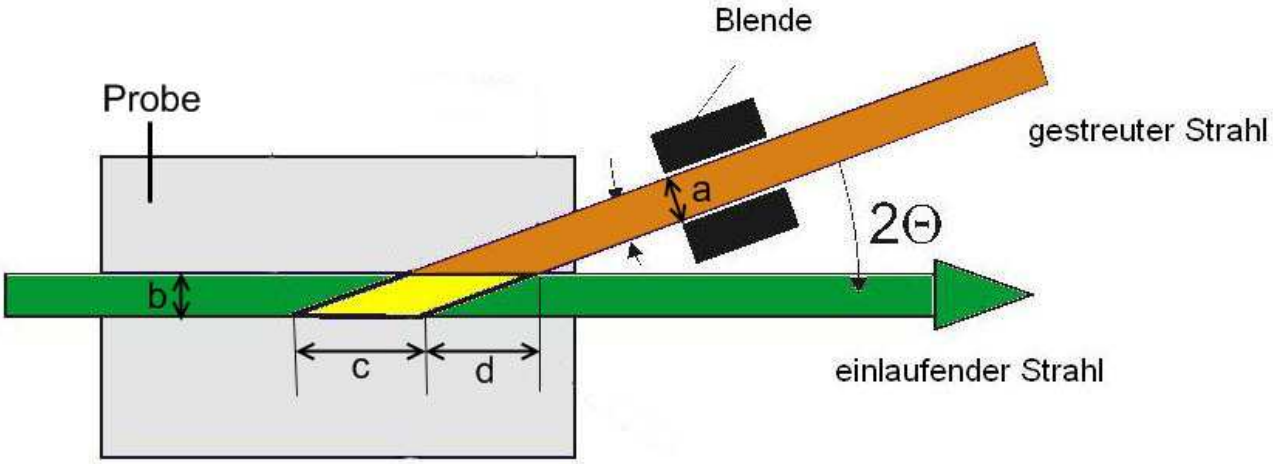


Abb. 14: Darstellung der Tiefenauflösung [9]

Die folgenden Rechenschritte richten sich nach [9]. Die geometrische Tiefenauflösung kann bestimmt werden durch:

$$\sin(2\Theta) = \frac{a}{c} \quad \rightarrow C = \frac{a}{\sin(2\theta)} \tag{3.1}$$

$$\tan(2\Theta) = \frac{b}{d} \quad \rightarrow d = \frac{b}{\tan(2\theta)} \tag{3.2}$$

Für die Tiefenauflösung folgt daraus:

$$\Delta x = c + d = \frac{a}{\sin(2\theta)} + \frac{b}{\tan(2\theta)} = \frac{a + b\cos(2\theta)}{\sin(2\theta)} \quad (3.3)$$

In dieser Gleichung sind a die Schlitzbreite und b die Strahlbreite.

Ring Nr.	Diffraktionswinkel 2Θ [°]	Schlitzbereite a [µm]	Strahlbreite b [µm]	Tiefenauflösung Δx [mm]
1	5,469	20	150	1,77
1	5,469	20	100	1,25
1	5,469	20	50	0,73
1	5,469	20	20	0,42

Tabelle 9: Geometrische Tiefenauflösung für den ersten Ring in Abhängigkeit von der Strahlbreite

In der Realität ist die Energiebreite $\Delta E \neq 0$. Das hat zur Folge, dass sich die Tiefenauflösung vergrößert, da nicht alle Photonen unter den gleichen 2-Θ-Winkeln gestreut werden. Die Tiefenauflösung für kleine und große Energiebreiten ist in Abb. 15 schematisch dargestellt:

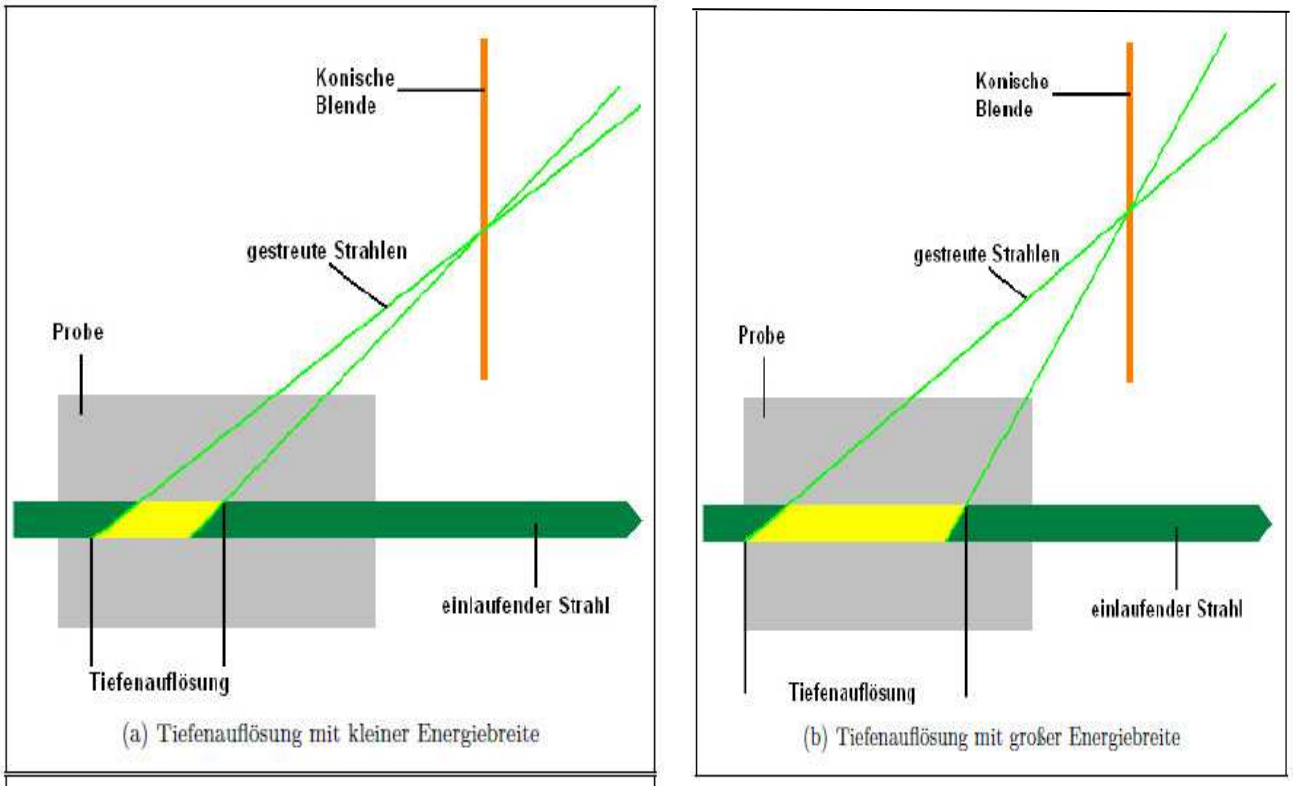


Abb. 15: Schematische Darstellung für verschiedene Energiebreiten bezogen auf die Tiefenauflösung [2]

3.3 Justagestrategie

Für die Justage der Blenden sind 5 Freiheitsgrade notwendig:

- 3 translatorische x, y, z und
- 2 rotatorische u, v, w

Die Blende muss in diesen Achsen relative zum Primärstrahl ausgerichtet werden, damit die gebeugten Sekundärstrahlen die konischen Schlitze passieren können. Durch die Verwendung eines Hexapods wird diese Arbeit deutlich erleichtert. Ein Hexapod ist ein Präzisions-Parallel-Kinematik Mikropositionierer mit Controller, der für komplexe Positionier-Aufgaben gedacht ist. Der Hexapod wird von sechs hochauflösenden Aktoren, die alle direkt mit der gleichen beweglichen Plattform verbunden sind, angetrieben. Diese bieten eine hohe Steifigkeit. Wegen der geringen Masse der bewegten Plattform können Positionierungen mit weit geringeren Einschwingzeiten als bei herkömmlichen, gestapelten Mehrachssystemen durchgeführt werden. Die Wiederhol-Genauigkeit des verwendeten Hexapods beträgt in Translation ±0,5 µm und in Rotationsrichtungen ±6 µrad. Dadurch kann eine optimale Zentrierung der Blenden im Strahl gewährleistet werden. Insbesondere können Dehnungen um beliebige Achsen durchgeführt werden. Es wurde die Justierstrategie von [2] angewandt und an die bestehenden Faktoren angepasst. Die ersten Schritte dienen der Einstellung des verwendeten Strahls, die weiteren Schritte der eigentlichen Justierung der konischen Blende:

1. Die konische Blende wird im Fokus 100 mm hinter der Probe aufgebaut

2. Es werden im DCLM die Laue-Kristalle so eingestellt, dass die gewünschte Soll-Energie erreicht wird. Hierzu wird im letzten Schritten eine Rocking-Kurve des zweiten Monochromatorkristalls aufgenommen und auf das Intensitätsmaximum eingestellt. Als Besonderheit am Undulator muß auch der Undulator-Spalt optimiert werden.

3. Die zur Strahlbegrenzung verwendeten Blenden werden zunächst so eingestellt, dass der genutzte Strahl im Intensitätsmaximum liegt. Dies wird durch scannen der Blenden in horizontaler und vertikaler Richtung mittels einer Diode überprüft. Dies ist die erste Begrenzung des Strahls auf z.B. 200x200 µm².

4. Der zur Messung verwendete Strahl wird durch eine weitere Blende definiert. Diese muss präzise in Position und Öffnung, sowohl in horizontaler als auch in vertikaler Richtung, eingestellt werden. Dies geschieht wiederum mittels einer Diode hinter der Blende.

5. Mit einer dünnen Probe, z.B. einem Eisenblech, jedoch ohne die konischen Blenden, kann zunächst der Abstand zum Flächendetektor (Mar 345 Image Plate) so eingestellt werden, dass die wesentlichen Beugungsringe auf dem Detektor zu sehen sind.

6. Dann wird die konische Blende in den Strahl gebracht. Der erste Schritt ist die Positionierung in x und z (Abb. 16). Dies geschieht am einfachsten mit Hilfe der Strahlung, die durch die zentrale Bohrung gelangt. Die Intensität der Synchrotronstrahlung wird hinter der Bohrung mit einer Diode gemessen, während die Blende entlang der z- und x-Achse bewegt wird. Dazu wird eine Strahlgröße verwendet, die der Bohrung entspricht, also ca. 50 µm. Die Blende wird schließlich auf die Position gestellt, bei der die maximale Intensität gemessen wurde.

7. Der zweite Schritt in der Justierung der konischen Blende ist die Ausrichtung der Orientierung der Blende relative zum Primärstrahl. Die geschieht durch Drehung um zwei Achsen. Der Hexapod bietet die Möglichkeit, die Drehachse dabei in den Fokuspunkt der konischen Blende zu legen. So wird bei der Drehung der Fokuspunkt nicht aus dem Primärstrahl herausgedreht. Die Definition der Drehachse geschieht über den sogenannten Pivot-Punkt. Anschließend wird um die Achsen v und w rotiert, wobei eine Serie von Bildern mit dem Flächendetektor aufgenommen wird. Wenn nun auf den Detektor möglichst homogene Diffraktionsringe erkannt werden, ist die konische Blende justiert und kann verwendet werden.

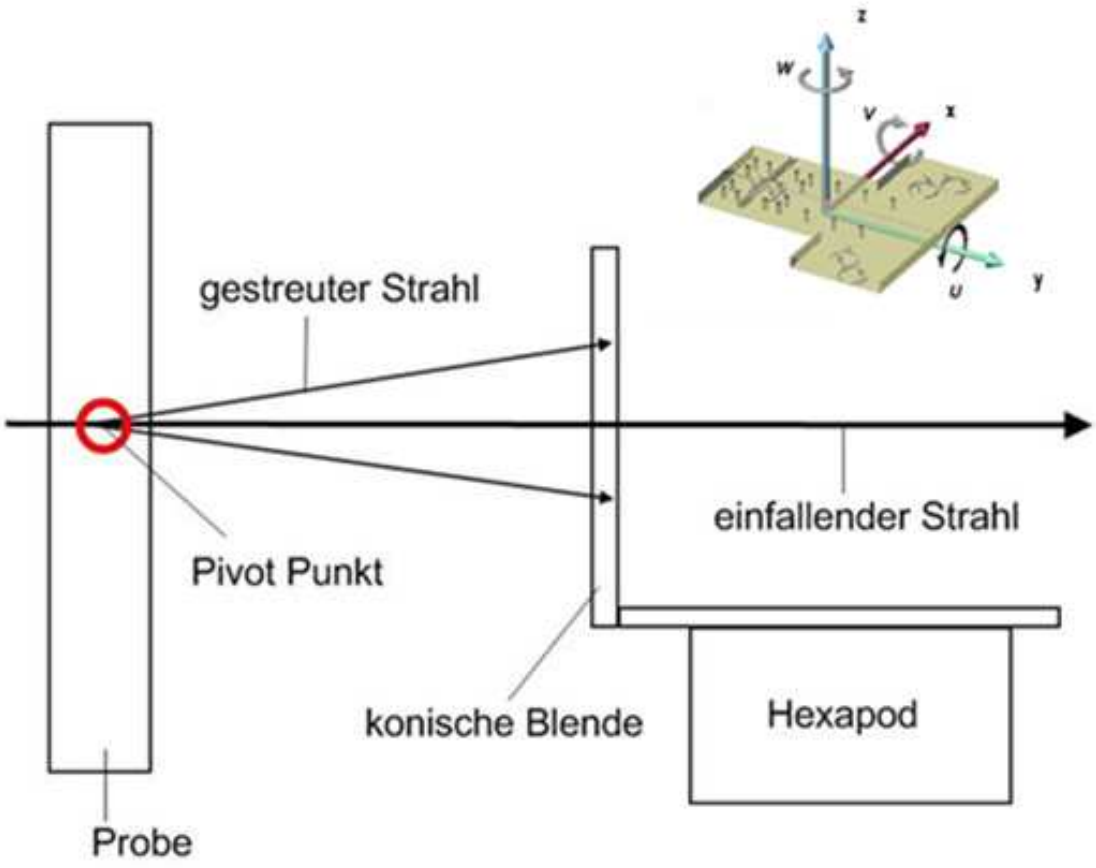


Abb. 16: Schematischer Aufbau der konischen Blende mit Lage Pivot-Punktes [2]

4. Durchführung und Auswertung

4.1 Das Probensystem

Die Probe zur Untersuchung einer Laserschweißnaht wurde vom Institut für Werkstoffforschung des HZG zu Verfügung gestellt. Sie besteht aus zwei feinkörnigen Stahlblechen, die mittels einer Laser Punkt-Schweißung verbunden wurde. Das Besondere an der Laser-Punktschweißung ist die Brezel-Form, die zur Optimierung von Ermüdungs-Eigenschaften entwickelt worden war. Die Verbindung ist als Überlapp-Schweißnaht ausgeführt. Die Probe hat eine Länge von 40 cm, die einzelnen Bleche sind 2 mm dick (Abb. 17).

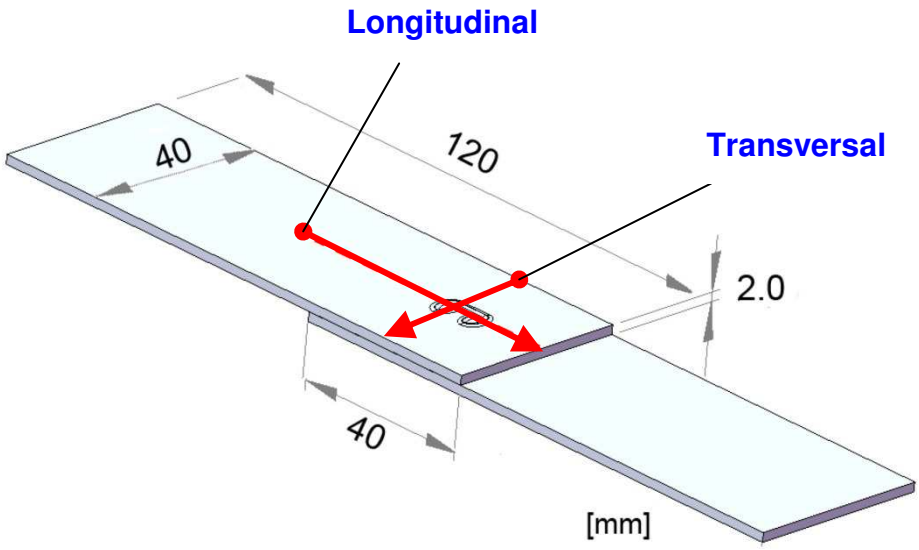


Abb. 17: Probe mit Laserschweißnaht in Brezelform

In dieser Diplomarbeit wurde die oben beschriebene Brezel-Schweißnaht aus Stahl untersucht (Abb. 18).

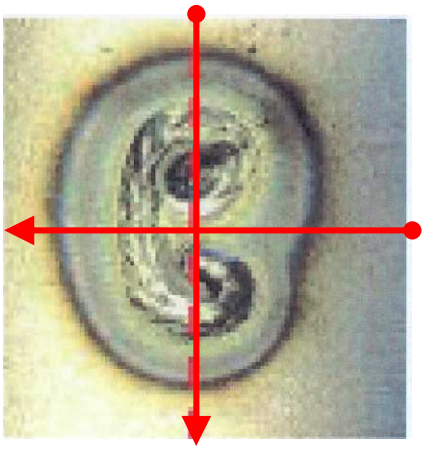


Abb. 18: Lasergeschweißte Brezel-Schweißnaht mit den Messrichtungen wie in Abb. 17 zu sehen ist

4.2 Versuchsaufbau und Durchführung

Das Helmhotz-Zentrum Geesthacht betreibt eigene Beamlines bei DESY, darunter die **H**igh **E**nergy **M**aterial **S**ience Beamline (HEMS). Die Abb. 19 zeigt den Aufbau von HEMS. Der Synchrotronstrahl wird mittels eines Undulators erzeugt, der sich vor der Optics Hutch (OH1) im Speicherring befindet. Undulator sind meterlange Spezialmagnete, die aus einer Folge von sich abwechselnden Nord- und Südpolen bestehen. Beim Undulator ist die Synchrotronstrahlung um mehrere Größenordnungen ,,heller'' als bei einem Ablenkmagneten, da sich die Wellenzüge konstruktiv überlagern und dabei gegenseitig verstärken. In der OH1 befindet sich ein **D**ouble **C**rystal **L**aue **M**onochromator (DCLM), mit dem die Energie des für die Experimente verwendeten Röntgenstrahls eingestellt wird. Ein weiterer **S**ingle **B**ounce **M**onochromator (SBM) kann für die Seitenstation in der Experimental Hutch1 (EH1) verwendet werden.

