

## Über die Genauigkeit röntgenographischer Spannungsmessungen, insbesondere mit breiten Linien

VON ULRICH WOLFSTIEG

Versuchsanstalt der Bochumer Verein für Gussstahlfabrikation AG, Bochum, Deutschland

(Eingegangen am 23. September 1957, wiedereingereicht am 30. Oktober 1957)

The measurement of stresses by X-ray methods is usually considered to gain in precision as the back-reflexion angle  $\eta = 90^\circ - \theta$  ( $\theta =$  Bragg angle) is reduced. This result is true only if the line width is effectively determined by the slit width and is therefore independent of  $\eta$ . If, however, the main cause for the observed line width is stress inhomogeneity, or if there is an appreciable instrumental uncertainty in the readings of the line position, then the error in the relative change of the interplanar distance,  $\Delta d/d$ , is independent of the back-reflexion angle and of the distance from the sample to the plane film. In this case  $\Delta d/d \sim p\beta$ , where  $p$  is a measure of the accuracy of reading the line position, and  $\beta$  a measure of the line width.

The possibility of determining stresses by means of fairly wide lines removes hitherto embarrassing restrictions on the application of the method.

### Einleitung

Das röntgenographische Spannungsmessverfahren hat seit seiner Einführung eine grosse Zahl von Anwendungen, auch rein technischer Art, erfahren. Um eine hinreichende Messgenauigkeit zu erzielen, wurden meist nur scharfe Röntgenlinien verwendet und möglichst kleine Rückstrahlwinkel  $\eta = 90^\circ - \theta$  ( $\theta =$  Braggwinkel) angestrebt, obwohl dies den Anwendungsbereich des Verfahrens einschränkt. Es ist jedoch möglich, auch ausgesprochen breite Linien genau auszuwerten, so dass z. B. Eigenspannungen an gehärteten Stahlteilen (Glocker, 1949) oder an stark plastisch verformten Werkstoffen (Wolfstieg, 1958) röntgenographisch gemessen werden können. Für breite Röntgenlinien gelten aber die üblichen Betrachtungen über die Messgenauigkeit nicht mehr, die besagen, dass die zu messenden Spannungen umso genauer bestimmbar werden, je kleiner  $\eta$  ist. Zumindest bei breiten Linien darf nämlich die mit abnehmendem  $\eta$  stark anwachsende Linienbreite und die damit verbundene Auswertungsunsicherheit nicht ausser Acht gelassen werden. Im folgenden wird eine diesen Umstand berücksichtigende Abschätzung gegeben und untersucht, unter welchen Voraussetzungen die neuen Betrachtungen darüber hinaus Geltung besitzen.

Die Überlegungen bleiben auf das Rückstrahlgebiet  $\eta < 45^\circ$  beschränkt, von dem — noch spezieller — nur der Bereich  $0 < \eta < 20^\circ$  interessiert, da die Technik der Ermittlung einer Spannungskomponente aus einer  $45^\circ$ -Aufnahme anwendbar bleiben soll. Bei der  $45^\circ$ -Einstrahlung tritt für  $\eta \geq 22,5^\circ$  der probenseitig gebeugte Strahl nicht mehr aus der Probe heraus, und wegen starker Absorption bei zu flachem Austritt kommt auch der anschliessende Winkelbereich  $20^\circ < \eta < 22,5^\circ$  praktisch nicht in Betracht.

### Bedingungen für eine geeignete Röntgenlinie

Die grundlegenden Bedingungen an eine für röntgenographische Spannungsmessungen zu verwendende Linie sind:

1. Die Linie soll bei einem solchen *Rückstrahlwinkel*  $\eta$  liegen, bei dem für einen gegebenen Fehler  $\Delta r$  in der Bestimmung der Linienlage die Unsicherheit  $\Delta d$  in der Ermittlung des Netzebenenabstandes möglichst klein wird.
2. Die Linie soll sich gut ausmessen lassen. Hierzu tragen im einzelnen bei:
  - 2.1. Die *Geschlossenheit* der Linie (d. h., die Linie soll nicht in einzelne, von den Kristalliten herührende Punkte aufgelöst sein),
  - 2.2. eine kleine *Linienbreite*,
  - 2.3. ein möglichst hohes *Verhältnis von Linienmaximum zum Untergrund*.