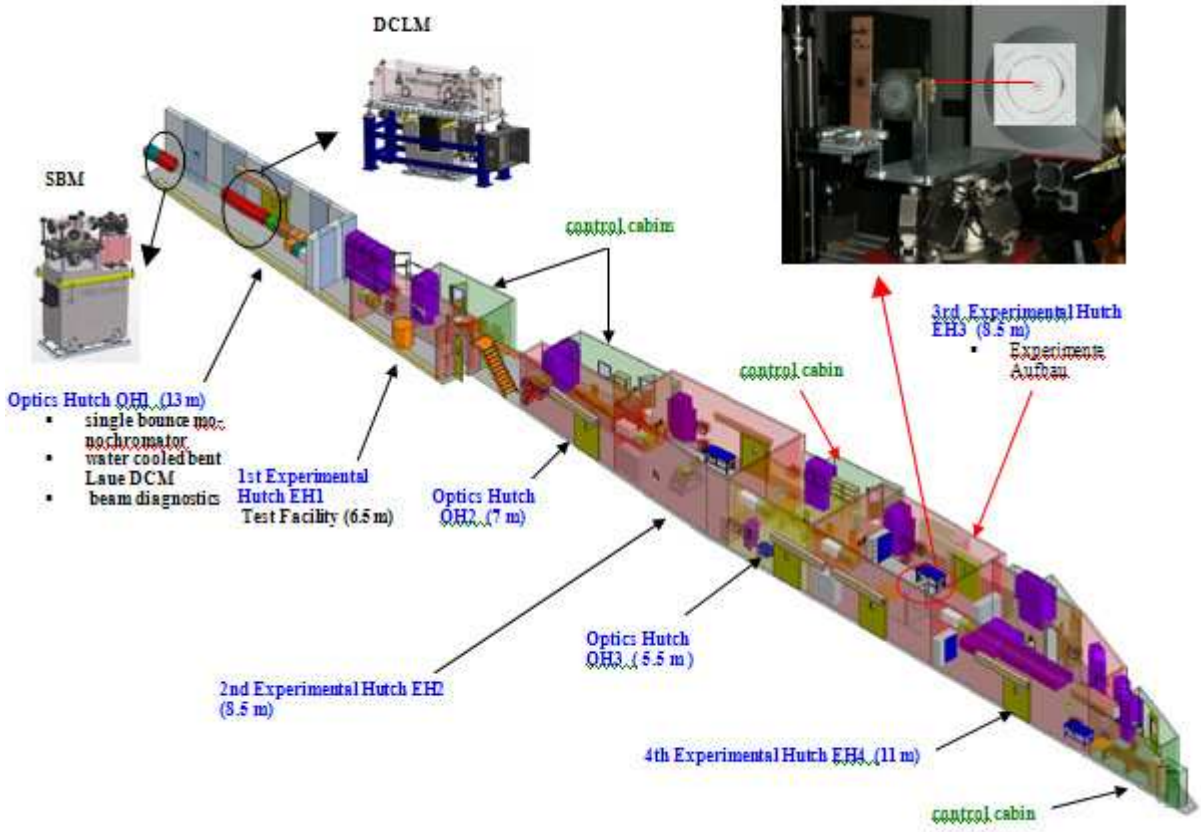


Abb. 19: Die Abbildung zeigt den Schematischen Aufbau der HEMS-Beamline.

Der im Hauptstrahl nutzbarer Energiebereich umfaßt ca. 50 keV bis 150 keV, insbesondere die hohen Energien eignen sich gut zur Untersuchung von Materialien, da solche Photonen in vielen Materialien eine hohe Eindringtiefe haben.

In der Abb. 20 ist der schematische Aufbau des Experiments mit den konischen Blenden zu sehen.

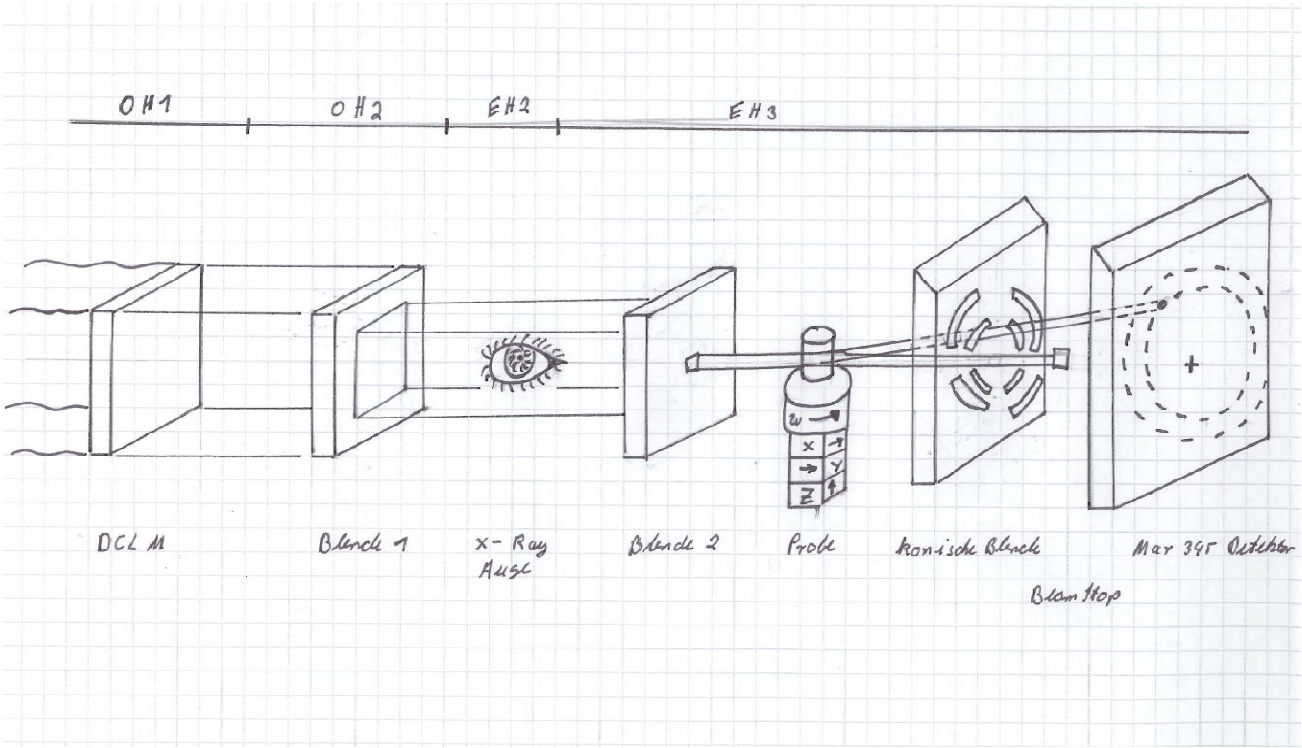


Abb. 20: Schematischer Aufbau des Experiments

Um die gewünschte Energie für den Synchrotronstrahl zu erhalten, müssen die beiden Laue Kristalle im DCLM entsprechend eingestellt werden. Das geschieht, indem der erste Kristall um eine vertikale Achse rotiert wird (Pitch1), um den der Energie entsprechenden Beugungswinkel einzustellen. Der zweite Kristall (Pitch2) wird anschließend parallel dazu ausgerichtet. Außerdem muss der Abstand zwischen den beiden Kristallen angepasst werden (Long1; Abb. 21).

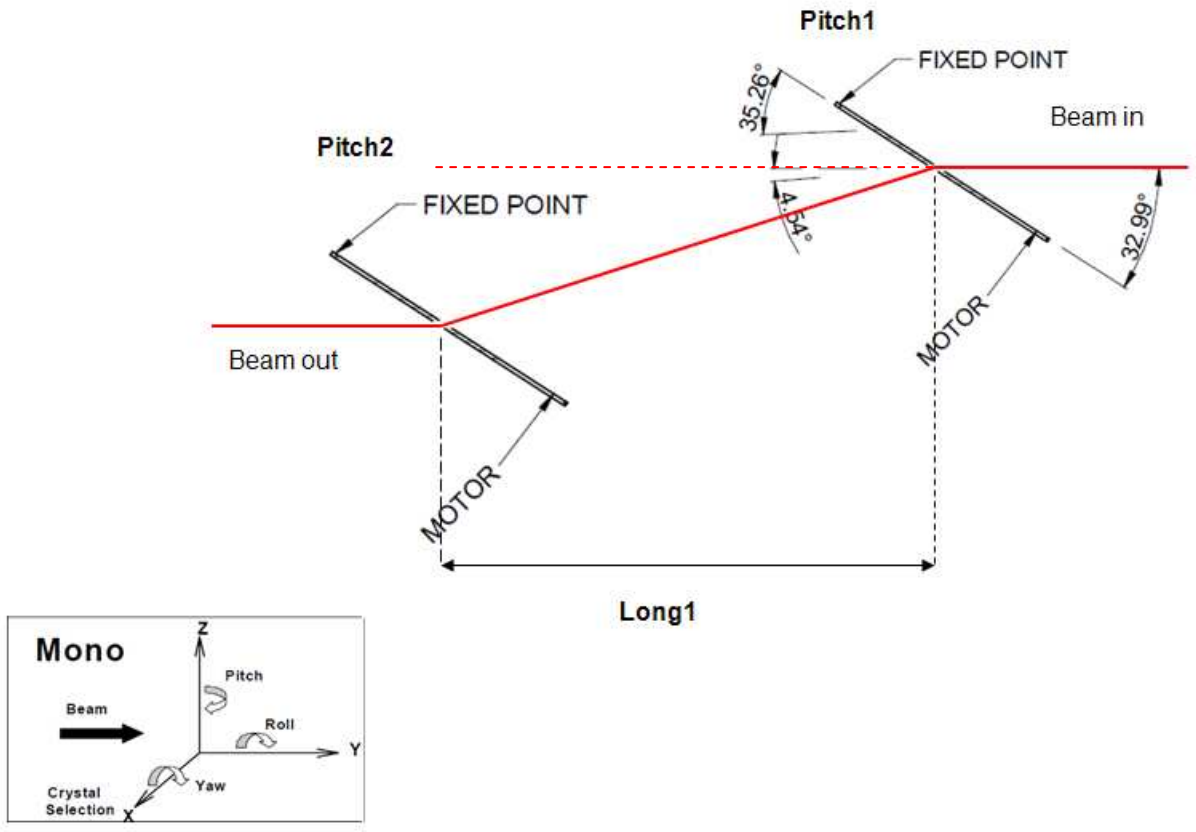


Abb. 21: Strahlführung im DCLM

Nun muss der Strahl aus der OH1 mittels Blenden auf eine bestimmte Strahlgröße begrenzt werden. Dies geschieht in der OH2. Die Blenden können durch horizontales sowie vertikales Verschieben der Öffnung den Strahl begrenzen (Abb. 22). In der Messung wurde die erste Begrenzung auf 200 µm x 200 µm Strahlgröße festgelegt. Der im Experiment genutzte Strahlquerschnitt wurde schließlich mittels weiteren Blenden in der EH3 definiert, z.B. auf 100 µm x 100 µm. So kann man die Abmessungen des Strahls bestimmen, der auf die Probe treffen soll.

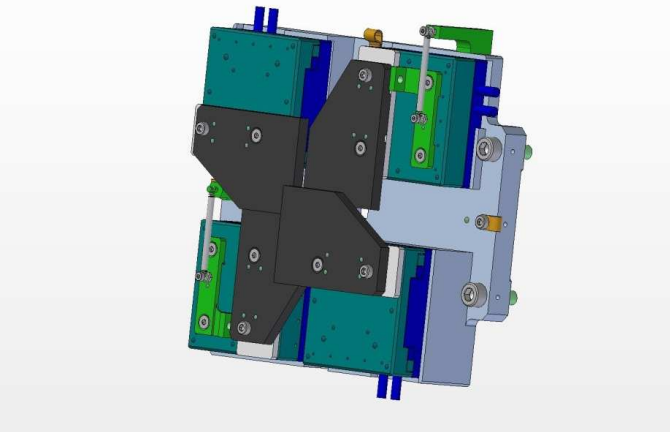


Abb. 22: Strahlpositionierung in den Blenden. Zu sehen sind vier einzelne Blendenbacken, die einzeln verfahren werden können, um den Strahl zu begrenzen.

Der Synchrotronstrahl, der nun auf die Probe trifft, wird an den Atomen der Kristallgitter gebeugt. Ein Teil des gebeugten Strahls geht anschließend durch die Schlitze der konischen Blenden hindurch, die auf dem Hexapod montiert ist. Der Teil, der auf die konischen Blenden selber trifft, wird absorbiert und gelangt somit nicht auf den Detektor.

Als Detektor wird eine Mar 345 Image Plate verwendet. Das Bildplatten-Material selbst ist empfindlich genug und somit für ein breites Spektrum an Röntgen-Photonen-Energien geeignet. Die Detektoren bestehen im Prinzip aus einer wiederbeschreibbaren Speicherfolie(Image Plate). Die Strahlungsintensität wird ausgelesen und elektronisch gespeichert. Wenn das Auslesen beendet ist, wird die Information in der Image Plate gelöscht und eine neue Messung gestartet.

Eigenschaft: - Speicherfolie:

Deponierte Energie wird auf Eu^{2+} übertragen
Folglich oxidiert das bestrahlte Bildmaterial zu Eu^{3+} und ein Elektron wird abgegeben
Das Elektron wird an einer Gitterleerstelle eingefangen (→ Farbzentren)

- aktive Fläche: Ø345 mm
- Auslesezeit: ca. 68 sec
- Pixelgröße: 150 µm

Um auswertbare Diffraktionmuster bei der Messung zu erhalten, muss darauf geachtet werden, dass es keine Überbelichtung des Detektors gibt. Die Belichtungszeiten lagen zwischen 1 s und 20 s.
Bei der Messung am Stahlblech, siehe Kapitel 5.1, betrug die Energie ca. 63,4keV bei der Messung am Magnesiumblech betrug die Energie ca. 50keV. Dies ist durch die Kristallstruktur in der Probe sowie durch die konische Blende vorgegeben. Der Abstand zwischen Probe und den Detektor betrug beim Stahlblech 835 mm und beim Magnesiumblech 839.5 mm.

Bei der Brezelschweißnaht im Stahlblech wurden drei Linien-Scans in Z-Richtung sowie in X-Richtung durchgeführt. Durch die mit Hilfe der konischen Blenden erreichte Tiefenauflösung konnten die drei Linien in unterschiedliche Tiefen des Materials gelegt werden (Abb. 23).

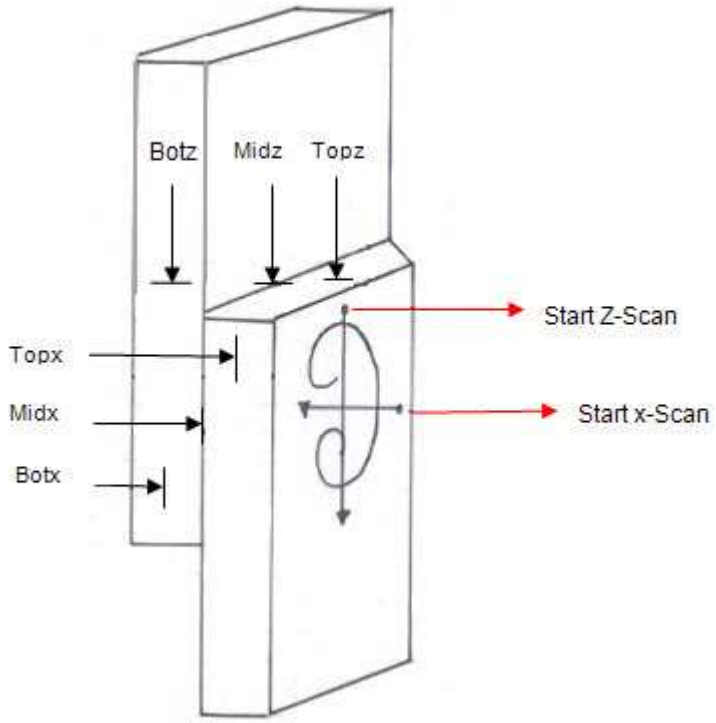


Abb. 23: Linien-Scans in Z- und X-Richtung in unterschiedlichen Tiefen

Die Brezelschweißnaht wurde in den Überlapp-Bereich von 4 cm mit einer Schrittweite von 200 µm untersucht. Da der Synchrotron-Strahl nur eine sehr kleine Divergenz besitzt, erfüllen nur relative wenig Körner die Beugungsbedingung, man spricht von einer „schlechten Kornstatistik“. Daher wurde die Schrittweite klein gewählt, um bei der Auswertung eventuell mehrere Bilder aufaddieren zu können. Außerdem wurde die Probe während der Belichtung des Detektors seitlich um 2 mm verfahren, um mehr Körner in das Meßvolumen zu bringen. Dies ist möglich, da in der transversalen Richtung keine hohe Ortsauflösung benötigt wird. In der Abb. 24 ist der Original-Aufbau des Experiments in der HEMS-Beamline abgebildet.

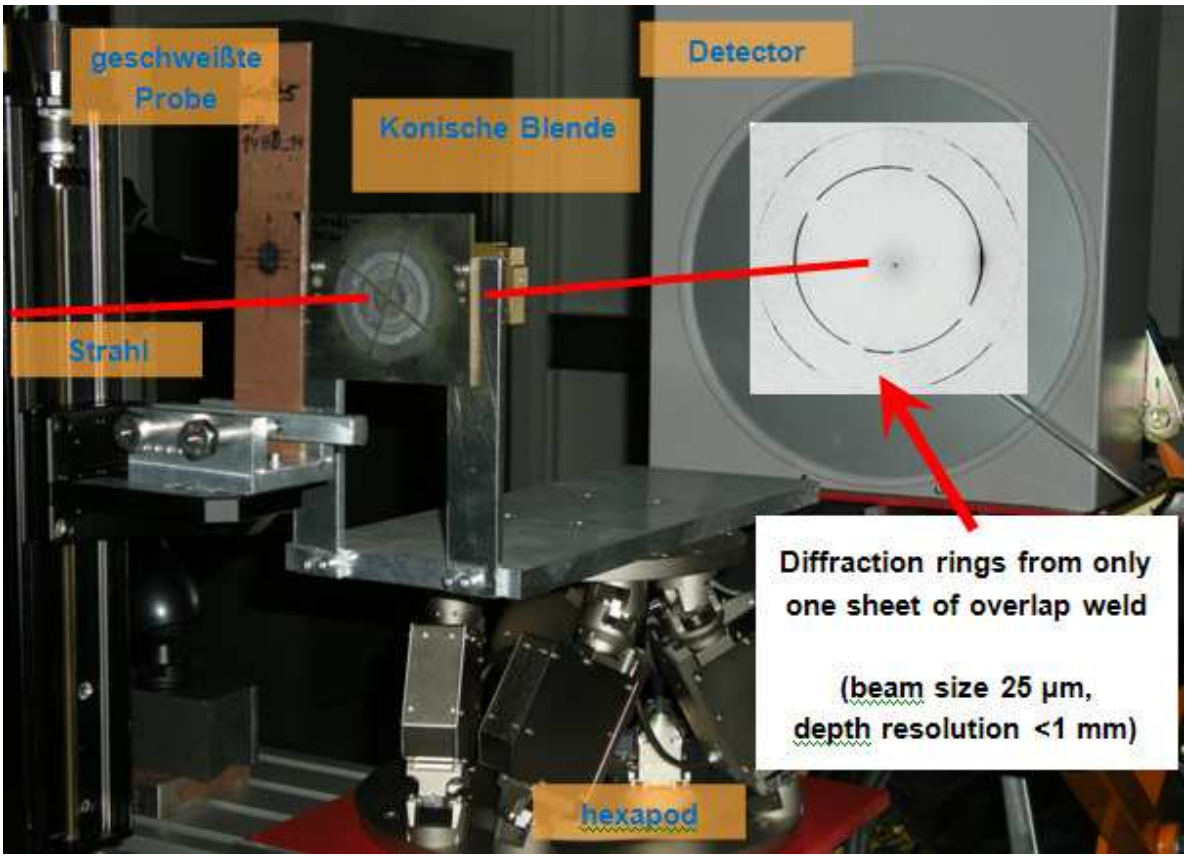


Abb. 24: Experimentaufbau in der EH3 an der HEMS-Beamline

Bei der Untersuchung des Mg-Blechs wurde erstmals die hexagonale Blende verwendet. Dazu wurde eine Folie aus reinem Mg mit einer Dicke von 0.5 mm verwendet. Es hat sich allerdings gezeigt, dass die Magnesiumfolie sehr grobkörnig ist und nur sehr wenige Beugungsreflexe auf dem Detektor zu beobachten sind, was die Auswertung schwierig macht. Um diesen Effekt zu mildern, würde auch die Mg-Probe während der Belichtung verfahren um so die Debye-Scherer-Ringe aufzufüllen. Der Experimentelle Aufbau ist der gleiche wie in der Abb. 24.

4.3 Auswertung

4.3.1 Erzeugen der Diffraktogramme aus den Detektorbildern

Mit der Software ,,Fit2d'' [2] wurde aus den Detektorbildern(Abb. 25a,b) Diffraktogramme erzeugt (Abb. 26). Im Folgenden werden die notwendigen Schritte zur Erzeugung der verschiedenen Diffraktogramme unter Verwendung von Fit2d vorgestellt:

a.) Zur Bestimmung der Tiefenauflösungen:

1. Über Input die jeweilige Datei auswählen
2. Über Optionen, Z-Scaling wird das zur Darstellung verwendete Farbschema eingestellt.
3. Mittels Beam Centre wird das Zentrum definiert, empfehlenswert ist dabei die ,,Two Klick''-Einstellung.
4. Im letzten Schritt wurde der jeweilige Beugungsring über einen Azimutal-Integration ausgewertet.

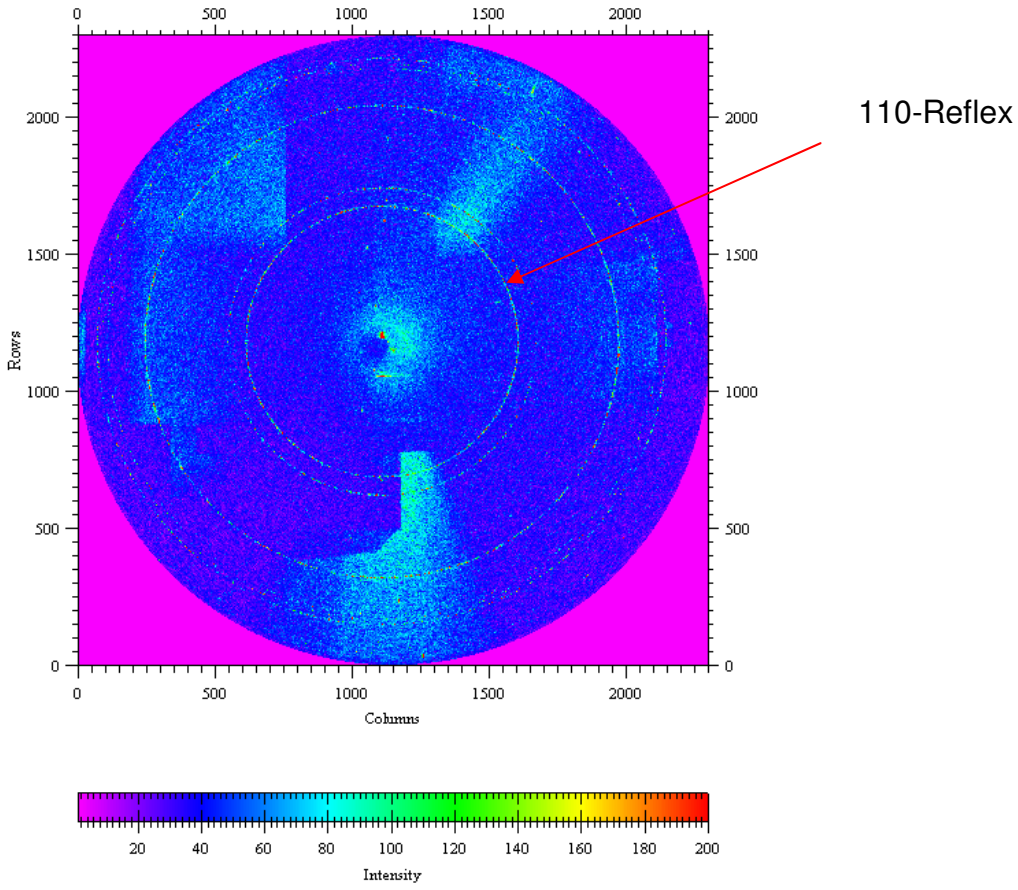


Abb. 25: a.) Aufnahme eines Detektorbildes

b.) Zur Bestimmung der Eigenspannungen:

1-3. Sind die gleichen Schritte wie bei der Tiefenauflösung

4. Im letzten Schritt wurden über CAKE die jeweiligen Sektoren der Beugungsringe ausgewählt. Anschließend wurden diese azimutal integriert.

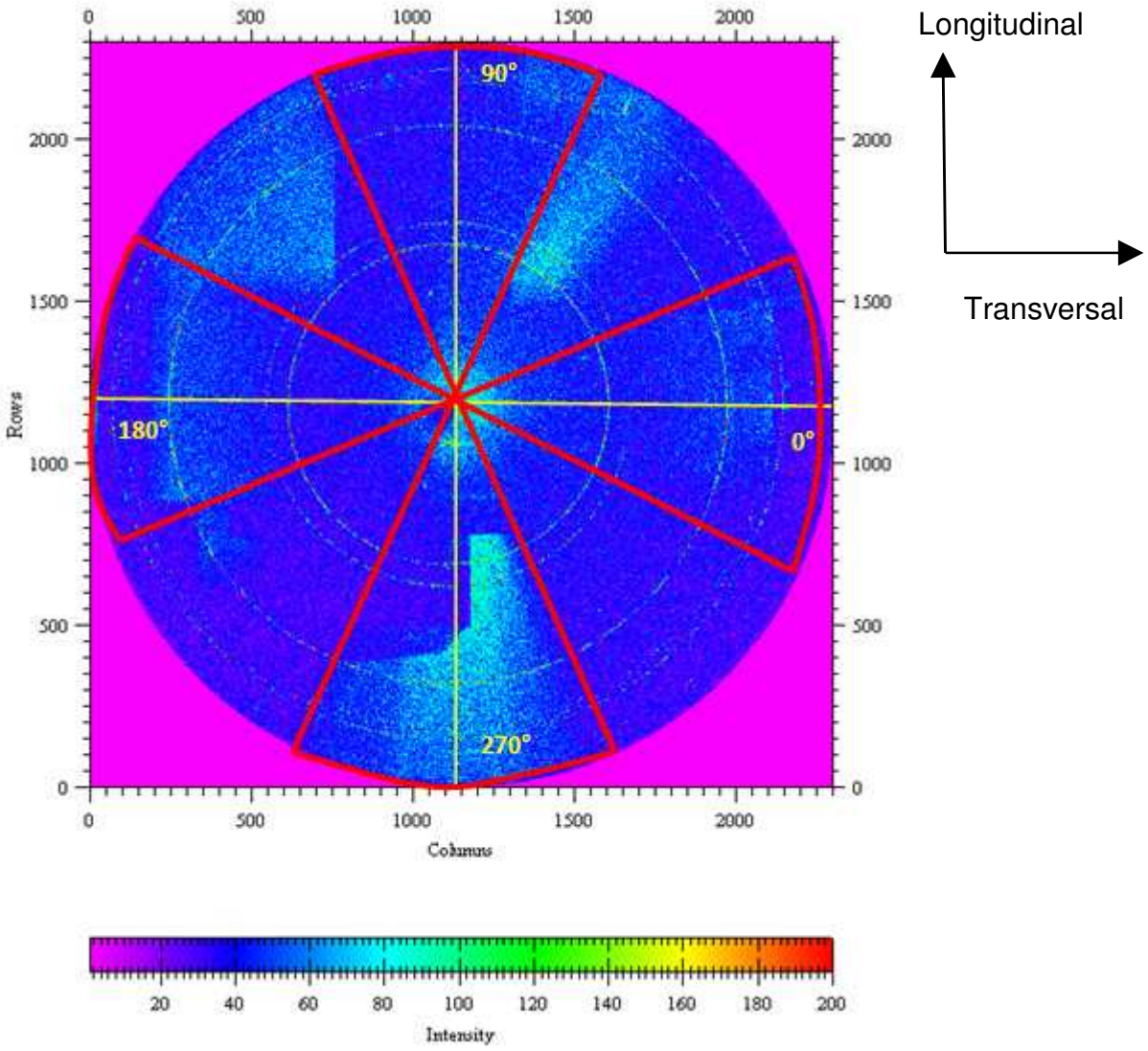


Abb. 25: b.) Aufnahme eines Detektorbilds mit den vier Sektoren, die für die Auswertung verwendet wurden.

Wurde nach den oben genannten Schritten von a. und b. vorgegangen, ist ein Detektorbild wie auf Abb. 25 zu erkennen. Durch die anschließende azimutale Integration des jeweiligen Debye-Scherrer-Rings wie unter a., oder eine Integration, wie in den Bereichen b. zu sehen sind (Abb. 25 a,b), wird ein Diffraktogramm erzeugt (Abb. 26). Dies geschieht, indem in der Fit2d Software die Funktion „Integrate“ betätigt wird.

Zum Integrieren müssen in Fit2d unterschiedliche Parameter eingestellt werden, die beiden wichtigsten sind:

- der Abstand vom Detektor zu der Probe
- die Größe der Detektor-Pixel

Die Einstellungen sind für a. und b. gleich. Der wesentliche Unterschied ist, das bei dem Punkt a. über eine azimutale Integration die Fläche unter der Kurve bestimmt wird und bei b. nur über die ausgewählten Sektoren, da die Eigenspannung in den beiden Richtungen longitudinal und transversal ausgewertet werden sollen.

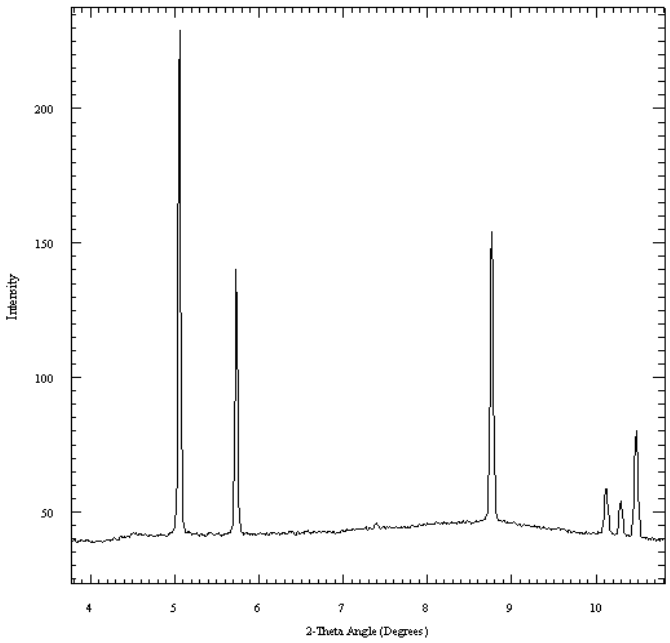


Abb. 26: Erzeugtes Diffraktogramm aus dem Detektorbild Abb. 25 a

4.3.2 Bestimmung der Eigenspannung aus den Diffraktogrammen

Die erzeugten Diffraktogramme werden mittels einer Software, genannt ,,AFit'', mit einer Gauß-Funktion gefittet. Das Zentrum der Gaußkurve stellt den Braggwinkel 2θ dar, siehe Abb. 27.

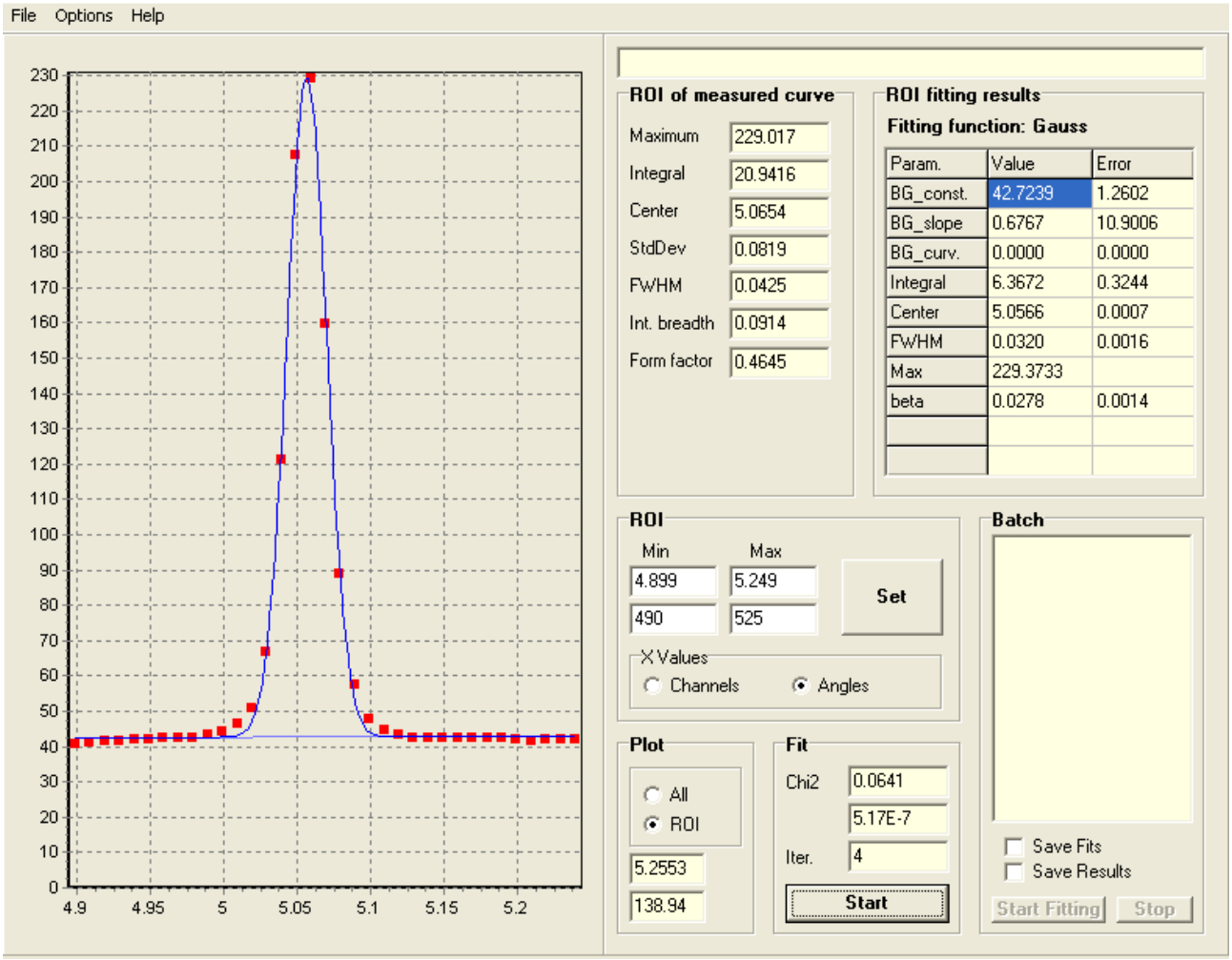


Abb. 27: Bestimmung des Bragg-Winkels aus den Diffraktrogrammen

Es müssen nun die Daten, welche mit Fit2d ausgewertet wurden, durch das AFit-Programm gefittet werden. Dies geschieht für alle vier Sektoren (0°, 90°, 180°, 270°) mit einer Gaußfunktion. Mit der Gauß-Funktion können die gemessenen Peaks hinreichend gut angepasst werden. Die Auswahl des gewünschten Reflexes geschieht, wie in der Abb. 27 zu erkennen ist, durch die Auswahl eines Winkelbereiches („region auf interest", ROI). Alle Dateien aus der jeweiligen Meßserie können automatisch abgearbeitet werden,

die Ergebnisse der Anpassung werden in einem Textfile gespeichert. Diese Dateien können später z.B. mit Excel geöffnet werden und dienen zur weiteren Berechnung.

Die weiteren Auswertungen umfaßt zunächst die Berechnung des Mittelwerts aus den 2Θ Winkeln für 0° und 180°, sowie aus denen für 90° und 270°. Dieses Verfahren sorgt für eine bessere Statistik. Jetzt werden mit der Bragg-Gleichung (2.27) die Abstände der Netzebenen d_{hkl} für Transversal (0°+180°) sowie Longitudinal (90°+270°) berechnet. Der spannungsfreie Netzebenen-Abstand d_0 kann z.B. durch eine Messung am äußeren Rand eines Bleches festgestellt werden, da anzunehmen ist, dass an dieser Stelle des Bleches keine Eigenspannungen vorhanden sind. Für die Laserschweißnaht wurde d_0 ermittelt, indem davon ausgegangen wurde, dass sich die Spannungen in longitudinaler Richtung jeweils am äußeren Rand der überlappten Bleche Null nähern. Unmittelbar am Rand muss die Spannung senkrecht zur Randfläche Null sein, da keine Kräfte senkrecht zur Oberfläche aufrecht erhalten werden können. So wurde aus dem Graph 36 der spannungsfreie Bragg-Winkel näherungsweise bestimmt, und daraus der Netzebenen-Abstand d_0 berechnet. Dies geschieht in longitudinaler Richtung und wird unter Anwendung der Gleichung 2.5 vollzogen. Der so ermittelte spannungsfreie Bragg-Winkel ist 5.483°. Durch die Verwendung des spannungsfreien Netzebenen-Abstands d_0 und mit Hilfe der Gleichung 2.52 ist eine Bestimmung der Dehnung möglich.