Bedingung 1 führt zu der schon eingangs erwähnten Forderung kleiner Rückstrahlwinkel, wie aus der bekannten Beziehung

$$\frac{\Delta d}{d} = \Delta r \frac{\operatorname{tg} \eta \cdot \cos^2 2\eta}{2A} \quad (1)$$

abzulesen ist ( $A =$  Abstand Probe-ebener Film). Wenn diese erste Bedingung für sich betrachtet wird, ergeben sich die bekannten Messfehlerberechnungen (Möller, 1951). Das Entscheidende ist, dass die angegebenen Bedingungen zum Teil miteinander gekoppelt sind. Mit anderen Worten: Der relative Fehler  $\Delta d/d$  ist eine Funktion der in den Bedingungen 1–2.3 gekennzeichneten Einflussgrössen. Diese variablen Einflussgrössen sind zum Teil voneinander abhängig. — Z. B. kann die Geschlossenheit einer Linie oft nur

durch Vergrößerung des beleuchteten Flecks erzielt werden, was meist eine Linienverbreiterung zur Folge hat (Koppelung zwischen 2.1 und 2.2). Diese Verbreiterung kann zum Teil von den geometrischen Verhältnissen herrühren, vor allem jedoch von Spannungs- oder Gitterkonstanten-Schwankungen im vergrößerten beleuchteten Gebiet.

### Die Koppelung zwischen der Forderung kleiner Rückstrahlwinkel und der Forderung scharfer Linien

Hier soll der Fehler in der Bestimmung des Netzebenenabstandes  $\Delta d/d$  unter Berücksichtigung einer weiteren Koppelung, nämlich der Koppelung zwischen der Bedingung 1 'kleine  $\eta$ ' und der Bedingung 2.2 'scharfe Linien' näher untersucht werden. Der Fehler  $\Delta d/d$  wird dabei lediglich als Funktion vom Rückstrahlwinkel  $\eta$  und der Halbwertsbreite  $B$  betrachtet und die übrigen Einflussgrößen als konstant angesehen. Um diese Funktion explizit aufzustellen, muss in Gleichung (1) noch der Fehler  $\Delta r$  in der Bestimmung der Linienlage als Funktion von  $\eta$  und  $B$  dargestellt werden.

Hierzu werde zunächst der Fall betrachtet, dass die Linienverbreiterungen überwiegend durch Gitterverzerrungen verursacht sind und die übrigen Verbreiterungen (z. B. durch die Blenden) dagegen zurücktreten. Dann ist näherungsweise die gesamte Halbwertsbreite  $B$  der Röntgenlinie gleich der Verzerrungsbreite  $b^v$ , die für ebenen Film gegeben ist durch

$$b^v = 4A\varepsilon_{\frac{1}{2}} \cdot \frac{\text{ctg } \eta}{\cos^2 2\eta}. \quad (2)$$

Hierin bedeutet  $\varepsilon_{\frac{1}{2}}$  die halbe Halbwertsbreite der Dehnungsverteilung. (Die in dieser Arbeit bei den Linienbreiten auftretenden Faktoren  $1/\cos^2 2\eta$  gelten für ebenen Film, wie er bei Spannungsmessungen gebräuchlich ist.)

Es fehlt nun noch eine Beziehung zwischen dem Auswertefehler bei der Linienlagenmessung und der Linienbreite. Eine solche Beziehung wurde wie folgt experimentell hergestellt: Eine scharfe Röntgenrückstrahllinie (geschlossene Einzellinie mit einer Halbwertsbreite von  $B = 0,24$  mm. und einem Schwärzungsverhältnis von Linienmaximum zum Untergrund = 6) wurde in verschiedenen Vergrößerungen fotografisch reproduziert, wobei darauf geachtet wurde, dass sich stets gleiche maximale Schwärzungen innerhalb des linearen Bereichs der Schwärzungskurve ergaben. Diese künstlichen Linien gleicher Form, aber verschiedener Halbwertsbreite, wurden unter einem Schnellkomparator (bestehend aus Beobachtungslupe und Glasmassstab mit 0,1 mm.-Teilung; 0,02 mm. sind zu schätzen) von drei Personen durch Aufsuchen des Schwärzungsmaximums je 20 mal vermessen und die mittleren Fehler der Einzelmessungen errechnet. Fig. 1 zeigt die gemittelten Ergebnisse, aufgetragen