Es kann eine Berechnung der Eigenspannung in transversaler und longitudinaler Richtung, unter Verwendung der Gleichungen 2.54, 2.55 mit der Dehnung sowie der Poissonzahl ν und dem E-Modul E, erfolgen. Aus dem Buch [6] wurde E und ν entnommen. Für den Reflex 110 ergeben sich:

- E-Modul: E = 225 GPa
- Poissonzahl: ν = 0,28

Bei der Fehlerbetrachtung kann man drei Fehler aufzählen:

1. Der statische Fehler, der bei der Bestimmung des Winkels 2Θ mittels Anpassung der Gauß-Funktion auftritt und sich in der Gleichung 2.5 in d_{hkl} fortsetzt.

2. Der Fehler bei der Bestimmung von d_0 fällt nicht ins Gewicht, da der Fehler für alle Meßpunkte der gleiche ist. Es handelt sich also um einen systematischen Fehler.

3. Das Rauschen in den Spannungskurven. Dies ist größer als der unter 1. aufgeführte statistische Fehler und wird durch die mangelhafte Kornstatistik verursacht. Bei den Linien-Scans war die Probe bereits über 2 mm verfahren worden, um die Kornstatistik zu verbessern, was sich jedoch als nicht völlig ausreichend erwiesen hat. In der Abb. 37 ist gut zu erkennen, dass daher die hohe Ortsauflösung, die an HEMS aufgrund der hohen Brillanz des Strahls möglich ist, nicht genutzt werden kann, solange die Kornstatistik so unzureichend ist. Diese müsste weiter verbessert werden, was z.B. durch einen größeren Verfahr-Bereich (>2 mm) oder eine reduzierte Schrittweite (z.B. 50 µm anstatt 200 µm) möglich wäre. Wesentlicher effektiver wäre wohl ein Rotieren der Probe um zwei Achsen, was jedoch technisch wesentlich schwieriger ist, da das Meßvolumen sich relative zum Strahl nicht translatorisch bewegen darf.

Um den Fehler von 1. zu bestimmen, wurde die Fehlerfortpflanzung nach [7] angewendet. Für eine Bestimmung des Fehlers der Eigenspannung wurde die Berechnung des statischen Fehlers des Bragg-Winkels aus den Diffraktogramm (Abb. 27) verwendet.

$$\Delta \Theta_{i,j} = ½ \Delta 2\Theta \qquad (4.1)$$

Die folgende Formel ist so umgestellt, dass die Dehnung über den Sinus berechnet werden kann.

$$\lambda = 2\, d \sin(\Theta) \qquad (4.2)$$

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin(\Theta)} \qquad (4.3)$$

$$\varepsilon = \frac{d-d0}{d0} = \frac{\frac{\lambda}{2}\left(\frac{1}{\sin(\theta)} - \frac{1}{\sin(\theta 0)}\right)}{\frac{\lambda}{2}\frac{1}{\sin(\theta 0)}} \qquad (4.4)$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{1}{\sin(\theta)}}{\frac{1}{\sin(\theta 0)}} - 1 = \frac{\sin(\theta 0)}{\sin(\theta)} - 1 \qquad (4.5)$$

Um eine Fehlerfortpflanzung zu berechnen, wird der Fehler der Dehnung durch folgende Formel berechnet:

$$\Delta\varepsilon = \cot \sqrt{\Delta\theta 0^2 + \Delta\theta i^2} \qquad (4.6)$$

Eine Unsicherheit von $\Delta\lambda$ wird nicht berücksichtigt, da die Einstellungen am Monochromator und den Versuchsaufbau über den Zeitraum der Messung, nicht verändert wurden. Daraus resultiert, dass der Fehler $\Delta\sigma_i$ nur von den statischen Fehlern in Θ_0 und $\Delta\Theta_{i,j}$ abhängt.

Durch die Fehlerfortpflanzung erhält man den Fehler $\Delta\sigma_i$ [7] :

$$\Delta\sigma_i = \frac{1}{\frac{1}{2} s\,2} \cot \Theta_0 \left[\left(1 - \frac{s\,1}{\frac{1}{2}s\,2 + 3\,s\,1}\right)^2 \cdot (\Delta\Theta_i)^2 + \left(\frac{s\,1}{\frac{1}{2}s\,2 + 3\,s\,1}\right)^2 \cdot (\Delta\Theta_j)^2 \right]^{1/2} \qquad (4.7)$$

s_1 und ½ s_2 sind die diffraktionselastischen Konstanten (siehe Gleichung 2.53).

4.3.3 Bestimmung der Tiefenauflösung

Zur Bestimmung der Tiefenauflösung wurde eine Reineisen-Folie mit einer Dicke von 0.5 mm verwendet, die parallel zum Strahl durch das von der konischen Blende definierte Meßvolumen bewegt wurde. Die dabei aufgenommene Serie von Detektorbildern wurde ausgewertet. Diese Auswertung geschieht mit den Programm AFit [8]. Dort werden die ausgesuchten Beugungsreflexe mit einer Gauß-Funktion gefittet. Wobei für jedes Detektorbild die Integralintnesität (Fläche unter dem Peak) für jeweils einen Peak bestimmt wird. Die Halbwertsbreite der so gemessenen Intensitätskurve wurde als Tiefenauflösung angegeben.

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1 Tiefenauflösung in Abhängigkeit von der Strahlbreite

Die Tiefenauflösung ist maßgeblich von drei Parametern abhängig:

- Strahlbreite
- Energiebreite
- Schlitzbreite der konischen Blenden

Da die Schlitzbreite baulich durch die konischen Blenden mit 20 µm vorgegeben ist, kann diese im Experiment nicht verändert werden. Auch die Energiebreite kann nicht verändert werden, da zur Zeit nur ein Monochromator-Kristallpaar vorhanden ist. Daher wurde vorwiegend der Einfluss der Strahlbreite betrachtet.

Die Bestimmung Tiefenauflösung erfolgte mit einer 0,5 mm dicken Folie (Fe, Mg). Der stärkste Reflex war der (110)-Reflex von Eisen und der (100)-Reflex von Magnesium. Die Abb. 28 bis 31 zeigen die gewonnenen Kurven exemplarisch, die übrigen Kurven sind im Anhang dargestellt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 10 zusammengefasst.

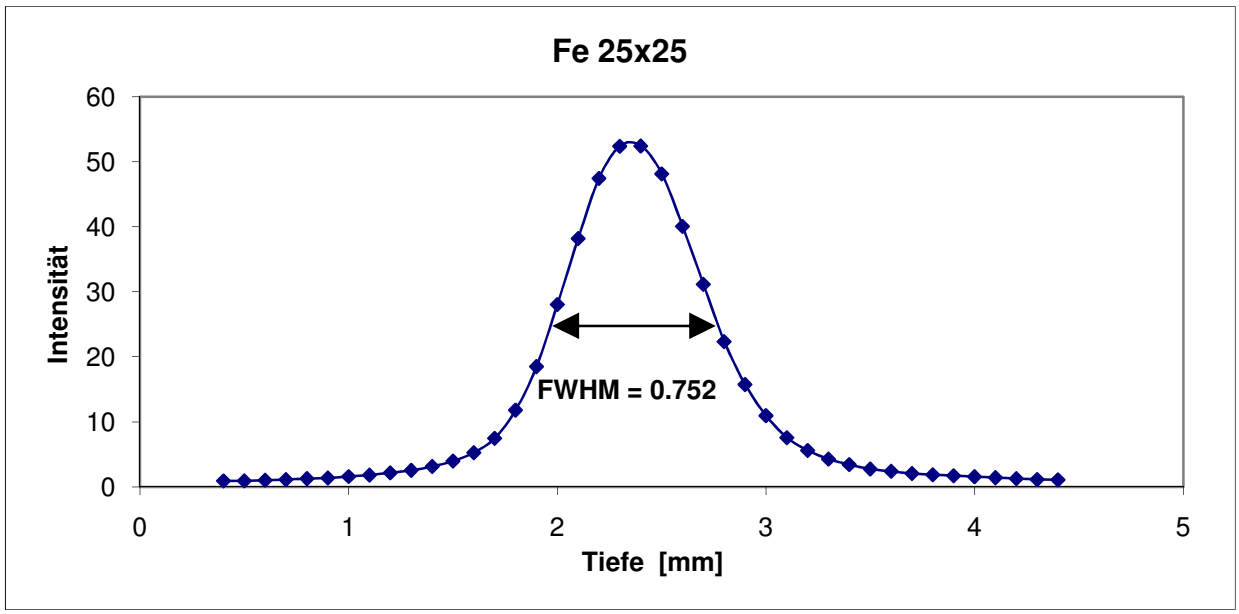


Abb. 28: Tiefenauflösung für den Fe (110)-Reflex bei einem Strahlquerschnitt von 25x25 µm²

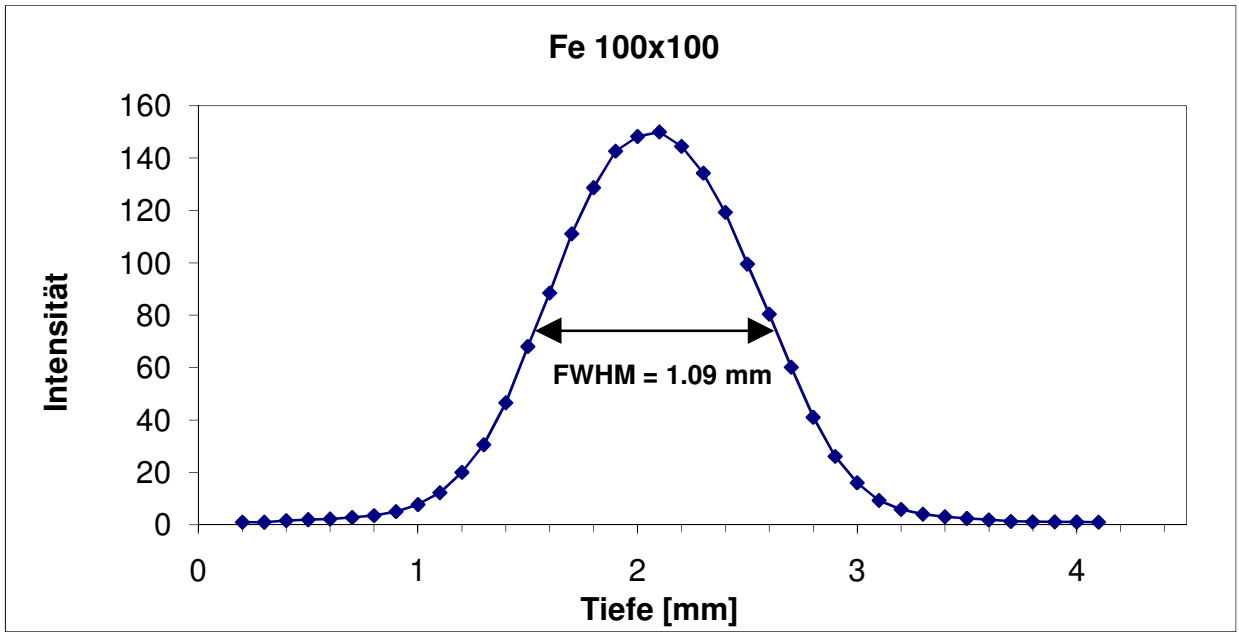


Abb. 29: Tiefenauflösung für den Fe (110)-Reflex bei einem Strahlquerschnitt von 100x100 µm²

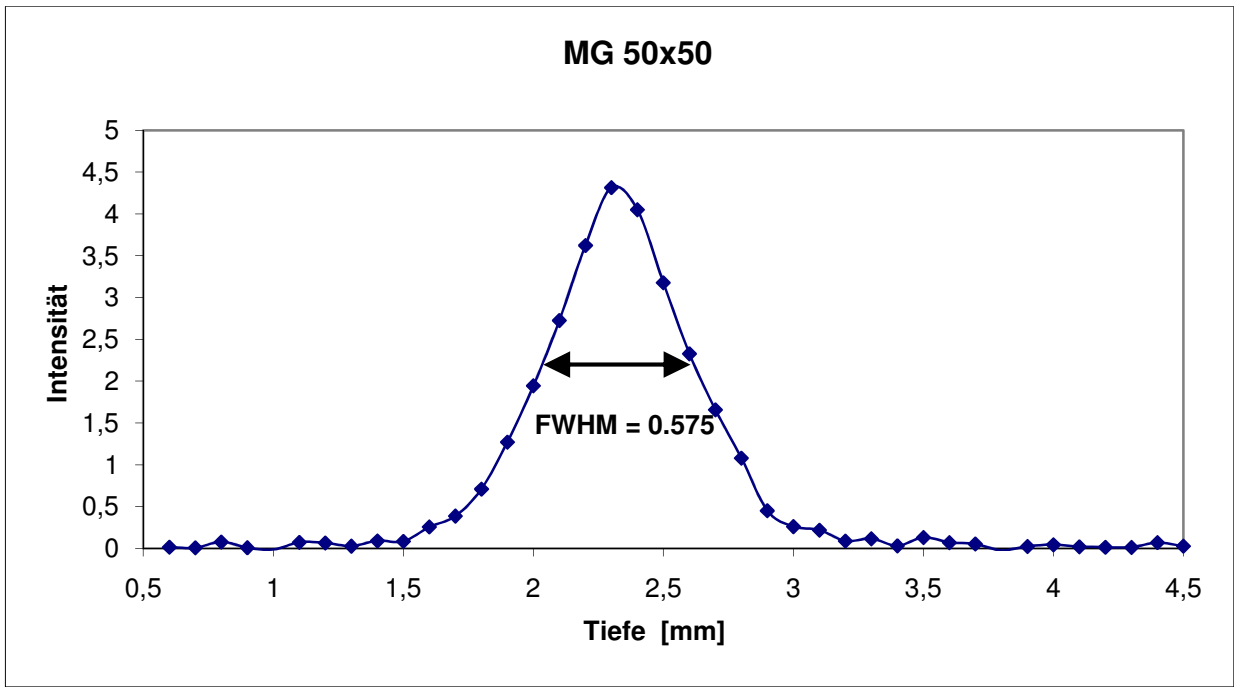


Abb. 30: Tiefenauflösung für den Mg (100)-Reflex bei einem Strahlquerschnitt von 50x50 µm²

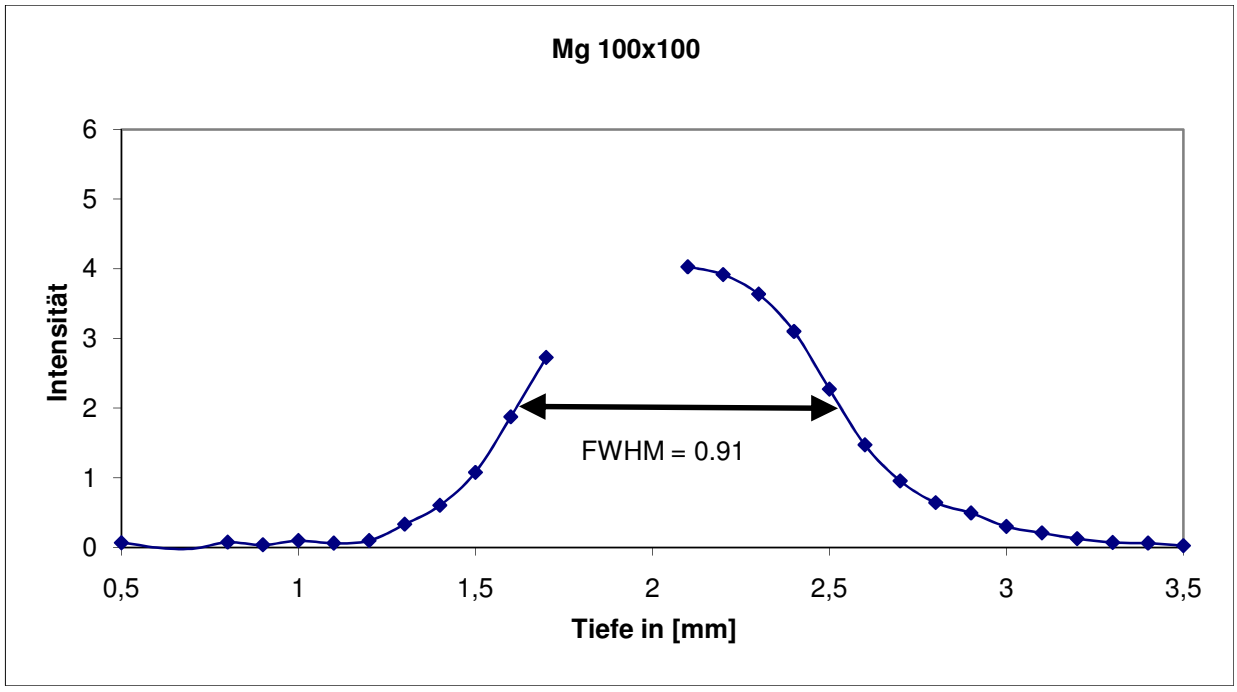


Abb. 31: Tiefenauflösung für den Mg (100)-Reflex bei einem Strahlquerschnitt von 100x100 µm² (Die Fehlenden Messpunkte sind auf eine Fehlfunktion zurückzuführen)

Material	Strahlgröße [(µm)²]	Tiefenauflösung z [mm]	Reflex
Fe	25	0.752	110
Fe	50	0.825	110
Fe	75	0.933	110
Fe	100	1.09	110
Fe	125	1.25	110
Fe	150	1.525	110
Mg	50	0.575	100
Mg	75	0.725	100
Mg	100	0.91	100
Mg	150	1.125	100

Tabelle 10: Auflistung der Tiefenauflösung als Funktion der Strahlgröße

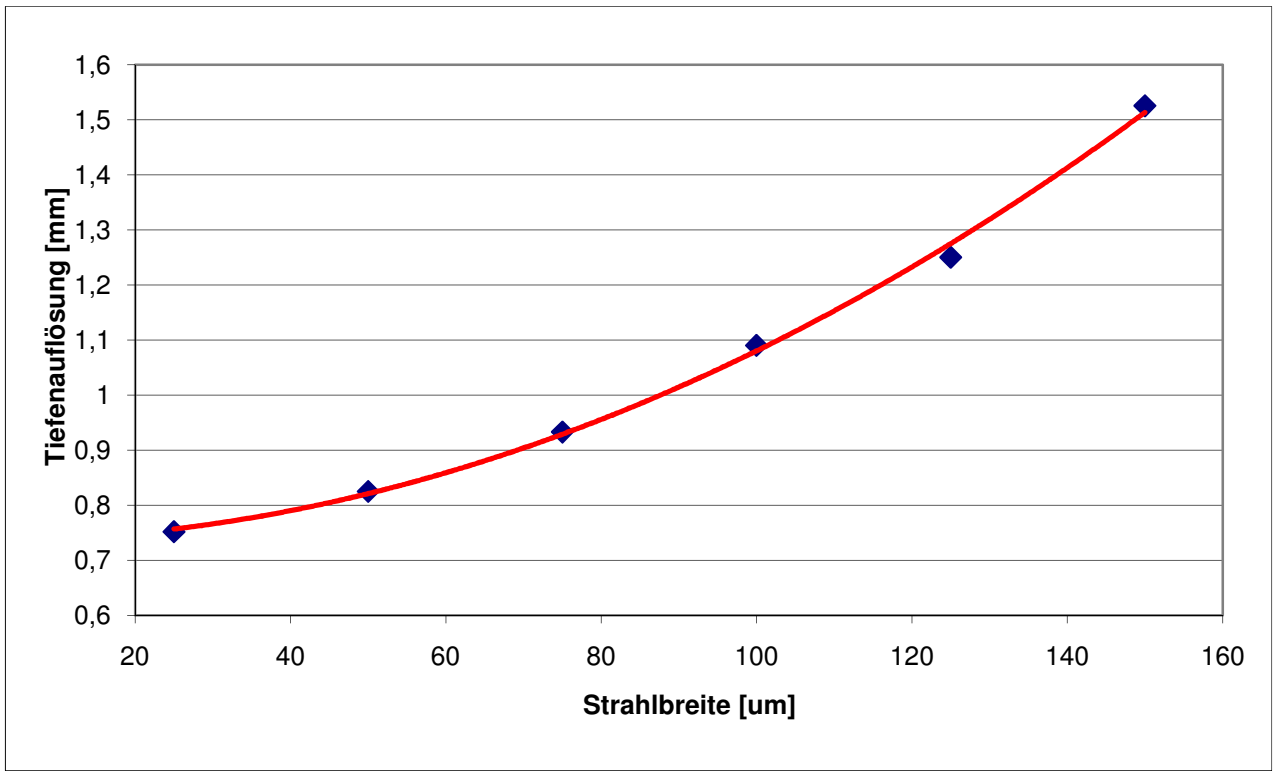


Abb. 32: Abhängigkeit der Tiefenauflösung von der Strahlbreite bei Eisen (110)

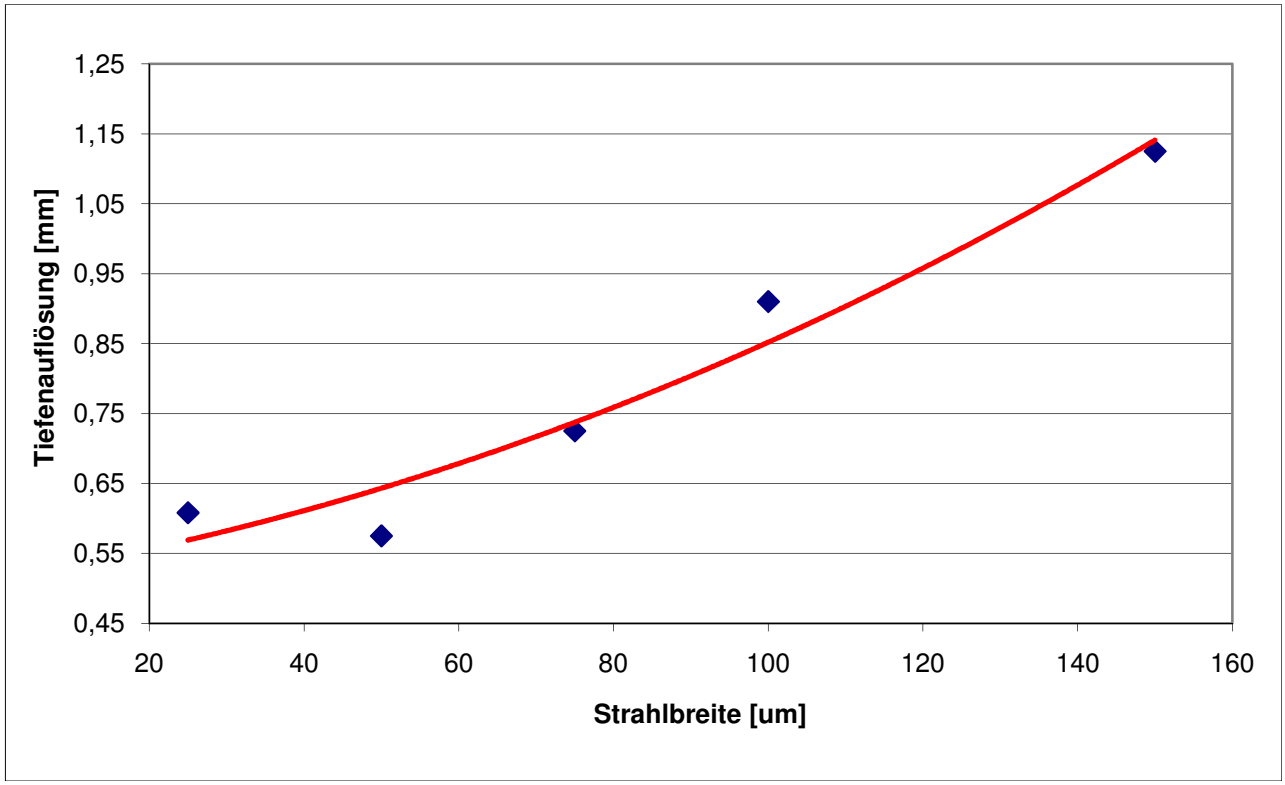


Abb. 33: Abhängigkeit der Tiefenauflösung von der Strahlbreite bei Magnesium(100)

In Abb. 32 und Abb. 33 ist gut zu erkennen, dass sich die Tiefenauflösung mit geringerer Strahlbreite verbessert. Es zeichnen sich Grenzwerte von ca. 0.7 (Fe) bzw. 0.5 mm (Mg) ab. Der letztere Wert ist bei dem verwendeten Auswerteverfahren durch die Dicke der verwendeten Probe bestimmt. In Abb. 33 treten stärkere Schwankungen auf als in Abb. 32, was auf die Grobkörnigkeit des Magnesiums zurückzuführen ist.

Vergleicht man die gemessenen Werte für die Tiefenauflösung für Eisen (Tabelle 10) mit den theoretischen (Tabelle 9), so stellt man Unterschiede fest. Bei kleinem Strahlquerschnitt ist der gemessene Wert für die Tiefenauflösung größer als der theoretische; dies ist auf die Energiebreite des Röntgenstrahls zurückzuführen. Während die theoretische Berechnung von der Energiebreite Null ausging, hat der für die Messung verwendete Strahl eine Energiebreite von 0.78%. Bei großem Strahlquerschnitt ist die gemessene Tiefenauflösung etwas kleiner als die theoretische; dies ist darauf zurückzuführen, dass für die gemessene Tiefenauflösung die Halbwertsbreite der Intensitätskurve verwendet wurde, während die theoretische Berechnung die gesamte Breite beschreibt. Berücksichtigte man dies, passen die Werte gut zusammen. Je größer der Strahlquerschnitt ist, desto geringer ist der Einfluß der Energiebreite auf die Tiefenauflösung. Man sieht also, dass die einfache theoretische Berechnung bei Strahlgrößen >50 µm bereits sehr gute Werte für die Tiefenauflösung liefert und somit die Gleichung 3.3 in den Fällen zur Abschätzung der Tiefenauflösung verwendet werden kann.

Es zeigt sich, daß die Brillanz an der HEMS-Beamline ausreicht, um auch bei einer Strahlgröße von 25×25 µm² noch ausreichend Intensität auf den Beugungsringen zu haben. Damit lässt sich bei dem Fe (110)-Reflex eine Tiefenauflösung von ca. 0.7 mm, bei dem Mg (100)-Reflex von ca. 0.5 mm erzielen. Der kleinere Wert für Mg ist auf die geringere relative Energiebreite zurückzuführen. Da die Ringradien für die beiden verwendeten Reflexe bei Fe und Mg ähnlich groß sind, sollte sich die Tiefenauflösung für die beiden Fälle mit größer werdendem Strahlquerschnitt etwa gleich groß sein. Das scheint nicht ganz der Fall zu sein, jedoch ist die Statistik für die Mg-Messung durch das grobkörnige Material nicht ausreichen, um das näher zu untersuchen. Für weitere Versuche sollte eine feinkörnigere Mg-Probe beschafft werden.

Der Wahl der Blendenöffnungen bzw. des Strahlquerschnitts kommt über den Einfluß auf die Tiefenauflösung hinaus eine große Bedeutung zu. Der Strahlquerschnitt kann zwar sehr klein gewählt werden, jedoch kann dadurch ein Problem entstehen, wenn nicht genügend Körner beugen und dies die Kornstatistik verschlechtert. Dann ist keine homogene Verteilung der Intensität auf den Beugungsringen mehr vorhanden. Eine Auswertung von solchen inhomogenen Ringen kann sich als schwierig oder nicht machbar erweisen. Bei der Wahl der Blendenöffnung, und somit auch der Tiefenauflösung, sollte daher immer auch die Kornstatistik berücksichtigt werden, um eine gute Auswertung zu gewährleisten. Wenn die Eingangsblende sehr klein gemacht werden soll, um eine hohe Tiefenauflösung zu erzielen, so ist dies manchmal nur mit sehr feinkörnigem Material möglich. Ist das Material nicht feinkörnig genug, so kann der statistische Fehler größer werden, da nicht mehr genügend Körnern die Beugungsbedingung erfüllen. Wenn nun grobkörniges Material untersucht werden soll, muss die Eingangsblende daher weiter geöffnet werden.

Eine andere Möglichkeit, grobkörniges Material zu untersuchen ohne die Tiefenauflösung zu verschlechtern besteht darin, die Probe während der Belichtung in einer Richtung zu verschieben, in der keine starken Eigenspannungsgradienten vorliegen, um so mehr Körner zu erfassen. Diese Technik wurde bei den vorliegenden Eigenspannungs-Messungen angewendet. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, die Probe um wenige Grad um zwei Achsen zu rotieren, um mehr Körner in die Beugungsbedingung zu bringen. Diese Lösung ist allerdings technisch anspruchsvoller, da sichergestellt sein muss, daß sich bei der Rotation die Lage des Meßvolumens nicht verändert.

Eine Empfehlung für weitere Messungen mit den konischen Blenden ist die Verwendung der Rotationstechnik, da der mögliche Korngrößenbereich bei sehr kleinem Strahl für hohe Tiefenauflösung bereits stark eingeschränkt ist und für viele technische Materialien ein Problem darstellt. Die Rotation um eine beliebige Achse ist mit einem Hexapod möglich, der in dem Fall für die Probenpositionierung verwendet wird.

5.2 Intensität in Abhängigkeit der Energie

Einen wesentlichen Einfluss auf die Eigenschaften der konischen Blende haben die Photonenenergie und die Energiebreite des Röntgenstrahls und damit der verwendete Monochromator. Die Schlitze der konischen Blende weisen eine Steigung auf, die dem jeweiligen Beugungswinkel entspricht. Weicht der tatsächliche Beugungswinkel davon ab, reduziert sich die Intensität, die den Schlitz passieren kann. Die Messung dieser Abhängigkeit im Rahmen dieser Arbeit war aus Mangel an Meßzeit nicht mehr möglich. Eine Berechnung mit Hilfe einer numerischen Simulation [8] ist im Anhang aufgeführt (Abb. A.3.1 und A.3.2). Sie zeigt, daß die Halbwertsbreite des Intensitätsprofils bei Veränderung der Energie ca. 7 keV beträgt. Damit genügt es, die Energie bei Verwendung der konischen Blenden auf ca. 0.5 keV genau einzustellen, um signifikante Intensitätsverluste zu vermeiden.
Um die Energiebreite des Monochromatos zu bestimmen, wurden bei den Messungen von Eisen und Magnesium jeweils eine Rocking-Kurven aufgenommen. Eine Rocking-Kurve beschreibt den Photonenfluss hinter dem Monochromator in Abhängigkeit des Kristall-Drehwinkels. Aus der Halbwertsbreite der Intensitätskurve kann die Energiebreite des Monochromators über folgenden Zusammenhang bestimmt werden:

$$\lambda = 2\, d \sin(\Theta) \tag{5.1}$$

$$\lambda = \frac{12{,}398\ \text{Å}\ keV}{E} \tag{5.2}$$

Nun muss die Formel 5.1 und 5.2 gleich gesetzt und nach E umgestellt werden:

$$E = \frac{12{,}398\ \text{Å}\ keV}{2\, d \sin(\theta)} \tag{5.3}$$

Nun muss die Gleichung 5.3 abgeleitet werden nach θ. Daraus folgt:

$$\frac{\Delta E}{\Delta \theta} = E\, \frac{1}{\tan(\theta)} \tag{5.4}$$

$$\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta \theta}{\tan(\theta)} \approx \frac{\Delta \theta}{\theta} = \frac{\Delta 2\theta}{2\theta} \tag{5.5}$$

Dabei sind $\Delta\Theta$ die Halbwertsbreite und Θ der Bragg-Winkel.

Die Bestimmung der Energiebreite durch Messung der Rocking Kurve des zweiten Laue-Kristalls (Abb. 34 und 35) ergibt bei einer Energie von 63.4 keV (für Eisen) ein Wert von 0.78%. Bei 50 keV (für Magnesium) kommt ein Wert von 0.64% zustande, was einen Unterschied von 0.14% ergibt. Dies lässt sich auf die verschiedenen Energien zurück führen.

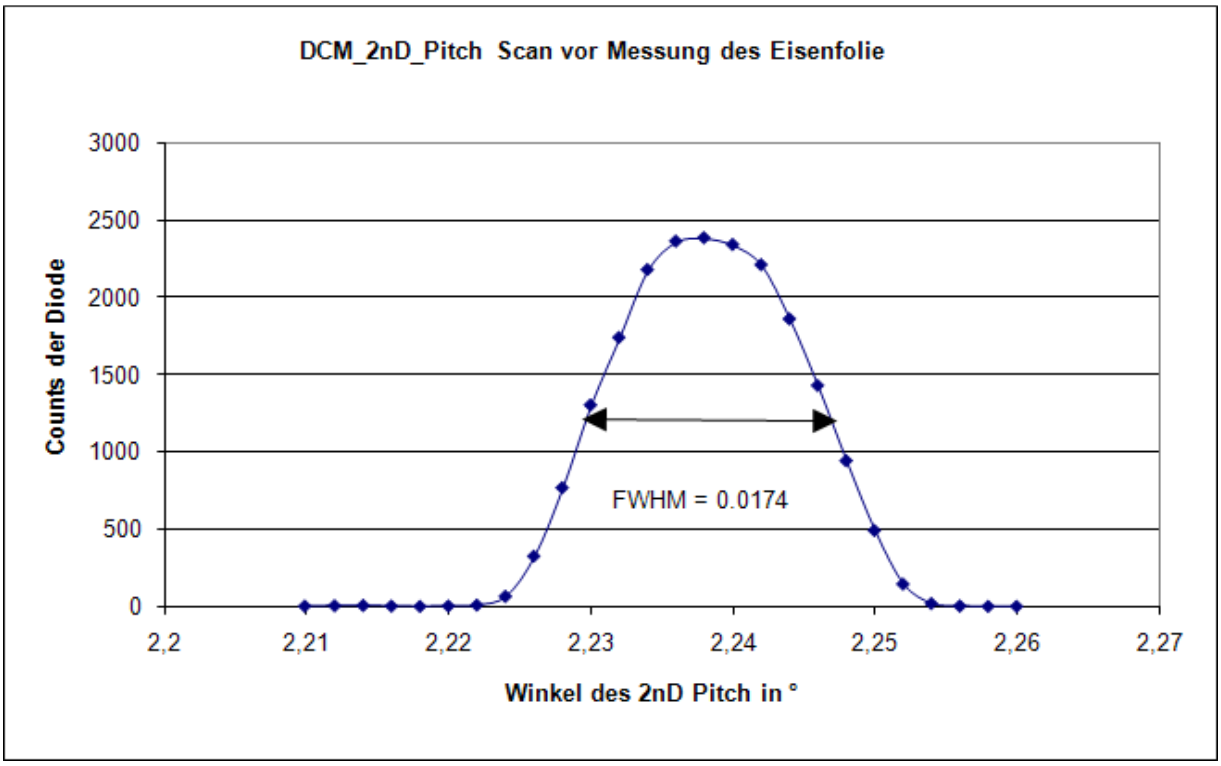


Abb. 34: Rocking-Kurve des zweiten Monochromator-Kristalls bei einer Energie von 63.4 keV

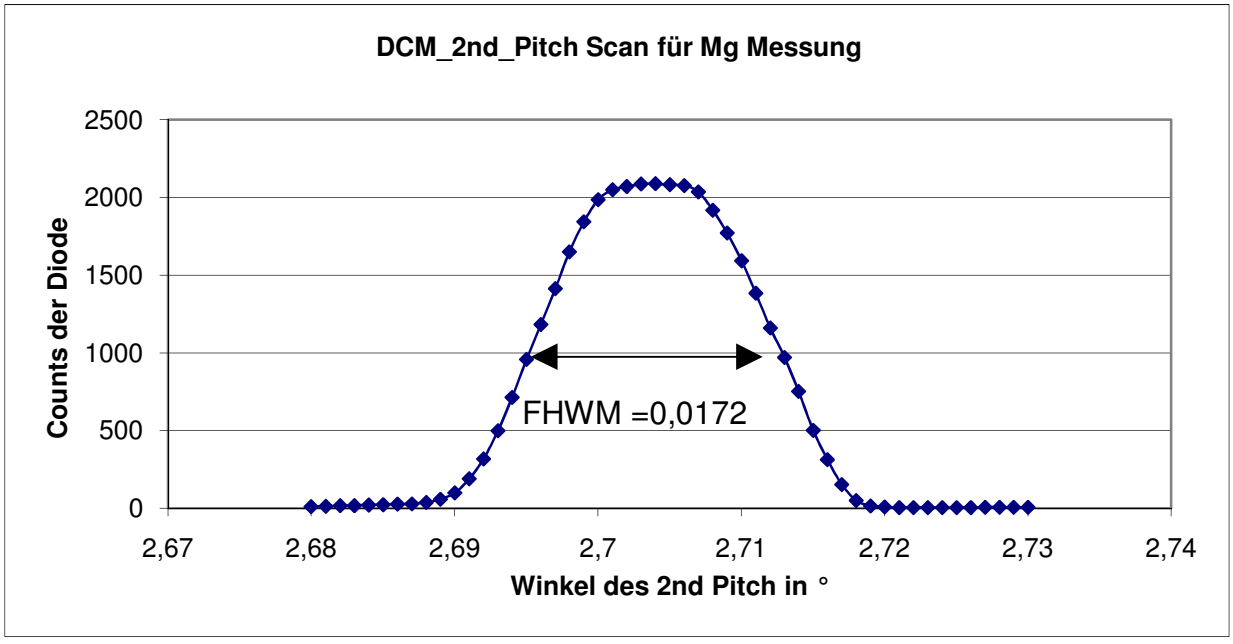


Abb. 35:. Rocking-Kurve des zweiten Monochromator-Kristalls bei einer Energie von 50 keV

5.3 Schweißnaht

Als Probe mit Eigenspannungen wurde eine Punkt-Schweißnaht in Brezelform untersucht. Die bei den Messungen bei HEMS an der PETRA III Beamline erzielte Ergenisse wurden mit früheren Untersuchungsergebnissen verglichen, die mit Neutronenbeugung gewonnen wurden [9]. Die mit Neutronen erzielte Ortsauflösung von ca. 2 mm reichte zwar aus, um die beiden Bleche zu separieren, aber nicht, um laterale Details (in z-Richtung) im Eigenspannungsverlauf aufzulösen. Die laterale Auflösung im Synchrotron-Experiment entspricht der verwendeten Strahlgröße; in diesem Fall 50 µm. Die mögliche laterale Auflösung ist durch die wesentlich höhere Brillanz des Synchrotron-Strahls also wesentlich besser als bei Neutronen. Bei hohen Röntgenenergien lassen sich ähnliche Eindringtiefen erzielen wie mit Neutronen.