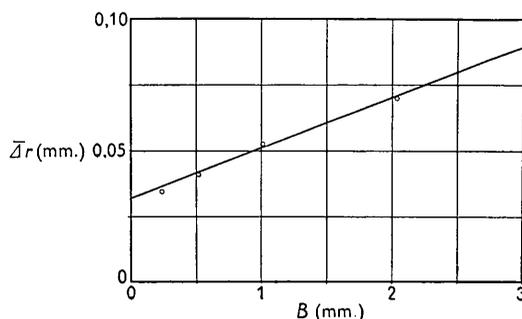


Fig. 1. Gemittelte mittlere Fehler  $\bar{\Delta r}$  von Linienlagen-Einzelmessungen in Abhängigkeit von der Halbwertsbreite  $B$  der Linie.

über den Halbwertsbreiten. Die Darstellung lehrt, dass der mittlere Fehler linear mit der Breite ansteigt. Bemerkenswert ist die Tatsache, dass die Extrapolation auf die Breite Null den positiven Abschnitt  $q$  auf der Ordinate liefert. Dieses  $q$  ist als der durch das Auswertegerät bedingte Ablesefehler zu deuten, der selbst bei einer ideal scharfen Linie auftritt. Schliesslich kommt im Steigungsmass  $p$  der Geraden nach Fig. 1 die Auswertbarkeit der Linie (s. Forderungen 2.1–2.3) zum Ausdruck. Ausserdem hängen  $q$  und  $p$  von der Geschicklichkeit der auswertenden Person ab. Bei dem gewählten günstigen Schwärzungsverhältnis steigen die mittleren Fehler verhältnismässig langsam mit der Breite an; sie können zudem durch wiederholte Messungen noch herabgesetzt werden.

Die analytische Darstellung der Ausgleichsgeraden von Fig. 1 lautet

$$\Delta r = pB + q, \quad (3)$$

mit  $p = 0,0195$  und  $q = 0,031$  mm.

Werden (2) in (3) und (3) in (1) eingesetzt, so folgt

$$\frac{\Delta d}{d} = 2p\varepsilon_{\frac{1}{2}} + q \frac{\text{tg } \eta \cdot \cos^2 2\eta}{2A}. \quad (4)$$

### Auswertung und Erörterung

Gleichung (4) besagt, dass der mittlere relative Fehler der Netzebenenabstandsbestimmung aus zwei Summanden besteht, von denen nur der zweite  $\eta$  enthält. Dieses zweite Glied aber ist zumindest bei breiten Linien von geringerer Bedeutung oder sogar zu vernachlässigen.

Bei der Auswertung mit dem erwähnten Schnellkomparator bleibt z. B. gemäss Fig. 2 im Winkelbereich  $0 < \eta < 20^\circ$

$$q \frac{\text{tg } \eta \cdot \cos^2 2\eta}{2A} < 6,4 \times 10^{-5} \quad (5)$$

( $q = 0,03$  mm.,  $A = 50$  mm.). Diesem Beitrag zum mittleren Fehler  $\Delta d/d$  entspricht eine Unsicherheit in der Ermittlung der Spannung in der Grössenordnung

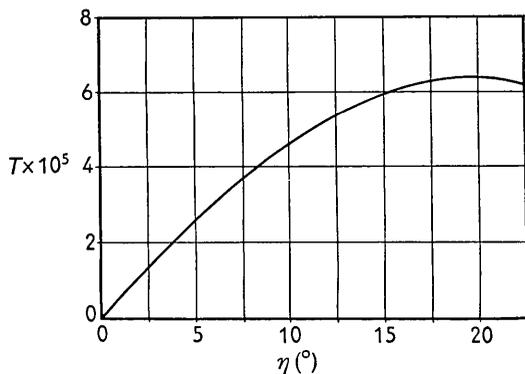


Fig. 2. Der Funktionsverlauf von  $T = q \frac{\text{tg } \eta \cdot \cos^2 2\eta}{2A}$  im Winkelbereich  $0 \leq \eta \leq 22,5^\circ$  für  $q = 0,03$  mm. und  $A = 50$  mm.