Wie bereits erörtert, ist es allerdings nötig, darauf zu achten, dass genügend Körner in die Messung mit einfließen, d.h. daß ausreichend Intensität auf den gemessenen Beugungsringen erhalten wird, um die Eigenspannungen aus den Detektorbildern berechnen zu können. Dies ist mit kleiner werden dem Strahl zunehmend schwieriger. Daher wurde die Probe während der Belichtungszeit für jeden Messpunkt um 2 mm in transversaler Richtung auf der X-Achse durch den Strahl gefahren. Für die Messung wurde eine Strahlgröße von 50 µm x 50 µm verwendet, wobei die Tiefenauflösung bei 0.83 mm liegt. Diese Tiefenauflösung ist somit für die Unterscheidung zwischen den beiden Blechen mit einer Dicke von jeweils 2 mm im Überlappbereich mehr als ausreichend.

Zunächst wurde aus der Messung der Bragg-Winkel θ_0 bestimmt, der dem spannungsfreien Gitterparameter entspricht. Er wurde so gewählt, daß die hier ermittelten Eigenspannungen mit den Eigenspannungen aus der Neutronendiffraktion [14] übereinstimmen. Abb. 36 zeigt die Lage von θ_0 relativ zu den Messdaten am Beispiel der Daten der Scanlinie Top_z.

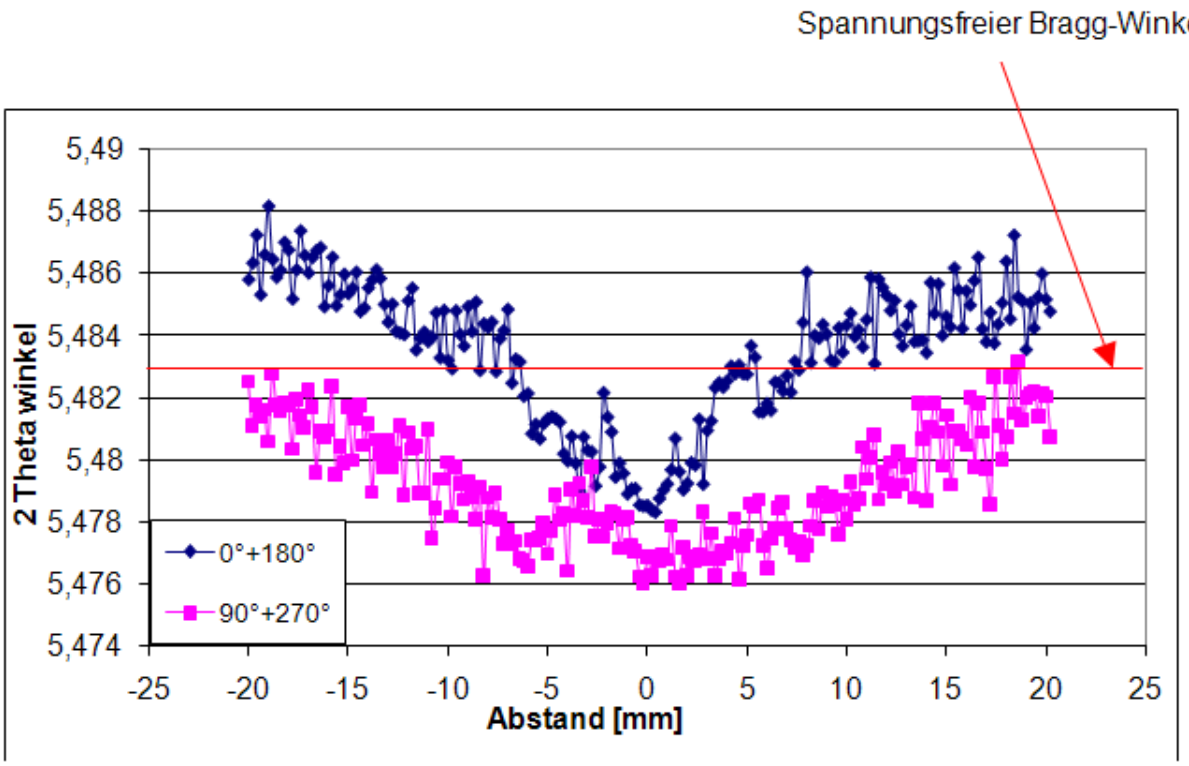


Abb. 36: Lage des spannungsfreien Bragg-Winkels am Beispiel der Messung Top_z

In den Abbildungen 37, 38 und 39 sind die aus der Messung berechneten Eigenspannungen in longitudinaler sowie transversaler Richtung auf den Scanlinien in Z-Richtung aufgetragen. Die Neutronenwerte und die Synchrotronwerte auf den Scanlinien top_z und bot_z stimmen gut überein [14]. Geringe abweichungen können auf die Auswertung unterschiedlicher Reflexe zurück geführt werden; während hier der (110)-Reflex verwendet wurde, wurden die Neutronen-Messungen mit dem (211)-Reflex durchgeführt. Man erkennt, daß die Synchrotron-Messung aufgrund der höheren Auflösung mehr Details im Eigenspannungsverlauf liefern könnte, wenn das durch die mangelhafte Kornstatistik hervorgerufene Rauschen geringer wäre.

Bei der Synchrotron-Messung ist durch die höhere Tiefenauflösung (0.8 mm statt 2 mm) auch die zusätzliche Scanlinie (mid_z) im Bereich zwischen den beiden Blechen möglich (Abb.38). Dieser Bereich ist besonders interessant, da Ermüdungs- und Zugversuche gezeigt haben, daß ein Versagen der Verbindung meistens hier beginnt. Diese Eigenspannungsdaten sind damit besonders wertvoll für den Vergleich mit Vorhersagen einer Schweißsimulation mittels finite-Elemente-Modellierung.

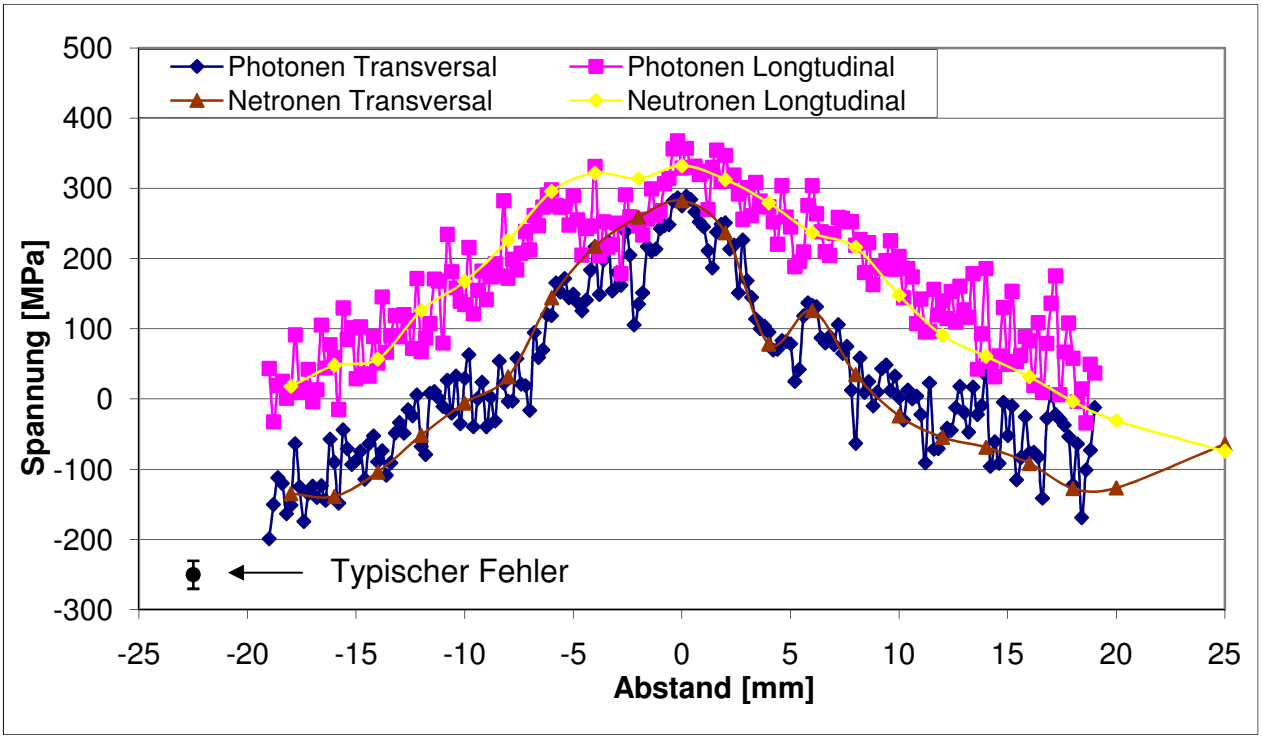


Abb. 37: Eigenspannungen im oberen Blech (top_z) auf der Scanlinie in Richtung der Z-Achse

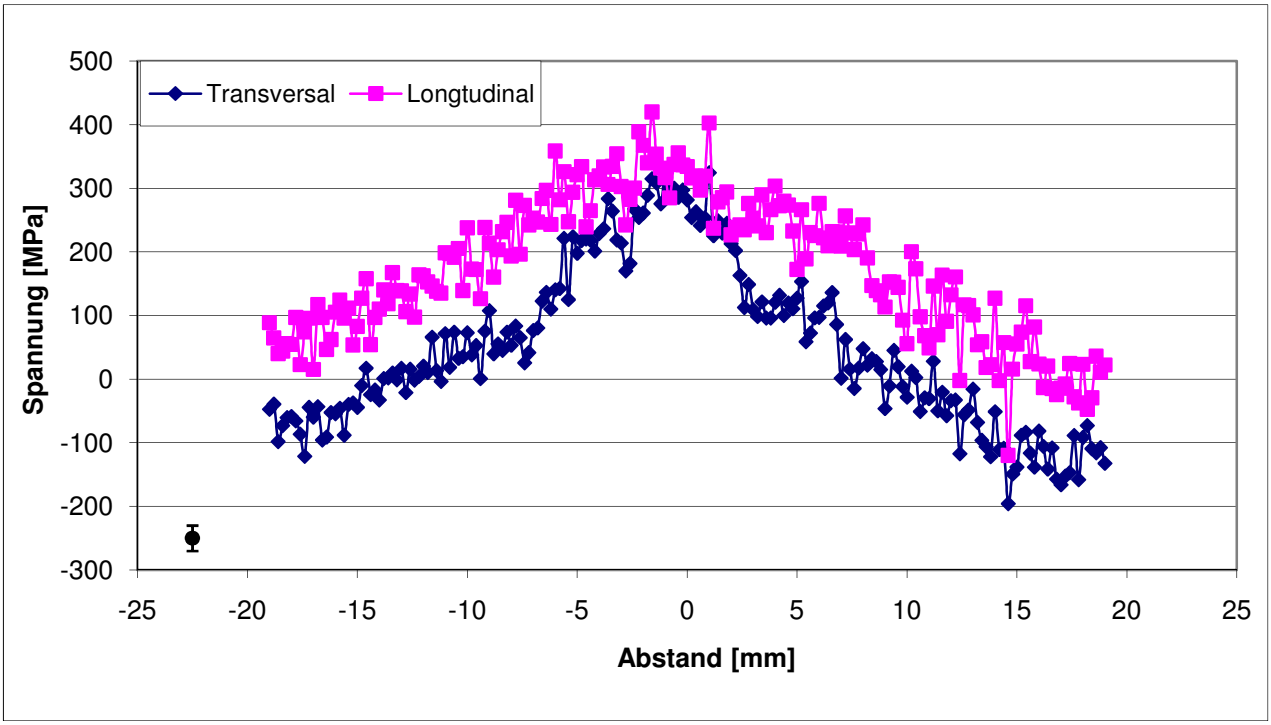


Abb. 38: Eigenspannungen zwischen dem oberen und dem unteren Blech (mid_z) auf der Scanlinie in Richtung der Z-Achse

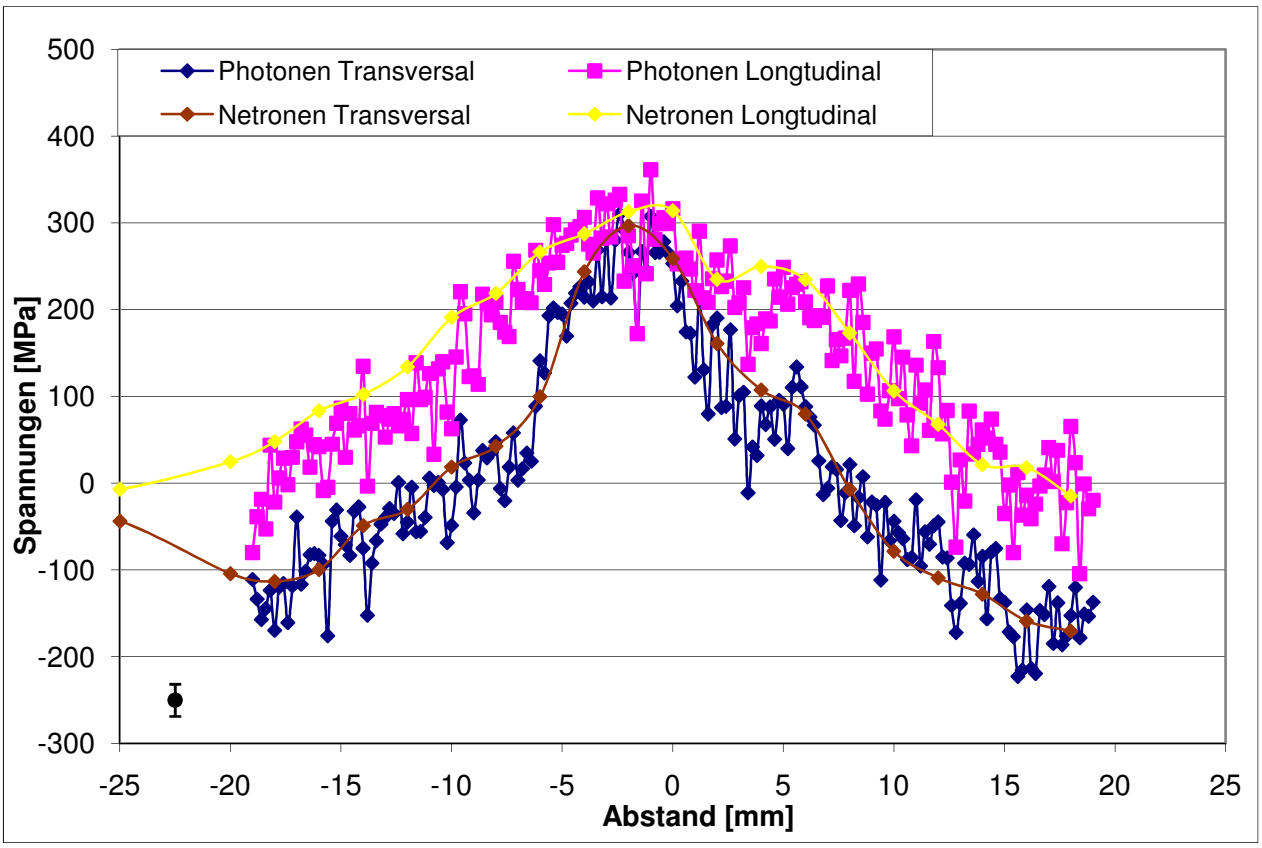


Abb. 39: Eigenspannungen im unteren Blech (bot_z) auf der Scanlinie in Richtung der Z-Achse

In den Abbildungen 40, 41, und 42 sind die Eigenspannungen in longitudinaler und transversaler Richtung auf den Scanlinien in X-Richtung dargestellt. Die Eigenspannungen auf der Scanlinien in X- und in Z-Richtung weisen unterschiedliche Verläufe auf. Entlang der Scanlinie in X-Richtung kreuzen sich die Eigenspannungsverläufe in longitudinaler und transversaler Richtung und es gibt Druckspannungen in longitudinaler Richtung außerhalb der Schweißnaht. Durch diese Druckspannungen werden die Zugspannungen im Bereich der Schweißnaht ausgeglichen.

Insgesamt liegen hohe Zugspannungen und starke Eigenspannungsgradienten im Bereich der Schweißnaht vor, die sich auf das Ermüdungsverhalten auswirken können. Es kann versucht werden, eine Verringerung der Eigenspannungen zu erreichen, indem Schweißparameter variiert werden oder die Nahtgeometrie verändert wird, indem z.B. die Schweißnaht um 90° gekippt wird. Auch mit Wärmebehandlungen nach dem Schweißen (Spannungsarmglühen) können Eigenspannungen reduziert werden.

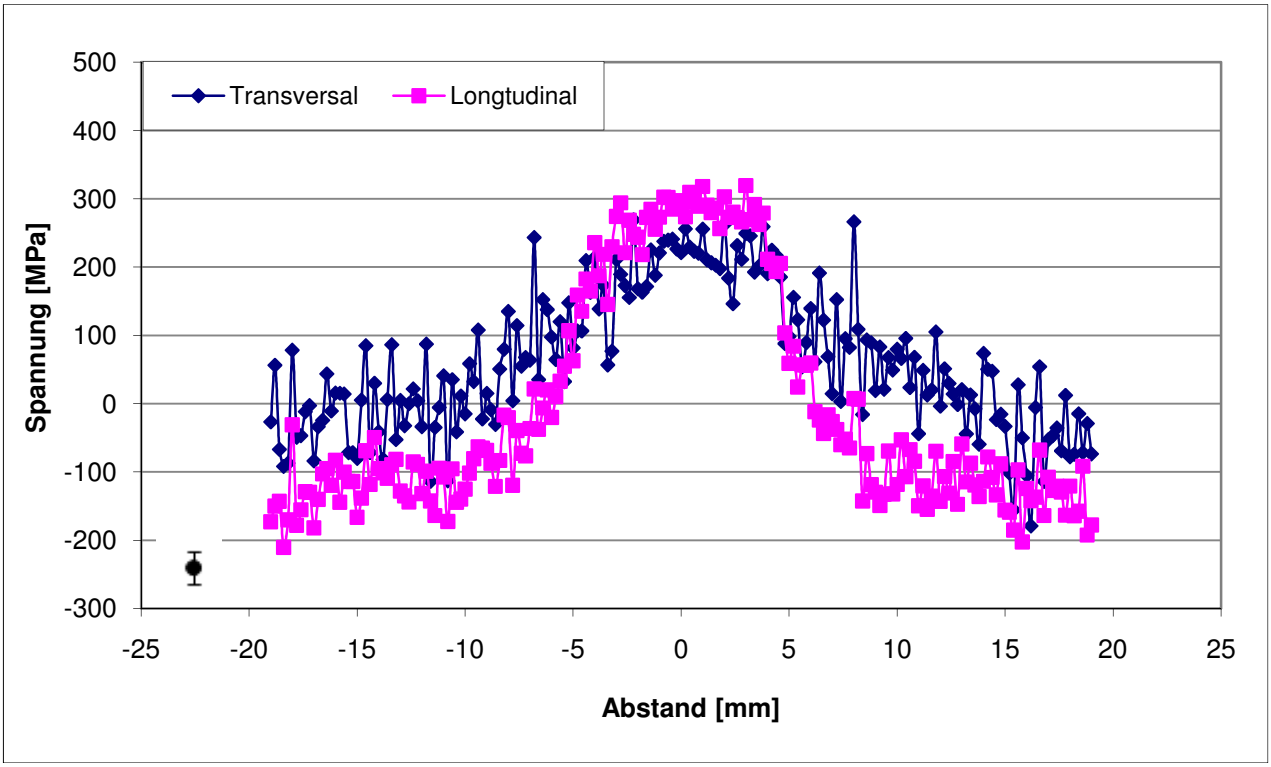


Abb. 40: Eigenspannungen im oberen Blech (top_x) auf der Scanlinie in Richtung der X-Achse

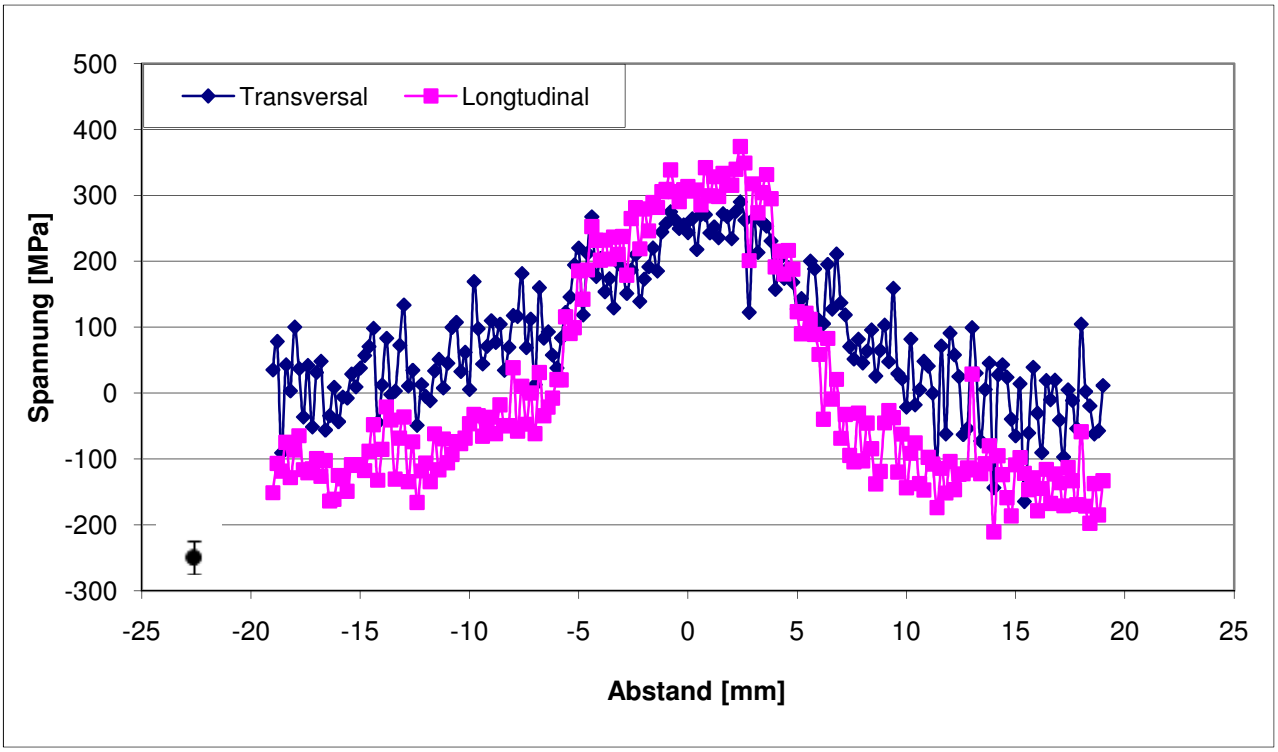


Abb. 41: Eigenspannungen zwischen dem oberen und dem unteren Blech (mid_x) auf der Scanlinie in Richtung der X-Achse

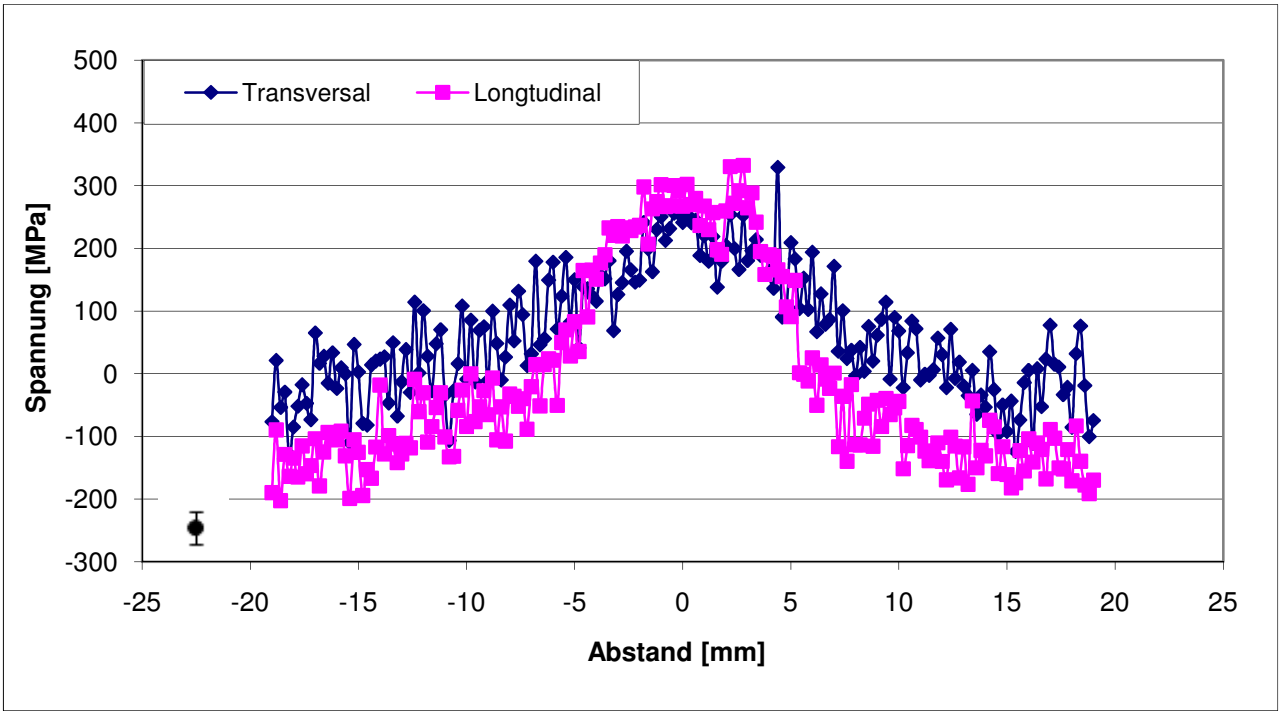


Abb. 42: Eigenspannungen im unteren Blech (bot_x) auf der Scanlinie in Richtung der X-Achse

6. Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Anwendung von konischen Blendensystemen für die tiefenaufgelöste Eigenspannungsanalyse an der neuen vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht betriebenen Hochenergie-Strahlführung HEMS an der Synchrotronstrahlungsquelle der dritten Generation PETRA III. Dazu wurde an dieser Strahlführung ein Versuchsaufbau erstellt, der Positioniereinheiten für die Probe, einen Hexapoden zur Positionierung der konischen Blende, sowie einen Flächenzähler umfasst. Der Hexapod ist ein zentrales Element des Aufbaus, da er die Rotation der konischen Blende um beliebige Achsen ermöglicht.

Die Beamline HEMS verwendet einen Undulator, der einen hochbrillanten Röntgenstrahl liefert, wie er für die Verwendung von konischen Blenden benötigt wird. Der Energiebereich, der im Hauptstrahl nutzbar ist, liegt bei ca. 50 keV bis 150 keV. Solche Energien eignen sich gut zur Untersuchung von metallischen Werkstoffen, da die verwendeten Photonen in vielen Materialien eine hohe Eindringtiefe besitzen. Die hohe Eindringtiefe ist die Grundvoraussetzung für tiefenaufgelösten Messungen.
Um die erzielte Tiefenauflösung an der HEMS Beamline zu bestimmen, wurde eine Reineisen- sowie eine Magnesium-Folie verwendet, die parallel zum Strahl durch das von der konischen Blende definierte Meßvolumen bewegt wurden. Es wurde festgestellt, dass die Tiefenauflösung bei einem Strahlquerschnitt von 25 µm bei dem Fe (110)-Reflex 0,75 mm, bei dem Mg (100)-Reflex 0,58 mm betrug.

In einer realen Anwendung wurde die konische Blende verwendet, um Eigenspannungsverteilungen tiefenaufgelöst in einer Laser-geschweißten Probe zu bestimmen. Die Verbindung war als Überlapp-Schweißnaht ausgeführt. Für die Messung wurde eine Strahlgröße von 50 µm x 50 µm verwendet, wobei die Tiefenauflösung bei 0,83 mm lag. Diese Tiefenauflösung ist für die Unterscheidung zwischen den beiden 2 mm dicken Blechen im Überlappungsbereich mehr als ausreichend. Es hat sich gezeigt, dass die in dieser Arbeit bestimmten Eigenspannungsverteilungen sehr gut mit den Ergebnissen von zuvor durchgeführten Neutronen-Untersuchungen übereinstimmen. Die Messung am Synchrotron ermöglicht aber eine wesentlich bessere Ortsauflösung als die Messung mit Neutronen. Insbesondere ist auch die Tiefenauflösung höher als bei der Neutronen-Messung, so dass zusätzliche Ergebnisse aus dem Bereich zwischen den beiden Blechen erhalten werden konnten.

Es hat sich bei den Messungen gezeigt, dass die Korngröße des untersuchten Materials bei der Verwendung eines kleinen Strahlquerschnitts zur Erreichung der gewünschten Tiefenauflösung eine große Rolle spielt. Da die Zahl der zur gebeugten Intensität beitragenden Körner mit kleiner werdendem Strahlquerschnitt abnimmt, gelangt man schnell in einen Bereich, wo die Beugungsringe nicht mehr homogen sind, sondern Bereiche ohne Intensität aufweisen. Da die Eigenspannungsanalyse die Auswertung von kleinen Sektoren erfordert, wird diese stark erschwert und man erhält verrauschte Eigenspannungskurven. Gute Ergebnisse sind nur mit feinkörnigem Material zu erzielen. Bei grobkörnigerem Material müssen Maßnahmen zur Verbesserung der Kornstatistik ergriffen werden, wie eine lineare oder rotatorische Bewegung der Probe während der Belichtung.

In dieser Arbeit wurde zum ersten Mal an der Strahlführung HEMS eine tiefenaufgelöste Eigenspannungsanalyse mittels konischer Blenden erfolgreich durchgeführt. Der entscheidende Vorteil tiefenaufgelöster Eigenspannungsanalysen mittels hochenergetischer Synchrotronstrahlung ist eine bessere Ortsauflösung und eine kürzere Meßzeit gegenüber Neutronen. Damit ist diese Technik auch für die Industriekooperation relevant.

7. Literaturverzeichnis

[1] J. Falta; T. Möller; Forschung mit Synchrotronstrahlung; Eine Einführung in die Grund lagen und Anwendung; Vieweg und Teubner; Auflage 2010

[2] S. Frömbgen; Tiefenaufgelöste Eigenspannungsanalyse mittels hochenergetischer Synchrotronstrahlung, 2010

[3] L. Spieß; G. Teichert; R. Schwarz; H. Behnken; C. Genzel; Moderne Röntgenbeugung; Röntgendiffratometrie für Materialwissenschaften, Physiker und Chemiker; 2.Auflage; Vieweg und Teubner; Auflage 2009 überarbeitet

[4] A. Peiter; C. Greiner; W. Woebcken; Eigenspannungen 1. Art; Ermittlung und Bewertung ; Michael Triltsch Verlag Düsseldorf; Aufgelegt 1996

[5] Institut für Mikrotechnik Mainz GmbH, http://www.imm-mainz.de

[6] M.T. Hutchings (Hrsg); P.J. Withers (Hrsg.); T.M. Holden (Hrsg.); T. Lorentzen (Hrsg.); Introduction to the Characterization of Residual Stresses by Neutron Diffraction. CRC Press; Taylor and Francis Group, 2004

[7] A. Pyzalla: Determination of the Residual Stress State in Components using Neutron Diffraction. J. Neutron Research 8 (2000), S.187-213

[8]P. Staron , private Kommunikation

[9] R. Martins: High energy X-ray diffraction: Depth-resolved investigation using monochromatic radiation; Autumn School2009, Lauenburg

[10] H. Hügel; U. Schumacher: Magnetisch beeinflusstes Laserschweißen; Herbert Utz Verlag GmbH 2007; München; Seite 21

[11] P. Martinson; S. Daneshpour; S. Riekehr; P. Staron: Residual stress analysis of laser spot welding of steel. Materials and Design 30 (2009), S. 3351-3359

[12] S.F. Nielsen; H.F. Wolf; M. Oehler; U. Lienert; R.A. Owen: A conical slit for three-dimensional XRD mapping. J. Synchrotron Rad. 7 (2000), S.103-109

[13] J. Betzold; J. Pucelik; S. Eisenberg: Eigenspannungen als Messgröße zur Qualitätssicherung. In: Materialwissenschaft und Werkstofftechnik 38 (2007), S. 263-273

[14] M. E. Fitzpatrick (Hrsg.); A. Lodoni (Hrsg.): Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation. Taylor and Francis, 2003

8. Danksagung

Für die gute Unterstützung in meiner Diplomarbeit möchte ich mich bei folgenden Personen herzlich bedanken.

- Bei Prof. Dr. Martin Müller, dass er mir die Möglichkeit gab, meine Diplomarbeit am Helmholtz-Zentrum Geesthacht (HZG) zu verfassen.
- Bei meinen Betreuern, Dr. Peter Staron und Dipl. Phys. Torben Fischer für ihre hilfreiche Anregung und ihre konstruktive Kritik bei der Erstellung dieser Arbeit.
- Bei den Mitarbeitern der HZG-Außenstelle am DESY für eine gute und angenehme Arbeitsumgebung und gute Zusammenarbeit.
- Beim Herrn Dr. Daneshpour für die Bereitstellung der lasergeschweißten Probe.
- Bei Prof. Dr. Hans-Dieter Reusch für die Unterstützung seitens der Fachhochschule Lübeck.

9. Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich die Arbeit selbstständig, ohne fremde Hilfe verfasst habe.
Bei der Abfassung der Arbeit sind nur die angegebenen Quellen benutzt worden. Wörtlich oder dem Sinne entnommene Stellen sind als solche gekennzeichnet.

Lübeck, den

_____

Unterschrift

Ich bin damit einverstanden, dass meine Arbeit veröffentlicht wird, ins Besondere dass die Arbeit Dritten zur Einsichtnahme vorgelegt wird oder Kopien der Arbeit zur Weitergabe an Dritte angefertigt werden.

Lübeck, den

_____

Unterschrift

A. Anhang

A.1. Messprotokoll der Fa. IMM

Kubische Blende

Schlitz	R_1 [mm]	R_2 [mm]	R_3 [mm]	R_4 [mm]
1	9,666	9,859	9,688	9,878
2	11,175	11,398	11,196	11,419
3	13,721	13,997	13,740	14,017
4	15,883	16,200	15,902	16,223
5	18,694	19,067	18,709	19,085
6	19,547	19,938	19,564	19,955
7	24,803	25,299	24,821	25,324

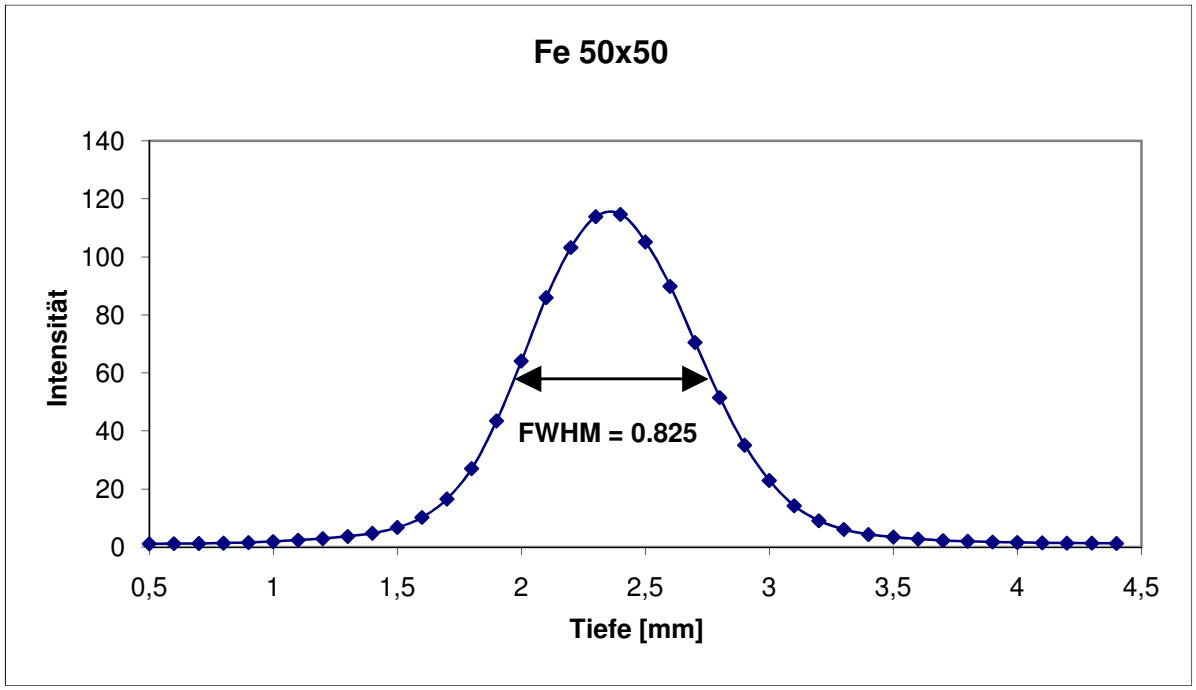
Tabelle A.1.1: Radien der konischen Blende