< 1 kg.mm.<sup>-2</sup>. Zum Vergleich gilt für das erste Glied in Gleichung (4) mit  $p = 0,02$

$$2p\varepsilon_{\frac{1}{2}} > 6,4 \times 10^{-5}, \quad (6)$$

wenn  $\varepsilon_{\frac{1}{2}} > 1,6\%$  ist. Dem entspricht bei  $A = 50$  mm. und  $\eta = 12^\circ$  eine Halbwertsbreite  $> 1,8$  mm.

Grundsätzlich kann jedoch die rechte Seite der Ungleichung (5) durch den Einsatz von Auswertegeräten mit kleineren Ablesefehlern um etwa zwei Größenordnungen erniedrigt werden. Z. B. ergaben Auswertungen mit einem nichtregistrierenden Fotometer (Bauart Zeiss 1942) einen  $q$ -Wert  $\approx 0,001$  mm. Es bleibt dann bemerkenswerterweise in Gleichung (4) rechts nur das erste Glied, das neben dem Zahlenfaktor lediglich die Gitterverzerrungen  $\varepsilon_{\frac{1}{2}}$ , d. h. ein Mass für die Linienbreite, und den 'Auswertungsfaktor'  $p$  enthält:

$$\Delta d/d \approx 2p\varepsilon_{\frac{1}{2}}. \quad (7)$$

Nach (7) ist somit innerhalb der besprochenen Grenzen jeder Rückstrahlwinkel gleichberechtigt.

### Verallgemeinerung der bisherigen Betrachtung

Gleichung (4) wurde im vorstehenden unter der Voraussetzung abgeleitet, dass die auftretende Linienbreite näherungsweise gleich der Verzerrungsbreite ist. Die Form der Gleichung (4) lässt aber eine allgemeinere Deutung zu.

Zunächst können in Gleichung (2) neben den Gitterverzerrungen auch alle diejenigen verbreiternden Einflüsse zusammengefasst gedacht werden, die proportional zu  $\text{ctg } \eta / \cos^2 2\eta$  gehen. Allerdings hat  $\varepsilon_1$  dann nicht mehr die oben gegebene einfache Bedeutung, und ist zweckmässig umzubenennen. Die mit  $\text{ctg } \eta / \cos^2 2\eta$  proportionalen Verbreiterungen stammen ausser von den Gitterverzerrungen von der natürlichen Linienbreite, der Dublettverbreiterung, falls mit  $K\alpha$ -Strahlung gearbeitet wird und das Dublett nicht getrennt erscheint, sowie von gewissen Fokussierungsfehlern.

Liefert die Teilchengrösse den überwiegend verbreiternden Beitrag,

$$b^r = \frac{A \cdot \lambda}{A \sin \eta \cdot \cos^2 2\eta} \quad (8)$$

( $\lambda$  Röntgenwellenlänge,  $A$  ein lineares Teilchengrössenmass), so folgt aus (1) und (3) anstelle von (4):

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{p\lambda}{2A \cos \eta} + q \frac{\text{tg } \eta \cdot \cos^2 2\eta}{2A}. \quad (9)$$

Hierin ist das erste Glied rechts

$$\frac{p\lambda}{2A \cos \eta} > 6,4 \times 10^{-5} \quad (10)$$

mit  $p = 0,02$  und  $\lambda = 2,285 \times 10^{-7}$  mm., wenn  $A < 3,6 \times 10^{-5}$  mm. ist. Wie im Zahlenbeispiel für den Fall der Verzerrungsverbreiterung entspricht dies einer Halbwertsbreite  $> 1,8$  mm., bezogen auf  $\eta = 12^\circ$  und  $A = 50$  mm.

Das erste Glied rechts in der Gleichung (9) unterscheidet sich von dem der Gleichung (4) vor allem durch den Faktor  $1/\cos \eta$ , was aber im Winkelbereich  $0 < \eta < 20^\circ$  höchstens 6% Änderung ausmacht. Noch kleiner wird diese Änderung, wenn die Teilchenverbreiterung mit den im vorigen Abschnitt aufgezählten Verbreiterungen zusammen auftritt, so dass die bisherigen Feststellungen in guter Näherung auch auf Teilchenverbreiterungen zutreffen.

### Der Blendeneinfluss

Die bisher besprochenen Einflüsse bewirken sämtlich eine mit abnehmendem Winkel  $\eta$  stark zunehmende Linienbreite. Ausserhalb dieser Gruppe von Verbreiterungen fällt im wesentlichen nur die Blendenverbreiterung, für die in den meisten Fällen geschrieben werden kann

$$b^{(\text{Blende})} = b_0 / \cos^2 2\eta. \quad (11)$$

Hier ist im Fall einer Spaltblende  $b_0$  unmittelbar gleich der Blendenbreite, für eine Rundblende ist  $b_0$  gleich dem Durchmesser mal  $\frac{1}{2}\sqrt{3}$ . Aus Gleichung (11) ergibt sich, zusammen mit (1) und (3),

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\text{tg } \eta}{2A} (pb_0 + q \cos^2 2\eta). \quad (12)$$

Wird wieder der Ablesefehler als hinreichend klein angesehen, so geht jetzt der relative Fehler in der Bestimmung des Netzebenenabstands mit  $\text{tg } \eta$ . Wenn also die Blendenbreite allein massgebend ist, dann gelten die bekannten Messfehlerberechnungen, jedoch für zylindrischen und ebenen Film unverändert, wobei dem Fehler  $\Delta r$  in der Bestimmung der Linienlage näherungsweise der Ausdruck  $p \cdot b_0$  entspricht.

Die zuerst besprochene Gruppe von Verbreiterungen, wie z. B. die Verzerrungs- und Teilchenverbreiterung, ist im allgemeinen durch das gestellte Problem fest vorgegeben. Dagegen ist die Blenden-

breite einstellbar, so dass durch Wahl hinreichend schmaler Blenden die Gültigkeit von Gleichung (7) oder (4) in jedem speziellen Falle erzwungen werden kann.

### Abschliessende Bemerkungen

Die bis hier wiedergegebenen Überlegungen berücksichtigen nur die Fehler in der Bestimmung der Linienlage für eine Einzellinie. Bei der praktischen Durchführung einer Spannungsmessung treten neben systematischen Fehlern z. B. noch die Fehler beim Ausmessen von Eichstofflinien oder sonstigen Bezugsmarken auf dem Film hinzu. Diese sind mit den angegebenen Gleichungen unter Beachtung der Fehlerfortpflanzungsregeln ebenfalls zu erfassen, wobei hier besonders deutlich wird, dass die Anwendung von verbesserten Auswertgeräten mit kleineren Ablesefehlern bereits die Messgenauigkeit erheblich zu steigern gestattet. Bei den gebräuchlichen einfachen Auswertgeräten geht nämlich die Unsicherheit in der Bestimmung der Linienlage scharfer Eichstoffreflexe in der Hauptsache auf Ablesefehler zurück (vergl. Fig. 1).

Es ist noch auf eine besondere Eigenschaft von Gleichung (7) hinzuweisen: Ihr zufolge ist  $\Delta d/d$  unabhängig vom Abstand  $A$  von Probe zum Film. Ohne Änderung der Messgenauigkeit kann daher  $A$  so lange verkleinert werden, bis der Blendeneinfluss merklich wird oder bis das 2. Glied in Gleichung (4) das 1. erreicht. Dies ist von grossem praktischem Interesse, weil hierdurch die Belichtungszeiten stark gesenkt werden können. Eine weitere Grenze für die Verringerung des Abstandes ist gegeben, sobald wegen der Verkleinerung des beleuchteten Flecks auf dem Rückstrahlring Einzelreflexe auftreten.