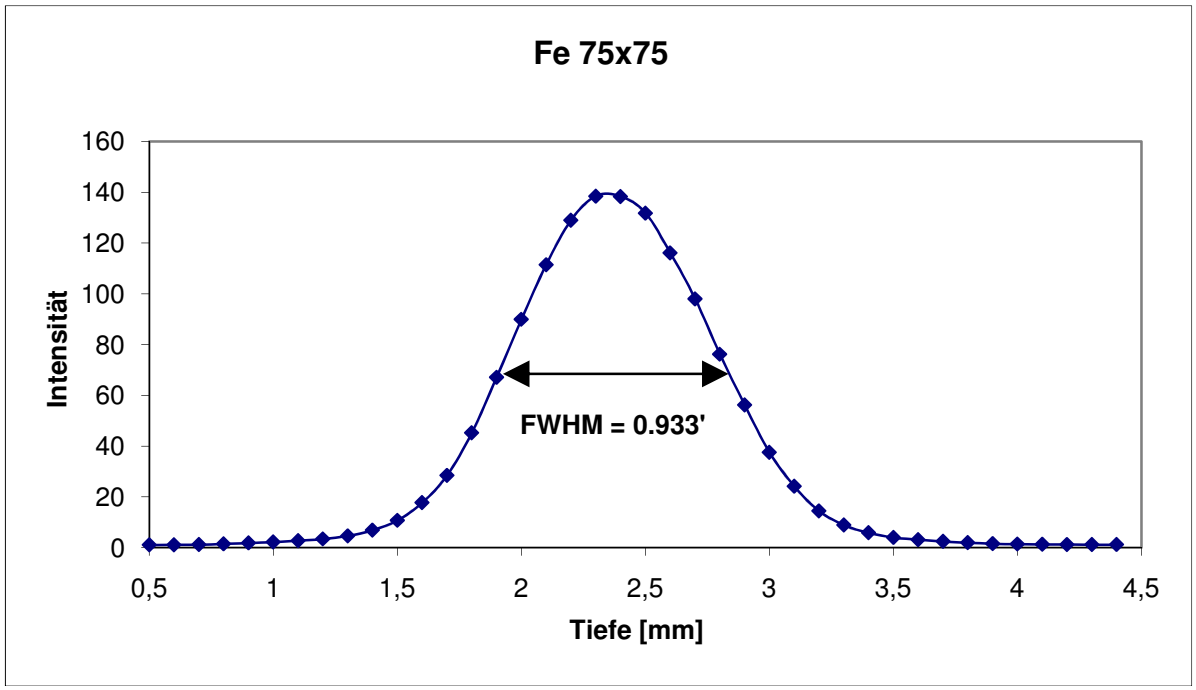
Hexagonale Blende

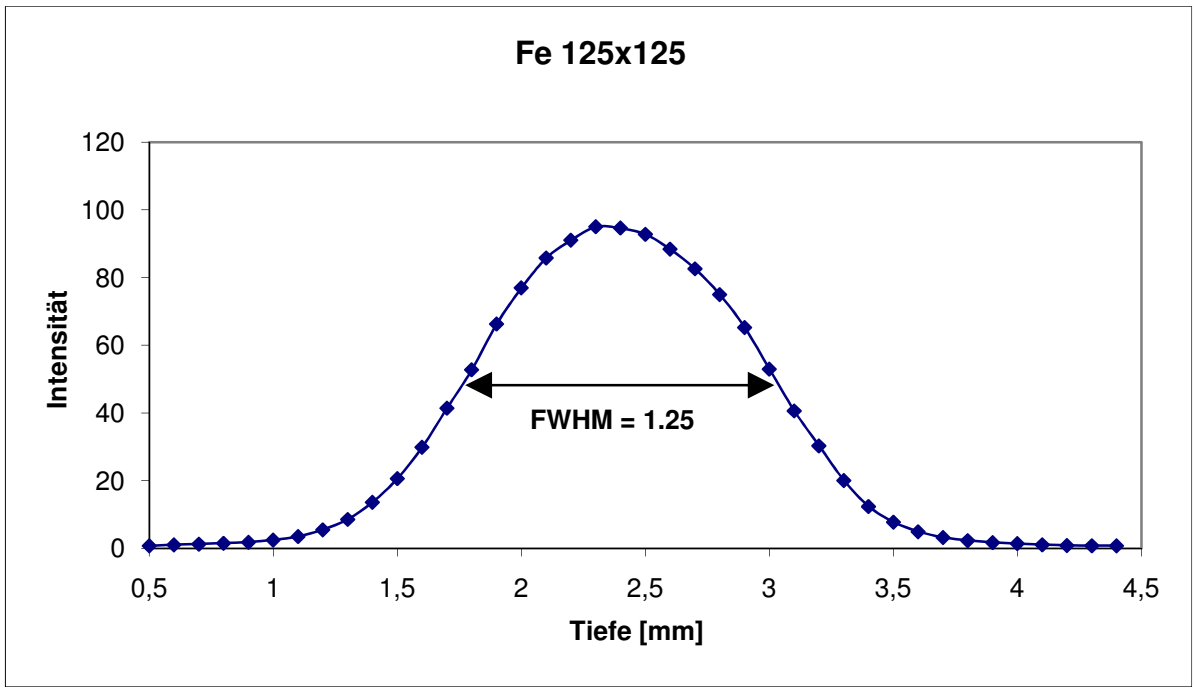
Schlitz	R_1 [mm]	R_2 [mm]	R_3 [mm]	R_4 [mm]
1	8,937	9,118	8,958	9,136
2	10,143	10,345	10,162	10,361
3	13,120	13,381	13,139	13,402
4	15,584	15,896	15,602	15,913
5	17,006	17,346	17,025	17,365
6	18,367	18,735	18,385	18,752
7	19,289	19,674	19,308	19,695

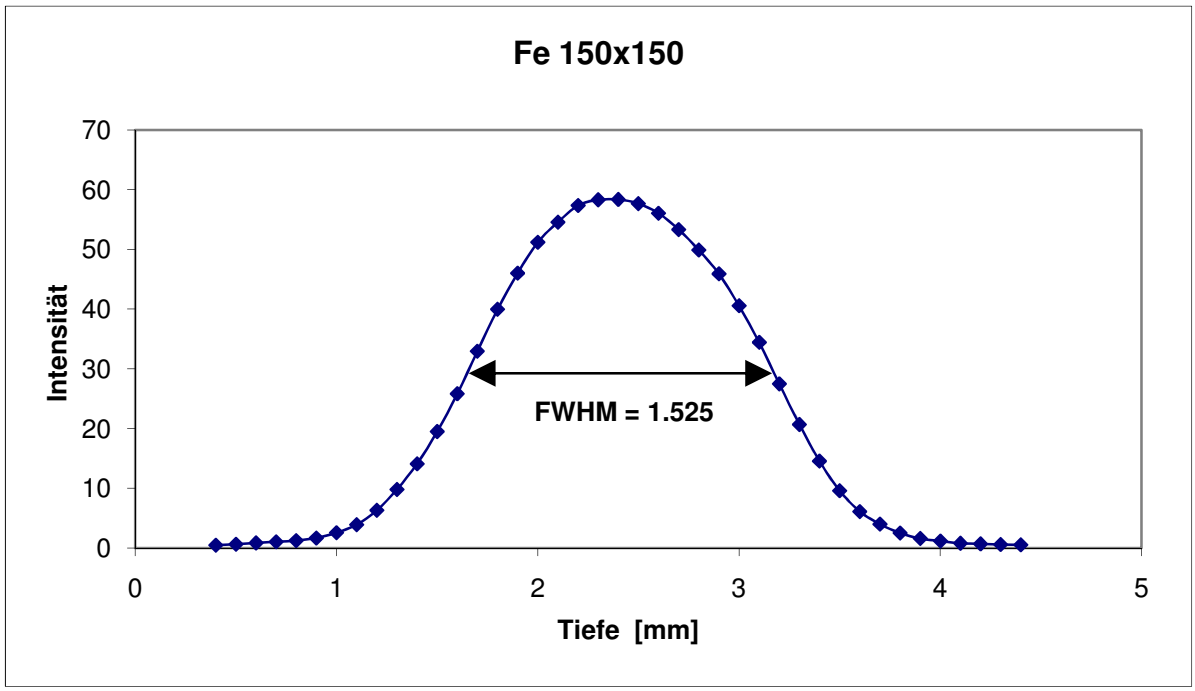
Tabelle A.1.2: Radien der konischen Blende

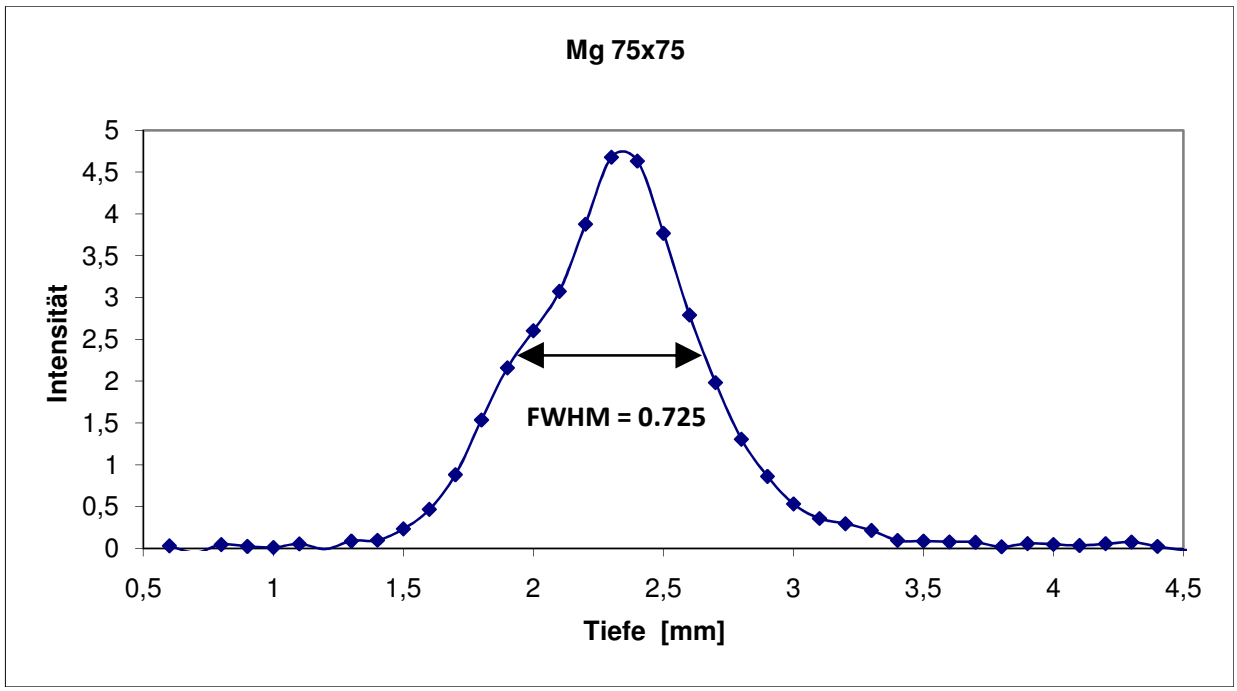
A.2. Messergebnisse der Tiefenauflösung

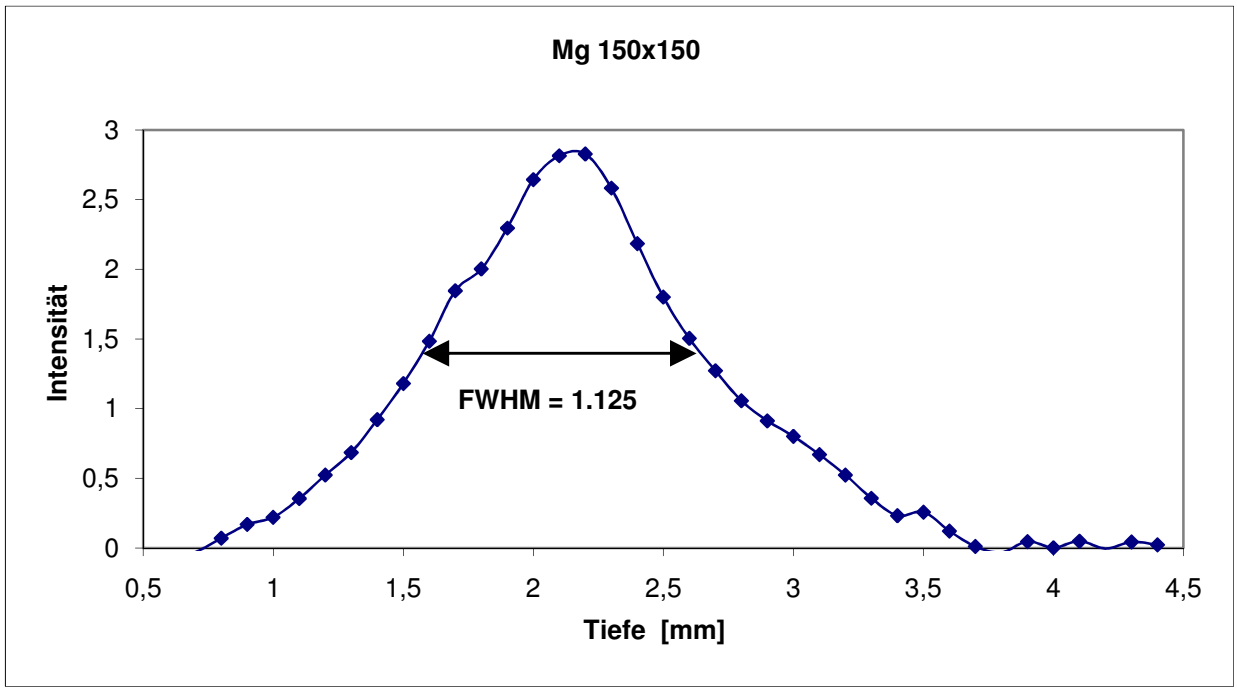





Fe 125x125
120
100
80
60
40
20
0
Intensität
FWHM = 1.25
0,5
1
1,5
2
2,5
3
3,5
4
4,5
Tiefe [mm]


Fe 150x150
70
60
50
40
30
20
10
0
Intensität
FWHM = 1.525
0
1
2
3
4
5
Tiefe [mm]


Mg 75x75
Intensität
Tiefe [mm]
FWHM = 0.725
0
0,5
1
1,5
2
2,5
3
3,5
4
4,5
5


Mg 150x150
Intensität
Tiefe [mm]
FWHM = 1.125
0
0,5
1
1,5
2
2,5
3
3,5
4
4,5

A.3. Simulation

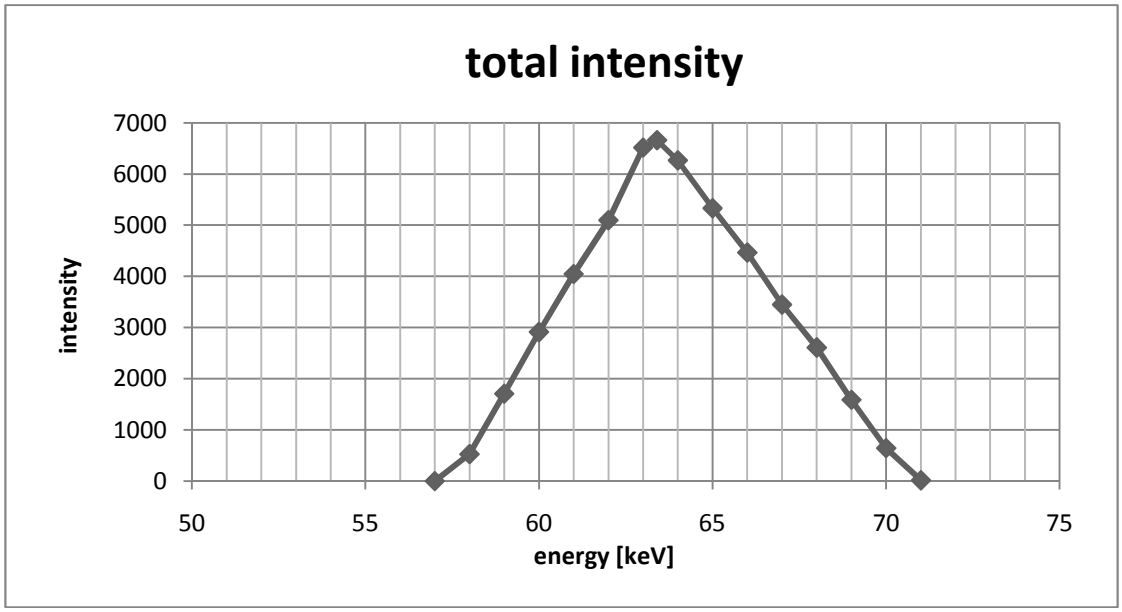


Abb. A.3.1: Abnahme der Intensität bei Änderung der Energie

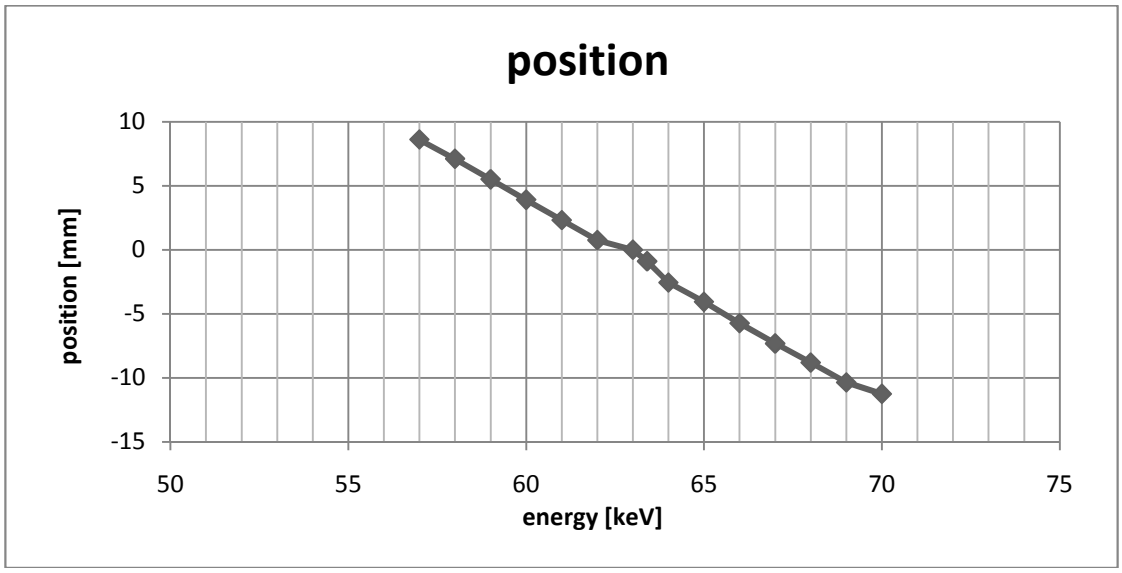


Abb. A.3.2: Veränderung der Fokusposition mit der Photonenenergie