### Ein Zahlenbeispiel

Für eine Linie mit dem gleichen Schwärzungsverhältnis wie bei den Messungen zu Fig. 1 und einer Halbwertsbreite von 2,78 mm. sowie  $\eta = 16,6^\circ$  und  $A = 50$  mm. ergibt Gleichung (4) bei Verwendung des oben benutzten Schnellkomparators

$$\Delta d/d = (1,65 + 0,62) \times 10^{-4}.$$

Hinzu kommt der Beitrag von der Vermessung der Bezugsmarke

$$(\Delta d/d)' = 0,62 \times 10^{-4}.$$

Wenn es sich um  $45^\circ$ -Aufnahmen handelt gilt demnach für die Differenzbildung der Ergebnisse beider Filmhälften nach der Fehlerfortpflanzungsregel insgesamt

$$(\Delta d/d)_{45^\circ-16,6^\circ} - (\Delta d/d)_{45^\circ+16,6^\circ} = 3,3 \times 10^{-4},$$

was sich noch durch 6-maliges Ausmessen der Linien und Mittelbildung auf  $1,3 \times 10^{-4}$  erniedrigt. Dies entspricht einer Spannung von der Grössenordnung  $1 \text{ kg.mm.}^{-2}$ .

Zum Vergleich wurden aus 28 derartigen Messungen mit der gleichen Linie bei verschiedenen mechanischen Spannungen innerhalb des elastischen Bereiches die Abweichungen von der elastischen Geraden ermittelt. Unter der 'elastischen Geraden' ist hier eine Auftragung der röntgenographisch gemessenen Spannungen über den mechanisch (mit Dehnungsmessstreifen) gemessenen zu verstehen. Die Abweichungen erlauben die Berechnung des mittleren Fehlers der röntgenographischen Spannungsmessungen und ergaben  $\Delta\sigma = 1,6 \text{ kg.mm.}^{-2}$  (Näheres Wolfstieg, 1958), in Übereinstimmung mit dem oben gefundenen Wert.

### Zusammenfassung

Eine Steigerung der Genauigkeit der Netzebenenabstandsmessung aus Röntgenrückstrahlreflexen mit abnehmendem Winkel  $\eta$  trifft nur für Linien zu, deren Breite bei zylindrischem Film unabhängig von  $\eta$  ist. Tritt jedoch der Blendeneinfluss zurück, der eine solche von  $\eta$  unabhängige Breite liefert, und wird ein Auswertgerät mit einem kleinen Ablesefehler benutzt, so hängt innerhalb der angegebenen Grenzen die Messgenauigkeit nicht vom Rückstrahlwinkel und auch nicht vom Abstand Probe-Film ab.

Damit ist für praktische Spannungsmessungen eine grössere Auswahl bezüglich ihrer Winkellage gleichberechtigter Rückstrahlreflexe gegeben. Wird ausserdem die Möglichkeit der Verringerung des Abstandes Probe-Film ausgenutzt, so werden die notwendigen Belichtungszeiten erheblich gesenkt und dadurch z. B. Spannungsmessungen mit kurzwelliger Strahlung, wie etwa  $\text{Mo K}\alpha$ -Strahlung, technisch durchführbar. Ferner ergeben die mitgeteilten Messungen, dass die Unsicherheit in der Bestimmung der Linienlage bei Linien mit günstigem Schwärzungsverhältnis von Linienmaximum zum Untergrund nur langsam mit der Breite ansteigt, und sich also auch noch sehr breite Linien für röntgenographische Spannungsmessungen eignen können.

Insgesamt sind hiermit einige bisher oft hinderliche Beschränkungen in der Anwendung der röntgenographischen Spannungsmessung überwunden.

### Literatur

- GLOCKER, R. (1949). *Materialprüfung mit Röntgenstrahlen*, 3. Auflage, S. 335-7. Berlin: Springer.  
MÖLLER, H. (1951). *Arch. Eisenhüttenw.* **22**, 137.  
WOLFSTIEG, U. (1958). *Arch. Eisenhüttenw.* Demnächst.